



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

VALORIZACION DE METODOS DE ANALISIS
QUIMICO PARA LA CARACTERIZACION DE
SUELOS DE ORIGEN VOLCANICO Y CALCIMORFICO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA

P R E S E N T A :

MARIA LETICIA (ARIAS HERNANDEZ



MEXICO, D. F.

1996

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

10
2y



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Presidente: M. en C. Alfredo Echegaray Alemán
Vocal: M. en C. Sergio Palacios Mayorga
Secretario: M. en C. Rosa María Ramírez Gama
1er. Supiente: M. en C. María Guadalupe Tsuzuki Reyes
2do. Supiente: Q. F. B. Adriana Guadalupe Mejía Chávez

Sitio donde se desarrolla el Tema:

Instituto de Geología
Departamento de Edafología y Geoquímica

Asesor del Tema


M. en C. Sergio Palacios Mayorga

Supervisor Técnico


M. en C. Jorge E. Gama C.

Sustentante


María Leticia Arias Herrández

AGRADECIMIENTOS

Hago patente mi más profundo agradecimiento:

A la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Al M. en C. Ing. Q. Jaime Medina Oropeza, por sus orientaciones en mi vida académica en la Facultad de Química.

A todo el personal académico y administrativo del Instituto de Geología de la U.N.A.M. especialmente: al Dr. Dante J. Morán Zenteno, Director del Instituto, al Ing. Rodolfo del Arenal Capetillo, Secretario Académico y al Lic. Jorge Ochoa Moreno, Secretario Administrativo.

Al personal del departamento de Edafología, en particular, a los M. en C. Jorge E. Gama Castro y Sergio Palacios Mayorga por su invaluable asesoría, y a los M. en C. Ernestina Vallejo Gómez, Elizabeth Solleiro Rebolledo, Eduardo Celada Tornel, Lourdes Flores Delgadillo y a los Biólogos Arelia González Velázquez y Daniel Hernández Santiago.

Al Ing. Q. Anastasio Lozano Cobo, del Departamento de Geoquímica, por su valiosa ayuda.

A los doctores Victor M. Malpica Cruz, Reynaldo Mota Palomino y al Ing. Julián Núñez Benítez, del Departamento de Geología Regional, por sus inapreciables orientaciones.

Al Ing. Agustín Rodríguez Fuentes Secretario General del STUNAM por su apoyo.

A los compañeros: Sra. Blanca Griselda Ruiz y Guerrero, Sra. Nora Ahuatzin Zarraga, Srita. Gabriela Pantoja Irys, Srita. Carmén Galindo Velasco, Sr. Pedro Avilés Jaimes, Sr. Rubén Zamora Rojas, Sr. Enrique Gutiérrez Navarrete, Sr. Javier Osorio Betancourt y el Sr. Gregorio Chavez Cruz, por su ayuda desinteresada, sin la cual no hubiera sido posible la culminación de este trabajo.

Finalmente, a todas aquellas personas que de alguna manera contribuyeron para llevar a cabo este proyecto.

A los miembros del H Jurado:

M. en C. Alfredo Echegaray Alemán

M. en C. Sergio Palacios Mayorga

M. en C. Rosa María Ramírez Gama

M. en C. María Guadalupe Tsuzuki Reyes

Q. F. B. Adriana Guadalupe Mejía Chávez

Dedico este trabajo de tesis:

A mi Madre Sra. Rosario Hernández Castellanos

A mis Hermanos: Dr. Fernando Arias Hernández

Dr. Alvaro de Jesús Arias Hernández.

A mis Hijos Patrick y Emmanuel.

A mis maestros.

CONTENIDO

I. INTRODUCCION.	
I.1. El Problema.	3
I.2. Objetivos.	13
II. SELECCION DEL AREA DE ESTUDIO.	13
II.1. MEDIO FISICO Y GEOGRAFICO.	14
II.1.1. Localización.	14
II.1.2. Hidrografia.	14
II.1.3. Clima.	15
II.1.4. Orografia.	15
II.1.5. Clasificación y Uso del Suelo.	15
II.1.6. Flora y Fauna.	16
II.1.7. Población.	17
III. MARCO HISTORICO.	19
III.1. EL HIERRO.	19
III.2. EL ALUMINIO.	20
IV. MARCO TEORICO.	22
IV.1. DIAGNOSIS DE LOS ELEMENTOS HIERRO Y ALUMINIO.	23
IV.1.1. Geodinámica del Elemento Hierro.	23
IV.1.2. Geodinámica del Elemento Aluminio.	25
IV.2. EL HIERRO Y EL ALUMINIO EN LOS SUELOS.	26
IV.2.1. El Hierro en los Suelos.	30
IV.2.1.1. <u>Formas del hierro en el suelo.</u>	30
A. Hierro soluble y de intercambio.	30
B. Forma complejada pseudosoluble.	31
C. Forma férrica ligada al complejo húmico-arcilloso.	34

D. Oxidos férricos precipitados al estado amorfo o cristalino.	35
IV.2.2. El Aluminio en los Suelos.	36
IV.2.2.1. <u>Formas del aluminio en el suelo.</u>	37
A. Forma adsorbida, de cambio o no cambiabile.	37
B. Forma "fijada" o cristalina.	38
C. Formas seudosolubles e insolubles.	38
IV.2.3. El Hierro y el Aluminio en la Fracción Arcillosa.	40
IV.2.4. Determinación del Hierro y del Aluminio en la Composición Fraccionada del Suelo.	42
A. Hierro silícico.	42
B. Hierro no silícico.	42
C. Hierro no silícico, su extracción y determinación en forma móvil.	43
D. Hierro no silícico en forma intercambiable.	43
E. Hierro no silícico en forma amorfa.	44
F. Hierro no silícico en forma soluble.	44
IV.2.5. Métodos Comunmente Utilizados para la Determinación y Cuantificación del Hierro.	44
A. Método Gravimétrico.	44
B. Método Volumétrico.	44
C. Método Colorimétrico.	45
D. Determinaciones Espectrofotométricas.	45
IV.2.6. Métodos Comunmente Utilizados para la Determinación y Cuantificación del Aluminio.	46
A. Método Colorimétrico.	46
B. Método Espectrofotométrico.	46
IV.2.7. Recuperación del Hierro.	47

IV.2.8. Recuperación del Aluminio.	47
V. METODOLOGIA.	50
V.1. TECNICAS UTILIZADAS.	50
V.2. PROGRAMACION DE ETAPAS DE TRABAJO.	50
A. Trabajo de Gabinete.	50
B. Trabajo de Campo.	50
C. Trabajo de Laboratorio.	51
D. Análisis Estadístico de los Resultados.	51
V.3. DESARROLLO DE LAS TECNICAS EMPLEADAS.	51
A. HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES POR EL METODO DE LA DITIONITA-CITRATO.	51
A.1 PREPARACION DE REACTIVOS.	52
A.2 PREPARACION DE ESTANDARES.	52
A.3 ESTANDARES DE TRABAJO.	52
A.4 PROCEDIMIENTO.	52
A.5 CALCULO DE RESULTADOS.	53
B. HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES CON PIROFOSFATO.	54
B.1 PREPARACION DE REACTIVOS.	54
B.2 PREPARACION DE ESTANDARES.	55
B.3 PROCEDIMIENTO.	56
B.4 CALCULO DE RESULTADOS.	56
C. VALORACION DEL HIERRO Y ALUMINIO LIBRES A TRAVES DEL REACTIVO DE NANCY.	56
C.1 EXTRACCION.	57
C.2 VALORACIONES.	57
C.3 PROCEDIMIENTO A.	59
C.4 PROCEDIMIENTO B.	59
C.4.1 Colorimetría.	60

C.4.2 Reactivos.	60
C.4.3 Procedimiento.	62
C.5 VALORACION DEL HIERRO FERROSO TOTAL.	63
C.5.1 Extracción.	63
C.5.2 Valoración Colorimétrica con Ortofenantrolina.	63
C.5.3 Observaciones.	63
D. EXTRACCION Y DETERMINACION DE AMORFOS DE HIERRO Y ALUMINIO EN EL SUELO CON BASE EN EL METODO DE P. SEGALEN.	64
D.1 MATERIAL EMPLEADO.	64
D.2 REACTIVOS.	64
D.3 PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION Y DETERMINACION DE HIERRO AMORFO.	64
D.4 DETERMINACION DE HIERRO TOTAL, HIERRO FERROSO E HIERRO FERRICO.	65
D.4.1 Reactivos Utilizados para Determinar Hierro Total y Ferroso.	65
D.4.2 Procedimiento para Determinar Hierro Total y Férrico.	65
D.4.3 Procedimiento empleado para Determinar Hierro Férrico.	66
A. Extracción de Hierro Férrico.	66
B. Reactivos Utilizados.	67
C. Procedimiento Empleado.	67
D. Extracción del Hierro Ferroso (Fe ²⁺).	67
D.5 DETERMINACION DEL ALUMINIO TOTAL POR DIFERENCIA CON LOS SESQUIOXIDOS TOTALES.	68

	v
VI. RESULTADOS Y DISCUSION.	72
VI.1. VALORIZACION DEL HIERRO EN LOS HORIZONTES.	72
VI.2. VALORIZACION DEL ALUMINIO EN LOS HORIZONTES.	75
VI.3. INTERPRETACION DE LOS DATOS ESTADISTICOS.	77
VI.3.1. Determinación de Hierro.	77
VI.3.2. Determinación de Aluminio.	80
VI.4. COMENTARIOS GENERALES SOBRE LAS TECNICAS EMPLEADAS.	83
VII. CONCLUSIONES.	89
VIII. BIBLIOGRAFIA.	92
ANEXOS.	
ANEXO I. RESUMEN CONCEPTUAL SOBRE LAS METODOLOGIAS Y TECNICAS EMPLEADAS PARA LA EXTRACCION Y DETERMINACION DE HIERRO Y ALUMINIO.	103
ANEXO II.	123
A. Determinación de Hierro y Aluminio extraíbles.	
B. Propiedades Físicas y Químicas de los Suelos.	
ANEXO III. ANALISIS ESTADISTICO.	131

CONTENIDO DE TABLAS Y FIGURAS

- TABLA 1A. TECNICAS PARA LA DETERMINACION DEL ALUMINIO, EN DIFERENTES FORMAS.
- 1B. TECNICAS PARA LA DETERMINACION DEL HIERRO, EN DIFERENTES FORMAS.
- TABLA 2. PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS.
- TABLA 3. PRINCIPALES MINERALES DE ALUMINIO Y HIERRO. MINERALES DE ALUMINIO.
- TABLA 4. EL EFECTO DEL pH SOBRE ALGUNAS REACCIONES DEL SUELO. (Corey, 1964).
- TABLA 5. EVALUACION DEL NIVEL DE CONFIABILIDAD ESTADISTICA DE LOS METODOS PARA HIERRO EXTRAIBLE.
- TABLA 6. EVALUACION DEL NIVEL DE CONFIABILIDAD ESTADISTICA DE LOS METODOS PARA ALUMINIO EXTRAIBLE.
- TABLA 7. PERFIL 5. ARENOSOL CON PROPIEDADES FERRALICAS DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES.
- TABLA 8. PERFIL 1. LUVISOL FERRICO CON PROPIEDADES OXIDICAS. DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES.
- TABLA 9. PERFIL 2. ANDOSOL HUMICO. DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES.
- TABLA 10. PERFIL 3. LUVISOL CROMICO CON PROPIEDADES VERTICAS. DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES.
- TABLA 11. PERFIL 4. CAMBISOL CROMICO CON PROPIEDADES

FERRICAS. DETERMINACION DEL HIERRO Y
ALUMINIO EXTRAIBLES.

TABLA 12. CARACTERIZACION DEL MATERIAL AMORFO EN SUELOS.

TABLA 13. PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DE LOS SUELOS.

FIGURA 1. LOCALIZACION DEL AREA DE ESTUDIO.

RESUMEN

Con el propósito de contribuir al conocimiento del comportamiento del aluminio y hierro libres, en algunos suelos de origen volcánico y calcimórfico de México, se realizó la valoración de las técnicas reconocidas por los organismos internacionales (Soil Conservation Service, U.S.; Department of Agriculture, U.S.; FAO y UNESCO). Los suelos colectados, corresponden a cinco perfiles ubicados en el Municipio de Villaflores, Edo. de Chiapas.

Los análisis físicos y químicos de los suelos permitieron su clasificación en: Luvisol férrico con propiedades oxidicas; Ansodol húmico; Luvisol crómico con propiedades vérticas; Cambisol crómico con propiedades férricas y Arenosol con propiedades ferrálicas. Desde un punto de vista tipogenético las características edáficas que más afectaron la confiabilidad estadística de los métodos empleados fueron: (1) porcentaje de materia orgánica; (2) porcentaje y naturaleza de las arcillas; (3) contenido de hierro y aluminio extraíbles presentes en el suelo; (4) contenido de amorfo; y (5) tipo y naturaleza de la horizontalización de las unidades edáficas.

Los cuatro métodos empleados fueron: método de Ditionito Citrato, método por la extracción con Pirofosfato, método Reactivo Combinado de Nancy y el cuarto método de P. Segalen. De lo cual se concluye que para los suelos del trópico Mexicano el método Reactivo Combinado de Nancy es, estadísticamente, el más confiable para la determinación de hierro y aluminio extraíbles. En segundo lugar, se encuentra el método de Pirofosfato el cual

resultó confiable para la determinación de ambos elementos.

En orden decreciente, el método de Ditionito Citrato resultó ser moderadamente confiable para la determinación de hierro extraíble, y muy confiable para la determinación de aluminio extraíble. Por último, el método de P. Segalen resultó ser, estadísticamente, el menos confiable para ambas determinaciones.

I. INTRODUCCION.

I. 1. El Problema.

Diferentes investigadores como Aubert y Segalen (1966); Aguilera (1956); Breson (1974); Duchaufour (1984); Hoore (1955); Lelong (1972); Pedro (1964) y Wambecke (1991), entre otros, han puesto de manifiesto el papel esencial del aluminio y del hierro en la edafogénesis; particularmente en el caso de los suelos tropicales y subtropicales.

El aluminio, como un elemento anfótero, actúa como catión Al^{+++} , en medio ácido, y como anión $Al(OH)_4^-$ en medio alcalino. Además, forma iones complejos, hidrolizados y da propiedades ácidas, ya que libera iones H^+ .

El $Al(OH)_3$ precipita en forma de gel coloidal y se polimeriza rápidamente. Esta forma insoluble puede organizarse en cristales y dar la gibsita (Besoin, 1985) muy frecuente en algunos suelos tropicales de México (Gama, 1992).

Por otra parte, el hierro tiene una importancia casi tan grande como el calcio (Duchaufour, 1984), ya que su estado químico en el suelo es el que informa mejor sobre los niveles de alteración y evolución de este recurso. Por ejemplo: el grado de hidratación de los óxidos de hierro, del cual depende el color rojo o amarillo de los suelos, suministra, entre otras cosas, información sobre el microclima del mismo; así como el estado reducido de las sales de hierro, que dan un color gris verdoso indica, entre otras cosas, insuficiencia de aireación, drenaje y oxigenación.

El hierro, además, interviene en la estructura de los suelos, reforzando su resistencia y estabilidad a la erosión, aún en medios muy ácidos, a condición de que la aireación sea suficiente y que el hierro se halle en estado férrico.

En México, los suelos de origen volcánico, así como los suelos del trópico y subtrópico, los cuales ocupan extensiones territoriales considerables (> 400,000 Km²) de gran importancia económica, muestran una dinámica evolutiva y una aptitud de uso que tienen como común denominador estrechas relaciones con ambos elementos.

En este país existen, al menos, tres ordenes de suelos cuya posición taxonómica, uso, manejo y conservación dependen de la determinación de estos elementos. A modo de ejemplo, la determinación del hierro, en sus diferentes estadios químicos, es necesaria para diagnosticar los siguientes ordenes de suelos: Alfisoles, Ultisoles y Oxisoles, en tanto que la determinación del aluminio es muy importante para caracterizar a los Alfisoles, Oxisoles, Ultisoles, algunos Inceptisoles, y Andisoles.

Desafortunadamente, la determinación química cuantitativa de estos elementos, en las diferentes formas en que se presentan en los suelos, además de ser laboriosa y, en ocasiones, costosa, muestra diferentes niveles de incertidumbre en los resultados obtenidos, ya que las técnicas comúnmente utilizadas para determinarla son muy diversas. Por ejemplo, la Escuela de suelos Europea emplea técnicas de análisis diferentes a las utilizadas por la Escuela Americana o la Escuela Asiática.

Consecuentemente, resulta muy difícil y, en ocasiones, imposible, establecer correlaciones entre las diferentes investigaciones, lo que origina un retraso significativo en el avance de la Ciencia del Suelo.

De acuerdo con la revisión bibliográfica efectuada sobre las metodologías, los análisis de suelos más comunes e importantes para hierro y aluminio que se realizan en México, son:

- A. HIERRO: (a) Hierro residual extraíble y hierro de cristalización; (b) hierro débilmente cristalizado; (c) hierro medianamente cristalizado; (d) hierro fuertemente cristalizado; (e) hierro libre; (f) hierro ferroso; (g) hierro amorfo; (h) hierro de intercambio; (i) hierro total.
- B. ALUMINIO: (a) Aluminio amorfo; (b) aluminio activo o intercambiable; (c) aluminio extraíble; (d) aluminio total.

En la tabla 1A y 1B se presenta un resumen de las técnicas empleadas para estos tipos de análisis.

De estas técnicas, las más empleadas en los laboratorios de suelos son las que permiten determinar hierro y aluminio extraíbles y totales, como:

1. Ditionita Citrato - Bicarbonato (Mehra y Jackson, 1960).
Esta técnica permite determinar Fe extraíble y Fe de cristalización.
2. Pirofosfato de Sodio (Bascom, 1968).
Esta técnica sirve para la extracción de Fe fuertemente cristalizado, hierro libre y hierro extraíble.
3. Valoración de hierro y alúmina, "libres" (reactivo combinado)

TABLA 1A. TÉCNICAS PARA LA DETERMINACIÓN DEL ALUMINIO, EN DIFERENTES FORMAS

TÉCNICA Y AUTOR	Aluminio Amorfo	Aluminio activo o Intercambiable	Aluminio Extractable	Aluminio Total
Extracción de Aluminio Amorfo Segalen (1968).	X			X
Método Modifi- cado por Blake- more y colabo- radores (1977).		X		
Vía Húmeda.				X
Método del Alu- minón o por el Método de Erio- cromo R-Cianina.			X	

TABLA 1B. TÉCNICAS PARA LA DETERMINACION DEL HIERRO, EN DIFERENTES FORMAS

TECNICA Y AUTOR	Hierro residual extraíble y Hierro de Cris- talización.	Hierro Débilmente Cristalizado	Hierro Medianamente Cristalizado	Hierro Fuertemente Cristalizado	Hierro Libre	Hierro Ferroso	Hierro Amorfo	Hierro de Intercambio	Hierro Total
Extracción con Ditionito. Cheng Bray y Kurtz (1953).	X								
Extracción con Ditionito-Citrato (Mehra y Jackson, 1960).	X								
Extracción con Ditionito-Citrato- Bicarbonato.	X								
Extracción de Bascomb y en el de Tamm. (1922).		X							
Extracción de Mehra y Jack- son, Tamm (1922).			X						
Extracción de Pirofosfato de Sodio. Bascomb (1968)				X	X				

Extracción de
Mehra y Jackson
(1960).

X

Precipitación
e Identifica-
ción de los
fosfatos de
hierro y alu-
minio. (Jackson,
1964).

X

Extracción de
Mehra y Jackson
(1960).
Bascomb (1968).

X

Caracterización
de diferentes
formas de Alu-
minio y de fie-
rro de los sue-
los tropicales.
J.A. Rondonlet
(1960).

X

Extracción del
óxido férrico
de arcillas y
de suelos.
Agronomy 9

X

Extracción de
oxalato de
amonio.

X

McKeague y Day
(1965).

Extracción por
Método del

Bicromato.
Albert H. Lew
(1938).

X

Extracción del
ácido tioglicó-
lico. (F.Q.)

X

Extracción de
Tamm (1922).

X

Extracción con
H₂O. Prácticas
de Edafología
(1984).

X

Extracción de
Koffin. Prácticas
de Edafología
(1984).

X

Reactivo com-
binado Nancy
(1968).

X

Extracción por
el Método de
Frammeyer.
(1968).

X

Extracción con
acetato de
amilo.
Jackson (1964).

X

Extracción de
hierro ferro-
so conjetable.
Jackson (1964)

X

Extracción con
ácido tangli-
cólico. Tesis
Facultad de
Química.

X

Extracción de
hierro ferroso
en los sili-
cates.
Jackson (1964)

X

X

Extracción de
Tamm (1922).

X

X

Extracción con
ácido clorhi-
drico e hi-
dróxido de
amonio.
Jackson (1964).

X

Extracción con
(HClO₄).

X

Fouch y colabo-
radores (1947).
Tamm y Polard,
(1952).

Digestión con
HF y H₂SO₄.

X

X

Pratt modificado

(1972).

Extracción de
Aguilera y
Jackson.

X

Nancy (Tamm, 1922, modificado por la ORSTOM, 1968).

Esta técnica determina hierro y aluminio libres, extraíbles e intercambiables.

4. Extracción y determinación de hierro y aluminio extraíbles y amorfos de hierro en el suelo. (Segalen 1968).
5. Método de Pratt modificado por French y Adams, (1972).

Las dos primeras técnicas son ampliamente recomendadas por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos y por la FAO-UNESCO. La tercera técnica es el método oficial empleado por la Escuela Francesa de Suelos, particularmente por la ORSTOM.

La cuarta técnica fue implantada por Segalen (1968) para los países del Trópico Ecuatorial, fundamentalmente para Africa y gran parte de Sudamérica.

La última técnica es utilizada, a nivel mundial, en las áreas de geoquímica, ya que permite analizar todo tipo de rocas.

Existe, además, una técnica para la extracción y determinación de óxido férrico en arcillas y en suelos. Esta técnica fue diseñada por Aguilera y Jackson en 1956. La técnica es, especialmente, recomendada por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos particularmente para los análisis de la fracción fina (< 2 micras).

En el anexo 1 de esta tesis, se muestran varias de las técnicas citadas en los párrafos anteriores. Algunas de éstas, cada vez se utilizan menos debido a que su confiabilidad es baja. Sin embargo, varias de ellas requieren de una comprobación experimental antes de ser desechadas.

I.2. Objetivos.

Con base en los argumentos antes expuestos, esta tesis tiene como objetivo contribuir al conocimiento de los suelos de México, especialmente en su génesis y características químicas relativas al comportamiento y dinámica del aluminio y del hierro extraíbles en el *solum*.

Para alcanzar esta meta, fue necesario plantear los siguientes objetivos secundarios y metodológicos:

1. Recopilar, analizar y clasificar las diferentes técnicas reconocidas, a nivel mundial, para la determinación del aluminio y hierro extraíbles.
2. Realizar en suelos "problema" las determinaciones de hierro y aluminio para evaluar la confiabilidad de la técnica empleada.

II. SELECCION DEL AREA DE ESTUDIO Y DE LOS SUELOS TIPO.

En esta tesis se analizan los contenidos de hierro y aluminio como amorfos, extraíbles, en cinco perfiles de suelos clasificados de acuerdo con FAO-UNESCO (1988) como: (1) Perfil 1: Luvisol férrico con propiedades oxídicas; (2) Perfil 2: Andosol húmico; (3) Perfil 3: Luvisol crómico con propiedades vérticas; (4) Perfil 4: Cambisol crómico con propiedades férricas. (5) Perfil 5: Arenosol éutrico con propiedades ferrálicas.

Estos perfiles se localizan, en el Estado de Chiapas, Municipio de Villaflores, próximos a la población de Cristóbal de Obregón (Figura 1). Para una mayor comprensión de las condiciones sociales y ambientales del área de estudio, se presenta una diagnosis del municipio.

II.1. MEDIO FISICO Y GEOGRAFICO.

II.1.1. Localización.

Villaflores está ubicado en la parte oeste del Estado de Chiapas, donde la cabecera municipal se sitúa a 16° 13' 58" de latitud norte y 93° 16' 7" de longitud oeste y a una altitud de 600 metros sobre el nivel del mar. (Figura 1). Limita al norte con Ocozocoautla y Suchiapa, al noroeste con Chiapa de Corzo, al este y sur con Villacorzo, al sureste con Tonalá y al oeste con Arriaga y Jiquipilas.

Su extensión territorial es de 1,232 kilómetros cuadrados, que representa el 1.65% con relación a la superficie estatal y el 0.063% de la nacional.

Existe un total de 708 localidades en el municipio, de las cuales Jesús M. Garza, Cristóbal Obregón, Benito Juárez, Nuevo México y Villa Hidalgo se encuentran por arriba del mínimo convencional para ser consideradas poblaciones urbanas, aunque por sus actividades económicas y servicios no correspondan completamente a esa categoría. En estas cinco localidades, y en la cabecera, se concentra la mitad de la población municipal. (INEGI, 1994).

II.1.2. Hidrografía.

De la Sierra Madre de Chiapas descienden varias corrientes que forman el río Santo Domingo, uno de los afluentes más importantes del alto Grijalva. Formadores primarios del Santo Domingo; son los ríos Pando y Amates que bordean la cabecera municipal. Otro río

importante es el Tablón que recorre al oeste del municipio hasta confluir con el Suchiapa, afluente, a su vez, del mismo río Santo Domingo.

II.1.3. Clima.

En la mayor parte del municipio predomina el tipo de clima cálido, subhúmedo y con lluvias en verano. La temporada lluviosa se extiende de mayo a octubre. La cabecera goza de una temperatura media anual de 24.3°C, y recibe una precipitación pluvial de 1,209 milímetros al año. La dirección del viento es de norte a sur.

II.1.4. Orografía.

El relieve de la superficie municipal está constituido, en un 30%, por terrenos planos que se localizan en una franja que recorre la parte central del municipio de norte a sur. Al noroeste se encuentran los terrenos semiplanos (20%), mientras que los accidentados constituyen la mitad del territorio, y predominan al sureste, suroeste y oeste. (INEGI, 1994).

II.1.5. Clasificación y uso de los suelos.

El municipio está constituido, geológicamente, por terrenos paleozoicos. Las unidades de suelos predominantes son:

1. Cambisol. Es un suelo joven, poco desarrollado, de cualquier clima menos de zonas áridas; tiene una capa con pedio que presenta un cambio con respecto al tipo de roca subyacente, con alguna acumulación de arcilla, calcio, y susceptibilidad moderada a alta a la erosión.

2. Litosol. Es un suelo de distribución muy amplia, se encuentra en todos los climas y con muy diversos tipos de vegetación, muestra, generalmente una profundidad de 10 centímetros o menor. Tiene características muy variables, según el material que los forma y su susceptibilidad a la erosión depende de la zona donde se encuentre, pudiendo ser desde moderada a alta.

3. Regosol. Se caracteriza por no tener horizontes y ser de color claro en su matriz. Se parece a la roca que le dio origen. Se presenta en muy diferentes climas y su susceptibilidad a la erosión es muy variable, dependiendo del terreno en que se encuentre.

