

1era Ed.
2023



PUERTO MADERO
EDITORIAL

TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE LABORATORIO

PARA CARACTERIZACIÓN DE SUELOS, RESIDUOS
ORGÁNICOS, COMPOST Y ALIMENTOS



IRENE DEL CARMEN GAVILANES TERÁN
CRISTIAN ANDRÉS CHUQUÍN ENRÍQUEZ
VÍCTOR HUGO VALVERDE OROZCO



puertomaderoeditorial.com.ar



La Plata - Argentina

Técnicas de Análisis de Laboratorio para Caracterización de Suelos, Residuos Orgánicos, Compost y Alimentos

ISBN:978-631-6557-03-2

Irene Del Carmen Gavilanes Terán, Cristian Andrés Chuquín Enríquez
Víctor Hugo Valverde Orozco



**Técnicas de Análisis de Laboratorio para
Caracterización de Suelos, Residuos
Orgánicos, Compost y Alimentos**
**Laboratory Analysis Techniques for Soil, Organic Waste,
Compost and Food Characterization.**

AUTORES:

Irene Del Carmen Gavilanes Terán
Cristian Andrés Chuquín Enríquez
Víctor Hugo Valverde Orozco



Gavilanes Terán, Irene del Carmen

Técnicas de análisis de laboratorio para caracterización de suelos, residuos orgánicos, compost y alimentos / Irene del Carmen Gavilanes Terán ; Cristian Andrés Chuquin Enríquez ; Víctor Hugo Valverde Orozco ; Editado por Daniela Margoth Caichug Rivera ; Maricel Caputo. - 1a ed. - La Plata : Puerto Madero Editorial Académica, 2023.

Libro digital, PDF

Archivo Digital: descarga y online

ISBN 978-631-6557-03-2

1. Química. I. Chuquin Enríquez, Cristian Andrés II. Valverde Orozco, Víctor Hugo III. Caichug Rivera, Daniela Margoth, ed. IV. Caputo, Maricel, ed. V. Título.

CDD 540



Licencia Creative Commons:

Atribución-NoComercial-SinDerivar 4.0 Internacional (CC BY-NC-SA 4.0)

Primera Edición, Agosto 2023

**Técnicas de Análisis de Laboratorio para Caracterización de Suelos,
Residuos Orgánicos, Compost y Alimentos**
ISBN: 978-631-6557-03-2

Editado por:

Sello editorial: ©Puerto Madero Editorial Académica
Nº de Alta: 933832

Editorial: © Puerto Madero Editorial Académica
CUIL: 20630333971
Calle 45 N491 entre 4 y 5
Dirección de Publicaciones Científicas Puerto Madero
Editorial Académica
La Plata, Buenos Aires, Argentina
Teléfono: +54 9 221 314 5902
+54 9 221 531 5142
Código Postal: AR1900

Este libro se sometió a arbitraje bajo el sistema de doble ciego (peer review)

Corrección y diseño:

Puerto Madero Editorial Académica
Diseñador Gráfico: José Luis Santillán Lima

Diseño, Montaje y Producción Editorial:

Puerto Madero Editorial Académica
Diseñador Gráfico: Santillán Lima, José Luis

Director del equipo editorial:

Editor: Santillán Lima, Juan Carlos
Caichug Rivera, Daniela Margoth
Caputo, Maricel

Hecho en Argentina
Made in Argentina

AUTORES:

Irene del Carmen Gavilanes Terán

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología Ambiente y Química, Río Blanco y Río Daule, 060107, Riobamba, Chimborazo, Ecuador.

irene.gavilanes@esepoch.edu.ec



<https://orcid.org/0000-0001-5576-2908>

Cristian Andrés Chuquin Enríquez

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología Ambiente y Química, Río Jubones y Río Santiago, 060107, Riobamba, Chimborazo, Ecuador.

cristian.chuquin@esepoch.edu.ec



<https://orcid.org/0000-0001-6066-5088>

Víctor Hugo Valverde Orozco

Universidad Nacional de Chimborazo, Facultad de Ingeniería, Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología Ambiente y Química, Octava y Junín, CP: 060102, Riobamba, Chimborazo, Ecuador.

victor.valverde@unach.edu.ec



<https://orcid.org/0000-0001-8179-5383>

CONTENIDO

CONTENIDO.....	<i>xí</i>
ÍNDICE DE FIGURAS.....	<i>xv</i>
ÍNDICE DE TABLAS	<i>xvii</i>
RESUMEN.....	<i>xix</i>
SUMMARY	<i>xxi</i>
INTRODUCCIÓN	<i>xxiii</i>
CAPÍTULO 1.	<i>1</i>
1 TOMA, PREPARACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE MUESTRAS	<i>1</i>
1.1 Toma de Muestra Suelo	1
1.2 Toma de Muestra Compost	4
1.3 Identificación de muestras	5
1.4 Materiales de envases para toma de muestra.	6
1.5 Preparación de la Muestra	7
CAPITULO 2	<i>11</i>
2. ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO Y QUÍMICO DE MUESTRAS	<i>11</i>
1.6 Determinación de pH.	11
1.7 Determinación de Conductividad Eléctrica (CE)	14
1.8 Determinación de Humedad en suelos.....	16
1.9 Determinación de Materia Orgánica	20
1.10 Determinación de Cenizas	22
1.11 Determinación Densidad Real (Suelos).....	24
1.12 Determinación Densidad Aparente (Suelos)	26

1.13	Determinación de Textura en Suelos.....	27
1.14	Determinación de Carbono Orgánico Oxidable.....	31
1.15	Determinación de Polifenoles Solubles (Residuos y Compost)	34
1.16	Determinación Del Índice De Germinación.....	41
1.17	Determinación De Cloruros (Método Mohr).....	44
1.18	Determinación de Sulfatos	47
1.19	Determinación de Nitratos	50
1.20	Determinación de Fosfatos.....	52
1.21	Capacidad de Intercambio Catiónico.....	55
1.21.1	Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico Método 1.	56
1.21.2	Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico Método 2.	60
1.21.3	Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico Método 3.	63
1.22	Determinación de Nitrógeno Kjeldahl en Suelos y Productos de Compostaje	64
1.23	Determinación de Nitrógeno Kjeldahl en alimentos y plantas	69
1.23.1	Cálculo de Proteína a partir de Nitrógeno Kjeldahl en alimentos....	73
CAPÍTULO 3		75
3 ANALISIS DE ELEMENTOS (METALES PESADOS, MICRO Y MACRO NUTRIENTES)		75
3.1	Digestión De Muestras Para Análisis de Metales Totales	75
3.2	Digestión Asistida por Microondas de Muestras Para Análisis De Metales Totales	79

3.3 Extracción de Micronutrientes Asimilables en suelos (Cu, Mn, Fe y Zn).....	81
3.4 Extracción de Macronutrientes Asimilables en suelos (Ca, Na, K, Mg)	84
3.5 Preparación de estándares para Curvas de Calibración / Lectura en el Equipo de Absorción Atómica.....	86
3.5.1 Espectrometría de Absorción Atómica	86
3.5.2 Cadmio, Cd, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	88
3.5.3 Níquel, Ni, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	89
3.5.4 Plomo, Pb, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	90
3.5.5 Cromo, Cr, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.....	92
3.5.6 Cobre, Cu, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	93
3.5.7 Hierro, Fe, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	95
3.5.8 Manganeso, Mn, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama... ..	96
3.5.9 Zinc, Zn, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	97
3.5.10 Mercurio, Hg, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros	99
3.5.11 Arsénico, As, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.	100
3.5.12 Selenio, Se, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.	102
3.5.13 Calcio, Ca, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama ...	104
3.5.14 Sodio, Na, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama ...	105
3.5.15 Potasio, K, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama...	107
3.5.16 Magnesio, Mg, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.. ..	108
3.6 Determinación de Fósforo por Espectrofotometría Ultravioleta Visible (UV-Vis)	110
<i>BIBLIOGRAFÍA.....</i>	<i>117</i>
<i>DE LOS AUTORES</i>	<i>123</i>
Irene del Carmen Gavilanes Terán	123