4. Vertisol. Es un suelo que presenta grietas anchas y profundas en la época de sequía, es muy duro, arcilloso y masivo, frecuentemente de color negro, gris y/o rojizo y su susceptibilidad a la erosión es baja.

5. Rendzina. Tiene una capa superficial, rica en materia orgánica, que descansa sobre roca caliza o algún material rico en carbonatos. No es muy profundo, es arcilloso y su susceptibilidad a la erosión es moderada.

Los suelos, en general, muestran, principalmente, un uso agrícola; con grandes extensiones de bosque y selva, correspondiendo el 45.3% de la superficie municipal a terrenos ejidales, el 38.8% a propiedades privadas, el 7.45% a terrenos comunales y el 7.45% a nacionales. (INEGI, 1994).

II.1.6. Flora y Fauna.

Debe mencionarse aquí, la gran cantidad de especies, en cuanto a flora se refiere, destacándose entre otras: flor de Candelaria, anona, cacho novillo, caspirol, carnero, fresno, gorgojo,

granadillo, guaje blanco, guayabito, guaquímico, hoja cereza, hormiguillo blanco, hormiguillo colorado, leche amarilla, maluco, manguito, nacospirol, naranjillo, primavera, aguacatillo, alcanfor, cacaíto, canaguaje, caulote blanco, cuatro hinojos, chocolatillo, camarón, cepillo, cupapé, guaje, huizache, ishcanal, mesquite, nanche, sospó, ciprés, pino, romerillo, sabino, manzanilla y roble.

La fauna del municipio es abundante, y presenta una pluralidad de especies, siendo algunas de las más importantes las siguientes: jilguero, picamadero ocotero, ardilla voladora, jabalí, murciélago, venado de campo, zorrillo espalda blanca, boa, cascabel tropical, coral de cañutos, falsa nauyaca, iguana de roca, iguana de ribera, correcaminos, chachalaca olivácea, gavián coliblanco, mochuelo rayado, urraca copetona, comadreja, leoncillo, tlacuache y zorrillo rayado. (INEGI, 1994).

II.1.7. Población.

La población total del municipio, para 1987, ascendía a 59,744 habitantes, según cálculos elaborados en base al X Censo General de Población y Vivienda, 1980, cifra que representaba el 2.6% de la total estatal y el 0.07% de la nacional. La tasa de crecimiento anual, reflejada en la década de 1970-1980, fue de 2.25%. Tiene una densidad demográfica de 48 habitantes por kilómetro cuadrado y se estima que para el año 2000, de mantenerse la misma tasa de crecimiento, la población llegue a 80,000 habitantes. (INEGI, 1994).

1. TABLA: ONTINO, MIAMABO.
 DIVISION MUNICIPAL, 1991

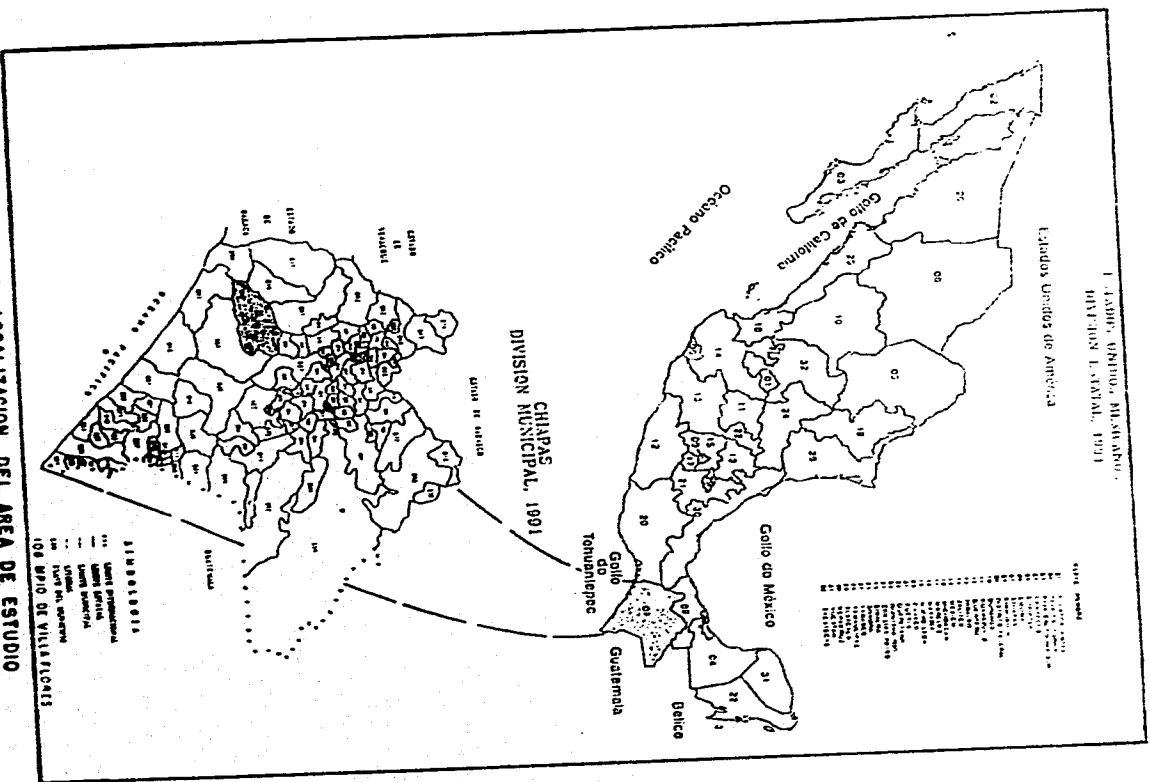


FIGURA N. 1. LOCALIZACION DEL AREA DE ESTUDIO

III. MARCO HISTORICO.

Los siguientes párrafos son una exposición breve, crítica y descriptiva sobre lo esencial del conocimiento relacionado con los elementos hierro y aluminio. Se pretende establecer, de modo retrospectivo y sistemático, las principales características históricas de ambos elementos.

III.1. El Hierro.

El hierro metálico se conocía en el Egipto predinástico (3,400 A.C.), pero era muy escaso y se usaba solamente para los trabajos de joyería (Partington, 1952). Como metal, se usó solamente mucho más tarde (alrededor de 1,500 A.C.).

La extracción del hierro, a partir de minerales, es el resultado de un progreso constante y paciente durante los siglos de desarrollo de los pueblos primitivos. Es imposible decir cuál fue la primera tribu o la primera región a la que deba atribuirse el mérito de haber descubierto la utilización del hierro.

En las regiones semidesérticas y áridas de Egipto, el Cercano Oriente y China, se han encontrado pruebas de que el hierro se usaba ya, hacía el año 4,000 A.C. Según esto, el origen de la producción del hierro debió de estar en algún punto de Asia o Africa, desde donde se extendió el arte siderúrgico poco a poco.

El continente americano, antes de la llegada del hombre blanco, no tenía otro hierro que las herramientas y las armas hechas con hierro meteórico por los aztecas, los cuales lo apreciaban más que al oro.

La primera fábrica que produjo hierro se empezó a construir por John Winthrop, Jr., en Saugus cerca de Lynn, Mass., hacia el año 1645 y, pronto, se establecieron otras en diferentes regiones de Estados Unidos.

Hoy se extrae el mineral de hierro de minas situadas en varios países.

III.2. El Aluminio.

Es un capricho de la historia que al descubrimiento del silicio, le siguió el del aluminio, el cual ocupa el tercer lugar por su proporción en la Tierra, siendo el metal más difundido en nuestro planeta (Partington, 1952).

Desde tiempos muy remotos se conocía la alúmina y el óxido de aluminio. Este se encuentra en más de 250 minerales y en muchas piedras preciosas como: rubí, zafiro, granate, turquesa, esmeralda y berilio. ¿Por qué el descubrimiento tuvo lugar tan tarde? La explicación probable consiste en la dificultad de la separación del aluminio elemental a partir del óxido, el cual es un compuesto bastante estable.

Hasta ahora, la reducción del metal a partir del óxido no pertenece a la categoría de procesos fáciles y resultó asequible sólo gracias a la aplicación de la electrólisis de sales fundidas. En siglos pasados para la reducción de la alúmina se utilizaban el hidrógeno y el carbón, pero estos reductores no permitían "liberar" el elemento de su compuesto. Sólo los metales alcalinos y, ante todo el potasio, permitieron anonadar la fortaleza aparentemente inexpugnable de este elemento. Por primera vez, el aluminio elemental fue separado de su compuesto

con ayuda del potasio metálico.

En 1754, el químico alemán Andrés Marggraf obtuvo un precipitado blanco y denso, el cual se formaba al añadir álcali puro a la disolución del alumbre. Se sabe que al precipitar éste en ácido sulfúrico y evaporar la disolución por calentamiento, de nuevo se forma el alumbre. Marggraf consideró que el alumbre contenía cierta "tierra nueva" antes desconocida, a la cual dió el nombre de "alúmina", o sea, de alumbre. El logró también realizar otra importante observación: la "tierra de aluminio" se hallaba en las arcillas.

Según la Enciclopedia Británica, 1947:

1. Antoine Laurent Lavoisier (1743-1794) en su "tabla de los elementos", situó la "alúmina" a la misma categoría que el sílice.

2. Humphry Davy (1778-1829) y Juan Jacobo Berzelius (1779-1848) intentaron obtener el aluminio por el método electroquímico, pero fue en vano. Así, el descubridor del aluminio elemental fue el científico danés Hans Christian Oersted (1825), quien sintetizó el cloruro anhidrico de aluminio, hasta obtener aluminio metálico (impuro).

3. Wohler en 1827, trabajando con hidróxido de aluminio, obtuvo el metal en un estado mejor, pero no de gran calidad.

4. Sainte-Claire Deville en 1854, logró resolver el problema, ya que junto con Bunsen realizó la electrólisis del cloruro binario y sodio. De esta manera el aluminio se obtuvo por el procedimiento electroquímico. Precisamente la electrólisis permitió la producción industrial.

IV. MARCO TEORICO.

Todos los fenómenos químicos, especialmente los que ocurren en los suelos se explican, en última instancia, con base a la estructura de los átomos. Podemos afirmar que todas las aplicaciones que conforman la teoría química moderna, están fundamentadas en el conocimiento de la estructura atómica.

Dado que las propiedades químicas de los átomos dependen casi exclusivamente de sus estructuras extranucleares, es conveniente comenzar el estudio de la química del hierro y del aluminio presentes en el suelo exponiendo brevemente los principios básicos relacionados con la estructura electrónica de los elementos objeto de estudio, así como de sus propiedades físicas y químicas (Tabla 2).

TABLA 2. PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS

ELEMENTO	NUMERO ATOMICO	CONFIG. ELECT.	DENSIDAD	VOLUMEN	PUNTO DE FUSION	PUNTO DE EBULLICION
ALUMINIO	13	2,8,3	2.34	4.62	2300 ^o	2550 ^o
HIERRO	26	2,8,14,2	7.86	7.1	1539 ^o	2450 ^o

El aluminio pertenece al Grupo III de los metales; en la tabla periódica pertenece al subgrupo (b).

La valencia del grupo es tres, el aluminio muestra una

valencia de cuatro en los haluros bimoleculares y en muchos compuestos de coordinación y, como pertenece a un período largo, también, muestra una covalencia de 6 en muchos compuestos (Partington, 1952).

El hierro pertenece al Grupo VIII de los metales. Como elementos transitorios, los metales del grupo VIIIA muestran un gran número de valencias, como son 1,2,3,6 (Partington, 1952).

IV.1. DIAGNOSIS DE LOS ELEMENTOS HIERRO Y ALUMINIO.

IV.1.1. Geodinámica del Elemento Hierro.

El hierro no se presenta abundantemente en estado libre sobre la tierra. Los meteoritos, en su mayoría, consisten de hierro metálico, con un contenido de níquel que fluctúa de 3 a 30% y algo de hidrógeno absorbido.

Los meteoritos también pueden consistir, parcial o totalmente, de silicatos (p. ej. olivina) y de minerales vidriosos (moldavita), aunque los granos del hierro metálico, generalmente, están presentes aún en las variedades de roca. Debido a la presencia del níquel, el hierro meteorítico no se oxida en el aire húmedo. El polvo meteórico del espacio que, constantemente cae sobre la Tierra, consiste, principalmente, de hierro. No obstante se aprecia solamente sobre la superficie de las nieves inexploradas de las regiones polares.

Los minerales de hierro son abundantes, pero pocos en número; aunque el hierro se presenta en casi todos. Los minerales más

importantes son los óxidos. El óxido ferrosférico (Fe_3O_4), magnetita, se presenta como un mineral importante, comúnmente denominado así porque algunas variedades son permanentemente magnéticas.

La magnetita contiene 72,4% de hierro y es el mineral más rico en este elemento. El óxido férrico (Fe_2O_3) se presenta como hematita, algunas veces cristalino y rojo. También se presenta en formas ferrosas, granulada y nodular. El óxido férrico hidratado o limonita, se presenta en masas en forma de riñón en el sur de Gales, en los bosques del Dean, Francia, Alemania, Bilbao en España, y Canadá. En la República Mexicana se encuentran yacimientos en los Estados de Michoacán (como Siderita o FeCO_3) así como en los Estados de Durango y Colima.

El carbonato ferroso (FeCO_3) existe como siderita, chalibita o mineral de hierro espático; se presenta en los Alpes y en Hungría. En ocasiones, se presenta mezclado con arcilla como "piedra de hierro de arcilla", o con arcilla y carbón como "piedra ferruginosa negra".

El óxido hidratado y las formas impuras del carbonato son los minerales más importantes. Las cenizas de las piritas, principalmente, son el óxido férrico de la manufactura del ácido sulfúrico, se desulfurizan calcinándolas y fundiéndolas para obtener hierro. El valor de un mineral de hierro depende de que esté libre de impurezas (S, P, As, etc.), que van en detrimento del metal resultante.

En la Tabla 3, se muestran los minerales de hierro más comunes

en la naturaleza.

Los principales países productores de Hierro son:

La Isla de Disko, en Groenlandia, donde se encuentra el principal yacimiento de hierro, también en Luxemburgo, Canadá, Francia y E.E.U.U.

Como depósitos lateríticos (suelos) en Cuba, Venezuela, Brasil, Angola, Canadá, India y en la parte norte de España, Suiza, Checoslovaquia y la URSS.

A nivel mundial, el aluminio se encuentra principalmente como Bauxita en Jamaica, Ghana, Indonesia, URSS, Yugoslavia, Francia, Hungría, Italia y E.E.U.U. (Georgia, Alabama, Tennessee y Arkansas), así como en las Guayanas Británica y Holandesa.

IV.1.2. Geodinámica del Elemento Aluminio.

El aluminio es soluble en ácidos minerales diluidos, pero se vuelve pasivo por acción del HNO₃ concentrado. La capa protectora de óxido puede eliminarse, por ejemplo, por raspado o amalgamación. En estas condiciones, el metal reacciona fácilmente aún con el agua. El metal reacciona en condiciones ordinarias y, en caliente, con hidróxidos alcalinos, halógenos y con numerosos no metales. El aluminio muy puro es bastante resistente a los ácidos, pero puede disolverse con facilidad en una solución de HCl que contenga un poco de CuCl₂ o en contacto con platino y, también, agregando H₂O₂ durante la disolución.

El aluminio no es atacado por el agua pura, pero se corroe rápidamente con el agua del mar o en presencia de sales.

Los ácidos minerales lo disuelven formando sales de aluminio, en las cuales el metal funciona como trivalente. También los álcalis lo disuelven dando aluminatos.

Los principales yacimientos de Aluminio en México son:

Como bauxita en el Estado de Chiapas y en Huayacocotla, Veracruz.

La gibsita es un hidróxido y fuente importante del aluminio, se encuentra en: Montes Urales (URSS), E.E.U.U. y Brasil.

Los principales minerales de aluminio se dan en la tabla 3.

IV.2. EL HIERRO Y EL ALUMINIO EN LOS SUELOS.

El suelo es un sistema muy complejo. En un volúmen determinado de suelo coexisten tres fases, una sólida, otra líquida y otra gaseosa en estrecho equilibrio.

La fase sólida puede ser mineral u orgánica. La porción mineral está compuesta de partículas de composición, formas y tamaños muy diversos. La fracción orgánica comprende todos los organismos macro y microscópicos.

La fase sólida, que es la que predomina, está rodeada de películas acuosas que forman la fase líquida. La fase gaseosa ocupa aquella parte del espacio poroso entre las partículas de suelo que no están llenas de agua. Las interrelaciones físicas y químicas entre las tres fases están afectadas, no sólo por sus respectivas propiedades sino, además, por la temperatura, la presión, la luz y la actividad de los organismos vivos.

Las partículas de la fase sólida varían, en sus dimensiones,

**TABLA 3. PRINCIPALES MINERALES DE ALUMINIO Y HIERRO
MINERALES DE ALUMINIO**

Nombre del mineral	Fórmula Química	Porcentaje Al_2O_3	Propiedades Distintivas de los Minerales Pulverizados	Gravedad Específica	Elementos Asociados
Bauxita	$Al_2O_3 \cdot 2H_2O$	73.9	Bianco ó amarillento, rojizo ó pardusco, olor a tierra	2.55 - 0.00	Si, Fe, Ca
Diaspore	$Al_2O_3 \cdot H_2O$	81.1	3.30 - 3.50	Mg, P, S, y Mn
Gibbsite	$Al_2O_3 \cdot 3H_2O$	65.4	2.30 - 2.40
ARCILLA S Caolinita Bauxinita Halloysita	<ul style="list-style-type: none"> } Hidratada } Aluminio } Silicatos 	Bianco a gris ó ligeramente coloreada, olor a tierra, aspecto sucio cuando esta húmedo.	2.60 - 2.63 2.00 - 2.20	Algunos
Cristita	Na_2AlF_6	12.8 Al	Bianco ó ligeramente coloreado.	2.95 - 3.00	Fe, Mn, Si
Corindón	Al_2O_3	Bianco ó grisáceo	3.95 - 4.10	Fe, Si
Andalucita Kainita	$Al_2O_3 \cdot SiO_2$	63.2	Bianco ó ligeramente coloreado	2.10 - 0.00	Fe, Mn, Ti, Ca, Mg.
Sillimanita	$Al_2O_3 \cdot SiO_2$			3.23 - 3.24	
Dunorrit	$8Al_2O_3 \cdot B_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot H_2O$		Bianco á azulado	3.26 - 3.36	Algunos

MINERALES DE HIERRO

Nombre del mineral	Fórmula Química	Porcentaje Fe	Propiedades Distintivas de los Minerales Pulverizados	Gravedad Específica	Elementos Asociados
Hematita	Fe_2O_3	70.0	Rojo brillante a café rojizo	4.90 - 5.30	Ti, Mn, Si, S, Ca, Mg.
Limonita	$Fe_2O_3 \cdot nH_2O$	Variable	Amarillo a naranja ó café	3.60 - 4.00	Ti, Mn, Si, S, Ca, Mg.
Goetita	$Fe_2O_3 \cdot H_2O$	62.9	Amarillo a café	4.25 - 0.80	Ti, Mn, Si, S, Ca, Mg.
Magnetita	$FeO \cdot Fe_2O_3$	72.4	Negro	5.17 - 5.18	Ti, Mn, Ni, S, Si, Ca, Mg.
Siderita	$FeCO_3$	48.2	Bianco a amarillo ó negro pardusco, lustre metálico	3.83 - 3.88	Ca, Mg, Mn, Pb, Si.
Pirita	FeS_2	46.6	Negro, lustre metálico	4.95 - 5.10	Prácticamente todos los metales
Arsenopirita	$FeAs$	34.4	Negro grisáceo, lustre metálico	5.90 - 6.20	Co, Ni, Pb, Zn, Cu, Sn.
Calcopirita	$Cu_2S \cdot Fe_2S_3$	30.5	Negro verdoso, lustre metálico	4.10 - 4.30	Prácticamente todos los metales
Pirrotita	Fe_9S_{11}	Variable	Negro grisáceo, lustre metálico	4.58 - 4.64	Ni, Cu, Mg, Al.

Franklinita	$(\text{FeZnMn})\text{O} \cdot (\text{FeMn})_2\text{O}_3$	Variable	Café rojizo a negro pardusco	5.07 - 5.22	Ca, Mg, Pb, As, P, S.
Cromita	$\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$	24.9	Amarillo a gris a café oscuro	4.10 - 4.90	Ca, Mg, Al, Si, Mn.
Rutenita	$\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$	36.8	Café rojizo a negro pardusco	4.50 - 3.00	Mg, Al, Si, Mn.
Wolframita	$(\text{FeMn})\text{WO}_4$	Variable	Café oscuro a negro	7.50 - 7.50	Sn, B, F, Ca, Mg.
Marcasita	FeS_2	46.6	Negro verdoso, lustre metálico	4.85 - 4.90	Si, Cu, Pb, Zn, Ca, Mg.

desde los límites inferiores del estado coloidal hasta las fracciones más gruesas de arena y grava.

IV.2.1. El Hierro en los Suelos.

El hierro es indispensable para el crecimiento y desarrollo de las plantas, las cuales, en suelos carbonatados, suelen padecer de deficiencia de hierro.

Sin embargo, el hidróxido de hierro posee carga positiva y, al tener composición anfótera en un medio ácido, absorbe fuertemente los iones de fosfato. Los hidróxidos e hidrotóxicos de hierro poseen amplia superficie, por lo tanto, en un medio ácido, pueden absorber complejos de microelementos y, en un medio alcalino, absorben iones de cargas positivas. También suelen bloquear la capacidad de intercambio catiónico cubriéndola con una película, lo que cambia considerablemente sus propiedades de absorción.

IV.2.1.1. Formas del hierro en el suelo.

El hierro puede encontrarse en las siguientes formas:

A. Hierro soluble y de intercambio.

Son compuestos de hierro en forma iónica, primordialmente, como Fe^{2+} o en forma coloidal, protegidos por alguna sustancia orgánica o por sílice coloidal.

El ión ferroso (Fe^{2+}) que sólo existe en medio reductor, es decir, en suelos hidromorfos y suficientemente ricos en materia orgánica. La acidez favorece la reducción y solubilización del hierro.

Según Mandal (1961) y Schaffer (1967), entre la forma reducida insoluble, la forma de cambio y la forma soluble, se observan los equilibrios siguientes:

$\text{FeCO}_3 + \text{CO}_2$ (actividad biológica) - - - $\rightarrow \text{Fe}(\text{CO}_3\text{H})_2$ - - - $\rightarrow \text{Fe}^{++}$ de cambio.

B. Forma complejada pseudosoluble.

Primordialmente se encuentra en forma de hierro divalente. La materia orgánica soluble, procedente de la hojarasca o de los horizontes A_0 de los Mor, forma con el hierro complejos pseudosolubles que impiden su precipitación en medio aireado y a pH, con frecuencia, del orden de 4.

La forma complejada del hierro tiene lugar, preferentemente, en la forma reducida (Fe^{2+}) que es favorecida por los medios ácidos y mal aireados (Bloomfield, 1975); se forma entonces un "anión complejo" muy estable, resistente a toda modificación del pH (Tabla 4). Sin embargo, el hierro se puede complejar igualmente en forma catiónica y férrica, siendo estas formas menos estables que las precedentes, y pudiendo ser fácilmente precipitada (Muir y colaboradores, 1964) por una elevación del pH y aumento de la concentración en el ión calcio.

Por otra parte, existe una cantidad máxima de cationes ferrosos o férricos susceptibles de ser complejados al estado soluble por una cantidad dada de compuestos orgánicos; más allá de este umbral el conjunto precipita.

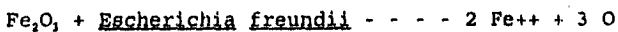
Los agentes complejantes parecen ser de dos clases: los ácidos

TABLA 4. EL EFECTO DEL pH SOBRE ALGUNAS REACCIONES QUÍMICAS EN EL SUELO (COREY, 1964)

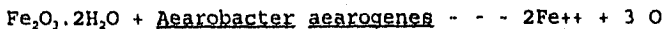
GRUPOS AFECTADOS	REACCIONES GENERALES	
1. Óxidos e hidróxidos	$\dots XAl^{3+} + 3OH^- \rightleftharpoons AlXOH^y (3X - X)^{yOH} \rightleftharpoons XAl(OH)_3$ $Fe^{2+} + 3XOH^- \rightleftharpoons FeXOH^y (3X - y)^{yOH} \rightleftharpoons XFe(OH)_3$ $\rightleftharpoons \frac{1}{2} XFe_2O_3 + 3XH_2O$	
2. Complejos	$\dots PO_4H_2Fe(OH)_2 + OH^- \rightleftharpoons Fe(OH)_2 + H_2PO_4^-$	
3. Lugares de intercambio en Arcillas	$\dots \frac{1}{2} \left. \begin{array}{l} Si \\ Al \end{array} \right\} O^- + H^+ \rightleftharpoons \frac{1}{2} \left. \begin{array}{l} Si \\ Al \end{array} \right\} OH + \frac{1}{2} Al-OH + H^+ \rightleftharpoons Al(OH)_3$	
4. Sistema Redox	$\dots 2Fe^{2+} + 6H_2O + O_2 \rightleftharpoons 4H^+ + 2Fe(OH)_3$	
REACCIONES REDOX DEL SUELO A pH 7 (Corey, 1964)		
REACCIÓN	Eh	REACCIÓN
1.	771	$Fe^{3+} + e^- \rightleftharpoons Fe^{2+}$
2.	-165	$Fe(OH)_2 + 3H^+ + e^- \rightleftharpoons Fe^{2+} + 3H_2O$

orgánicos alifáticos, originados de la descomposición de hojarasca, parecen tener un papel preponderante en la "podsolización" (Bruckert, S., 1970); sin embargo, en los horizontes A₀ de los Mor, se forman también polímeros fenólicos poco más o menos solubles, en su origen (ácidos fúlvicos), que parecen desempeñar, también, una función complejante, aunque netamente menos eficaz (Schnitzer y otros, 1965; Bruckert, S., 1970). La evolución de estos dos tipos de agentes complejantes es completamente diferente en suelos con humus biológicamente activo (Mull), que en suelos con humus poco activo (Mor).

Ejemplos del intemperismo biológico, son la reducción del hierro de los óxidos e hidróxidos férricos:



Hematita

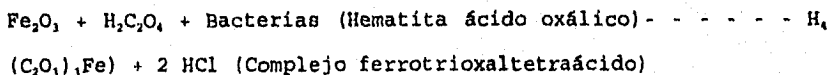


Limonita

Quelatación:



Acido cítrico



En los Mull, los ácidos alifáticos, abundantes en las hojarascas, donde son biodegradados en su totalidad en el seno del horizonte A₁ (Bruckert, S., 1966). En cuanto a los polímeros fenólicos, éstos se polimerizan más todavía y se transforman, in situ, en ácidos húmicos insolubles que participan en la formación

del complejo húmico-arcilloso, en estas condiciones no se puede tener ninguna emigración del hierro en forma complejada.