Cristian Andrés Chuquín Enríquez 125
Víctor Hugo Valverde Orozco..... 127

ÍNDICE DE FIGURAS

Imagen 1: Triángulo de Textura USDA	31
-------------------------------------	----

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Preparación de estándares para Calibración en Análisis de Polifenoles	37
Tabla 2: Preparación opcional de estándares para calibración en Análisis de Polifenoles	38
Tabla 3: Preparación de estándares para análisis de Cadmio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	89
Tabla 4: Preparación de estándares para análisis de Níquel por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	90
Tabla 5: Preparación de estándares para análisis de Plomo por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	91
Tabla 6: Preparación de estándares para análisis de Cromo por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	93
Tabla 7: Preparación de estándares para análisis de Cobre por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	94
Tabla 8: Preparación de estándares para análisis de Hierro por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama, Rango Bajo	95
Tabla 9: Preparación de estándares para análisis de Hierro por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama, Rango Alto.....	96
Tabla 10: Preparación de estándares para análisis de Manganeseo por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	97
Tabla 11: Preparación de estándares para análisis de Zinc por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	98
Tabla 12: Preparación de estándares para análisis de Mercurio por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros	100
Tabla 13: Preparación de estándares para análisis de Arsénico por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.....	102
Tabla 14: Preparación de estándares para análisis de Selenio por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.....	104
Tabla 15: Preparación de estándares para análisis de Calcio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.	105

Tabla 16: Preparación de estándares para análisis de Sodio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama	106
Tabla 17: Preparación de estándares para análisis de Sodio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama - Rango Bajo.....	107
Tabla 18: Preparación de estándares para análisis de Potasio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.	108
Tabla 19: Preparación de estándares para análisis de Magnesio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.	109
Tabla 19: Preparación de estándares para análisis de Fósforo por Espectrometría Ultravioleta-Visible (UV-Vis).	113

RESUMEN

Una inadecuada gestión de los residuos sólidos orgánicos provenientes del sector agroindustrial ha llevado a la contaminación de los recursos naturales especialmente sobre el suelo. El proceso de compostaje es una ecotecnología amigable con el ambiente, su producto final es el compost utilizado como enmienda orgánica en el sector agropecuario. Para la implementación de este sistema de tratamiento es importante la caracterización físico-química, química y biológica de los suelos, residuos, compost, así como de aquellos alimentos producidos como materia prima para el sector agroindustrial. Por otra parte, las numerosas técnicas de análisis que se utilizan en varios laboratorios del país hacen necesario contar con técnicas analíticas fiables que garanticen confiabilidad en los resultados obtenidos, por lo que el objetivo de este documento es la descripción detallada de técnicas de análisis de laboratorio para la caracterización de muestras de suelos, residuos orgánicos, compost y alimentos con el propósito de garantizar calidad en los resultados. Para ello, se han compilado técnicas de análisis de laboratorio que han sido validadas y estandarizadas según normas y regulaciones vigentes e investigaciones que permitirán obtener resultados confiables al ser implementadas en otros laboratorios. Las técnicas

presentadas se desarrollarán desde la caracterización de suelos, residuos orgánicos, compost y alimentos, incluyendo la preparación de muestras, la determinación de parámetros físicos y químicos, y la interpretación de los resultados.

Palabras clave: suelo, muestras de compost, biomasa, residuos orgánicos, contaminación

SUMMARY

Inadequate management of organic solid waste from the agro-industrial sector has led to the contamination of natural resources, especially on the ground. The composting process is an environmentally friendly ecotechnology, its final product is the compost used as an organic amendment in the agricultural sector. For the implementation of this treatment system, it is important to characterize the physical-chemical, chemical and biological soils, residues, compost as well as those foods produced as raw material for the agro-industrial sector. On the other hand, the numerous analysis techniques that are used in various laboratories in the country make it necessary to have reliable analytical techniques that guarantee reliability in the results obtained, so the objective of this document is the detailed description of laboratory analysis techniques. for the characterization of soil samples, organic waste, compost and food with the purpose of guaranteeing quality in the results. For this, laboratory analysis techniques have been compiled that have been validated and standardized according to current norms, regulations and investigations that will allow obtaining reliable results when implemented in other laboratories. The techniques presented will be developed from the characterization of soils, organic waste, compost and food, including the preparation of

samples, the determination of physical and chemical parameters, and the interpretation of the results.

Keywords: soil, compost samples, biomass, organic waste, contamination

INTRODUCCIÓN

La importancia del análisis de laboratorio para la caracterización de suelos, residuos orgánicos y alimentos es vital para la investigación y la toma de decisiones en diversas áreas, como la agricultura, la ingeniería ambiental y la industria alimentaria. El análisis de estas muestras permite obtener información precisa y confiable sobre su composición química y física, lo que a su vez permite evaluar su calidad y determinar su posible uso o tratamiento.

Sin embargo, en la realización de los análisis de laboratorio es necesario tener en cuenta la importancia de contar con metodologías estandarizadas y confiables que permitan obtener resultados precisos y reproducibles en diferentes laboratorios y con diferentes analistas. Es por esta razón que el presente libro de Técnicas de Análisis de Laboratorio ha sido compilado por integrantes del Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología Ambiental y Química, de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, con el objetivo de proporcionar una metodología estandarizada y confiable que pueda ser utilizada en diferentes laboratorios.

Este libro ha sido diseñado para proporcionar una guía completa y detallada sobre los diferentes procedimientos y técnicas de análisis utilizados en la caracterización de suelos, residuos orgánicos y alimentos, incluyendo la preparación de muestras, la

determinación de parámetros físicos y químicos, y la interpretación de los resultados. Además, se ha incluido información sobre las normas y regulaciones vigentes en la materia, lo que permite garantizar la calidad y la confiabilidad de los resultados obtenidos.

En definitiva, el presente libro tiene como objetivo ser una herramienta útil y práctica para aquellos que trabajan en el análisis de muestras de suelos, residuos orgánicos y alimentos, ya sea en el ámbito académico o industrial. Se espera que esta guía contribuya a la estandarización y la calidad de los análisis de laboratorio en esta área, lo que a su vez permitirá mejorar la calidad de vida de las personas y del medio ambiente.

CAPÍTULO 1.

1 TOMA, PREPARACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE MUESTRAS

El propósito del muestreo es obtener una muestra que sea lo suficientemente pequeña para su transporte, pero lo bastante grande como para ser utilizada en análisis, al mismo tiempo que represente de manera precisa el material que se está muestreando. Este objetivo implica que las proporciones o concentraciones relativas de todos los componentes relevantes sean idénticas tanto en las muestras como en el material original, y que las muestras sean manipuladas de manera que no experimenten cambios significativos en su composición antes de llevar a cabo las pruebas.(Standard Methods, 2011)

1.1 Toma de Muestra Suelo

Una muestra de suelo consiste en una mezcla de varias submuestras (porciones) tomadas al azar en un terreno homogéneo que usualmente se emplean para evaluar las diferentes características de este recurso (Osorio & Casamitjana, 2012).

Al momento de recolectar las muestras se debe tener especial cuidado en:
No contaminar las muestras, tomando especial cuidado en la toma de

muestras, almacenamiento de tal manera que no se alteren las propiedades de la muestra desde el momento de la recolección, hasta que lleguen al laboratorio donde serán procesadas, por tal motivo las muestras deberán estar selladas, etiquetadas y bajo custodia durante todo el proceso de transporte (*Soil Sampling* | *US EPA*, 2020).

Se debe tener en cuenta que existen varios tipos de muestreo como:

El indicado por (Ministerio del Ambiente, 2015) Muestreo sistemático, o muestreo regular, se basa en un patrón geométrico específico donde las muestras se las toma en intervalos regulares a lo largo de ese patrón, cubriendo así de forma uniforme un sitio, haciendo que toda la población de muestras está representada en la muestra.

El muestreo al azar es probablemente el más simple de todos, donde la selección de las muestras se deja completamente al azar y no hay relación con ninguna variación observada en el suelo (AMBIENTE & DE LA JUNTA, 1999).