En los Mor, los ácidos alifáticos sólo son biodegradados parcialmente, y los polímeros fenólicos se insolubilizan progresivamente; por tanto, todos los agentes complejantes pueden emigrar en el perfil y provocar, así, el arrastre del hierro.

Estas consideraciones explican por qué el hierro férrico insoluble se presenta en dos formas de origen muy diferente: la forma englobada en el complejo húmico-arcilloso (horizontes A de los suelos con Mull) y la forma precipitada en los horizontes de acumulación, llamados "Spódicos", después de la emigración (suelos con Mor).

C. Forma férrica ligada al complejo húmico-arcilloso.

Se trata de compuestos de hierro formados, principalmente, con hidróxidos. Esta forma es característica de los suelos pardos templados con Mull: se trata de una forma polimerizada, más o menos hidratada enteramente desprovista de carga $\text{Fe}(\text{OH})_3$, o, con más frecuencia todavía, cargada positivamente $\text{Fe}(\text{OH})_2^+$ o $\text{Fe}(\text{OH})_2^+$; los óxidos férricos forman alrededor de las arcillas una película que sirve de "enlace iónico" entre la arcilla y el humus en el complejo humicoarcilloso (catión de enlace). Sin embargo, el hierro existe, también, en una forma enteramente "incluida", ya sea en las moléculas húmicas (forma complejada insoluble), o en los "estratos" cristalinos de las arcillas (capas octaédricas de ciertas arcillas férricas de los Vertisoles y Paleosoles), (Paquet, 1969; Nguyen-Kha,

1969).

El hierro dispuesto en capa "pelicular", alrededor de las arcillas, da al complejo su color propio: pardo (forma hidratada de los suelos pardos en clima húmedo poco contrastado) o rojo (forma poco hidratada, o aún deshidratada, de los suelos rubificados de los climas cálidos y secos; (Soileau y colaboradores, 1967). En cambio, las formas incluídas en las moléculas del humus y de las arcillas no intervienen en la coloración del suelo: el complejo húmico-arcilloso de un Vertisol, aunque muy rico en hierro, tiene color negro, y su arcilla color verde oliva o grisáceo.

D. Oxidos férricos precipitados al estado amorfo o cristalino.

Las formas cristalinas están representadas por la Goethita, Lepidocrocita, Maghemita, Magnetita, Ferrihidrita, Hematita, (Tabla 3).

Cuando el hierro, previamente movilizado y lavado, precipita, primero forma un gel amorfo de hidrato férrico que, en este caso, no está asociado a la arcilla, sino al sílice coloidal y a los ácidos fúlvicos, cuya insolubilización y polimerización en ácidos húmicos favorece. Esta forma amorfa, comparable a los "alofanos", es característica no sólo de los horizontes "spódicos" sino, también, del moteado rojizo de ciertos suelos hidromorfos (seudogley).

Estos geles organominerales amorfos, son el origen de estructuras características: pelicular (revestimientos alrededor de las partículas de arena) o esponjosa, con finos agregados o gránulos todavía poco endurecidos. La forma amorfa se conserva mientras que

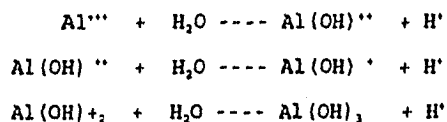
la materia orgánica sea abundante, ya que entonces "protege" los geles férricos (asociados con frecuencia al manganeso, MnO_2); en estos agregados aumenta como consecuencia del aporte de una nueva cantidad de hierro. La evolución hacia las formas cristalinas se hace posible y es favorecida por las fases de desecación del suelo: los agregados se endurecen y forman "concreciones", la goethita es el mineral dominante de estas concreciones, así como de los "alios" de hierro.

Cuando el hierro procedente de la alteración de la roca madre es particularmente abundante, puede tomar la forma "precipitada" o "concrecionada", sin pasar por una movilización previa en estado soluble o pseudosoluble. En efecto, se ha demostrado que la arcilla sólo puede "adsorber" una cantidad limitada de hierro "pelicular", (aproximadamente, del 12 al 14% de su peso; Segalen 1964); el excedente cristaliza *in situ* formando finas concreciones, constituidas por goethita, dominante en los suelos fersialíticos pardos con microclima constantemente húmedo o, por el contrario, por hematita, en los suelos rubificados con fase de desecación muy acentuada (Taylor, R.M., Graley, A.M., 1967). La abundancia de óxidos férricos, en sus dos formas, asociados a la arcilla o aislado, asegura una estructura particularmente estable a los suelos fersialíticos bien aireados.

IV.2.2. El Aluminio en los Suelos.

Toda una serie de trabajos recientes, han puesto de manifiesto el papel esencial del aluminio en la edafogénesis.

El aluminio es un elemento anfótero que actúa como catión Al^{+++} en medio ácido y como anión $Al(OH)^-$, en medio alcalino. Además, forma iones complejos, poco más o menos hidrolizados y de propiedades ácidas, ya que liberan iones H^+ . Las reacciones más frecuentes en el suelo son:

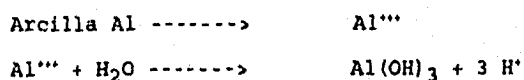


IV.2.2.1. Formas del aluminio en el suelo.

El aluminio puede encontrarse en los suelos en las siguientes formas: de cambio, no cambiante, coloidal y cristalino. Estas dos últimas constituyen las formas pseudosoluble e insoluble.

A. Forma absorbida, de cambio o no cambiante.

El aluminio de cambio está en equilibrio con iones Al^{+++} solubles, que se hidrolizan según las reacciones indicadas anteriormente y liberan iones H^+ , lo cual aumenta la acidez. En algunos suelos ácidos, se ha verificado que el ion Al^{+++} predomina sobre el ion H^+ y tiende a hacerse casi exclusivo:



La forma Al^{3+} de cambio predomina en los suelos más ácidos. Cuando el pH aumenta progresivamente, aparecen las formas intermedias $Al(OH)^{2+}$ y $Al(OH)^+$.

B. Forma "fijada" o cristalina.

La alúmina es fijada con frecuencia en forma no cambiabile entre los "estratos" de las arcillas hinchables, principalmente las vermiculitas. Este fenómeno se observa en los suelos ácidos y con clima húmedo. Cuando la alúmina interlaminar se hace muy abundante, puede constituir un "estrato" y dar lugar a una clorita secundaria.

Según Jackson (1960), esta forma evoluciona desde el estado iónico hacia una forma polimerizada insoluble que aumenta la separación de los "estratos" de la arcilla. Para determinadas arcillas, esta evolución puede conducir a una destrucción completa de los "estratos" (montmorillonitas).

Sobre la vermiculita; el Al^{3+} de cambio pasa al estado no cambiabile en forma de un ion complejo, análogo a los indicados en las fórmulas precedentes:

Arcilla $Al(OH)_2^+$ o Arcilla $Al(OH)_2^{++}$, o se introduce en los espacios interlaminares, como en el caso de los suelos en vías de acidificación. Estas formas de hidroxil-aluminio, con frecuencia, polimerizadas, serían las responsables de los casos de acidez débil de los suelos; por otra parte, presentan propiedades absorbentes de los aniones PO_4^- .

C. Formas pseudosolubles e insolubles.

Aparte de estas formas particulares, la alúmina se comporta como el hierro, así, ligada al complejo húmico-arcilloso en los mull activos, es movilizadada en forma pseudosoluble por la materia orgánica en medio muy ácido y, finalmente, precipita en los

horizontes de acumulación espódicos en forma de gel mixto de tipo "alofano".

En consecuencia, existen grandes analogías en el comportamiento de los dos elementos analizados en esta tesis: hierro y aluminio en los suelos. Se citan dos ejemplos:

a. En los suelos podsólicos, la movilización de los dos elementos se efectúa en forma de complejo pseudosoluble organomineral. En ambos casos, su precipitación da lugar a geles, en los cuales la sílice juega un papel importante, que caracteriza a los horizontes de acumulación de tipo "espódico", con estructura pelicular o esponjosa. Sin embargo, es más importante que la del hierro y su precipitación se produce más tardíamente, de tal forma que los máximos de aluminio, en los Podsoles, se sitúan a un nivel más profundo que los del hierro.

b. Por otra parte, algunas rocas liberan, en el curso de su alteración, una cantidad masiva de alúmina que, combinándose con el sílice, da lugar directamente a geles de tipo alofano. Estos evolucionan por influencia de las variaciones microclimáticas, hacia formas finamente concrecionadas pudiendo, inclusive, organizarse en "estratos" cristalinos y dar lugar a arcillas (Andisoles) (Sieffermann, 1969).

Sin embargo, cuando la eliminación del sílice se encuentra frenado por un mal drenaje (medio confinado o semiconfinado), es posible la neoformación de arcilla por recombinación de sílice y alúmina.

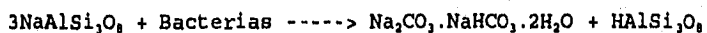
Se plantea el problema de cómo se realiza esta recombinación,

es decir: ¿cómo es el paso de la forma soluble a la forma cristalina? ¿se hace directamente, o bien indirectamente pasando por la forma intermedia de geles amorfos?. Esta cuestión es muy controvertida. Según Tardy (1969); Trichet (1969); y Calvert et al. (1980), el paso por la forma "geles" sería la norma general en la mayoría de los suelos, y podría ser descrita de la siguiente forma: Iones (en solución) --> geles mixtos --> formas cristalinas. Tardy demostró que, en el curso de la alteración, el aluminio pasa de la forma:

Tetracoordinada -- hexacoordinada.. "ión complejo" -- alúmina amorfa insoluble.

IV.2.3. El Hierro y el Aluminio en la Fracción Arcillosa.

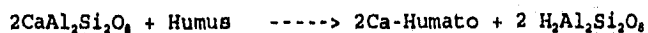
La fracción arcillosa, desde el punto de vista de la nutrición de la planta es la más interesante de la fase sólida. Las arcillas son minerales cristalinos constituidos por átomos ordenados, en los espacios de silicio, aluminio, hierro, magnesio, oxígeno y grupos hidrilo.



Albita Trona o álcali negro Precursor de arcillas



Gibbsite Aluminio activo



Anortita Arcilla

Dentro de estos cristales puede haber sustituciones de unos átomos por otros. Así, el aluminio puede sustituir al silicio. El magnesio

y el hierro sustituyen a átomos de aluminio que se encuentran en la superficie de las arcillas. Estas cargas son equilibradas por cationes que se llaman de "cambio", y son de gran importancia en la nutrición de la planta.

La cantidad de cationes absorbidos por la arcilla recibe el nombre de "capacidad de cambio catiónico". En principio, cuanto más arcilloso sea un suelo, mayor capacidad de cambio tendrá. Dentro de las arcillas anotadas, no poseen la misma capacidad de cambio, pudiéndose establecer la siguiente secuencia:

Vermiculita --> Montmorilonita --> Illitas --> Caolinitas

La capacidad de "cambio aniónico", desde el punto de vista cuantitativo, tiene lugar en proporción mucho menor que la catiónica.

La capacidad de cambio depende, en parte, del pH del suelo. Las arcillas que poseen gran capacidad de intercambio catiónico presentan adsorción de aniones a valores muy bajos del pH. Los principales cationes de cambio, importantes para la nutrición de la planta son:

Ca, Mg, K, Na, NH₄, H y algunos microelementos. Los aniones son cloruros, sulfatos y fosfatos. Los dos primeros sólo son fijados a valores muy bajos del pH por lo cual carecen de interés práctico.

Sin embargo, los aniones fosfatos son adsorbidos fuertemente, aún a valores de pH por encima de la neutralidad. Ocurre que el fosfato forma compuestos insolubles con el Ca⁺⁺, Fe⁺⁺ y Al⁺⁺⁺, por lo que resulta muy difícil distinguir los efectos del verdadero intercambio, de los de la precipitación química.

Los compuestos inorgánicos constituyen la parte principal de la primera fracción sólida de la gran mayoría de los suelos. Su aporte varía de 99.5% de la superficie de los suelos de regiones muy secas, a más de 10% en los suelos llamados orgánicos. Los componentes inorgánicos representan la parte menos variable del suelo aunque, por efecto de la meteorización de un suelo, influyen mucho en el desarrollo de las plantas. Sin embargo, la disponibilidad de los nutrimentos para la planta dependen, esencialmente, de las condiciones físicas, químicas y biológicas del suelo.

IV.2.4. Determinación del Hierro y del Aluminio en la Composición Fraccionada del Suelo.

A. Hierro silícico.

Se determina por la diferencia entre el contenido global de hierro en el mineral, y el contenido en la extracción de Mehra y Jackson (1960). El contenido global del hierro se hace por vía húmeda.

B. Hierro no silícico.

Se determina por medio de la extracción de Mehra y Jackson (1960). El hierro no silícico muestra los siguientes estados físicos: (a) hierro fuertemente cristalizado; (b) hierro medianamente cristalizado; y (c) hierro débilmente cristalizado.

Para determinar cada uno de estos tipos de hierro no silícico,

se emplea la siguiente metodología:

- a. Hierro fuertemente cristalizado. Se estima por la diferencia entre el contenido de hierro obtenido en la extracción de Mehra y Jackson (1960), y el obtenido en la extracción de Bascomb (1968) o, también, puede ser determinado a través de la extracción de Aguilera y Jackson (1956).
- b. Hierro medianamente cristalizado. Se estima por la diferencia entre el contenido de hierro obtenido en la extracción de Mehra y Jackson (1960), y el hierro obtenido por el método de Tamm (1922).
- c. Hierro débilmente cristalizado. Se obtiene por la diferencia entre el contenido de hierro en la extracción de Bascomb (1968) y en la de Tamm (1922).

C. Hierro no silícico, su extracción y determinación en forma móvil.

Existen varios métodos de extracción de las formas móviles de hierro en los suelos. Los métodos más utilizados son:

- a. Método de Bascomb (1968), mediante la extracción de hierro con pirofosfato potásico.
- b. Método de Tamm (1922) reactivo de Tamm (1922).
- c. Método de Franzmeier (1968), mediante la extracción con pirofosfato sódico.

D. Hierro no silícico en forma intercambiable.

Extracción de Mehlich (1968). Se recomienda esta extracción

para hierro de intercambio y para la determinación de las formas de hierro de cristalización reciente (formas inactivas, inorgánicas y envejecidas), o sea, el hierro residual extraíble con ditionito de sodio.

E. Hierro no silícico en forma amorfa.

El hierro amorfo se determina a través de la extracción de Tamm (1922), restando los porcentajes de hierro presente en los complejos organominerales. Para determinar el hierro en los complejos organominerales, se recomienda hacer una diferencia entre el contenido de hierro obtenido en la extracción de Bascomb (1968), (extracción con $K_4P_2O_7$), y el contenido de hierro obtenido de las formas de hierro intercambiable.

F. Hierro no silícico en forma soluble.

En este caso se recomienda la extracción del hierro utilizando solamente agua con un pH = 7.0.

IV.2.5. Métodos comúnmente utilizados para la determinación y cuantificación del Hierro.

A. Método gravimétrico.

Se precipita el hierro en forma de hidróxido, tras haber separado todos los demás elementos que, también, se precipitan con NaOH o con sulfuro de hidrógeno. Al final, el contenido de hierro se determina gravimétricamente pesando Fe_2O_3 .

B. Método volumétrico.

Los métodos volumétricos se basan en la valoración con soluciones acidificantes o reductoras. Para calcular el contenido de hierro total, éste se pasa, previamente, a forma oxidada o a forma reducida. Para la reducción se emplea cloruro estannoso, cinc amalgamado, anhídrido sulfuroso y sulfuro de hidrógeno. A continuación se valora con un acidificante (permanganato o dicromato de potasio), utilizando indicadores. En los ensayos edáficos es más frecuente valorar con soluciones reductoras; por ejemplo, con sales de titanio (cloruro o sulfonato). El fin de esta valoración lo indica el cambio del color del sulfocianato de amonio (método titanométrico). También, es frecuente la valoración con yodo en presencia de almidón.

C. Métodos colorimétricos.

Los métodos colorimétricos se basan en la formación de compuestos de Fe^{2+} coloreados: 2,2' - dipiridilo; 1,10 - fenantrolina; 2,2',2'' - tripiridilo. Intervalos de medición entre 0.01 y 5 ppm. En los análisis edáficos más frecuentes se emplea KCNS (sulfocianuro de potasio) y ácido sulfosalicílico. Sus intervalos de cambio respectivos son 0.05 - 10.0 y 0.04 ppm.

D. Determinaciones espectrofotométricas. Consisten en la formación de compuestos de Fe^{2+} unidos con 3- acetilo - 4 - oxicumarina, de Fe^{3+} con CH_3COOH , HCl , H_2SO_4 , complexona III y KCNS. En dependencia del reactivo, los intervalos de medición se hallan entre 0 y 7 g por mililitro. Es posible la determinación conjunta de hierro y aluminio espectrofotométricamente, utilizando ferrón.

E. La determinación por complexometría casi siempre se hace con

complexona III en presencia de indicadores diferentes. También se puede emplear complexona de ácido nitrilacético.

IV.2.6. Métodos comúnmente utilizados para la determinación y cuantificación del aluminio.

Con mayor frecuencia el aluminio se determina por colorimetría y complexometría, así como por gravimetría.

A. Método colorimétrico.

Se emplea para concentraciones de 0.1 a 2 ppm, detectándolo en forma de compuestos quelados de aluminio y alizarina (coloreados). A un pH de 4.5 interfiere el Fe^{3+} .

B. Método espectrofotométrico.

Para la espectrofotometría en una zona ultraraja se usan compuestos con 8-oxidoquinolina en un medio de pH=5.0-9.5, (2-100 g de aluminio por ml.), y con ferrón en un medio de pH=5.0 (0-16 g de Al por ml.).

C. Método gravimétrico.

Por el método gravimétrico, el contenido de aluminio se obtiene en forma de Al_2O_3 , el cual se precipita con NH_4OH ; y en forma de $AlPO_4$ y de $Al(C_6H_5NO)_3$, que se precipitan, respectivamente, con $(NH_4)_2HPO_4$ y 8-oxidoquinolina.

D. Método Complexométrico.

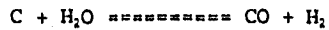
La determinación complexométrica se hace valorando la complexona con aluminio o, en el caso de que se disponga de indicadores, valorando con otro ion el resto de complexona que no

ha reaccionado.

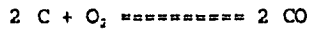
IV.2.7. Recuperación del hierro

El gas de alto horno consiste en nitrógeno y monóxido de carbono con algo de dióxido de carbono; la composición normal en volumen es N₂, 60, Co 24, CO₂, 12, H₂ y CH₄, 4. Se usa en su mayoría, para calentar las estufas.

En algunos casos se usa una corriente seca, secándose primero el aire por refrigeración, o por absorción de humedad en gel de sílice. En esta forma se evita, en el alto horno, pérdida del calor por la reacción:

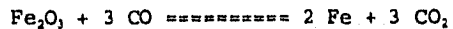


Reacciones químicas en el alto horno. El oxígeno de la corriente se une al carbono, a una temperatura muy alta en el hogar, para producir mucho monóxido de carbono, que asciende a través del horno:

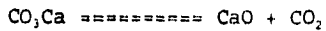


La temperatura de la carga, que pasa a través del horno, aumenta continuamente de la boca hasta el hogar.

Por encima de los atalajes, al rojo oscuro, el óxido férrico se reduce por el monóxido de carbono a hierro esponjoso:



La reacción es reversible, y el gas que sale contiene tanto CO como CO₂ en la proporción de 1:0,5. En esta zona superior la piedra caliza se descompone:



y algo de dióxido de carbono se reduce a monóxido $\text{CO}_2 + \text{C} \text{ ===== } 2 \text{CO}$. El hierro esponjoso absorbe azufre del combustible.

Cerca del centro del horno, al rojo vivo, se deposita el carbono finamente dividido por la reacción: $2 \text{CO} \text{ ===== } \text{CO}_2 + \text{C}$. Este y el carbono de la carga completan la reacción $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3 \text{C} \text{ ===== } 2 \text{Fe} + 3 \text{CO}$



y el fósforo se absorbe por el hierro. A temperatura más alta se forma algo de silicio por la reducción de la sílice y por el carbono en presencia del hierro, y se alea con el hierro:



La sílice y la cal ahora forman una escoria fusible que, generalmente, contiene algo de sulfuro de calcio. El manganeso, también, se forma por la reducción de los compuestos de manganeso del mineral, por ejemplo:



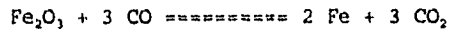
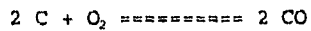
Al calor al blanco, en la parte más baja del horno, el hierro esponjoso contiene carbono, silicio, manganeso, azufre y fósforo que se funden al hierro colado fundido, el que se vacía de vez en cuando en moldes de arena para formar lingotes de hierro, o se envía en el estado fundido a los hornos de acero.

Hierro dulce, acero de crisol

Mineral ----- Hierro en lingotes

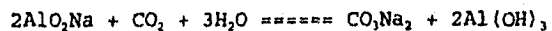
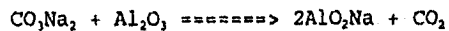
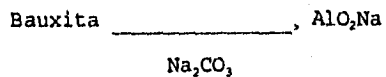
Bessemer, o de Hogar abierto, acero

Reacciones químicas en el alto horno.



IV.2.8. Recuperación del aluminio

En el procedimiento antiguo, la bauxita se calienta al rojo con carbonato de sodio y se produce aluminato sódico AlO_2Na , siendo la alúmina un óxido débilmente ácido. La masa se trata con agua, formando óxido de hierro finamente dividido, que puede usarse para la purificación del gas del carbón y una solución de aluminato sódico, del cual se obtiene un precipitado granular de hidróxido de aluminio por dióxido de carbono.



Al calcinar el precipitado, se obtiene Al_2O_3 y la solución de CO_3Na_2 se evapora y se vuelve a utilizar.

La alúmina se disuelve en criolita fundida y se electroliza con electrodos de carbono.

V. METODOLOGIA.

Para cumplir con los objetivos de esta tesis, fueron empleados las siguientes técnicas analíticas para la extracción del Hierro y Aluminio; libres y totales en los suelos. Estas técnicas se seleccionaron con base en las recomendaciones sugeridas por el Soil Conservation Service, U.S., Department of Agriculture (1993), F.A.O., U.N.E.S.C.O., (1988).

V.1. TECNICAS UTILIZADAS.

Las técnicas empleadas son las siguientes:

Hierro y Aluminio extraíbles:

1. Método del Ditionito citrato. (Mehra y Jackson, 1960).
2. Método de extracción con Pirofosfato. (Bascomb, 1968).
3. Valoración de hierro y alúmina "libres". (Reactivo combinado de Nancy).
4. Extracción y determinación de amorfos de hierro en el suelo, con base en el Método de Segalen (1968).

V.2. PROGRAMACION DE ETAPAS DE TRABAJO.

La realización de este trabajo de tesis comprende las siguientes etapas:

A. Trabajo de gabinete:

Durante esta etapa se realizó una investigación sobre las técnicas de laboratorio más confiables y comúnmente empleadas, para determinar el Hierro y Aluminio extraíbles en suelo.

B. Trabajo de campo:

En esta etapa fueron muestreados cinco unidades de suelos,

características del trópico húmedo mexicano. Algunas de estas unidades son presumiblemente ricas en hierro y aluminio, lo que les confiere propiedades alíticas y óxicas. Estas propiedades fueron determinadas con base en los resultados obtenidos en el laboratorio de Edafología del Instituto de Geología, UNAM.

C. Trabajo de laboratorio:

Fueron analizadas un total de 15 muestras, por triplicado, por cada uno de los cuatro métodos empleados para cuantificar el hierro y el aluminio. Esto da un total de 180 análisis realizados. Por otra parte, fueron analizadas muestras de suelo y roca para la determinación de óxidos totales.

Estos análisis contaron con un control químico trabajando con estándares.

D. Análisis estadístico de los resultados.

E. Análisis de varianza y prueba de comparación de medios (Steel y Torrie, 1985).

V.3. DESARROLLO DE LAS TECNICAS EMPLEADAS.

A. HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES POR EL METODO DEL DITIONITO CITRATO. (Mehra y Jackson, 1960.)

El reactivo ditionito citrato extrae hierro "libre" (no silicatado), incluyendo algunas formas cristalinas inorgánicas, más las fracciones extraídas por el método del pirofosfato y el método del oxalato ácido (complejos orgánicos y formas inorgánicas amorfas).

La cantidad de aluminio extraído por este reactivo no es fácil de interpretar y es, usualmente, aproximado a la cantidad

extraída por el método oxalato ácido.

Teóricamente, en algunos Podzoles y suelos derivados de cenizas volcánicas, el oxalato ácido extrae grandes cantidades de aluminio, como lo hace el método de la ditionito citrato.

El método descrito es una adaptación del método de Holmgren (1967). Este método requiere de agitación durante toda la noche a temperatura ambiente. Esto es más conveniente que los métodos tradicionales en los cuales las muestras son tratadas varias veces con calentamiento.

A.1. PREPARACION DE REACTIVOS.

Citrato de sodio, (22%). Disolver 1,100 g de citrato de sodio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en agua destilada y aforar a 5 l. Esta solución se debe hacer en el día que se vaya a utilizar.

Ditionito de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$. Q.P.

Solución floculante, 0.4% de Sigma Clean.

A.2. PREPARACION DE ESTANDARES.

Solución patrón (1,000 ppm Fe, Al y Si); (ver inciso C).

Solución de Ditionito citrato: disolver 55 g de citrato de sodio y 5 g de ditionito de sodio en 250 ml de agua destilada y agitar.

A.3. ESTANDARES DE TRABAJO.

Pipetear 0, 2, 5, 10, 15 y 20 ml de solución patrón en matraces volumétricos de 200 ml: agregar a cada uno 20 ml de solución de ditionito citrato y aforar al volumen con agua destilada. Estas soluciones contienen 0, 10, 25, 50, 75 y 100 ppm de Fe, Al y Si.

A.4. PROCEDIMIENTO.

1. Pesar 1 g de suelo (secado al aire y tamizado en la malla

0.25 mm). Colocararlo dentro en un tubo de centrifuga de 250 ml de capacidad. Agregar al suelo un gramo de ditionito de sodio y 50 ml de solución de citrato de sodio al 22%.

2. Agitar toda la noche (16 horas) en un agitador mecánico. Posteriormente, agregar 50 ml de agua destilada y 5 gotas de floculante al 0.4%. Agitar vigorosamente por algunos segundos.

3. Posteriormente, centrifugar y filtrar a través de un papel filtro núm. 42 (Whatman). Diluir 1 + 9 con agua destilada y dejar reposar, tapado, durante 2 días.

4. Efectuar un blanco siguiendo el mismo procedimiento.

5. Leer Fe y Al por espectrofotometría de absorción atómica.

NOTA: Se ha encontrado que es necesario emplear la espectrofotometría de absorción atómica, en lugar de la espectrofotometría de flama, para medir Fe y Al en estos extractos, debido a que ocurre una interferencia muy significativa de fondo. Esto se debe a que el SO₂, disuelto interfiere, y la cantidad varía de muestra a muestra y, también, entre muestras y estándares. Se han detectado varias interferencias cuando se determina el fierro por absorción atómica. Esto se debe, probablemente, por la digestión de las muestras en "baño María" pero, se ha encontrado que dejando las muestras libremente, durante 2 días, ayuda a evitar la interferencia.

A.5. CALCULO DE RESULTADOS.

Preparar curvas estándares para ppm (Fe o Al) contra absorbancia. Así, $(\text{ppm (Fe o Al)})/10 = \text{Fe o Al}$

B. HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES CON PIROFOSFATO (Bascomb, 1968).

Este método extrae el hierro y el aluminio, complejados, a la materia orgánica. El pirofosfato ataca, sólo ligeramente, las formas amorfas inorgánicas (McKeague, 1967). Los resultados son utilizados en un gran número de sistemas de clasificación de suelos y son, especialmente, útiles para clasificar suelos podzolizados.

En otros métodos de análisis publicados, se pueden escoger varias maneras de limpiar los extractos antes de su lectura o medida. Algunos usan alta velocidad de centrifugación (cerca de 20,000 rpm) mientras que otros usan super "floculante", seguido por una centrifugación a baja velocidad (2,000 rpm). Se ha encontrado que el último método, cuando se ha usado en suelos que tienen grandes cantidades de material amorfo u óxidos de hierro secundario, finamente dividido, no producen extractos claros. Esto causa errores significativos y, por lo tanto, errores al emplear la espectrometría de flama. Este problema ha sido mencionado por Ballantyne y colaboradores en 1980. Este procedimiento empleado en el Comité de Suelos, combina centrifugación de alta velocidad (20,000 rpm) y la adición de super "floculante". La presencia de super "floculante" ayuda a evitar la resuspensión del material sólido después de la centrifugación.

B.1. PREPARACION DE REACTIVOS.

Pirofosfato de Sodio, 0.1 M. Disolver 223 g de $\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y aforar a 5 l.

Solución Super Floculante, 0.4% (Sigma Clean).

B.2. PREPARACION DE ESTANDARES.

a. Solución Patrón (1,000 ppm de Fe y Al). Esta solución patrón es la misma que se utiliza en el método de oxalato ácido para extraer Fe y Al.

b. Estándares de Trabajo. Pipetear 0, 2, 5, 10, 15 y 20 ml de la solución patrón a matraces aforados de 200 ml, agregar 40 ml de solución de pirofosfato de sodio.

c. Solución Patrón (1,000 ppm Fe, Al). Consiste en disolver 1 g de alambre de aluminio puro en 20 ml de HCl concentrado con la adición de un pequeño cristal traza de una sal de mercurio, para catalizar la reacción.

Disolver 1 g de alambre de hierro puro en 40 ml de HCl 1:1. La reacción es acelerada si cortamos el alambre en pequeñas piezas y la solución es calentada en "baño María".

NOTA: Puede ser necesario limpiar el hierro antes de pesarlo. Esto se hace colocando 1.5-2.0 g en HCl concentrado hasta quedar limpio, lavar con agua destilada y secar de inmediato.

Pesar 2.139 g de arena sílica pura (molida finamente en mortero de ágata y desecada a 450°C). Colocarla en un crisol de platino agregando 12 g de Na₂CO₃ Q.P. Calentar sobre un mechero hasta fusión y después transferirlo a una mufla a 1,000°C por media hora. Enfriar y disolver la masa fundida en 200 ml de H₂O destilada. Si la solución de esta fusión está turbia, descartarla y fundirla nuevamente.

Colocar las soluciones de Al y Fe en un matraz volumétrico de 1000 ml, agregando, aproximadamente, 500 ml de H₂O destilada y, después, agregar la solución de sílice lentamente y agitando

continuamente. Agregar 1 ml de tolueno como preservativo, 0.1 M, y aforar a la marca con agua destilada. De esta solución patrón múltiple preparar soluciones que contengan: 0, 10, 25, 50, 75 y 100 ppm de Fe, Al y Si.

B.3. PROCEDIMIENTO.

1. Agitar 1 g de suelo secado al aire, (<2 mm) con 100 ml del reactivo de pirofosfato de sodio 0.1 M en un tubo de centrifuga de 250 ml, y dejarla agitando toda la noche (16 horas).
2. Agregar 5 gotas de super "floculante" al 0.4% y agitar vigorosamente. Centrifugar a 20,000 rpm durante 30 min.
3. Diluir el extracto limpio 1 + 4 con agua destilada y leer la concentración de Fe y Al por espectrofotometría de emisión de flama o espectrofotometría de absorción atómica.
4. Efectuar un blanco siguiendo todo el procedimiento.

B.4. CALCULO DE RESULTADOS.

Preparar curvas estándares para ppm (Fe o Al) contra % de transmitancia o de absorbancia.

$$(\text{ppm Fe o Al})/20 = \% \text{ Fe o Al}$$

C. VALORACION DEL HIERRO Y ALUMINA LIBRES A TRAVES DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY.

El reactivo combinado está constituido por el amortiguador oxalato, a pH 3.2, 5 g de ditionito sódico y 250 ml de H₂O destilada. El amortiguador oxalato se prepara empleando 31.2 g de ácido oxálico + 62.1 g de oxalato amónico, en 2.5 l de reactivo de Tamm y disolver.

Reactivo de Tamm:

Se prepara mezclando una parte de solución de oxalato de

amonio monohidratado 0.2 M más 0.75 partes de solución de ácido oxálico dihidratado 0.2 M y ajustando el pH de esta solución a pH 3 añadiendo la solución de oxalato de amonio o solución de ácido oxálico según sea necesario.

C.1. EXTRACCION.

Se utilizan, por lo general, 2 g de suelo. Se efectúan tres extracciones sucesivas de 20 minutos a 60°C y agitación lenta, con 33 ml de amortiguador oxálico + 1 g de hidrosulfito de sodio. Centrifugar después de cada extracción.

C.2. VALORACIONES.

La valoración de hierro y aluminio puede efectuarse por absorción atómica o por colorimetría.

a. Absorción Atómica.- Se toman 2.5 ml de la solución extractora, a la cual se añaden 7.5 ml de una solución de lantano E.D.T.A. diluida a 1/5 parte a partir de la mezcla: 4 gr de óxido de La + 8 ml de HCl fumante + 25 g de E.D.T.A. Na₂ + 30 ml de NaOH al 32%.

b. Colorimetría.- Mineralización: Colocar 20 ml de líquido extractor en un vaso de teflón, evaporar lentamente y agregar a 10 ml de ácido perclórico Q.P. al 70%; diluir 50 ml con agua destilada y luego añadir 10 ml de solución de NaOH Q.P. al 32%; hervir 15 minutos y añadir HCl al 37%, hasta disolución completa del precipitado de hierro (calentar si es necesario). Ajustar a pH 1.5-2 y llevar luego a 200 ml en un matraz aforado.

Colorimetría de Hierro: Ortofenantrolina (véase valoración del hierro ferroso total).

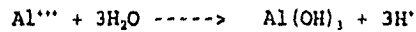
Colorimetría de aluminio: Eriocromocianina.

Valoración del aluminio de cambio:

Volumetría (método aproximado).

El ión Al^{+++} y una parte de los iones H^+ son desplazados por percolación de 20 g de suelo con una solución acuosa de KCl (1N).

El ión Al^{+++} se titula con $NaOH$ (0.01N) de la misma forma que el ión H^+ , ya que el ión Al^{+++} libera iones H^+ (pH superior a 5) según la reacción:



Por tanto, en una primera valoración sobre una fracción del percolado se puede valorar volumétricamente $Al^{+++} + H^+$ y en una segunda valoración sobre otra fracción alícuota, H^+ solo. Después de haber complejado el Al^{+++} con NaF : en las dos volumetrías se lleva la solución a un mismo pH de referencia, por ejemplo pH 7: la diferencia, expresada en miliequivalentes, corresponde al Al de cambio.

Sin embargo, es posible efectuar las dos valoraciones sucesivamente, sobre la misma fracción del percolado. Durante la primera valoración se lleva el percolado a pH 7, saturando los iones $H^+ + Al^{+++}$ con $NaOH$ (0.01N) como en el método precedente, en el curso de esta titulación se forma, por consiguiente, $Al(OH)_3$ (reacción 1).

Se compleja entonces el Al por adición de NaF , lo que libera iones OH^- :



Estos iones OH^- liberados se valoran entonces con HCl (0.01N) volviendo a llevar el medio al pH 7 de referencia; se obtiene así, en miliequivalentes, el valor del Al^{+++} de cambio.

Es necesario tener en cuenta que el NaF es una sal de base

fuerte y de ácido débil, por tanto hidrolizada y con reacción alcalina; conviene neutralizar previamente la solución de NaF utilizada, con HCl (0.01N).

Las reacciones anteriores sólo son completas y rápidas en caliente.

C.3. PROCEDIMIENTO A.

1. Percolar 20 g de suelo con 150 ml de KCl (1N), después de 12 horas de maceración. Duración: 3 horas. (Según procedimiento B).

2. Tomar una alícuota de 50 ml por lo menos.

3. Dejar hervir 5 min.

4. Llevar a pH 7, en presencia de azul de bromotimol por titulación con NaOH (0.01N), se obtiene así $H^+ + Al^{+++}$.

5. Añadir 5 ml de la solución de NaF al 4%, previamente neutralizada con HCl (0.01N), en presencia de azul de bromotimol.

6. Hervir durante 5 min.

7. Valorar con HCl (0.01N) y volver a llevar a pH 7 en presencia de azul de bromotimol.

C.4. PROCEDIMIENTO B.

1. Poner 10 g de suelo en un tubo de percolación; añadir 50 ml de acetato amónico (amortiguador a pH 6).

2. Dejar macerar durante una noche.

3. A continuación, efectuar una percolación progresiva con ayuda de, aproximadamente, 200 ml de acetato amónico (duración: 3 horas). Completar a 250 ml.

4. Utilizar este percolado núm. 1 para la valoración de la suma de los cationes metálicos de cambio (S) o de cada catión por separado (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+).

5. Lavar el filtro con alcohol de 95°, varias veces, hasta eliminar el hidróxido amónico con el reactivo de Nessler.

6. Colocar un matraz aforado de 250 ml bajo el filtro.

7. Percolar progresivamente con 200 ml de NaCl (0.5 N) (percolado núm. 2).

8. Llevar a 250 ml con agua destilada.

9. Destilar 20 ml de esta solución en el microkjeldahl.

10. Valorar en presencia de rojo de metileno, con H₂SO₄ (0.1 N).

Sean x ml: $T = 12.5 \times \text{mEq}/100 \text{ g.}$

C.4.1. Colorimetría.

Fundamento.- El aluminio forma con la eriocromocianina un complejo color rojo violeta, del cual se mide la densidad óptica a 5,350 Å y que cumple la ley de Beer, para una pequeña gama de concentraciones.

Como el hierro interfiere en esta colorimetría, se evita su interferencia añadiendo una solución compensadora de hierro y luego una solución de ácido tioglicólico cuyo poder reductor y complejante, a la vez, destruye el efecto de enmascaramiento del hierro.

El pH es un factor capital para el desarrollo del color que se fija en 6.0 por medio de una solución amortiguadora de acetato amónico.

El color evoluciona con el tiempo, pero permanece estable entre 10 y 30 min. Se ha fijado el tiempo de la colorimetría en 18 min.

C.4.2. Reactivos.

a. Solución patrón de aluminio de 1 ppm.

Pesar exactamente 100 mg de aluminio en polvo Q.P. en un vaso de 250 ml. Añadir 50 ml de HCl 1:5 y cubrir con un vidrio de reloj. Al final del ataque, cuando cesa la efervescencia, lavar cuidadosamente el vidrio de reloj con el que se cubrió y las paredes del vaso y llevar a 150 ml con agua destilada. Dejar hervir 10 minutos aproximadamente y dejar enfriar. Trasvasar el contenido del vaso a un matraz aforado de 1,000 ml y añadir con agua destilada. Se obtiene así una solución patrón que contiene 100 ppm, la cual se conserva.

Añadir 5 ml de ácido acético glacial del 100% Q.P. y aforar a un litro con agua destilada.

Una dilución 1:100 suministra una solución patrón de aluminio de 1 ppm.

b. Solución de eriocromocianina.

Pesar 0.750 g de eriocromocianina Q.P. en un vaso de 100 ml. Pasar a un matraz aforado de 1000 ml aforándola cuidadosamente con agua destilada. Añadir 25 g de NaCl Q.P., 25 g de nitrato amónico Q.P. y 2 ml de ácido nítrico puro Q.P. Aforar a 1 litro, conservar la solución en un frasco de color ámbar.

c. Solución compensadora de hierro de 100 ppm.

Pesar 0.7022 g de sulfato ferroso amónico Q.P. en un vaso de 250 ml. Añadir 100 ml de agua destilada, 5 ml de ácido sulfúrico concentrado Q.P. y 5 ml ácido nítrico puro Q.P., con el fin de oxidar el hierro Fe²⁺ a Fe³⁺. Calentar para eliminar los óxidos de nitrógeno. Dejar enfriar. Transvasar a un matraz de 1,000 ml y aforar con agua destilada.

d. Solución amortiguadora a pH 6.

Pesar 320 g de acetato amónico Q.P. y pasarlos a un matraz

de 1,000 ml con agua destilada. Añadir 5 ml de ácido acético glacial del 100% Q.P., y aforar a 1 litro con agua destilada. La solución obtenida tiene pH de 6.6, el cual cambia a pH 6 en la solución final a medir.

e. Solución de ácido tioglicólico al 5%.

En un matraz aforado de 500 ml, verter 2.5 ml de ácido tioglicólico puro Q.P.: Enjuagar con agua destilada. Añadir 125 ml de alcohol etílico puro, y aforar a 500 ml con agua destilada. Esta solución no se conserva más de 24 horas.

f. Solución de los "reactivos combinados".

Para facilitar la manipulación se mezclan los tres reactivos: (c) solución compensadora de hierro; (e) ácido tioglicólico; y (b) eriocromocianina, en las proporciones respectivas de 1:10, 1:2 y 1:4. Para preparar 1 litro de solución de los "reactivos combinados", verter 100 ml de la solución compensadora de hierro a 100 ppm en un matraz de 1,000 ml. Añadir luego 500 ml de la solución de ácido tioglicólico al 5% (se observa la aparición de una coloración azul que desaparece al cabo de algunos segundos) y, por último, añadir 250 ml de la solución de eriocromocianina; aforar a 1,000 ml. con agua destilada.

C.4.3. Procedimiento.

1. Curva patrón: en matraces aforados de 50 ml, poner 0, 2, 5, 7, 10 y 12 ml de la solución patrón de aluminio que contiene 1 ppm. Añadir 20 ml de la solución de los "reactivos combinados".

2. Solución problema: operar de la misma forma que la anterior, tomando cantidades convenientes (conteniendo, aproximadamente, 7 mg. de aluminio) de las soluciones a valorar.

3. Colorimetría: a 5,350 Å, al cabo de 18 min.

C.5. VALORACION DEL HIERRO FERROSO TOTAL.

C.5.1. Extracción.

Extraer una muestra de suelo (2 g) finamente pulverizada y fresca, si es posible, con 30 ml de HCl 1:2, en baño María a 80°C durante 2 horas. Dejar enfriar y centrifugar; filtrar y lavar con 20 ml de HCl (1N). Dilución aconsejada: 1:100.

C.5.2. Valoración colorimétrica con ortofenantrolina.

El Fe²⁺ da un complejo rojo anaranjado muy estable con la ortofenantrolina. El pH debe estar comprendido entre 0 y 2. El intervalo de la valoración está comprendido entre 0, 1 y 6 ppm.

Los pasos a seguir son:

1. Pipetear 10 ml en un matraz de 50 ml. Añadir 20 ml de agua destilada hervida.
2. Enfriar y llevar a pH 3.5.
3. Añadir 1 ml de clorhidrato de ortofenantrolina al 1.5% en solución acuosa caliente. Aforar a 50 ml.
4. Colorimetría a 4,900 Å, al cabo de 15 min.
5. Curva patrón de 0, 1 a 6 ppm de hierro ferroso.

C.5.3. Observaciones.

Este método permite valorar el hierro total, ferroso y férrico, en una solución extractora cualquiera. Es suficiente añadir, antes del colorante, 2 ml de clorhidrato de hidroxilamina al 10%.

1. Cuando se valora el hierro ferroso solo, es necesario operar lo más rápidamente posible para evitar la oxidación con el aire.

2. Es necesario vigilar los iones que interfieren, entre ellos Cl^- , CH_3COO^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , SCN^- , así como los cationes alcalinos y alcalinotérreos, que no deben exceder de 500 ppm. En general, la dilución inicial impuesta por el método colorimétrico evita cualquier riesgo de interferencia.

D. EXTRACCION Y DETERMINACION DE AMORFOS DE HIERRO EN EL SUELO SEGUN EL METODO DE P. SEGALEN. (1964).

Este método es empleado para extraer y determinar material coloidal, inorgánico, amorfo y sesquióxidos en suelos tropicales.

D.1. MATERIAL EMPLEADO.

1. Tubos de plástico para centrifuga con capacidad de 100 ml.
2. Matraz volumétrico con capacidad de 100 ml.
3. Centrifuga con capacidad de 3,000 rpm.

D.2. REACTIVOS.

1. Acido clorhídrico (8 N).
2. Ortofenantrolina.

D.3. PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION Y DETERMINACION DE HIERRO AMORFO.

1. En un tubo de centrifuga colocar 500 mg de suelo tamizado a malla 100. Esta técnica es apropiada para suelos que contienen 15% de Fe_2O_3 total.
2. El suelo tamizado debe ser tratado, previamente, con peróxido de hidrógeno al 30% para eliminar el total de la materia orgánica presente.
3. Verter 50 ml de ácido clorhídrico (8 N), dejarlo en contacto con la muestra por 30 min.
4. Centrifugar a 3,000 rpm durante 10 min. Recuperar la

solución sobrenadante, y colocarla dentro de un tubo de centrífuga. Resuspender el sedimento utilizado.

5. Agregar alrededor de 45 ml de agua destilada.
6. Centrifugar y agregar esta agua de lavado a los primeros 50 ml. Ajustar a 100 ml. En esta solución se determinará el fierro.
7. El fierro se reduce con la hidroxilamina hasta decoloración, y desarrolla el color con la ortofenantrolina.

La medida del fierro es obtenida solamente dentro de las soluciones ácidas, y se determina por colorimetría.

D.4. DETERMINACION DE HIERRO TOTAL: HIERRO FERROSO Y HIERRO FERRICO.

En el laboratorio de Geoquímica del Instituto de Geología de la UNAM, se determinó el hierro total y el hierro ferroso, utilizando el método de Pratt modificado por French W.J. y Adams S.J. (1972).

D.4.1. Reactivos utilizados, para determinar hierro total y ferroso.

Reactivos:

1. Acido fluorhídrico	HF	grado reactivo
2. Acido sulfúrico	H ₂ SO ₄	50%
3. Acido clorhídrico	HCl	Concentrado
4. Cloruro estannoso	SnCl ₂	Q.P.
5. Cloruro mercurico	HgCl ₂	Q.P.
6. Dicromato de potasio	K ₂ Cr ₂ O ₇	Q.P.

D.4.2. Procedimiento empleado, para determinar hierro total y férrico.

Preparación de los reactivos.

1. Disolver 7.5 g de cloruro estannoso deshidratado en 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y después de ser disuelto por calentamiento se enfría y se lleva a 100 ml con agua destilada.

2. Preparar una solución saturada de cloruro mercurioso en agua destilada.

3. Esto nos da una solución de dicromato de potasio (0.03 N).

4. Secar en la estufa el dicromato de potasio Q.P. a 150°C por cuatro horas. Dejar enfriar y disolver 1.471 g en agua destilada y aforar a 1 litro.

5. Preparar una solución de Difenilamina sulfanato de Ba (DASB). Disolver 1 gr de DASB en 1 litro de agua destilada, y agitar hasta disolución total.

D.4.3. Procedimiento empleado, para determinar hierro férrico.

A. Extracción de hierro férrico (Fe⁺⁺⁺).

1. La materia orgánica del suelo se destruye, previamente, con peróxido de hidrógeno al 30%, después se lava y se seca el suelo.

2. Pesar 1 g de muestra seca en una cápsula de platino. Atacar la muestra con 10 ml de ácido sulfúrico al 50%, más 1 ml de ácido nítrico concentrado, más 20 ml de ácido fluorhídrico concentrado. Llevar a sequedad en placa caliente (parrilla). Recuperar con ácido perclórico al 50% (aproximadamente 150 ml), en un vaso de precipitado de 400 ml. La cápsula se introduce al vaso de precipitado. Después, se enjuaga, se enfría y se afora con agua destilada en un matraz volumétrico de 200 ml. Posteriormente se mezcla.

3. Tomar una alícuota de 50 ml y colocarla en el matraz Erlenmeyer de 250 ml. Agregar, aproximadamente, de 10-15 ml de ácido clorhídrico y llevar a ebullición. Agregar, con precaución, cloruro estannoso gota a gota, hasta la desaparición del color amarillo, por la reducción del $Fe^{3+} \rightarrow Fe^{2+}$.

4. Agregar cuatro gotas de exceso de cloruro estannoso, enfriar y agregar 10 ml de cloruro mercuríco saturado.

NOTA: El cloruro mercuríco, únicamente, se emplea para neutralizar el exceso de cloruro estannoso. Agregar 1 ml de DASB y titular con dicromato de potasio.

Extracción de hierro ferroso (Fe^{2+}).

B. Reactivos utilizados:

1. Solución disolvente del ferroso según Pratt (1972).

2. Agua destilada (H_2O) pH 7 250 ml

3. Acido sulfúrico (H_2SO_4) 50% 500 ml

4. Acido fluorhídrico (HF) G.R. 250 ml

C. Procedimiento empleado:

Preparación de los reactivos.

1. Solución saturada: el disolvente se prepara con 250 ml de agua destilada, 500 ml de ácido sulfúrico al 50% y 250 ml de ácido fluorhídrico (grado reactivo), según Pratt.

D. Extracción del hierro ferroso (Fe^{2+}):

1. Pesar 0.50 g de muestra de suelo, libre de materia orgánica, en un crisol de platino. Agregar 20 ml de la solución disolvente de Pratt (véase reactivos utilizados). Llevar a ebullición con lámpara de alcohol y contar, exactamente, 7 min., a partir de que se inicie la ebullición. Pasar el crisol y la solución, (así caliente), a un vaso de precipitado de 400 ml al

que se le ha puesto, previamente, 200 ml de solución de ácido bórico (H_3BO_3). Enjuagar el crisol y la tapa con agua destilada y titular de inmediato con dicromato de potasio (0.03 N), empleando DASB como indicador (tres gotas).

D.5. DETERMINACION DEL ALUMINIO TOTAL POR DIFERENCIA CON LOS SESQUIOXIDOS TOTALES.

Fundir 1 g de muestra con un compuesto equimolecular de carbonato de sodio y carbonato de potasio, empleando 10 g de este fundente, en crisol de platino, durante media hora a $900^\circ C$.

Recuperar la masa fundida con 200 ml de agua más 30 ml de ácido clorhídrico en vaso de precipitado de 400 ml. Secar hasta deshidratación total y recuperar con 20 ml de HCl concentrado más 100 ml de agua destilada y llevar a ebullición, filtrar con papel Whatman núm. 41, recibiendo en matraz volumétrico de 200 ml. Tomar una alícuota de 100 ml en un vaso de 250 ml, agregar 6 gotas de rojo de metilo y precipitar el R_2O_3 con NH_4OH al 50%.

Filtrar en papel Whatman núm. 41 y calcinar el precipitado a $900^\circ C$ en crisol de arcilla y pesar el precipitado como R_2O_3 .

Cálculos.

$$\% R_2O_3 = (\text{Peso del precipitado} \times 200 \times 100) / 1g \times 100$$

$$\% Al_2O_3 = R_2O_3 - (\% Fe_2O_3 + \% P_2O_5 + \% TiO_2)$$

Se deben cuantificar el Ti y P colorimétricamente y el Fe_2O_3 por titulación con solución de K_2CrO_7 . (0.1 N)

En la sección de anexos se incluyen los siguientes:

Anexo 1:

RESUMEN CONCEPTUAL SOBRE LAS METODOLOGIAS Y TECNICAS EMPLEADAS PARA EXTRAER Y DETERMINAR HIERRO Y ALUMINIO

En este anexo se presenta un listado de los métodos de

extracción y determinación más comúnmente empleados para cuantificar hierro y aluminio en sus diferentes formas. En la tabla número 12 se hace un resumen de varios métodos para determinar diferentes tipos de materiales amorfos.

En el anexo 2 se presentan los análisis estadísticos de cada perfil y de cada horizonte, realizados con base en la prueba estadística de Tukey, J.W., 1953, *in* Steel and Torrie (1985).

TABLA 3. EVALUACION DEL NIVEL DE CONFIABILIDAD ESTADISTICA DE LOS METODOS PARA HIERRO EXTRAIBLE.

PERFIL	PROFUNDIDAD (cm)	METODOS*	PROMEDIO	SIGNIFICANCIA** ESTADISTICA
1	1 (0-45)	A	10.23	a
		C	11.63	b
		B	12.66	c
		D	16.50	d
	2 (41-220)	A	14.55	a
		C	16.43	b
		B	16.60	b
		D	22.06	c
	3 (> 220)	A	9.43	a
C		10.00	b	
B		10.10	b	
D		13.63	c	
2	1 (0-23)	A	4.76	a
		C	4.93	b
		B	5.16	b
		D	7.26	c
	2 (23-93)	A	8.06	a
		C	9.56	b
		H	9.83	b
		D	9.50	c
	1 (93-160)	A	3.33	a
C		3.73	b	
B		4.16	c	
D		5.66	d	
3	1 (0-23)	A	0.73	a
		C	1.00	b
		B	1.13	b
		D	1.60	c
	2 (23-110)	A	1.76	a
		C	2.03	b
		B	2.16	b
		D	3.26	c
	3 (110-160)	A	1.56	a
C		1.70	a	
B		1.86	a	
D		3.06	b	
4	1 (0-27)	A	6.16	a
		C	6.53	b
		H	6.16	b
		D	6.70	c
	2 (27-93)	A	3.80	a
		C	6.03	b
		B	6.30	c
		D	7.66	d
	3 (93-160)	A	3.70	a
C		3.80	a	
B		3.96	b	
D		5.11	c	
5	1 (0-13)	C	0.50	a
		A	0.53	a
		B	0.60	a
		D	0.86	b
	2 (13-110)	C	0.30	a
		A	0.73	a
		B	0.93	b
		D	1.03	b
	3 (110-160)	A	0.55	a
C		0.60	a	
B		0.70	a	
D		0.76	b	

* Métodos: (A) Ditionio Cloruro, Mehler y Jackson (1959); (B) Extracción con pirrolidina, Bascomb (1968); (C) Reactivo Combinado de Nancy (1966); (D) Extracción con hidróxido de sodio y ácido clorhídrico, Segalen (1965).