El número de muestras a tomar por hectárea dependerá del tipo de investigación que se esté llevando a cabo.

Muestreo en Zig-Zag es una técnica ampliamente utilizada en el muestreo de suelos para obtener una muestra representativa de un área determinada, para lo cual se camina a través del área de interés en forma de zigzag recolectando muestras de suelo en puntos

específicos a lo largo de la ruta, cubriendo así de manera uniforme la zona de muestreo para evitar sesgos en la recolección de muestras.

Es de suma importancia seguir algunas pautas generales para garantizar la representatividad de la muestra por lo que se recomienda:

Dividir el área en parcelas o sub-áreas de tamaño similar.

Determinar la cantidad de puntos de muestreo necesarios en función del tamaño y la heterogeneidad del área.

Utilizar una herramienta de muestreo adecuada, como:

- Barreno
- Palas
- Balde plástico
- Bolsas plásticas

En cada sitio de muestreo se recomienda remover las plantas y hojarasca fresca que se encuentran en la superficie entre 1-3 cm, limpiando un área de 40 cm x 40 cm. Posteriormente, se introduce el barreno o pala a la profundidad deseada transfiriendo aproximadamente 100-200 g suelo a un balde plástico limpio. Las herramientas deben limpiarse después de tomar cada submuestra. Si se usa una pala, se puede hacer un hueco en forma de “V” y luego tomar de una de las paredes una porción de 10x10x3 cm para transferir al balde.

Recolectar las muestras a una profundidad constante, que

generalmente es de 0-30 cm.

Evitar áreas atípicas, como bordes de campos, áreas compactadas o áreas con características distintas.

Si la cantidad recogida es mayor a la cantidad necesitada, mezclar bien todas las submuestras y desechar el resto, para ello se deposita la muestra en un plástico limpio que no haya estado en contacto con otros productos o muestras que puedan ocasionar una contaminación cruzada; se desterronan y se mezclan. Una vez mezclada la muestra, se divide en 4 cuadrantes y se descartan los dos cuadrantes opuestos, si es necesario se vuelve a cuartear hasta la obtención de la cantidad necesaria según los parámetros a analizar (Osorio & Casamitjana, 2012).

1.2 Toma de Muestra Compost

Procure tomar muestras de las áreas de la pila de compost que son representativos de la apariencia general, y evite recolectar muestras atípicas que puedan causar una evaluación física, o físico química poco confiable (Composting Council, s. f.).

Para la mayoría de las muestras de materia prima o compost, se recomienda utilizar recipientes plástico o vidrio, estos materiales no alterarán la calidad del compost.

Se debe tomar una muestra de compost representativa recolectando de lugares apropiados de muestreo y consistir en no menos de 15 muestras puntuales, se deberá considerar lugares a lo

largo del perímetro de la pila de compost donde Se extraerán muestras puntuales de compost y se colocarán en posición vertical distancias desde el suelo o la superficie de la plataforma de compostaje se determinará al azar y será representativo del compost en el sitio(Composting Council, s. f.).

1.3 Identificación de muestras

Una vez que las muestras han sido recolectadas se deberá etiquetarlas de manera única e individual para poder identificarla con facilidad. Se recomienda usar etiquetas duraderas y bolígrafos o marcadores que no se borren fácilmente.

La información básica que debe constar en la etiqueta debe incluir; el nombre del sitio o ubicación de donde se tomó la muestra, la fecha de muestreo numeración o codificación secuencial de manera que se pueda generar un registro detallado en una libreta, cuaderno o archivo electrónico y de esta manera rastrear y asociar cada muestra con su información correspondiente.

Coordenadas: Si es posible, registra las coordenadas geográficas de cada sitio de muestreo utilizando dispositivos GPS.

Profundidad de muestreo: En caso de que se hayan tomado muestras a diferentes profundidades, registrar la profundidad de cada muestra o el intervalo de profundidad correspondiente.