** Valores dentro de la misma columna, seguidos de una misma letra, son estadísticamente iguales (Tukey 99%).

TABLA 6. EVALUACION DEL NIVEL DE CONFIABILIDAD ESTADISTICA DE LOS METODOS PARA ALUMINIO EXTRAIBLE.

PERFIL	PROFUNDIDAD	METODOS*	PROMEDIO	SIGNIFICANCIA** ESTADISTICA
1	1 (0-43)	A	0.23	a
		C	0.23	a
		B	0.37	a
		D	0.61	b
	2 (43-220)	A	0.22	a
		C	0.23	a
		B	0.25	a
		D	0.89	b
	3 (> 220)	B	0.13	a
		A	0.13	a
		C	0.18	a
		D	0.33	b
2	1 (0-23)	C	1.76	a
		A	3.91	a
		B	4.66	b
		B	3.66	c
	2 (23-93)	A	1.53	a
		B	1.40	a
		C	1.60	b
		D	2.53	c
	3 (93-160)	A	1.13	a
		C	1.16	a
		B	1.30	b
		D	3.30	c
3	1 (0-25)	A	0.20	a
		C	0.20	a
		B	0.50	b
		D	1.00	c
	2 (25-110)	A	1.13	a
		C	1.26	a
		B	1.43	b
		D	2.01	c
	3 (110-180)	A	0.56	a
		C	1.00	a
		D	1.20	b
		B	1.26	a
4	1 (0-27)	C	6.96	a
		A	7.03	a
		B	7.40	b
		D	8.00	c
	2 (27-93)	A	5.60	a
		C	5.91	a
		B	7.03	b
		D	7.43	c
	3 (93-160)	C	3.80	a
		A	6.03	a
		B	6.40	b
		D	6.93	c
5	1 (0-15)	A	0.20	a
		C	0.20	a
		B	0.50	b
		D	0.56	b
	2 (15-110)	A	0.10	a
		B	0.20	a
		C	0.20	a
		D	0.43	b
	3 (110-180)	A	0.10	a
		B	0.10	a
		C	0.20	a
		D	0.30	b

* Métodos: (A) Diferencia Clavio, Mehr y Jackson (1960); (B) Extracción con pirrófuran, Dawson (1968); (C) Reactivo Combinado de Nancy (1966); (D) Extracción con hidróxido de sodio y ácido clorhídrico, Englem (1968).

** Valores dentro de la misma columna, seguidos de una misma letra, son estadísticamente iguales (Tukey 99%).

VI. RESULTADOS Y DISCUSION.

VI.1. VALORIZACION DEL HIERRO EN LOS HORIZONTES.

Perfil 1. Luvisol férrico. Como puede observarse en la tabla 5, la determinación de los contenidos de hierro férrico con propiedades oxídicas son las siguientes:

Horizonte A₁. Para este horizonte los análisis estadísticos obtenidos, empleando las técnicas de Ditionito Citrato (Método A); Extracción con Pirofosfato (Método B); Reactivo Combinado de Nancy (Método C); Extracción con Hidróxido de Sodio según Segalen (Método D), mostraron baja confiabilidad estadística en los análisis realizados para este horizonte.

Horizonte B₁. En este caso los resultados obtenidos indican que los métodos A y C tienen una confiabilidad estadística alta, en tanto que el método B dió una confiabilidad mediana y el método D dió una confiabilidad estadística baja.

Horizonte C₁. En este horizonte los métodos B y C dieron los resultados estadísticamente más confiables para la determinación del hierro. En tanto que el método A dió una confiabilidad media, y el método D, dió una confiabilidad estadística muy baja.

Perfil 2. Andosol húmico. En este suelo se obtuvieron los siguientes resultados del análisis estadístico:

Horizonte A₁. En este horizonte los métodos A y B dieron un valor estadístico bajo, el método C dió un valor medio y el método D dió un valor de confiabilidad estadística muy baja.

Horizonte B₁. En este horizonte los métodos empleados para la determinación del hierro son los siguientes:

Método A con valor medio; Método B y C con valores altos; Método D con valores de confiabilidad estadística muy bajo.

Horizonte C₁. En este horizonte los métodos A, B y C dieron valores de confiabilidad estadísticamente bajos, en tanto que el método D dió un valor muy bajo de confiabilidad estadística.

Perfil 3. Luvisol crómico con propiedades verticas. Para este suelo se tienen los siguientes resultados:

Horizonte A₁. El empleo de los métodos B y C dió alta confiabilidad estadística, en tanto que el valor del método A es bajo, y muy bajo en su confiabilidad estadística para los resultados obtenidos por el método D.

Horizonte B₁. En este horizonte la determinación de hierro por los métodos B y C aportó una confiabilidad estadística alta, en tanto que el método A dió una confiabilidad estadística baja, y el método D un valor muy bajo de confiabilidad estadística.

Horizonte C₁. Se obtuvieron los siguientes valores de confiabilidad estadística: los métodos A, B y C dieron valores

altos, en tanto que el método D dió valores nuevamente muy bajos de confiabilidad estadística.

Perfil 4. Cambisol crómico en Propiedades Férricas.

Para este perfil los análisis y valores obtenidos son los siguientes:

Horizonte A_h. En este horizonte los métodos B y C dieron valores estadísticos de confiabilidad alta, el método A con valores de confiabilidad bajos, y para el método D muy bajos.

Horizonte B_v. En este horizonte, el patrón de resultados estadísticos obtenidos es similar al indicado para el horizonte A_h, es decir, los métodos B y C dieron valores altos, por el método A son bajos y por el método D muy bajos.

Horizonte C. Para este horizonte se tiene que a los métodos A, B y C les corresponden valores estadísticos altos y muy bajos para el método D.

Perfil 5. Arenosol eútrico con propiedades ferrálicas. Se tienen los siguientes resultados del análisis estadístico:

Horizonte A₁. En este horizonte los métodos A, B y C dieron una confiabilidad estadística alta, en tanto que el método D dió una confiabilidad estadística muy baja.

Horizonte B. Los métodos A y C presentaron una confiabilidad

estadística alta para la determinación del hierro, en tanto, que en el caso de los métodos B y D la confiabilidad fué media.

Horizonte C. En este horizonte, únicamente el método C resultó con alta confiabilidad; siendo media en el caso de los métodos A, B y C.

VI.2. VALORIZACION DEL ALUMINIO EN LOS HORIZONTES.

Como puede observarse en la tabla 6, la evaluación del nivel de confiabilidad estadística de los métodos analíticos utilizados para determinar el aluminio extraíble en los cinco suelos estudiados es el siguiente:

Perfil 1. Luvisol férrico. En este suelo los métodos A, B y C dieron para el horizonte A_1 un nivel de confiabilidad estadística alta, en tanto que en el método D esta confiabilidad fue muy baja. Situación similar se presentó para los horizontes B_t y C_1 .

Perfil 2. Andosol húmico. Los métodos A y C dieron, en este caso, una confiabilidad alta para el horizonte A_1 , con el método B para el valor fue medio, y con el método D el valor fue muy bajo. Para el horizonte B, los métodos A y B son de confiabilidad alta; un valor medio por el método C; y muy bajo con el método D.

Horizonte C. Los métodos A y C muestran una confiabilidad estadísticamente alta, la cual es moderada para el método B; y

muy baja para el método D.

Perfil 3. Luvisol crómico. En este perfil, los métodos A y C resultaron con una confiabilidad estadística alta para todos los horizontes. El método B mostró una confiabilidad media para los horizontes A y B; siendo alta en el caso del horizonte C. El método D presentó una confiabilidad estadística muy baja para los horizontes A y B, siendo confiable únicamente en el caso del horizonte C.

Perfil 4. Cambisol crómico. Los métodos A y C resultaron altamente confiables para determinar el aluminio en el horizonte A. En el caso de los métodos A, B y C la confiabilidad estadística fue baja para el horizonte B. La confiabilidad de los métodos A, B y C en el caso del horizonte C₁, de este perfil, oscilan de medios a altos. El método D para ningún horizonte de este perfil resulta estadísticamente confiable.

Perfil 5. Arenosol eútrico (arenosol con propiedades ferrálicas). La determinación de aluminio en el horizonte A₁ resultó con una confiabilidad estadística alta en el caso de los métodos A y C. Los métodos B y D solo mostraron una confiabilidad estadística baja para este horizonte. Para la determinación de aluminio extraíble en el horizonte B, los métodos más confiables fueron el B y C, siendo de baja a muy baja confiabilidad estadística los métodos A y D, respectivamente.

Horizonte C. El método A fue de alta confiabilidad estadística,

en tanto que para los métodos B y C la confiabilidad estadística fue mediana y para el método C la confiabilidad estadística fue baja.

VI.3. INTERPRETACION DE LOS DATOS ESTADISTICOS.

VI.3.1. Determinación de Hierro.

Según los resultados obtenidos, el método de Ditionito Citrato (método A), resulta, estadísticamente, poco confiable para determinar hierro en los horizontes orgánicos de los de los perfiles 1, 2, 3, y 4 debido, probablemente, a que el hierro forma complejos con la materia orgánica y el reactivo utilizado en este método no los rompe fácilmente. Sin embargo, funciona eficientemente en suelos que muestran contenidos de bajos a moderados en materia orgánica, como es el caso del perfil 5 que, además, es pobre en arcilla. (Tabla 7).

El método de Extracción con Pirofosfato (Método B) resultó, estadísticamente, menos confiable para suelos férricos y/o húmicos (perfiles 1 y 2, tablas 8 y 9). Esto puede deberse a que ambos perfiles muestran horizontes ricos en humus en los que, como en el caso anterior el hierro forma complejos muy estables con los humatos. En los suelos que muestran horizontes A ócricos, como es el caso de los perfiles 3, 4 y 5, la determinación por este método es muy confiable (Tablas 7, 10 y 11). De hecho, este método fue diseñado por Bascomb (1968) para determinar hierro y aluminio extraíbles en suelos ricos en materia orgánica. Sin embargo, no es adecuado para extraer el hierro y/o el aluminio,

cuando estan formando complejos organo-minerales con los humatos, debido a que se presentan enlaces químicos muy estables, con aminoácidos e iones fosfato, entre otros.

En el caso del método denominado Reactivo Combinado de Nancy (Método C) el comportamiento es igual al descrito para el Método del Pirofosfato, anteriormente citado. La Escuela Francesa (ORSTOM) que basa su clasificación en los contenidos y tipos de materia orgánica presente en los suelos, adoptó hasta 1980 este método, para la determinación de hierro y aluminio en suelos tropicales con contenidos moderados o altos de materia orgánica. Actualmente, Duchaufour (1984) lo sigue utilizando en sus investigaciones.

El Método de P. Segalen (Método D) no es estadísticamente, confiable para determinar hierro extraíble en ninguna de las Unidades Edáficas estudiadas. Esto, posiblemente, se debe a que es un método muy agresivo ya que emplea ácido clorhídrico e hidróxido de sodio para el ataque.

En estas condiciones, se liberan cantidades excesivas de hierro que, en forma natural, no son extraíbles. Este método, en las investigaciones realizadas por el Departamento de Edafología del Instituto de Geología, UNAM, ha resultado, además, poco confiable, ya que afecta significativamente la estructura cristalina de las arcillas.

Determinación de hierro extraíble para el horizonte B.

Los resultados indican que el Método Ditionito-Citrato (Mehra y Jackson, 1960) es muy eficiente para la determinación

de hierro extraíble en suelos ferrálicos (suelos ricos en Fe^{3+} , Perfiles 1 y 5) pero es, estadísticamente, poco confiable para determinar el hierro extraíble en suelos cuyo horizonte B muestra contenidos de medios a bajos en este elemento. (Tablas 7 y 8).

Observaciones al respecto hechas por FAO (1990-1994), parecen confirmar este hecho. El Método de Extracción con Pirofosfato (Bascomb, 1968) resulta ser la alternativa adecuada para determinar en los horizontes B, contenidos de medios a bajos de hierro extraíble, pero es ineficiente para determinarlo en suelos con contenidos muy altos de este elemento, como es el caso de los perfiles 1 y 5. En el Adendum de suelos presentados por FAO, UNESCO, y la International Society of the Soil Science (ISSS); publicado en las Memorias del 15th World Congress of Soil Science, Acapulco (1994), se propone que la determinación de hierro y aluminio extraíbles en los suelos debe hacerse, siempre, utilizando el Método de Ditionito-Citrato (Método A) y el Método de Extracción con Pirofosfato (Método B), para todos los horizontes. Anteriormente, el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (1990), ya había realizado esta propuesta.

El Método de Reactivo Combinado de Nancy (Mc Keague y Day, 1966) resultó óptimo para la determinación de hierro extraíble en el horizonte B de todos los suelos estudiados. (Tabla 5). La Escuela Francesa utiliza únicamente este método para determinar hierro y aluminio extraíbles en todos los perfiles de suelos, independientemente de la localización ecológica y climática de los mismos. Esta Escuela sostiene que la confiabilidad del método en los horizontes B es, en general, mayor al 90% (Duchaufour, 1984). El método de P. Segalen (1968) resulta ser el más

ineficiente.

En general, se observa en la Tabla 5, que ningún método es confiable, estadísticamente, para determinar los contenidos de hierro extraíble en los horizontes C de los Andosoles húmicos (Perfil 2, Tabla 9). Esto, probablemente, se debe a que tanto los ácidos húmicos presentes como los amorfos de sílice y aluminio (amorfos alofánicos) están interfiriendo muy fuertemente en la determinación de hierro.

Los mejores métodos para determinar hierro extraíble en el horizonte C, excluyendo el horizonte C de los Andosoles, son los métodos B y C. El método de menor confiabilidad resultó nuevamente el método D. En el caso del método A los resultados obtenidos son caóticos y poco confiables, por lo que, tampoco, es estadísticamente, confiable este método.

Para el horizonte C la variabilidad de los resultados obtenidos en los análisis dieron una baja confiabilidad estadística en los métodos A, B y C, y una muy baja confiabilidad estadística con el método D (Tabla 5).

VI.3.2. Determinación de Aluminio.

Los resultados obtenidos para determinar el aluminio, extraíble en los diferentes horizontes del suelo, con base en las cuatro metodologías utilizadas, son las siguientes:

Horizonte A.

En todos los suelos estudiados, el método de Ditionito Citrato (Mehra y Jackson, 1960), así como el Reactivo Combinado de Nancy (Mc Keagy y Day, 1966), mostraron alta confiabilidad

estadística para determinar el aluminio en este horizonte. (Tabla 6).

La extracción con Pirofosfato (Bascomb, 1968) solo muestra una confiabilidad estadística de media a baja, con excepción del horizonte A del perfil 1 donde es alta. Esta alta confiabilidad estadística, como se mencionó antes, se debe a que éste es un método, particularmente diseñado para determinar hierro y aluminio en horizontes organo-minerales. Posiblemente, las interferencias ocasionadas por los amorfos y cantidades extremas de este elemento (aluminio), sean las principales limitantes para dar una confiabilidad estadística alta a esta técnica.

FAO-UNESCO (1988), propone las unidades de suelos denominados Alisoles, para aquellos que presenten una saturación de 60% o mayor de aluminio extraíble. Con relación a la capacidad de Intercambio Catiónico, en algún horizonte. Sin embargo, aún no proponen ninguna técnica específica para la determinación del aluminio extraíble en estos suelos. Los Andosoles, también, muestran problemas especiales con el aluminio. La naturaleza amorfa de su complejo de intercambio, rico en alofano contribuye a la fijación del ión fosfato haciéndolo casi inalcanzable a los cultivos. En algunos suelos dedicados al cultivo de arroz, este fenómeno de retención del fósforo por los amorfos aluminosilicatados, representa un problema de gran importancia y frecuencia, en varios suelos del Continente Asiático y Japón.

Por otra parte, la determinación de aluminio por el método de P. Segalen (1968) (método D) resultó, en todos los casos, con una confiabilidad estadística de baja a muy baja, debido a que el ataque a los componentes cristalinos del suelo se incrementó,

significativamente, con el uso del ácido clorhídrico (Clay Mineralogy: Spectroscopic and Chemical Determinative Methods, 1994).

Horizonte B.

La determinación de aluminio en este horizonte (tabla 6), depende de la propia génesis y tipología del suelo. En el caso de Luvisoles férricos, Andosoles húmicos y Luvisoles crómicos (Tablas 8, 9, 10) las determinaciones por Ditionito Citrato, Pirofosfato y Reactivo Combinado de Nancy, muestran una confiabilidad estadística satisfactoria, la cual varía de media a baja. Sin embargo, en los suelos que, normalmente, muestran contenidos bajos de aluminio extraíble, como es el caso de los Cambisoles crómicos y de los Arenosoles eútricos (Tablas 7, 11), la confiabilidad por el método del Ditionito Citrato (Mehra y Jackson, 1960) disminuye. Aparentemente, la determinación de aluminio por medio del Reactivo Combinado de Nancy (Mc Keague y Day, 1966) es óptima para el horizonte B, de todos los suelos estudiados. (Tabla 6). En ningún caso, la determinación por el método de P. Segalen resultaría, estadísticamente, confiable.

El hecho de que en el perfil 5 (Tabla 7), estadísticamente se alcanzó un valor medio de confiabilidad con este método, se debe, muy probablemente, a que la extracción con ácido clorhídrico e hidróxido de sodio propicia la liberación de aluminio en diversas formas, lo que constituye un artificio de la técnica.

Horizonte C.

Con excepción del grupo de Andosoles, la técnica de Extracción con Pirofosfato (Bascomb, 1968) y con el reactivo combinado de Nancy son estadísticamente muy confiables. La

limitación, para el caso de los Andosoles se debe, probablemente, a los altos contenidos de aluminio libre amorfo, presentes en estos suelos, que propician la detección de niveles erróneos de este elemento por estas técnicas.

En el caso de la detección de aluminio por el método de Ditionito Citrato se observa, claramente, que la presencia y acumulación excesiva de hierro y aluminio amorfos en los perfiles 1 y 2, no interfieren con la confiabilidad de esta técnica.

VI.4. COMENTARIOS GENERALES SOBRE LAS TECNICAS EMPLEADAS.

El análisis estadístico de los resultados, a través de la prueba de Tukey al 99% de confiabilidad, indica que los cuatro métodos utilizados para la determinación de Fe y Al dieron, en general, resultados con diferencias estadísticamente significativas. Sin embargo, a continuación, se puntualizan cuales de los cuatro métodos pueden considerarse más confiables, en cada perfil y profundidad, con base en el grado de similitud que, estadísticamente, corresponde a la ausencia de diferencias significativas.

Métodos para Fe extraíble.

En el perfil 1, a la profundidad de 0-45 cms, con los cuatro métodos se obtuvieron concentraciones estadísticamente diferentes. Es en este perfil y a esta profundidad se detectaron las mayores diferencias.

En la profundidad 45-220 cms., se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A y C son iguales, de igual

modo que los obtenidos con el método C son iguales a los obtenidos con el B y éstos, a su vez, diferentes de los del D. En este caso, los resultados más confiables son los obtenidos con los métodos C y B, y los menos confiables son los correspondientes al D.

Estos resultados son muy parecidos a los obtenidos en la profundidad de 220 cms, en donde los resultados obtenidos con los métodos C y B son iguales y diferentes los del A y D.

En el perfil 2, a la profundidad de 0-23 cms, con tres de los métodos probados, se obtuvieron concentraciones iguales. Los resultados obtenidos con los métodos A y C son iguales, de igual modo que los obtenidos con el método C son iguales a los obtenidos con el B, y éstos, a su vez, diferentes los del D. En este caso, los resultados más confiables son los obtenidos con los métodos C y B, y los menos confiables son los correspondientes al D.

En la profundidad de 23-95 cms, se encontró que los resultados obtenidos con el método C y B son iguales, siendo diferentes a los obtenidos con los métodos A y D.

En la profundidad de 95-160 cms, con los cuatro métodos probados, se obtuvieron concentraciones estadísticamente diferentes; en este caso, ninguno de los métodos demostró ser confiable.

En el perfil 3, a la profundidad de 0-25 cms, con los cuatro métodos probados, se obtuvieron concentraciones iguales. A y C resultaron iguales, así como los obtenidos con el método C son iguales a los obtenidos con el B y éstos, a su vez, diferentes a los del D. En este caso, los resultados más confiables son los

obtenidos con los métodos C y B y los menos confiables fueron los correspondientes al D. Estos resultados son muy parecidos a los obtenidos en la profundidad de 25-110 cms, en donde los resultados obtenidos con los métodos A y C, C y B son iguales, y diferente a los del D.

En la profundidad 110-180 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A, C y B son iguales, y los menos confiables los correspondientes al D.

En el perfil 4, a la profundidad de 0-27 cms, con los cuatro métodos probados, se obtuvieron concentraciones iguales en A y C, de igual modo que los obtenidos con el método C son iguales a los obtenidos con el B y éstos, a su vez, diferentes de los del D. En este caso, los resultados más confiables son los obtenidos con los métodos C y B y, los menos confiables son los correspondientes al D.

En la profundidad 27-95 cms, se encontró que con los cuatro métodos probados, se obtuvieron concentraciones estadísticamente diferentes. Por tanto, en este perfil y a esta profundidad, es donde se detectaron las mayores diferencias, con un comportamiento igual a la profundidad 0-27 cms, del perfil 1.

Los resultados obtenidos para la profundidad de 95-160 cms, son muy parecidos a los obtenidos en la profundidad de 0-27 cms, en donde los resultados obtenidos con los métodos A y C; C y B son iguales y los menos confiables los correspondientes al método D.

Los resultados del perfil 5, a la profundidad de 0-15 cms, con los cuatro métodos probados son, estadísticamente, iguales a los obtenidos con los métodos C, A y B, siendo los menos

confiables los correspondientes al D.

En la profundidad 15-110 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos C y A son iguales, de igual modo que los obtenidos con los métodos B y D.

Los resultados obtenidos en la profundidad 110-180 cms, indican que los tres métodos probados son iguales (A, C y B), siendo iguales, también, B y D.

Métodos para Al extraíble.

En el perfil 1, en las tres profundidades de 0-45 cms, 45-220 cms y > 220 cms, el comportamiento estadístico de los resultados fue idéntico, observándose que los resultados se integraron en dos grupos, estadísticamente, diferentes, es decir, los métodos A, B y C constituyeron el primer grupo, y los resultados obtenidos con el D, el segundo. Esto indica que los resultados más confiables corresponden al primer grupo.

A las 2 primeras profundidades de 0-45 cms y 45-220 cms, estadísticamente, tres grupos de datos diferentes. Los correspondientes a los métodos A y B resultaron iguales, pero diferentes a los obtenidos con los métodos C y D. Se puede, por lo tanto, considerar que la mayor confiabilidad corresponde a los métodos A y B.

En el perfil 2, a la profundidad 0-23 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A y B son iguales, así como C y D son diferentes y los menos confiables.

En la profundidad 95-160 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A y C son iguales, de igual modo que los obtenidos con el método C son iguales a los del B, y éstos,

a su vez, diferentes los del D. Esto indica que la mayor confiabilidad corresponde a los métodos A y C.

En el perfil 3, a la profundidad de 25-110 cms, los datos constituyeron, estadísticamente, tres grupos distintos, siendo los resultados de los métodos A y C iguales, así como los del C y B, los cuales son diferentes a los obtenidos con el método D. En este caso, los más confiables son los métodos A y C.

A la profundidad 110-180 cms, no se encontraron diferencias estadísticas en los resultados obtenidos en los cuatro métodos analíticos. Esto significa que, en este caso, los cuatro métodos tienen el mismo grado de confiabilidad.

En el perfil 4, a la profundidad de 0-27 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos C y A son iguales entre sí, y los obtenidos con los métodos B y D son diferentes. Estos resultados indican que el método D es el menos confiable, y los más confiables son el C y el A.

En la profundidad 27-95 cms, con los cuatro métodos probados, se obtuvieron concentraciones, estadísticamente, diferentes. Esto significa que los resultados obtenidos con estos cuatro métodos tienen un grado de confiabilidad diferente.

En la profundidad 95-160 cms, los datos se comportaron exactamente igual que los correspondientes a la profundidad de 0-45 cms, es decir, la mayor confiabilidad corresponde a los datos obtenidos con los métodos C y A.

Sobre el perfil 5, a la profundidad 0-15 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A, C y B son iguales, del mismo modo que los resultados obtenidos con los métodos B y D son también iguales entre sí. No obstante, la mayor

confiabilidad corresponde en los métodos A y C.

A la profundidad 15-110 cms, se encontró que los resultados obtenidos con los métodos A, B y C son iguales y diferentes a los del método D, por lo tanto, la mayor confiabilidad corresponde a los métodos A, B y C.

Finalmente, a la profundidad de 110-180 cms, los datos obtenidos con los métodos A y B son iguales entre sí, pero diferentes a los obtenidos con los métodos C y D. En este caso, la mayor confiabilidad corresponde a los datos obtenidos con los métodos A y B.

VII. CONCLUSIONES.

1. Los resultados obtenidos en esta tesis mostraron una considerable variabilidad en los datos obtenidos a través de la aplicación de los cuatro métodos empleados, para el análisis cuantitativo de hierro y aluminio extraíbles en cinco unidades de suelos con características genéticas típicas. Este hecho confirma la necesidad de realizar, previamente, una selección de los métodos de análisis químicos que esten acordes a la naturaleza de los suelos.
2. En cuanto al análisis del hierro extraíble en las cinco unidades edáficas estudiadas: el método de Ditionito Citrato, (A) en general, mostró una confiabilidad estadística baja, con excepción de los datos obtenidos para el perfil cinco. Esto puede deberse a que este método fue originalmente, diseñado para cuantificar el hierro y aluminio en suelos de zonas templadas. El método de extracción con Pirofosfato (B) dio valores de confiabilidad de medios a altos en suelos con un desarrollo moderado, niveles que pueden encontrarse en zonas tropicales como templadas. Este método es especialmente confiable para determinar hierro en horizontes orgánicos, pero es menos confiable a los datos de la estadística, para determinar hierro en horizontes húmicos. el método combinado de Nancy (C) resultó, en general, el de más alta confiabilidad estadística. Esto puede deberse a que este método fue diseñado para cuantificar el hierro en suelos de zonas tropicales y subtropicales, similares a los estudiados en.

esta tesis. Como se mencionó anteriormente, la técnica de P. Segalen (D) empleada no fue adecuada en vista que los reactivos que utilizan en esta técnica son sumamente drásticos, y alteran los resultados.

3. En el análisis de aluminio extraíble en las cinco unidades edáficas estudiadas: el método de Ditionito Citrato (A) fue el método que siguió, en confiabilidad estadística. Se nota, como en el caso anterior, que la menor confiabilidad se observó en el horizonte B de los perfiles cuatro y cinco, probablemente, por las razones antes expuestas. El método de la extracción con Pirofosfato (B): dió, en orden decreciente, menor confiabilidad en los perfiles 2, 3, 4 y 5, pero una alta confiabilidad en el perfil 1 en todos sus horizontes. El método del Reactivo Combinado de Nancy (Mc Keague y Day, 1966) (C): resultó ser, también, el método más confiable para la determinación de aluminio extraíble, en las cinco unidades edáficas estudiadas. No obstante, en el horizonte B del perfil 4 la confiabilidad estadística alcanzó un nivel bajo debido, probablemente, a la naturaleza de las arcillas y al contenido de materia orgánica. El método de Segalen (D) resultó ser, estadísticamente, el menos confiable para todas las unidades edáficas y para todos los horizontes con excepción del horizonte C, del perfil 3.
4. De acuerdo a lo mencionado anteriormente, se concluye que el método Reactivo Combinado de Nancy es, estadísticamente, el más confiable para la determinación de hierro y aluminio extraíbles. En segundo lugar se encuentra el método de

Pirofosfato el cual resultó confiable para la determinación de ambos elementos.

En orden decreciente, el método de Ditionito Citrato resultó ser moderadamente confiable para la determinación de hierro extraíble y muy confiable para la determinación de aluminio extraíble. Por último, el método de P. Segalen resultó ser, estadísticamente, el menos confiable para ambas determinaciones, de hierro y aluminio extraíbles.

BIBLIOGRAFIA

Aguilera-H., N., 1989.

Tratado de Edafología de México. Tomo I. Es Editado por la Facultad de Ciencias de la U.N.A.M., México, D.F., 222 pp.

Aguilera-H., N. y Jackson, M.L., 1953, E.U.A.

Soil Science Society of America Proceedings, Vol. 17, No. 4, págs. 359-365.

Aguilera-H., N. y Jackson, M.L., 1956.

Iron-oxide-removal from soils and clays, Soil Science Society of America, Practice 17, pp. 359-364.

Aubert, G. y Segalen, P., 1966.

Soil Survey. In soils of the humid tropics, U.S. National Academy of Science, Washington, pp. 17-44.

Ballantyne, A.K., Anderson, D.W., Stonehouse, H.B., 1980.

Problems associated with extracting Fe and Al from Saskatchewan soils by pyrophosphate and low speed centrifugation. Canadian Journal of Soil Science 60: 141-3.

Bascomb, C.L., 1968.

Distribution of pyrophosphate extractable iron and organic carbon in soils of various groups. J. Soil. Sci. 19:251-168.

Besoain, E., 1985.

Mineralogía de arcillas de suelos: San José Costa Rica; Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura II CA/Serie de libros y materiales educativos, No. 60, 1216 pp.

Blakemore, L.C. et. al., 1977.

Soil Bureau Laboratory Methods for Chemical Analysis of Soils. New Zealand Soil. Bureau Scientific Report.

- Blakemore, L.C., Searle, P.L. y Daly, B.K. (1981).
Methods for chemical analysis of soils. New Zealand. Soil
Bureau Scientific Report. 10 A.
- Bloomfield, C., 1975.
Soil Biol. Biochem. 7, pp. 313-317 in Duchaufour, Ph. (1984),
Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493
pp.
- Bray, R.H. y Kurtz, T., 1953.
Determination of total iron in soils by disodium dihydrogen
ethylenediaminetetraacetate titration. Anal. chem. 25: pp.
347-348.
- Bruckert, S. y Jacquin, F., 1952.
Forstökologie, G. Fromme, Viena, 460 págs in Duchaufour, Ph.
(1984), Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit.
Masson, 493 pp.
- Bruckert, S. y Jacquin, F., 1966.
Bull. E.N.S.A.N., 8 (2), págs. 95.
- Bruckert, S., 1970.
Influence des composés organiques solubles sur la pédogenése
en milieu acide. Tesis Doc., Univ. Nancy I (Francia). Ann.
Agron., 21 (4), pp. 421-452 y 21 (6), pp. 725-757.
- Calvert, C.S., Buol, S.W., Weed, S.B., 1980.
Soil Sci. Soc. Amer. Proc., 44 (5), 1096-1103 y 1104-1112
in Duchaufour, Ph. (1984), Edafología, Edafogénesis y
Clasificación, edit. Masson, 493 pp.
- Chenery, E.M., 1948.
Thioglycollic acid as an inhibitor for iron in the
colorimetric determination of aluminum by means of aluminon.
Analyst. 73: 501-502.

Corey, R.B., 1964.

Notas de químicas de suelos, Colegio de Posgraduados de Chapingo, México (Mimeografiado), 300 pp.

Daly, B.K., Binnie, H.J., 1974.

A leaching method for the extraction of acid oxalate soluble aluminum and iron from soil in conjunction with cation exchange leachings. Communications in Soil Science and Plant Analysis 5: 507-14.

Dana Edward S., 1973.

Tratado de Mineralogía, Tercera Edición. Editorial Continental, S.A., pp.

Davy, H. 1947.

in Encyclopaedia Britanica, Chicago: Encyclopaedia Britanica, Inc., tomo 7, p. 88.

Day, P.R., 1956.

report of the Committee on Physical Analyses, 1954-55. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 20: 167-169.

Deville, S.C., 1947.

in Encyclopaedia Britanica, Chicago: Encyclopaedia Britanica, Inc., tomo 7, p. 284.

D'Hoore, J.D., 1955.

Pedological comparissons between tropical South America and tropical Africa, Afr. Soils 4, pp. 5-18.

Duchaufour, Ph., 1957.

Pédologic. Tableaux descriptifs et analytiqés des sols, E.N.E.F., Nancy, 87 pp.

Duchaufour, Ph. y Bartoli, C., 1966.

Sci. du Sol, 2, p. 29.

- Duchaufour, Ph. M. Bonneau, F. Jacquin, B. Souchier, 1967. Manual de Edafología. Edic. C.N.R.S., pp. 111-117.
- Duchaufour, Ph., 1968.
- L'évolution des sols, Masson etcie, Editorial Paris, 91 pp.
- Duchaufour, Ph., 1984.
- Edafología I. Edafología y clasificación. Paris. Office de la Recherche Scientifique et technique. Outie-Mer, tora y Masson, 476 pp.
- Encyclopaedia Británnica, 1947.
- Chicago, Ill., Encyclopaedia Británnica, v. III, VII, XIII, XXIII, 1019 p.
- FAO-UNESCO, 1988.
- Soil map of the world, Revised legend: FAO, Roma, World Soil Resources, Report 60, 180 pp.
- FAO, 1994.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations, 1990-1994, World Reference Base of Soil Resources. Draft: Wageiningen/Rome.
- Franzmeier, D.P. y S.J. Ross, Jr., 1968.
- Soil Swelling: Laboratory measurement and relation to other Soil properties. Soil. Sci. Soc. Amer. Proc. 32: pp. 572-577.
- French, W.J. y Adams, S.T., 1972.
- Método de Pratt Modificado por French, E.U.A.: Analyst, Vol. 97, págs. 828.
- Gama-Castro, J.E., Vallejo-Gómez, E., Palacios-Mayorga, S. y Shimada-Miyasaka, K., 1992.
- Degradación de los suelos (Mapa de la República Mexicana): Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de

Geografía, Atlas Nacional de México, Hoja Visión Sinóptica de la Problemática de los Suelos, núm. V, V. 2.7, escala 1:4'000,000.

Holmgren, G.G.S., 1967.

A rapid citrate-dithionite extractable iron procedure. Soil Science Society of America Proceedings 31: 210-1.

INEGI, 1994.

Chiapas, Resultados definitivos, VII Censo ejidal: México, D.F., (ed.) Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática, 123 pp.

Jackson, M.L., 1958.

Soil Chemical Analysis. pp. 278-300. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J., U.S.A.

Jackson, M.L., 1960.

Chemical analysis. Prentice-Hall, Inc., Englewood-Cliffs, N.J., U.S.A.

Jackson, M.L., 1964.

Análisis Químico de Suelos. Ediciones Omega, S.A., México. págs. 247-249, 393-397

Jackson, J.L., 1976.

Análisis Químico de Suelos. Tercera Edición, Editorial Omega, S.A., México, págs. 528-529.

Kilmer, V.J., 1960.

The estimation of free iron oxides in Soils. Sci. Soc. Amer. Proc. 24: 420-421.

Koffin, 1980.

Prácticas de Edafología. Editorial Mir Moscú, 1980, México. págs. 198.

Kolthoff, I.M., y Sandell, E.B., 1947.

Textbook of Quantitative Inorganic Analysis. The Macmillan Co., New York.

Lelong, F., Souchier, 1972.

Alteration des roches cristallines en milieu superficiel.
INRA, Sci. du Sol. 2 y 3, pp. 267-279.

Lin Clarc y Coleman, N.T., 1960.

The measurement of exchangeable aluminum in Soils and Clays.
Soil. Sci. Soc. Amer. Proc. 24: 444-446.

López Ritas, J. y López Melida, J., 1978.

El diagnóstico de Suelos y Plantas. Método de Campo y Laboratorio. Tercera Edición. Editorial Mundi-Prensa. Madrid, España, págs.

Low A.H., 1958.

Technical methods Of Ore Analysis, Thompson, H.A., Weinig, A.J., Schroeder W. Ped. U.S.A., 325 pp. Mandal, L.N., 1961
Soil. Sci., 91, 2, pp. 121-126 in Duchaufour, Ph. (1984),
Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493 pp.

Mehra, O.P. y Jackson, M.L., 1960.

Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite citrate system bufferd with sodium bicarbonate. Proc. 7th National Conference on Clays and Clay Minerals, pp. 317-327. Permagon Press, New York.

Methods of Soil Analysis, 1965.

American Society of Agronomy Madison Wisc, Part 2, 430 pp.

McKeague, J.A., Day, J.H., 1966.

Dithionite - and oxalate - extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. Canadian Journal

of Soil Science 46, pp. 13-22.

McKeague, J.A., 1967.

An evaluation of 0.1 M pyrophosphate-dithionite in comparison with oxalate as extractants of the accumulation products of podzols and some other soil Canadian Journal of Soil Science 47: 95-9.

McLean, E.O., Shoemaker, H.E., and Hourigan, W.R., 1961. some effects of Al on lime requirement test of soils. Trans. Intern. Congr. Soil Sci. 7th Madison. Vol. II: 142-151.

McLean, E.O., Heddleson, M.R., and Post, G.J., 1959.

Aluminum in soils: III A. comparison of extraction methods in soils and clays. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 23: 289-293.

Muir, J.W., Morisson, R.I., Bown, C.J., Logan, J., 1964. J. Soil Sci., 15 (2), 220-225.

Nguyen Kha, Duchaufour, Ph., 1969.

Sci. du Sol, 1, pp. 97-100.

ORSTOM, 1968.

Classifications des soils: Grignon Francia, Editions del Office de la Recherche Scientifique et Technique, Outre-Mer, 110 p.

Official Methods of Analysis of the Association of official Agricultural Chemist, 10th ed., Association of official Agricultural Chemists Washintong, D.C., 1965.

Paquet, Hélène, 1969.

Evolution géochimique des minéraux argileux dans les altérations et les sols des climats méditerranéens et tropicaux. Tesis Doc., Univ. Estrasburgo, 210 pp.

Partington, J.R., 1952.

Tratado de Química Inorgánica. Primera Edición Española.

- Editorial Porrúa, S.A., 670 pp.
- Pedro, G., 1964.
Contribution al'étude expérimentale de l'alteration géochimiquite des roches cristallines. Tesis Doc. Université du Paris, 334 pp.
- Peech, M., L.T. Alexander, L.A. Dean y J.F. Read, 1947.
Methods of Soil analysis for Soil fertility investigations. U.S. Dept. Agr. C. 757: 25.
- Pratt, P.F. y F.L. Bair, 1961.
A. comparison of three reagents for the extraction of aluminum from Soil Sci. 91: 357-359.
- Pratt, P.F., French, W.J. y Adams, S.J., 1972.
Método de Pratt Modificado. Analyst. 97, 828.
- Richards, L.A., (Dir), 1954.
Diagnosis and improvement of saline and alkali Soils. U.S. Salinity Laboratory, U.S. Dept. Agr. Hbk. 60.
- Rondelet, S.A., 1960.
Caracterisation des diferentes formes d'aluminium et de fer dans les soils tropicaux, Soils 3, Dalaba proceedings 3rd. Inter-African, Soils Conference-Comission Technical Cooperation, Vol. I, pp. 177-188.
- Schaffer, R., 1967.
Caracteres et évolution des activités microbiennes dans une chaînes de sols de la plained'Alsace. Tesis Doc., Fac. Ciencias, Orsay. Resumen. 75 pp.
- Segalen, P., 1964.
Cah. ORSTOM, Sér. Pédologie, 3 (3), pp. 179-194 in Duchaufour, Ph. (1984), Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493 pp.

Segalen, P., 1964.

Cah. ORSTOM, Sér. Pédologie, 3 (3), 179-194.

Note Sur Une Méthode De Détermination Des Produits Minéraux Amorphes Dans Certains Sols. à Hydroxydes Tropicaux. Paris, Francia. Cahiers ORSTOM, Série Pédologie, Vol. VI, No. 1, págs. 105-125.

Siefferman, G., 1969.

Sols de quelques régions volcaniques du Cameroun. Tesis Doc., Univ. Estrasburgo, 290 págs.

Schwerthmann, U., 1962.

Land Forsch Sonderh., 18, pág. 34.

Schnitzer, M., Skinner, S.I., 1965.

Soil Sci., 99 (4), 278 pp. in Duchaufour, Ph. (1984), Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493 pp.

Smith, B.F.L., 1994.

Clay mineralogy: Spectroscopic and chemical determinative methods. Edited by M.J. Wilson. Published by Chapman & Hall, London, Cap. 9, pp. 333-357.

Soileau, J.M. y Mc Cracken, R.J., 1967.

Soil Sci. Amer. Proc., 32 (2), 248 pp. in Duchaufour, Ph. (1984), Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493 pp.

Steel, Robert y Torrie, James H., 1985.

Bioestadística: principios y procedimientos. McGraw Hill. 2da. edición, Colombia 622 p.

Suelos absorción atómica.

Perkin Elmer At. Absorpmewl. 6, 53 (1967). 6, 70 (1967).

Saunders, W.M.H., 1965.

Phosphate retention by New Zealand soils and its relationship to free sesquioxides, organic matter, and other soil properties. N. Z. Journal of Agricultural Research 8: 30-57.

Schnitzer, M., Skinner, S.I., 1965.

Soil Sci., 99 (4), 278 pp.

Snell, F.D., and Snell, C.T., 1949.

Colorimetric Methods of Analysis, Vol. II, Ed. 3., pp. 279-337. D. Van Nostrand Co., N.Y.

Searle, P.L., Daly, B.K., 1977.

The determination of aluminium, iron, manganese and silicon in acid oxalate soil extracts by flame emission and atomic absorption spectrometry. Geoderma 19: 1-10.

Siefferman, G., 1969.

Sols de quelques régions volcaniques du Cameroun. Tesis Doc., Univ. Estrasburgo, 290 pp.

Tamm, O. 1922.

Eine Methode Zur Bestimmung de anorganischen Komponenten des Gelkomplexes im Boden. Meddelanden Från Statens skogsforsoksanstalt Stockholm, Sweden 19: pp. 385-404.

Tardy, Y., 1969.

Géochimie des altérations. Etude des arènes et des eaux de quelques massifs cristallins d'Europe et d'Afrique. Tesis Doc., Univ. Estrasburgo (Francia), 199 págs.

Taylor, R.M., Graley, A.M., 1967.

Soil Sci., 18 (2), pp. 341-353 in Duchaufour, Ph. (1984), Edafología, Edafogénesis y Clasificación, edit. Masson, 493 pp.

Triebold, Howard O. 1946.

Quantitative Analysis with Applications to Agricultural and Food Products. D. Van Nostrand Co., N. Y.

Trichet, J., 1969.

Contribution á l'étude de l'altération expérimentale des veires volcaniques. Tesis Doc., Univ. París, 232 págs. Valorización del Hierro y Aluminio "Libres". (Reactivo combinado).

Tukey, J.W., 1953.

The problem of multiple comparisons: Princeton University, Princeton, N.D., (Ditto).

USDA-SCS, 1993.

Soil survey laboratory methods, Washington, Soil Survey Investigations, Report No. 1, U.S. Government Printing Office, 90 pp.

Van Wambeke, A., 1991.

Soils of the tropics: Propertiers and appaisal: Mac Graw Hill, Inc., 343 pp.

Yuan, T.L., 1959.

Determination of exchangeable hydrogen in soils by a titration method. Soil Sci., 88: 164-167.

Yuen, S.H. y Pollard, A.G., 1952.

The determination of nitrogen in agricultural meterials by the Nessler reagent. I, preparation of the reagent, J. Sci. Food and Agr. 3: 441-447.

ANEXO I**RESUMEN CONCEPTUAL SOBRE LAS METODOLOGIAS Y TECNICAS
EMPLEADAS PARA LA EXTRACCION Y DETERMINACION DE HIERRO Y ALUMINIO**

Con base en las referencias bibliográficas, así como en las consultas técnicas hechas a especialistas en el análisis químico de suelos, se presenta el siguiente listado de los métodos más comúnmente empleados.

HIERRO RESIDUAL EXTRAIBLE-HIERRO DE CRISTALIZACION RECIENTE.**1. Extracción con ditionito, Kurtz (1953).****Reactivos:**

- a. Polvo de ditionito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$).
- b. Acido clorhídrico (HCl) al 10%

Valorización:

- a. Con EDTA por titulación. Cheng Bray y Kurtz (1953).

2. Extracción de ditionito-citrato, Mehra y Jackson (1960).**Reactivos:**

- a. Ditionito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$).
- b. Citrato de sodio.

Valorización:

- a. Colorimetría de ortofenantrolina.
- b. Titulación con EDTA. Holmgren (1967).
- c. Absorción atómica.

HIERRO DEBILMENTE CRISTALIZADO.**1. Extracción de Bascomb y Tamm (1922).****Reactivos:**

- a. Bascomb: pirofosfato, HNO_3 , H_2SO_4 .
- dipiridil (para hierro ferroso y férrico)
- b. Tamm: reactivo de Tamm.
- c. ----- H_2O_2 al 10%
- d. ----- HNO_3 al 10%

Valorización:

- a. Colorimetría, Absorción Atómica.

HIERRO MEDIANAMENTE CRISTALIZADO.**1. Extracción de Mehra y Jackson (1960) y de Tamm (1922).****Reactivos:**

- a. Bicarbonato de sodio (NaHCO_3); 1M.
- b. Citrato de sodio 0.3M.
- c. Ditionito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$).
- d. Cloruro de sodio (NaCl).
- e. Acetona.
- f. Reactivo de Tamm.

Observación: Determina hierro medianamente cristalizado por la diferencia entre el contenido de hierro con la extracción de Mehra y Jackson, y el correspondiente con la extracción de Tamm.

Valorización:

- a. Espectrofotómetro de absorción atómica.

HIERRO FUERTEMENTE CRISTALIZADO.**1. Extracción de pirofosfato de sodio. Bascomb (1968).****Reactivos:**

Pirofosfato de sodio ($\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7$) 0.1M.

Solución Superfloc 0.4 %

Valorización:

Espectrofotometría de absorción atómica.

2. Extracción Mehra y Jackson (1960). Bascomb (1968).**Reactivos:**

Citrato de sodio 0.3 M 5 ml NaHCO_3 1M.

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

Citrato sódico 0.3M.

NaCl.

NaHCO₃ 1.0M.

Hierro fuertemente cristalizado por la diferencia entre el contenido de hierro en la extracción.

Valorización:

Espectrofotometría de absorción atómica

3. Precipitación e identificación de los fosfatos de hierro y aluminio.

Reactivos:

AlCl₃ 1 M

FeCl₃ 1 M

NaH₂PO₄ 1 M

NaCl 0.1 N

Valorización:

Rayos X M.L. Jackson (1964).

4. Extracción Mehra y Jackson (1960), Bascomb (1968).

Reactivos:

AlCl₃ 1 M

FeCl₃ 1 M

NaH₂PO₄ 1 M

NaCl 0.1 N

Valorización:

Rayos X M.L. Jackson (1964).

5. Caracterización de diferentes formas de aluminio y de hierro de los suelos tropicales.

Reactivos:

Fenolftaleina M/2.5

Na₂CO₃ M

Acido láctico.

Oxina L8-hidroxiquinolina M/12.5

Sol. cloroformica de oxina. (100 meq/l).

Acetato de sodio NaOAC. pH 5.3

Acido oxálico 0.05 N.

Cloroformo.

Valorización:

Colorimetría.

6. Extracción de óxido férrico de arcillas y de suelos. Agullera y Jackson, M.L. (1956).**Reactivos:**

Ditionito de sodio.

Reactivo de citrato, ácido cítrico 5M pH 7.3.

Verseno.

Metanol al 80 ó 99%

NaOH al 10%

Acetona al 75%

Valorización:

Colorimetría.

HIERRO LIBRE.**1. Extracción método del dicromato. Albert H. Low (1958).****Reactivos:**

Dicromato de potasio.

HCl.

Valorización:

Espectrofotometría de absorción atómica.

2. Extracción del ácido tioglicólico. Blackmore, L.C. et al. (1977).

Reactivos:

Solución del ácido tioglicólico al 8%, 98% de pureza.

Amoníaco concentrado.

Solución patrón de fierro.

Valorización:

Colorimetría.

3. Extracción de Tamm (1922).

Reactivos:

Solución de Tamm.

H₂O₂, 10 %

HNO₃, 10 %

HCl conc.

H₂O acidificada.

Valorización:

Métodos corrientes.

4. Extracción con agua.

Reactivos H₂O en pH 7.0

Valorización:

Colorimétrica.

5. Extracción de Koffin (1980).

Reactivos:

Solución de citrato sódico de 0.2 M amortiguadora.

Hidrosulfito sódico 0.5 g.

Valorización:

Espectrofotometría de absorción atómica.

VALORIZACION DEL HIERRO Y ALUMINA "LIBRES" (REACTIVO COMBINADO).

6. Reactivo combinado McKeague y Day (1966).

Está constituido por el tampón oxálico a pH 3.2 y el ditionito sódico.

Tampón oxálico: 31.2 g de ácido oxálico más 62.1 g de oxalato amónico para 2.5 litros (reactivo de Tamm).

Valorización:

Espectrofotometría de absorción atómica.

7. Extracción por el método de Franzmeier (1968).

Reactivos:

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

Pirofosfato sódico 0.1 M.

Valorización:

Colorimetría.

HIERRO FERROSO.

1. Extracción con acetato de amonio. Jackson (1964).

Reactivos:

Acetato de amonio NH_4OAc 1 N.

Valorización:

Colorimetría.

2. Extracción de hierro ferroso intercambiable. Jackson (1964).

Reactivos:

NH_4OAc 1 N.

Agua regia.

HCl 1 N.

La determinación del hierro ferroso debe realizarse en el suelo, a humedad de campo, inmediatamente después de la toma de muestras.

Valoración:

Colorimetría.

3. Extracción con ácido tioglicólico. Blackmore, L.C. et al. (1977).

Reactivos:

Solución extractora.

Acido tioglicólico al 8%

Amoniaco concentrado.

Solución Patrón:

Fe 2 gr Q.P.

HCl 0.6 N.

NaOH conc.

Valoración:

Colorimetría.

4. Extracción de hierro ferroso en los silicatos. Jackson (1964).

Reactivos:

H_2SO_4 18 N.

HF 48 %

H_3BO_3

Solución Patrón $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.0250 N.

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.1N.

H₃PO₄ 85%

Indicador difenilaminosulfonato de bario.

Valorización:

Volumetría.

HIERRO AMORFO.

1. Extracción de Tamm (1922).

Reactivos:

Reactivo de Tamm.

Valorización:

Colorimetría.

Espectrofotometría de absorción atómica.

HIERRO DE INTERCAMBIO.

1. Extracción con ácido clorhídrico e hidróxido de amonio.

Jackson (1964).

Reactivos:

Acido clorhídrico. HCl diluidos.

Hidróxido de amonio NH₄OH diluido.

Indicador 2,4-dinitrofenol.

Ortofenantrolina al 1.5% en etanol del 95%

Clorhidrato de hidroxilamina al 10%

Disolución patrón de hierro.

Valorización:

Colorimetría.

2. Extracción con (NH₄OAc). Blackmore L.C. et al. (1977).

Reactivos:

Acetato de amonio (NH₄OAc) 1 N.

Agua regia.

NH_4OH

HCl conc.

HCl 1 N.

Valorización:

Colorimetría.

Espectrofotometría de absorción atómica.

HIERRO TOTAL.

1. Vía Húmeda.

Para la determinación del ferroso se usan las técnicas de Kolthoff y Sandell (1947).

Reactivos:

Carbonato de sodio Na_2CO_3

Acido fluorhídrico HF

Valorización:

H.1.a. Titulación.

El fierro es reducido con:

Sulfato de cerio y amonio $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{SO}_4)_4$, Triebold (1946)

Dicromato de Potasio $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, Kilmer (1960)

Permanganato de Potasio KMnO_4 , Kolthoff y Sandell (1947)

La titulación con el KMnO_4 , tiene la ventaja de no emplear indicador.

H.1.b. Colorimétricos. Snell y Snell (1949).

Reactivos:

Acido fluorhídrico HF

Acido perclorico HClO_4

Acido sulfúrico H_2SO_4 6 N.

Hidrocloruro de Hidroxilamina 10%

Ortofenantrolina.

Acetato de amonio (NH_4OAc) 5 N.

Acido Clorhídrico HCl 6 N.

Solución Estandar de Fe de 100 ppm.

La absorción a 508 nm, con una banda secundaria a 474 nm

Aparato:

Espectrofotómetro de absorción atómica.

H.1.c. Volumétrico.

Reactivos:

Acido fluorhídrico HF

Acido perclórico $HClO_4$

Acido sulfúrico H_2SO_4 6 N.

Acido sulfúrico H_2SO_4 1 N.

Acido clorhídrico HCl 1 N.

Zinc metálico Zn

Cloruro mercurico

1. EXTRACCION DE ALUMINIO AMORFO.

En el laboratorio de Edafología del Instituto de Geología se determinó el aluminio amorfo con base en el método de Segalen (1968). Este método sirve para extraer y determinar material coloidal, inorgánico, amorfo y sesquióxidos en suelos tropicales.

Reactivos utilizados:

1. Acido clorhídrico 8 N.

2. Hidróxido de sodio 0.5 N.

3. Cianina R de eriocromo.

Material utilizado:

1. Tubos de polipropileno para centrifuga de 100 ml.
2. Matraz volumétrico de 100 ml.
3. Centrifuga con capacidad de 3000 rpm.

Procedimiento para la extracción y determinación de aluminio amorfo.

1. El suelo tamizado es tratado, previamente, con peróxido de hidrógeno al 30%, para eliminación total de la materia orgánica.

2. En un tubo de centrifuga, colocar 500 mg de suelo tamizado a malla 100.

3. Vertir 50 ml de ácido clorhídrico (8 N), dejarlo en suspensión en contacto con la muestra por 30 min.

4. Posteriormente, se centrifuga la muestra a 3000 rpm, durante 10 min. Se recupera la solución sobrenadante, y se coloca la suspensión dentro de un tubo de centrifuga, (ayudarse con un agitador de vidrio). Agregando alrededor de 45 ml de agua destilada. Volver a centrifugar, y agregar esta suspensión a los primeros 50 ml. Ajustar a 100 ml.