También se recomienda tomar nota de las características al momento del muestreo describiendo particularidades notables como

el color, piedras u otros elementos que se presenten, logrando con esto un registro preciso y completo de todas las muestras ya que esta información puede ser determinante en el estudio, durante el proceso de análisis y para la interpretación de los resultados que se obtengan.(Standarization, 2002)

1.4 Materiales de envases para toma de muestra.

A continuación, se mencionan los materiales recomendados para la toma de muestra de las diferentes matrices que pueden ser analizadas aplicando las técnicas del presente documento.

Envases de vidrio: Los frascos de vidrio ámbar o transparente con tapas herméticas son comúnmente utilizados para muestras de agua y muestras líquidas en general. El vidrio debe ser de alta calidad para evitar la contaminación de la muestra (USEPA, 2014).

Botellas de polietileno de alta densidad (HDPE): Estas botellas plásticas son recomendadas para muestras de agua y otros líquidos. El HDPE es un material resistente y no reacciona con la mayoría de las sustancias químicas presentes en las muestras (USEPA, 2014).

Bolsas de polietileno de baja densidad (LDPE): Las bolsas de plástico LDPE se utilizan para muestras de suelo y sedimento. Son flexibles y permiten el almacenamiento y transporte adecuados de las muestras (USEPA, 2014).

Contenedores de acero inoxidable: Se utilizan para muestras

de agua subterránea y suelo. El acero inoxidable es resistente a la corrosión y minimiza la posibilidad de contaminación de la muestra (USEPA, 2014).

Es importante consultar las técnicas de análisis ya que ya que pueden existir requisitos adicionales o recomendaciones específicas dependiendo de la aplicación y los análisis a realizar. Además, se deben seguir los procedimientos adecuados de limpieza y acondicionamiento de los materiales de muestreo para evitar la contaminación cruzada entre las muestras.

1.5 Preparación de la Muestra

Aunque algunas muestras pueden analizarse directamente, en la mayoría de los casos debe prepararse para el análisis. Dependiendo del tipo de muestra se utiliza una variedad de métodos de tratamiento, así como también del analito a determinar y el tipo de método analítico a utilizar. Los propósitos del tratamiento de la muestra son:

- Convertir la muestra y el analito en una forma adecuada para el análisis por el método elegido.
- Para eliminar las sustancias que interfieren.
- Para concentrar la muestra.

Los métodos típicos de tratamiento de muestras incluyen:

- Disolución/digestión. Una muestra sólida tiene que ser disuelta en una solución.

antes de que pueda ser analizado por la mayoría de los métodos analíticos.

- **Filtración.** Las muestras acuosas generalmente se filtran. por ejemplo, cuando

Para determinar los componentes solubles, se acostumbra filtrar los componentes suspendidos partículas de la solución, ya que pueden interferir en el análisis (Radojevic et al., 2006).

Una consideración importante al tratar la muestra es evitar la contaminación, las impurezas presentes en muchos de los reactivos pueden contaminar la muestra o causar interferencias, por tal motivo se recomienda que tanto los materiales usados como los reactivos tengan la pureza adecuada.

Para iniciar los análisis en el laboratorio una vez que la muestra haya sido recolectada, en las instalaciones del laboratorio esta deberá ser sometida a una preparación y acondicionamiento para proceder con los análisis de algunos o todos los parámetros descritos en el presente documento.

Se recomienda leer detenidamente el procedimiento antes de iniciar el ensayo, de manera tal de poder preparar los materiales y/o reactivos a ser utilizados.

MATERIALES

- Vasos de precipitación
- Desecador de vidrio

EQUIPOS:

- Trituradora, Molino o Mortero
- Estufa

PROCEDIMIENTO

- Las muestras frescas se secan a temperaturas entre 60 y 70° C hasta llegar a peso constante con el objetivo de eliminar la humedad.
- Se disminuye el tamaño de las muestras triturándolas, garantizando que el diámetro de partícula sea ≤ 2 mm.
- Se colocan las muestras en recipientes o envases adecuados, con la respectiva codificación, para secarlas en estufa a la temperatura de 105°C durante 24 horas, con la finalidad de eliminar toda la humedad restante.
- Para asegurar que las muestras no absorban humedad estas pueden ser colocadas en el desecador hasta que alcancen la temperatura ambiente (tiempo aproximado de media hora).
- Una vez que las muestras se encuentran a temperatura ambiente, se colocan en envases con sello hermético, correctamente etiquetados.
- Las muestras se encuentran listas para los análisis posteriores.
- Los análisis deben hacerse y los resultados deberán reportarse en base seca.
- Con la preparación de la muestra se debe asegurar la

homogeneidad y representatividad, como primer paso para obtener resultados confiables.