Dentro de esta solución se medirá el aluminio.

A la solución aforada se añaden 50 ml de sosa (0.5 N), y se pone a baño de maría durante 5 min., y nuevamente se centrifuga.

La suspensión se coloca dentro de un tubo de centrifuga de 100 cm³.

Valoración:

La valorización del aluminio se hace con un colorimétrico

manual, Espectronic 20 Milton Roy Company.

Antes de hacer la lectura se reduce el aluminio con ácido ascórbico y se desarrolla color con cianina R de eriocromo.

EXTRACCION DE ALUMINIO ACTIVO (INTERCAMBIABLE). Tamm (1922).

Método modificado por Blakemore y colaboradores (1977).

Se extrae el aluminio con el reactivo de Tamm (oxalato ácido).

Reactivos:

Oxalato de amonio monohidratado $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.2 M

Acido Oxálico dihidratado $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.2 M

Se mezclan ambos a un pH de 3

Cloruro de Bario BaCl_2

Cloruro de Cesio CsCl_2 12.65 g grado reactivo analítico.

Papel Whatman número 42.

Material:

Agitador de acción recíproca.

Centrífuga.

Tubos de lixiviación.

Matraz volumétrico de 200 ml.

Espectrofotómetro de absorción atómica, usando una flama moderadamente rica en óxido nitroso-acetileno.

Metodología:

La extracción del aluminio del suelo mediante el empleo del reactivo denominado oxalato ácido. Este reactivo se prepara mezclando 1.00 partes de la solución de oxalato de amonio monohidratado 0.2 M con 0.75 partes de la solución de ácido oxálico

dihidratado 0.2 M, ajustando el pH a 3, adicionando solución de oxalato de amonio o solución de ácido oxálico según sea necesario. Posteriormente, se cuantifica el aluminio en el extracto usando un equipo de absorción atómica.

El método de la agitación consiste en agitar 0.5 g de suelo (fracción menor a 2 mm, secado al aire) con 50 ml de reactivo oxalato ácido dentro de un tubo de 50 ml, con tapa en un agitador de acción recíproca, durante 4 horas (en la oscuridad); se añade una gota de cloruro de bario al 10% y se agita vigorosamente; se centrifuga durante 5 min., a 2,000 rpm; se filtra a través de un papel Whatman núm. 42 y se colectan 50 ml del filtrado. Es importante incluir una prueba testigo (blanco) en todo el procedimiento.

Para la cuantificación, es necesaria la preparación de las curvas patrón para el aluminio (concentración del estándar de aluminio, 1,000 ppm de aluminio).

Valoración:

La preparación de estándares de trabajo se realiza añadiendo 0, 1, 2, 6, 10, 15 y 20 ml de solución patrón de Al, en matraces aforados de 200 ml, correctamente etiquetados. Se añaden, posteriormente, 10 ml de solución de cloruro de cesio (12.65 g de cloruro de cesio grado reactivo analítico, en 500 ml de agua destilada), 40 ml del reactivo oxalato ácido, 4 ml de ácido clorhídrico concentrado y se afora con agua destilada.

La metodología empleada para este trabajo consistió en la detección de las concentraciones de Al en el extracto que se

preparó al diluir las muestras en proporción 1:4 (factor de dilución 5) usando una solución preparada con 1.6 g de cloruro de cesio (grado reactivo analítico) y 25 ml de ácido clorhídrico concentrado aforado a un litro con agua destilada, esta dilución es para una proporción 0-5% de Al en el suelo, utilizando el método de agitación, que fue el que se empleó en este trabajo.

Si los suelos contienen cantidades mayores del 5% de aluminio o hierro extraíble y no es posible ubicar estos valores en la curva de calibración, se debe tomar el factor de dilución 20, 1.35 gr. de cloruro de cesio (grado reactivo analítico) con 190 ml reactivo oxalato ácido y 21 ml de ácido clorhídrico concentrado aforando a 1 litro con agua destilada.

Se midieron las concentraciones de aluminio en los extractos en un espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian AA 1475, usando una flama moderadamente rica en óxido nitroso-acetileno.

El cálculo de los resultados es descrito a continuación:
 $(\text{mg/ml en la sol. final}) \times (\text{factor de dilución; 5 ó 20}) / (100) = \% \text{ Al}$
EXTRACCION DE ALUMINIO TOTAL.

El aluminio total se obtiene por fusión o digestión completa, del suelo o de la arcilla, para convertir el aluminio en una forma soluble para después, valorizar la cantidad presente.

Reactivos utilizados:

Carbonato de sodio	Na_2CO_3	
Acido perclórico	HClO_4	60%
Hidróxido de amonio	NH_4OH	4 N
Acido clorhídrico	HCl	6 N

Hidróxido de sodio	NaOH	
Hidróxido de amonio	NH ₄ OH	concentrado
Cloruro de amonio	NH ₄ Cl	1%

Valorización:

Colorimetría.

Método del aluminón.

Aparatos:

1. Crisoles de platino de 30 ml.
2. Parrilla.
3. Agitador de chorro de aire.
4. Centrífuga.
5. Potenciómetro.
6. Colorímetro o Espectrofotómetro.

Metodología:

Fusión. Fundir 0.1 g de suelo o arcillas finamente molido con 1.0 g de Na₂CO₃ en crisol de platino.

Remoción o eliminación de la sílice. Enfriar el crisol, agregar 8 ml de HClO₄, al 60% lavar el crisol con un mínimo de agua y calentar hasta desprendimiento de humos de HClO₄; no dejar hervir mucho para evitar pérdidas de muestra. Cuando aparezcan humos densos se deberá tapar el crisol y hervir suave por 10 min. El HClO₄ hierve a 203°C y, a esta temperatura, es un agente deshidratante muy efectivo. Por este procedimiento, la sílice se deshidrata más rápidamente que en el método de evaporación del HCl, y la sílice es relativamente libre de la participación o contaminación del fierro.

Enfriar el crisol y agregar 5 ml de H₂O destilada, mezclar la suspensión cuidadosamente y calentar casi hasta ebullición para disolver las sales. Transferir el contenido a un tubo de centrifuga calibrado a 60 ml. Enjuagar el crisol y agregar los lavados del tubo. Agregar, aproximadamente, 2 ml de HCl (6 N) y diluir la suspensión a exactamente 60 ml con agua, mezclar la suspensión con el agitador a chorro de aire.

Centrifugar el tubo a 1800 rpm durante 5 min., quedando la sílice en el fondo.

Eliminación del calcio, magnesio y manganeso. Pipetear una alícuota de 50 ml del líquido sobrenadante del tubo de la centrifuga dentro de otro tubo de centrifuga de 60 ml. Agregar 3 gotas de indicador púrpura de bromocresol. Calentar la solución en un baño de agua hirviendo y mientras se agita la solución con el agitador de chorro de aire, agregar NH₄OH concentrado hasta que aparezca un precipitado. Agregar gota a gota NH₄OH (4 N) hasta que el indicador pase del amarillo al púrpura (pH de 6.2 a 6.4). Colocar el tubo en baño de agua caliente por 5 minutos, enfriar y ajustar el volumen exactamente a 5 ml a 1800 rpm, pipetear 50 ml del líquido sobrenadante, sin centrifugar el fondo con el precipitado. Descartar esta solución o usarla para el análisis de Ca, Mg y Mn. Agregar 50 ml de NH₄Cl al 10% y mezclar vigorosamente con el agitador a chorro de aire.

Centrifugar el tubo nuevamente a 1800 rpm, durante 5 min., y descartar el líquido sobrenadante cuidando de no perder nada del precipitado de aluminio, fierro y óxido de titanio.

Eliminación del fierro en muestras conteniendo menos del 10% de fierro. Disolver los óxidos de fierro, aluminio y titanio agregando 3 ml de HCl (6 N) caliente, mientras la suspensión es agitada y calentada en baño de agua caliente. Agregar 10 ml de solución de NaOH caliente (reactivo a) al tubo mientras se agitan los contenidos, colocar el tubo en un baño de agua caliente 5 min. Enfriar y diluir los contenidos, exactamente a 50 ml con agua destilada y agitar la suspensión con el agitador de chorro de aire. Centrifugar el tubo a 1800 rpm por 5 min., y descartar el precipitado de hidróxido de fierro.

Transferir una alícuota del líquido sobrenadante conteniendo 100 a 80 g de aluminio (5 ml de la muestra contienen de 1 a 8% de aluminio) a un vaso de 100 ml. Agregar 3 ml de HCl (6 N) por cada 5 ml de alícuota tomado. Diluir los contenidos a 80 ml usando un potenciómetro. Transferir los contenidos a un matraz volumétrico de 100 ml. Diluir la solución a un volumen con agua destilada y mezclar.

Valoración:

Colorimetría.

A un matraz volumétrico de 50 ml agregarle 10 ml de solución amortiguadora a pH 4.2 (reactivo 10), 20 ml de agua y, exactamente, 10 ml del reactivo núm. 11. Agitar y, después, agregar una alícuota de 5 ml de la solución que contiene el aluminio. Aforar con agua destilada, agitar, reposar la solución 25 min. y transferir parte de un tubo del espectrofotómetro. Leer el porcentaje de transmitancia empleando longitud de onda a 520 m. Comparar las

lecturas con una curva, agregando el amortiguador y el aluminón. Mezclar y procesar, empleando alicuotas (0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, y 8 ml) de la dilución de 5 ppm de la solución estándar de aluminio. Graficar en un papel semilogarítmico el porciento de luz transmitida (transmitancia para cada solución, escala logarítmica, contra microgramos de aluminio por 50 ml escala lineal).

ALUMINIO EXTRACTABLE.

El aluminio extractable se obtiene del suelo, o de la arcilla, con acetato de amonio normal ajustando el pH a 4.8. Así como el aluminio intercambiable. El aluminio extractable puede utilizarse como un índice de estatus del intemperismo.

Aparatos:

1. Embudo Buchner (o filtradores Fisher).
2. Colorímetros (o espectrofotómetro).
3. Baño de agua, si se escoge el método del aluminón.

Reactivos:

1. Acido acético.
2. Solución de acetato de amonio.

(Solución 1N respecto al acetato y ajustarse a un pH 4.8)

Agregar 58 ml de ácido acético glacial a cerca de 400 ml de agua en un matraz volumétrico de 1000 ml. Agregar 70 ml de NH_4OH concentrado por medio de un embudo con su tallo abajo de la solución del ácido, y diluir aforando a 1,000 ml con agua destilada. Agitar y pasarla a un vaso de 2 litros. Ajustar la solución a un pH 4.8 con ácido acético (1.0N), (aproximadamente, se requiere 1 litro de HOAc). Agitar y guardar.

Metodología:

Colocar 10 g de suelo secado al aire y tamizado (2 mm) en un vaso de 100 ml, agregar 50 ml de NH_4OAc a pH 4.8, agitar el suelo y la solución y dejar reposar la suspensión por 2 horas, filtrar la solución a través de un embudo Buchner o filtro Fisher usando succión. Lavar el suelo en el vaso sobre el papel filtro con 5 alícuotas de solución de NH_4OAc de aproximadamente 10 ml cada una. Diluir el filtrado con NH_4OAc a un volumen de 100 ml en matraz volumétrico y agitar los contenidos; proceder a encontrar la concentración de aluminio en la solución por el método del aluminón o por el método del Eriocromo R Cianina.

Valoración:

Colorimetría.

ANEXO II

A. DETERMINACIÓN DE HIERRO Y ALUMINIO EXTRAÍBLES.

B. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS SUELOS.

TABLAS

**Tabla 7. PERFIL 5. ARENOSOL CON PROPIEDADES FERRALICAS.
DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y ALUMINIO
EXTRAÍBLES**

**Tabla 8. PERFIL 1. LUVISOL FÉRRICO CON PROPIEDADES OXIDICAS.
DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y ALUMINIO
EXTRAÍBLES.**

**Tabla 9. PERFIL 2. ANDOSOL HUMICO DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y
ALUMINIO EXTRAÍBLES.**

**Tabla 10. PERFIL 3. LUVISOL CROMICO CON PROPIEDADES VERTICAS.
DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y ALUMINIO
EXTRAÍBLES.**

**Tabla 11. PERFIL 4. CAMBISOL CROMICO CON PROPIEDADES FERRICAS.
DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y ALUMINIO
EXTRAÍBLES**

Tabla 12. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL AMORFO EN SUELOS.

**Tabla 7. PERFIL 8. ARENOSOL CON PROPIEDADES FERROUSAS
DETERMINACION CON HIERRO Y ALUMINO EXTRAIBLES**

Prof on:	Hor	A. METODO DE LA DITONITA CITRATO				B. METODO DE EXTRACCION CON PIROFOSFATO				C. METODO DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY				D. METODO DE SEGAL EN					
		Hierro % Fe+++	extraible % Fe2O3	Aluminio % Al+++	extraible % Al2O3	Hierro % Fe+++	extraible % Fe2O3	Aluminio % Al+++	extraible % Al2O3	Hierro % Fe+++	extraible % Fe2O3	Aluminio % Al+++	extraible % Al2O3	Hierro % Fe+++	extraible % Fe2O3	Aluminio % Al+++	extraible % Al2O3		
100	A	0.50	0.71	0.20	0.30	0.60	0.88	0.30	0.57	0.50	0.71	0.20	0.38	0.90	1.29	0.40	0.76		
		0.90	0.71	0.20	0.30	0.60	0.88	0.30	0.57	0.50	0.71	0.20	0.38	0.90	1.14	0.40	0.76		
		0.60	0.66	0.20	0.30	0.60	0.88	0.30	0.57	0.50	0.71	0.20	0.38	0.90	1.29	0.30	0.57		
		Σ	1.60	2.28	0.60	1.14	Σ	1.80	2.68	0.90	1.71	Σ	1.50	2.13	0.60	1.14	Σ	2.60	2.72
100	B	0.60	1.14	0.10	0.19	0.60	1.29	0.20	0.38	0.70	1.00	0.20	0.38	1.10	1.57	0.50	0.57		
		0.70	1.00	0.10	0.19	0.60	1.29	0.20	0.38	0.70	1.00	0.20	0.38	1.00	1.43	0.50	0.57		
		0.70	1.00	0.10	0.19	1.60	1.43	0.20	0.38	0.70	1.00	0.20	0.38	1.00	1.43	0.50	0.57		
		Σ	2.20	3.14	0.30	0.57	Σ	2.80	4.01	0.60	1.14	Σ	2.10	3.00	0.60	1.14	Σ	3.10	4.43
100	C	0.60	0.66	0.10	0.19	0.70	1.00	0.10	0.19	0.60	0.66	0.20	0.38	0.80	1.14	0.20	0.57		
		0.90	0.71	0.10	0.19	0.70	1.00	0.10	0.19	0.60	0.66	0.20	0.38	0.80	1.14	0.30	0.57		
		0.60	0.66	0.10	0.19	0.70	1.00	0.10	0.19	0.60	0.66	0.20	0.38	0.70	1.00	0.30	0.57		
		Σ	1.70	2.43	0.30	0.57	Σ	2.10	3.00	0.30	0.57	Σ	1.80	2.58	0.60	1.14	Σ	2.30	2.28
100	D	0.57	0.61	0.10	0.19	0.70	1.00	0.10	0.19	0.60	0.66	0.20	0.38	0.66	1.09	0.30	0.57		

**Tabla 8. PERFIL 1. LUMBAL PUESCO CON PROPIEDADES ONIRICAS
DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINIO EXTRAIBLES**

Prof can	Hor	A. METODO DE LA DITIONITA CITRATO				B. METODO DE EXTRACCION CON PIROFOSFATO				C. METODO DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY				D. METODO DE SEGALIN							
		Hierro %	extrable %	Aluminio %	extrable %	Hierro %	extrable %	Aluminio %	extrable %	Hierro %	extrable %	Aluminio %	extrable %	Hierro %	extrable %	Aluminio %	extrable %				
		Fe+++ Fe2O3	Al+++ Al2O3			Fe+++ Fe2O3	Al+++ Al2O3			Fe+++ Fe2O3	Al+++ Al2O3			Fe+++ Fe2O3	Al+++ Al2O3						
147	A	10.30	14.73	0.33	0.62	12.70	18.16	0.39	0.74	11.70	16.73	0.35	0.65	16.30	23.30	0.60	1.13				
		10.28	14.98	0.37	0.70	12.60	18.01	0.37	0.70	11.50	16.44	0.37	0.70	16.70	22.45	0.60	1.13				
		10.28	14.98	0.35	0.66	12.70	18.16	0.37	0.70	11.70	16.73	0.35	0.66	16.50	23.59	0.65	1.23				
		Σ	30.70	43.67	1.05	1.66	Σ	38.60	54.33	1.13	2.14	Σ	34.90	49.90	1.07	2.02	Σ	49.50	69.34	1.85	3.46
15.20	B	10.23	14.84	0.35	0.66	Σ	12.60	18.11	0.36	0.71	Σ	11.60	16.63	0.36	0.67	Σ	16.50	23.11	0.52	1.16	
		15.90	22.16	0.22	0.41	Σ	16.90	23.99	0.25	0.47	Σ	16.10	23.02	0.25	0.47	Σ	22.40	32.02	0.91	1.72	
		15.70	22.45	0.24	0.46	Σ	16.70	23.66	0.27	0.51	Σ	16.10	23.02	0.25	0.47	Σ	21.70	31.02	0.91	1.72	
		15.40	22.62	0.21	0.40	Σ	16.60	23.73	0.25	0.47	Σ	16.20	23.18	0.25	0.47	Σ	22.10	31.80	0.85	1.61	
15.20	C	Σ	46.80	66.63	0.67	1.28	Σ	48.60	71.20	0.77	1.45	Σ	48.40	69.20	0.75	1.41	Σ	56.20	84.64	2.67	5.05
		15.93	22.27	0.22	0.42	Σ	16.60	23.73	0.26	0.48	Σ	16.13	23.07	0.25	0.47	Σ	22.07	31.55	0.89	1.68	
		0.80	13.88	0.16	0.30	Σ	10.60	14.30	0.15	0.28	Σ	10.00	14.30	0.17	0.32	Σ	13.70	19.58	0.55	1.04	
		0.40	13.44	0.16	0.29	Σ	10.10	14.44	0.13	0.24	Σ	9.60	14.15	0.16	0.30	Σ	13.50	19.30	0.55	1.04	
15.20	C	0.40	13.44	0.16	0.29	Σ	10.20	14.36	0.12	0.23	Σ	10.10	14.44	0.16	0.30	Σ	13.70	19.59	0.50	0.95	
		Σ	28.30	40.48	0.47	0.88	Σ	30.30	43.32	0.40	0.75	Σ	30.00	42.88	0.55	1.04	Σ	40.80	58.48	1.80	3.03
		0.43	13.69	0.16	0.29	Σ	10.10	14.44	0.13	0.25	Σ	10.00	14.30	0.16	0.30	Σ	13.63	19.49	0.53	1.01	

Tabla 8. PERFIL 2. ANDOSOL NEGRO
DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINO EXTRINSELES

Prof cm	Hor	A. METODO DE LA DITIONITA CITRATO				B. METODO DE EXTRACCION CON PIROFOSFATO				C. METODO DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY				D. METODO DE SEGALBY				
		Hierro %	extrable Fe2O3	Aluminio %	extrable Al2O3	Hierro %	extrable Fe2O3	Aluminio %	extrable Al2O3	Hierro %	extrable Fe2O3	Aluminio %	extrable Al2O3	Hierro %	extrable Fe2O3	Aluminio %	extrable Al2O3	
A		4.89	6.86	4.00	7.56	5.10	7.29	4.70	8.88	4.80	7.00	3.80	7.37	7.30	10.43	5.60	10.52	
		4.70	6.72	3.90	7.37	5.10	7.29	4.70	8.88	4.90	7.00	3.70	6.96	7.30	10.43	5.70	10.71	
		4.80	6.86	3.90	7.37	5.30	7.58	4.60	8.60	5.00	7.15	3.70	6.90	7.20	10.28	5.70	10.77	
	Σ	14.30	20.44	11.80	22.30	Σ	15.50	22.16	14.00	26.45	Σ	14.80	21.15	11.30	21.26	Σ	21.80	32.12
B		4.77	6.81	3.93	7.43	Σ	5.17	7.39	4.67	8.82	Σ	4.93	7.05	3.77	7.12	Σ	7.27	13.71
		5.10	7.29	1.40	2.84	Σ	5.80	8.43	1.40	2.85	Σ	5.50	7.86	1.60	3.96	Σ	8.30	4.72
		5.10	7.15	1.30	2.46	Σ	5.80	8.29	1.40	2.85	Σ	5.60	8.01	1.60	3.59	Σ	8.50	4.72
		5.10	7.29	1.30	2.46	Σ	5.80	8.29	1.40	2.85	Σ	5.60	8.01	1.60	3.59	Σ	8.70	4.91
C	Σ	15.30	21.72	4.00	7.56	Σ	17.50	25.01	4.20	7.95	Σ	16.70	23.88	4.60	10.77	Σ	25.50	14.25
		5.07	7.24	1.33	2.52	Σ	5.83	8.34	1.40	2.65	Σ	5.57	7.98	1.60	3.96	Σ	8.50	4.78
		3.40	4.88	1.10	2.08	Σ	4.20	6.00	1.30	2.46	Σ	3.70	5.29	1.20	2.27	Σ	5.60	4.34
		3.30	4.72	1.10	2.08	Σ	4.20	6.00	1.30	2.46	Σ	3.70	5.29	1.20	2.27	Σ	5.70	4.34
D		3.30	4.72	1.20	2.27	Σ	4.10	5.88	1.30	2.46	Σ	3.80	5.43	1.10	2.08	Σ	5.70	4.34
		10.00	14.30	3.40	6.43	Σ	12.50	17.88	3.90	7.38	Σ	11.20	16.01	3.50	6.62	Σ	17.00	13.02
		3.23	4.77	1.13	2.14	Σ	4.17	5.85	1.30	2.46	Σ	3.73	5.34	1.17	2.21	Σ	5.67	4.34

**Tabla 10. PERFILE 3. LÍMITE DEL CRESCIDO CON PROPRIEDADES VERTICALES
DETERMINACIÓN DEL HIERRO Y ALUMINO EXTRUÍDOS**

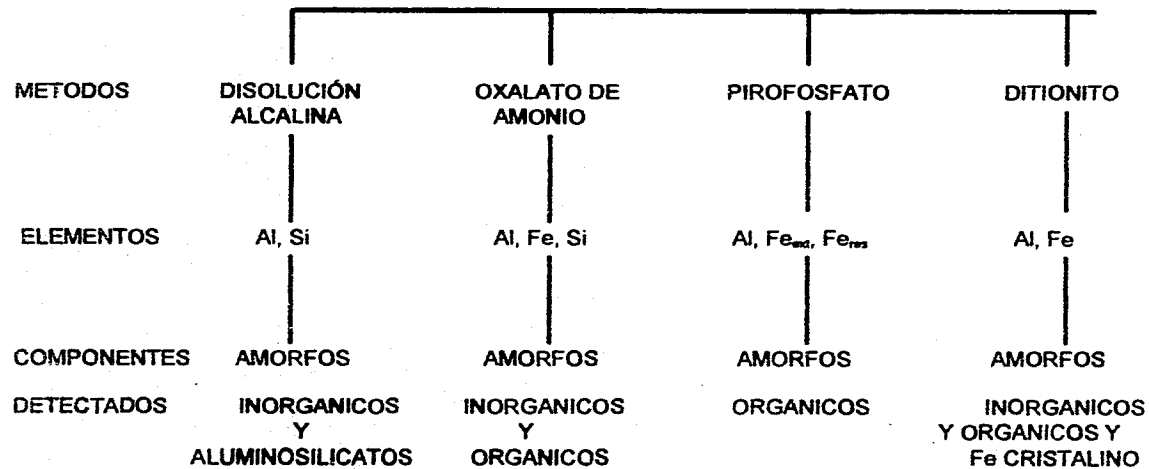
A. METODO DE LA DITONITA CITRATO					B. METODO DE EXTRACCION CON PIROFOSFATO				C. METODO DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY				D. METODO DE SEGALÉN				
Prof. cm	Hor.	Hierro	óxido	Aluminio	óxido	Hierro	óxido	Aluminio	óxido	Hierro	óxido	Aluminio	óxido	Hierro	óxido	Aluminio	óxido
		% Fe+++	% Fe2O3	% Al+++	% Al2O3	% Fe+++	% Fe2O3	% Al+++	% Al2O3	% Fe+++	% Fe2O3	% Al+++	% Al2O3	% Fe+++	% Fe2O3	% Al+++	% Al2O3
0-5	A	0.70	1.80	0.20	0.38	1.10	1.57	0.30	0.57	0.80	1.29	0.20	0.38	2.50	3.57	1.00	1.80
		0.70	1.80	0.20	0.38	1.10	1.57	0.30	0.57	1.10	1.57	0.20	0.38	2.50	3.57	1.00	1.80
		0.89	1.14	0.20	0.38	1.20	1.71	0.30	0.57	1.00	1.43	0.20	0.38	2.80	4.00	1.00	1.80
		2.20	3.14	0.80	1.14	3.40	4.85	0.80	1.71	3.00	4.29	0.80	1.14	7.80	11.14	3.00	5.87
		0.73	1.85	0.20	0.38	1.13	1.62	0.30	0.57	1.00	1.43	0.20	0.38	2.80	3.71	1.00	1.80
25-110	B	1.80	2.57	1.20	2.27	2.10	3.09	1.40	2.84	2.00	2.98	1.30	2.46	3.30	4.72	2.00	3.78
		1.80	2.57	1.10	2.89	2.20	3.14	1.40	2.84	2.10	3.00	1.30	2.46	3.10	4.43	2.80	3.78
		1.70	2.49	1.10	2.89	2.20	3.14	1.50	2.89	2.80	2.88	1.30	2.27	3.40	4.85	2.10	3.67
		5.30	7.57	3.40	6.43	6.50	8.28	4.30	8.11	6.10	8.72	3.80	7.19	9.80	14.01	6.10	11.53
		1.77	2.82	1.33	2.14	2.17	3.88	1.43	2.70	2.63	2.91	1.27	2.40	3.27	4.67	2.83	3.84
110-180	C	1.80	2.39	1.80	1.80	1.80	2.67	1.10	2.08	1.70	2.43	1.80	1.80	2.80	4.15	1.20	2.27
		1.80	2.39	0.98	1.70	1.80	2.72	1.30	2.40	1.70	2.43	1.80	1.80	3.10	4.43	1.10	2.88
		1.80	2.39	1.80	1.80	1.80	2.72	1.40	2.84	1.70	2.43	1.80	1.80	3.20	4.57	1.30	2.88
		4.70	8.67	2.80	5.48	5.98	8.01	3.80	7.12	5.10	7.20	3.88	5.67	8.20	13.15	3.80	8.81
		1.87	2.34	0.87	1.80	1.87	2.67	1.27	2.38	1.70	2.43	1.00	1.88	3.07	4.38	1.20	2.27

**Tabla 11. PERFIL 4. CARNIEL CRONICO CON PROFERASIS FERICAS
DETERMINACION DEL HIERRO Y ALUMINO EXTRUIBLES**

A. METODO DE LA DITONITA CITRATO					B. METODO DE EXTRACCION CON PIROFOSFATO					C. METODO DEL REACTIVO COMBINADO DE NANCY					D. METODO DE SEGALEN						
Perf.	Hor.	Hierro %	extrahible %	Alumino %	extrahible %	Hierro %	extrahible %	Alumino %	extrahible %	Hierro %	extrahible %	Alumino %	extrahible %	Hierro %	extrahible %	Alumino %	extrahible %				
en		Fe+++	Fe2O3	Al+++	Al2O3	Fe+++	Fe2O3	Al+++	Al2O3	Fe+++	Fe2O3	Al+++	Al2O3	Fe+++	Fe2O3	Al+++	Al2O3				
027	A	6,20	6,88	7,10	13,42	6,70	6,98	7,40	13,68	6,50	6,28	6,80	13,64	8,80	12,72	7,80	14,82				
		6,20	6,88	7,00	13,23	6,80	6,72	7,40	13,68	6,60	6,44	7,00	13,23	8,70	12,44	8,10	15,30				
		6,10	6,72	7,00	13,23	6,80	6,72	7,40	13,68	6,50	6,28	7,00	13,23	8,90	12,15	8,00	15,12				
		Σ	18,60	20,44	21,10	38,88	Σ	20,30	20,62	22,20	41,04	Σ	18,60	20,62	20,80	38,80	Σ	26,10	37,31	24,00	45,36
		Σ	6,17	6,15	7,03	13,28	Σ	6,77	6,67	7,40	13,68	Σ	6,53	6,34	6,97	13,17	Σ	8,70	12,44	8,00	15,12
2195	B	5,60	6,48	5,80	10,98	6,30	6,01	7,10	13,41	6,10	6,72	6,80	11,38	7,70	11,01	7,30	13,78				
		5,60	6,28	5,80	10,98	6,30	6,01	7,00	13,23	6,60	6,88	5,80	11,15	7,60	10,86	7,50	14,17				
		5,70	6,18	5,80	10,98	6,30	6,01	7,00	13,23	6,00	6,58	5,80	11,15	7,70	11,01	7,50	14,17				
		Σ	17,40	24,97	16,80	31,74	Σ	18,90	27,03	21,10	39,87	Σ	18,10	20,69	17,80	33,68	Σ	23,00	32,88	22,30	42,13
		Σ	5,60	11,62	6,00	10,98	Σ	6,30	6,01	7,03	13,28	Σ	6,03	6,03	5,93	11,27	Σ	7,67	10,88	7,43	14,04
25'60	C	3,70	5,28	6,10	11,52	3,80	5,88	6,40	12,08	3,80	5,43	5,80	11,15	5,00	7,15	6,80	13,03				
		3,70	5,28	6,00	11,34	4,60	5,72	6,60	12,28	3,80	5,43	5,80	10,86	5,20	7,43	6,80	13,03				
		3,70	5,28	6,00	11,34	4,60	5,72	6,30	11,80	3,80	5,43	5,70	10,77	5,20	7,43	7,00	13,23				
		Σ	11,10	15,87	18,10	34,20	Σ	11,80	17,62	19,30	36,27	Σ	11,40	16,30	17,40	32,89	Σ	15,40	22,01	20,80	39,29
		Σ	3,70	5,28	6,03	11,40	Σ	3,67	5,67	6,40	12,08	Σ	3,80	5,43	5,80	10,86	Σ	5,13	7,34	6,83	13,10

TABLA 12 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL AMORFO EN SUELOS

MATERIAL AMORFO



Fe ext., = Hierro extraíble.

Fe res., = Hierro residual.

ANEXO II B

TABLA 13 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS SUELOS

Perfil 1. Luvisol férrico con propiedades oxidicas.					
Profundidad	M.O. %	C.I.C	pH (H ₂ O) 1:1	Arcilla %	Amorfos (alofanos)
0 - 45	6	27	5.7	36	+
45 - 220	1.1	31	5.8	43	+
> 220	0.50	20	5.9	35	++
Perfil 2. Andosol húmico					
0 - 23	8.7	45	5.8	18	+++
23 - 95	5.3	47	5.7	19	+++
95 - 180	2.3	35	5.8	21	+++
Perfil 3. Luvisol crómico con propiedades vérticas.					
0 - 25	2.7	24	6.5	33	+
25 - 110	0.90	28	6.7	43	+
110 - 180	0.35	17	6.7	40	+
Perfil 4. Cambisol crómico con propiedades férricas					
0 - 27	2.8	23	7.1	25	++
27 - 95	0.70	21	7.3	30	+
95 - 180	0.50	17	7.4	20	+
Perfil 5. Arenosol con propiedades férricas					
0 - 15	1.30	13	7.3	8	-
15 - 110	0.50	11	7.3	10	-
110 - 180	0.15	9	7.4	5	+

ANEXO III

ANÁLISIS ESTADÍSTICO

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 1

Profundidad 1

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.1481000	3	.0493667	131.644	.0000
Dentro de grupos	.0030000	8	.0003750		
Total	.1511000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	.3500000	.0115470	.0111803	.3348788
B	3	.3766667	.0066667	.0111803	.4115455
C	3	.3566667	.0066667	.0111803	.3915455
D	3	.6166667	.0166667	.0111803	.5817879
Total	12	.4250000	.0055902	.0055902	.4075606

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	.3500000
C	3	.3566667
B	3	.3766667
D	3	.6166667

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 1

Profundidad 2 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relacion F	Nivel de significancia
Entre grupos	.8427667	3	.2809222	802.355	.0000
Dentro de grupos	.0031333	8	.0003917		
Total	.8459000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	.2233333	.0088192	.0114261	.1876879
B	3	.2566667	.0088192	.0114261	.2210212
C	3	.2500000	.0088192	.0114261	.2135545
D	3	.2800000	.0088192	.0114261	.2543545
Total	12	.2450000	.0057117	.0057130	.2351773

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	.2233333
C	3	.2500000
B	3	.2566667
D	3	.2800000

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 1

Profundidad 3

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.3211900	3	.1070300	347.125	.0000
Dentro de grupos	.0024667	9	.0002741		
Total	.3236567	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estandar interno	Error estandar combinado	99% de confianza para media
A	3	.1526667	.0133333	.0101377	.1271368
B	3	.1233333	.008192	.0101377	.1112645
C	3	.1833333	.008192	.0101377	.1712645
D	3	.5233333	.0133333	.0101377	.5112645
Total	12	.2516667	.0050690	.0050690	.0031502

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
B	3	.1233333
A	3	.1526667
C	3	.1833333
D	3	.5233333

ANALISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 2

Profundidad 1 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	6.7425000	3	2.2475000	355.286	.0000
Dentro de grupos	.0466667	8	.0058333		
Total	6.7891667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Procedio	Error estandar interno	Error estandar combinado	99% de confianza para media	
A	3	3.9333333	.0333333	.0440959	3.7957695	4.0708971
B	3	4.6666667	.0333333	.0440959	4.5291028	4.8042266
C	3	3.7666667	.0666667	.0440959	3.6291028	3.9042266
D	3	5.6666667	.0333333	.0440959	5.5291028	5.8042266
Total	12	4.5093333	.0220479	.0220479	4.4395514	4.577118

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Procedio	
C	3	3.7666667	*
A	3	3.9333333	*
B	3	4.6666667	*
D	3	5.6666667	*

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Pruebas: Tukey Nivel de confianza: 9)

Perfil 2

Profundidad 2

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	2.7833333	3	.9277778	556.667	.0000
Dentro de grupos	.0133333	8	.0016667		
Total	2.7966667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	1.3333333	.0333333	.0235702	1.2598024	1.406864
B	3	1.4000000	.0000000	.0235702	1.3264690	1.473531
C	3	1.6000000	.0000000	.0235702	1.5264690	1.673531
D	3	2.5333333	.0333333	.0235702	2.4398024	2.606864
Total	12	1.7166667	.0117851	.0117851	1.6789012	1.753432

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Pruebas: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	1.3333333
B	3	1.4000000
C	3	1.6000000
D	3	2.5333333

ANALISIS PARA ACUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Pruebas Tukey Nivel de confianza: 99
 Perfil 2.

Profundidad 3 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	1.7891667	3	.5927556	553.833	.0000
Dentro de grupos	.0133333	8	.0016667		
Total	2.7825000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	1.1333333	.0333333	.0235702	1.0598024
B	3	1.3000000	.0000000	.0235702	1.2244690
C	3	1.1666667	.0333333	.0235702	1.0901057
D	3	2.3000000	.0000000	.0235702	2.2244690
Total	12	1.4750000	.0117851	.0117851	1.4382345

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Pruebas Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio	
A	3	1.1333333	*
C	3	1.1666667	**
B	3	1.3000000	†
D	3	2.3000000	*

ANALISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Pruebas Tukey Nivel de confianza: 99
 Perfil 3

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	1.3425000	3	.4475000	999.999	.0000
Dentro de grupos	.0000000	8	.0000000		
Total	1.3425000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	.2000000	1.96262E-017	1.38778E-017	.2000000
B	3	.3000000	.00000E0000	1.38778E-017	.3000000
C	3	.2000000	1.96262E-017	1.38778E-017	.2000000
D	3	1.0000000	.00000E0000	1.38778E-017	1.0000000
Total	12	.4250000	6.93688E-018	6.93688E-018	.4250000

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Pruebas Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	.2000000
C	3	.2000000
B	3	.3000000
D	3	1.0000000

ANALISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil J

Profundidad 2

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	1.4200000	3	.4733333	142.000	.0000
Dentro de grupos	.0266667	8	.0033333		
Total	1.4466667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	1.1333333	.0333333	.0333333	1.0293448
B	3	1.4333333	.0333333	.0333333	1.3293448
C	3	1.2666667	.0333333	.0333333	1.1666782
D	3	2.0333333	.0333333	.0333333	1.9293448
Total	12	1.4666667	.0166667	.0166667	1.4146724

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	1.1333333
C	3	1.2666667
B	3	1.4333333
D	3	2.0333333

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 97

Perfil 3

Profundidad 3 Análisis de varianza

Punto de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.1958313	4	.0489578	7.121	.0156
Dentro de grupos	.0733353	8	.0091667		
Total	.2691667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	1.266667	.0133333	.0552771	1.1942212	1.339112
B	2	1.266667	.0819117	.0552771	1.0942212	1.439112
C	2	1.000000	.000000	.0552771	1.1275546	1.172445
D	3	1.200000	.0577350	.0552771	1.0275546	1.372445
TOTAL	10	1.100000	.0276345	.0276345	1.0221106	1.179455

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	1.266667
B	2	1.000000
C	2	1.200000
D	3	1.266667

ANALISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 4

Profundidad 1

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	2.0166667	3	.6722222	181.133	.0000
Dentro de grupos	.0333333	8	.0041667		
Total	2.0500000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	7.0333333	.0333333	.0372678	6.9170707	7.149596
B	3	7.4000000	.0000000	.0372678	7.2837373	7.516262
C	3	6.9666667	.0333333	.0372678	6.8504040	7.082929
D	3	8.0000000	.0377350	.0372678	7.8837373	8.116262
Total	12	7.3500000	.0166339	.0166339	7.2918667	7.408131

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
C	3	6.9666667
A	3	7.0333333
B	3	7.4000000
D	3	8.0000000

ANÁLISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99
Perfil 4
Profundidad 2 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	6.8600000	3	2.2866667	457.333	.0000
Dentro de grupos	.0400000	8	.0050000		
Total	6.9000000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	95% de confianza para media	99% de confianza para media
A	3	5.5000000	.0000000	.0408248	5.4726498	5.727359
B	3	7.0333333	.0033333	.0408248	6.9059740	7.160692
C	3	5.9333333	.0033333	.0408248	5.8059740	6.060692
D	3	7.4333333	.0066667	.0408248	7.3059740	7.560692
Total	12	6.5000000	.0204124	.0204124	6.4301203	6.5698795

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	5.5000000
B	3	7.0333333
C	3	5.9333333
D	3	7.4333333

ANALISIS PARA ALUMINIO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 4

Profundidad 3

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	2.11250000	3	.70416667	109.792	.0000
Dentro de grupos	.00666667	3	.00222222		
Total	2.11916667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	6.1803333	.0000000	.0471415	6.1803333
B	3	6.2470000	.0000000	.0471415	6.2470000
C	3	6.2470000	.0000000	.0471415	6.2470000
D	3	6.2470000	.0000000	.0471415	6.2470000
Total	12	6.2166667	.0000000	.0471415	6.2166667

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Pruebas Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
C	3	6.2470000
A	3	6.1803333
B	3	6.2470000
D	3	6.2470000

Análisis de varianza de una vía

Datos: ALUMINIO.ALper5PRO1

Códigos de métodos químicos: ALUMINIO.REPETICION

Etiquetas:

Medias graficadas: Tukey

Nivel de confianza: 99

Intervalo de prueba: Tukey

Análisis de Varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	d.f.	Media de cuadrados	Ratio de F	Sig. nivel
Entre grupos	.0600000	3	.0200000	24.000	.0062
Dentro de grupos	.0066667	8	.0008333		
Total (corregido)	.0666667	11			

El valor perdido ha sido excluido.

Tabla de medias para por repetición de Aluminio

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99 de intervalos para media
1	3	.2000000	.0000000	.0166667	.1480058 .2519942
2	3	.3000000	.0000000	.0166667	.2480058 .3519942
3	3	.2000000	.0000000	.0166667	.1480058 .2519942
4	3	.3666667	.0333333	.0166667	.3146724 .4186609
Total	12	.2666667	.0083333	.0083333	.2406695 .2926638

Análisis de intervalo múltiple para Aluminio para repetición de Aluminio

Pruebas Tukey (99%)		Grupos Homogéneos		
Método químico	Conteo	Promedio		
1	3	.2000000	X	
3	3	.2000000	X	
2	3	.3000000	XX	
4	3	.3666667	X	
Contraste		Diferencia	+/-	límites
1 - 2		-0.10000		0.10399
1 - 3		0.00000		0.10399
1 - 4		-0.16667		0.10399 *
2 - 3		0.10000		0.10399
2 - 4		-0.06667		0.10399
3 - 4		-0.16667		0.10399 *

* Denota una diferencia estadísticamente significativa.

Análisis de varianza de una vía

Fecha: ALUMINIO.ALper5PRO2

Código de métodos químicos: ALUMINIO.REPETICION

Etiquetas:

Medias graficadas: Tukey

Nivel de confianza: 99

Intervalo de prueba: Tukey

Análisis de Varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	d.f.	Media de cuadrados	Ratio de F	Sig. nivel
Entre grupos	.1800000	3	.0600000	18.000	.0006
Dentro de grupos	.0266667	8	.0033333		
Total (corregido)	.2066667	11			

El valor perdido ha sido excluido.

Tabla de medias para por repetición de Aluminio

Método químico	Conteo	Promedio	Error estandar interno	Error estandar combinado	99% de intervalos para media	
1	3	.1000000	.0000000	.0333333	-.0039885	.2039885
2	3	.2000000	.0000000	.0333333	.0960115	.3039885
3	3	.2000000	.0000000	.0333333	.0960115	.3039885
4	3	.4333333	.0666667	.0333333	.3293448	.5373218
Total	12	.2333333	.0166667	.0166667	.1813391	.2853276

Análisis de intervalo múltiple para Aluminio para repetición de Aluminio

Prueba: Tukey (99%)		Grupos Homogéneos		
Método químico	Conteo	Promedio		
1	3	.1000000	X	
2	3	.2000000	X	
3	3	.2000000	X	
4	3	.4333333	X	
Contraste		Diferencia	+/-	límites
1 - 2		-0.10000		0.20798
1 - 3		-0.10000		0.20798
1 - 4		-0.33333		0.20798 *
2 - 3		0.00000		0.20798
2 - 4		-0.23333		0.20798 *
3 - 4		-0.23333		0.20798 *

* Denota una diferencia estadísticamente significativa.

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Por el método de Fisher

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.0825000	3	.0275000	993.999	.0000
Dentro de grupos	.0000000	9	.0000000		
Total	.0825000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	.1000000	9.81308E-018	1.20185E-017	.1000000 .1000000
B	3	.1000000	9.81308E-018	1.20185E-017	.1000000 .1000000
C	3	.2000000	1.96262E-017	1.20185E-017	.2000000 .2000000
D	3	.3000000	.000000E0000	1.20185E-017	.3000000 .3000000
Total	12	.1750000	6.00926E-018	6.00926E-018	.1750000 .1750000

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio	
A	3	.1000000	*
B	3	.1000000	*
C	3	.2000000	*
D	3	.3000000	*

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99
 Perfil 1

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	64.949167	3	21.649722	399.999	.0000
Dentro de grupos	.120000	8	.015000		
Total	65.069167	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Cuento	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	10.233333	.0333333	.0707107	10.012740	10.453926
B	3	12.666667	.0333333	.0707107	12.446074	12.887260
C	3	11.633333	.0866667	.0707107	11.412740	11.853926
D	3	16.500000	.1154701	.0707107	16.279407	16.720593
Total	12	12.758333	.0353553	.0353553	12.648037	12.868629

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Cuento	Promedio
A	3	10.233333
B	3	11.633333
C	3	12.666667
D	3	16.500000

ANÁLISIS PARA PEBRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99%

Perfil 1

Profundidad 2 Análisis de varianza

Factor de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	82.11867	3	27.37289	684.206	.0000
Dentro de grupos	1.32000	8	.1650000		
Total	83.43867	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	2	15.533333	.0881917	.1154701	15.173107	15.89356
B	2	16.500000	.0877350	.1154701	16.212773	16.86022
C	2	16.133333	.0823344	.1154701	15.773107	16.49356
D	2	22.066667	.2027888	.1154701	21.796440	22.41689
Total	12	17.583333	.0877350	.0877350	17.403120	17.76344

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos:

Método químico	Conteo	Promedio
A	2	15.533333
C	2	16.133333
B	2	16.500000
D	2	22.066667

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una Vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 1

Profundidad 3

Análisis de Varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	11.955278	2	5.977639	255.509	0.000
Dentro de grupos	11.955278	8	1.494409		
Total	23.910557	10			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	9.29577	0.28280	0.28280	9.29577
B	2	11.27244	0.27351	0.27351	11.27244
C	1	16.17244	0.27351	0.27351	16.17244
D	4	12.29577	0.28280	0.28280	12.29577
Total	10	11.27244	0.27351	0.27351	11.27244

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	9.29577
B	2	11.27244
C	1	16.17244
D	4	12.29577

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 2

Profundidad 1

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	12.160000	3	4.0533333	700.571	.0000
Dentro de grupos	.046667	8	.0058333		
Total	12.206667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	4.766667	.0333333	.0440959	4.6291028	4.904230
B	3	5.166667	.0666667	.0440959	5.0291028	5.304230
C	3	4.933333	.0333333	.0440959	4.757695	5.070897
D	3	7.266667	.0333333	.0440959	7.1291028	7.404230
Total	12	5.2833333	.0220477	.0220477	5.1642514	5.392115

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	4.766667
C	3	4.933333
B	3	5.166667
D	3	7.266667

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey

Nivel de confianza: 99

Perfil 2

Profundidad 2

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	21.409167	3	7.136389	5.23.244	.0000
Dentro de grupos	.100000	8	.0125000		
Total	21.409167	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	5.566667	.0333333	.0645497	5.2680395
B	3	5.833333	.0333333	.0645497	6.0347062
C	3	5.566667	.0333333	.0645497	5.7680395
D	3	6.500000	.1154701	.0645497	6.7013729
Total	12	6.241667	.0322749	.0322749	6.1409802

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	5.566667
C	3	5.566667
B	3	5.833333
D	3	6.500000

ANALISIS PARA CUERPO

Análisis de Varianza de una vía

Pruebas Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 2

Profundidad 3 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de Cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	4.292822	2	2.146411	7.33122	0.0007
Dentro de grupos	1.026957	7	0.146708		
Total	5.319779	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	3.200000	0.000000	0.000000	3.200000
B	3	4.133333	0.000000	0.000000	4.133333
C	3	3.766667	0.000000	0.000000	3.766667
D	2	5.666667	0.000000	0.000000	5.666667
Total	11	4.227273	0.166667	0.166667	4.170000

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Pruebas Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	3.200000
B	3	4.133333
C	3	3.766667
D	2	5.666667

ANALISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 3

Profundidad 1

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	4.3333333	3	1.4444444	130.452	.0000
Dentro de grupos	.0933333	8	.0116667		
Total	4.4266667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	.7333333	.0333333	.0623610	.5287887	.927876
B	3	1.1333333	.0333333	.0623610	.9287887	1.327876
C	3	1.0000000	.0577350	.0623610	.8054553	1.194544
D	3	2.6000000	.1000000	.0623610	2.4054553	2.794544
Total	12	1.3888887	.0311305	.0311305	1.2583943	1.463935

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio	
A	3	.7333333	*
C	3	1.0000000	**
B	3	1.1333333	*
D	3	2.6000000	*

ANALISIS PARA FUEBRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 3

Profundidad 2 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	3.9225000	3	1.3075000	108.700	.0000
Dentro de grupos	.0606667	8	.0075833		
Total	3.9991667	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	1.766667	.0333333	.0527046	1.6022464
B	3	2.166667	.0333333	.0527046	2.0022464
C	3	2.033333	.0333333	.0527046	1.8689131
D	3	3.266667	.0881917	.0527046	3.1022464
Total	12	2.308333	.0263523	.0527046	2.1261032

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	1.766667
C	3	2.033333
B	3	2.166667
D	3	3.266667

ANALISIS PARA PIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99
 Perfil 3

Profundidad 3

Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	4.2700000	3	1.4233333	189.778	.0000
Dentro de grupos	.0600000	9	.00675000		
Total	4.3300000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Cuento	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	1.5666667	.0333333	.0500000	1.4106639 1.722645
B	3	1.7000000	.0333333	.0500000	1.7106639 2.022645
C	3	1.7000000	.0333333	.0500000	1.5440173 1.855392
D	3	3.0666667	.0666667	.0500000	2.8106639 3.222645
Total	12	2.0500000	.0250000	.0250000	1.8120038 2.127991

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos			
Método químico	Cuento	Promedio	
A	3	1.5666667	*
B	3	1.7000000	*
C	3	1.7000000	*
D	3	3.0666667	*

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey					
Nivel de confianza: 99					
Perfil 4					
Profundidad 1					
Análisis de varianza					
Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	11.549167	3	3.849722	307.273	.0000
Dentro de grupos	.100000	8	.012500		
Total	11.649167	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Cuento	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	6.166667	.0333333	.064497	5.9652938	6.368039
B	3	6.766667	.0333333	.064497	6.5652938	6.968039
C	3	6.533333	.0333333	.064497	6.3319605	6.734706
D	3	8.700000	.1154701	.064497	8.4362271	8.963772
Total	12	7.041667	.0322749	.0622749	6.8409602	7.14235

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)			Intervalos de grupos homogéneos
Método químico	Cuento	Promedio	
A	3	6.166667	*
C	3	6.533333	**
B	3	6.766667	*
D	3	8.700000	*

ANALISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Pruebas: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 4

Profundidad 2 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	6.2966667	3	2.0988889	503.733	.0000
Dentro de grupos	.0333333	8	.0041667		
Total	6.3300000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media	
A	3	5.8000000	.0577350	.0372678	5.6837373	5.9162627
B	3	6.3000000	.0000000	.0372678	6.1837373	6.4162627
C	3	6.0333333	.0333333	.0372678	5.9170707	6.1495959
D	3	7.6666667	.0333333	.0372678	7.5504040	7.7829293
Total	12	6.4500000	.0186339	.0186339	6.3918687	6.5081313

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Pruebas: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	5.8000000 *
C	3	6.0333333 *
B	3	6.3000000 *
D	3	7.6666667 *

ANALISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 4

Profundidad 3

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	1.077057	2	0.538528	318.11	.0000
Dentro de grupos	1.000000	8	0.125000		
Total	2.077057	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	3.700000	.000000	.0072678	3.5837373
B	3	3.888889	.000000	.0072678	3.8504040
C	3	3.911111	.000000	.0072678	3.8837373
D	3	5.122222	.000000	.0072678	5.0170707
Total	12	4.171111	.000000	.0181039	4.0918887

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	3.700000
C	3	3.900000
B	3	3.888889
D	3	5.122222

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una Vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 5

Profundidad 2

Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.0700000	2	.0350000	20.667	.0001
Dentro de grupos	.0200000	8	.0025000		
Total	.2500000	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estandar interno	Error estandar combinado	99% de confianza para media
A	3	.7333333	.0333333	.0288675	.6432767
B	3	.9333333	.0333333	.0288675	.8432767
C	3	.7000000	.0000000	.0288675	.6099433
D	3	1.0333333	.0333333	.0288675	.9432767
Total	12	.8500000	.0144338	.0144338	.8049717

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%)			Intervalos de grupos homogéneos
Método químico	Conteo	Promedio	
A	3	.7000000	
B	3	.7333333	
C	3	.9333333	
D	3	1.0333333	

ANALISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba Tukey Nivel de confianza: 99

Profundidad 3

Análisis de Varianza

Fuente de variación	suma de cuadrados	g.l.	cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	1001.11	2	500.555	19.157	.0012
Dentro de grupos	1001.11	9	111.233		
Total	2002.22	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Hétodo químico	Conteo	Promedio	Error estándar	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
H	3	1585.67	1000.000	1000.000	1000.000	1585.67
E	3	1700.00	1000.000	1000.000	1000.000	1700.00
C	3	1510.00	1000.000	1000.000	1000.000	1510.00
T	3	1710.00	1000.000	1000.000	1000.000	1710.00
Total	12	1591.67	1000.000	1000.000	1000.000	1591.67

Análisis de rangos múltiples para

por métodos químicos

Prueba Tukey (99%)

Intervalos de grupos homogéneos

Hétodo químico Conteo Promedio

1585.67
1700.00
1510.00
1710.00

ANÁLISIS PARA FIERRO

Análisis de Varianza de una vía

Prueba: Tukey Nivel de confianza: 99

Perfil 5

Profundidad 3 Análisis de varianza

Fuente de variación	Suma de cuadrados	g.l.	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de significancia
Entre grupos	.0790389	3	.0263463	15.187	.0012
Dentro de grupos	.0133333	9	.0014815		
Total	.0923722	11			

Ningún valor ha sido excluido.

Tabla de medias para

Método químico	Conteo	Promedio	Error estándar interno	Error estándar combinado	99% de confianza para media
A	3	.566667	.000000	.0235702	.4931357 .640197
B	3	.700000	.000000	.0235702	.6254690 .773331
C	3	.600000	.000000	.0235702	.5264690 .673331
F	3	.766667	.000000	.0235702	.6931357 .840197
Total	12	.666667	.0117851	.0117851	.6215678 .695098

Análisis de rangos múltiples para por métodos químicos

Prueba: Tukey (99%) Intervalos de grupos homogéneos

Método químico	Conteo	Promedio
A	3	.566667
B	3	.700000
C	3	.600000
F	3	.766667