CAPITULO 2

2. ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO Y QUÍMICO DE MUESTRAS

1.6 Determinación de pH.

Este método es un procedimiento potenciométrico en Suelos, Residuos y Productos de compostaje utilizando un electrodo de vidrio combinado con una solución de cloruro de potasio y una solución amortiguadora de pH conocido. El principio detrás de este método es que el electrodo de vidrio es sensible a la concentración de iones de hidrógeno (H^+) en una solución. Cuando se sumerge en una muestra de suelo, el electrodo genera una señal eléctrica proporcional a la concentración de iones H^+ en la muestra, lo que se traduce en una lectura de pH en una escala de 0 a 14.

La solución de cloruro de potasio se utiliza para equilibrar la carga eléctrica del electrodo, mientras que la solución amortiguadora se utiliza como punto de referencia para calibrar el electrodo. La muestra de suelo se mezcla con agua destilada y se agita para obtener una suspensión homogénea, y luego se sumerge el electrodo en la suspensión para medir el pH.

El pH es una medida importante en la caracterización de los suelos, ya que puede afectar la disponibilidad de nutrientes para las

plantas, la actividad microbiana y la solubilidad de metales y otros compuestos en el suelo.

La muestra será mezclada con agua formando una solución acuosa en la que se realizará la medición.

Se debe tomar en cuenta que muestras con pH muy bajo o muy alto pueden dar lecturas incorrectas por lo que se aconseja calibrar el equipo antes de su uso, y asegurarse que no se tenga fluctuaciones de temperatura de la muestra al realizar la medición, así como también asegurar que el electrodo esté limpio y no presente incrustaciones o recubrimientos (*SW-846 Test Method 9045D: Soil and Waste pH* | US EPA, 2004).

MATERIALES

- Tubos para centrifuga de 50 ml / en caso de que se analice materiales que absorben mucho líquido usar otro tipo de envases.
- Vasos de precipitación
- Espátula y/o cucharilla
- Piseta
- Gradilla para tubos de centrifuga
- Mortero y pistilo

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Agitador
- Potenciómetro
- Centrífuga

REACTIVOS

- Agua desionizada (Tipo I) (ASTM D1193-06, 2011)

PROCEDIMIENTO

- Triturar la muestra en un mortero hasta un diámetro de 2mm.
- Para muestras sólidas se realiza un pretratamiento el cual consiste en obtener un extracto acuoso, para lo cual de la muestra previamente homogenizada y representativa tomar 5 g de la muestra con precisión de 0,0001g y colocarla en un tubo para centrífuga o envase adecuado para la muestra (*SW-846 Test Method 9045D: Soil and Waste pH | US EPA, 2004*).
- El pH se determina en extracto acuoso 1:10 de las muestras preparadas previamente, en caso de utilizar más muestra, mantener la relación antes mencionada.
- Adicionar 50 ml de agua destilada.
- Agitar en el agitador durante 2 horas.
- Retirar del agitador y dejar sedimentar.

- Medir el pH directamente en el líquido sobrenadante.

Nota: Se debe verificar que el potenciómetro (Instrumento para medir pH) esté calibrado antes de iniciar la medición (se recomienda que el equipo se calibre cada vez que se lo va a usar), solicitar asistencia de personal de laboratorio en caso de tener alguna duda.

- Enjuagar siempre el bulbo medidor de pH y la sonda de temperatura con agua desionizada entre medición y medición y secar suavemente con un paño de microfibra evitando tocar el bulbo.
- Una vez terminada la medición colocar y verificar que el bulbo esté en contacto con la solución de almacenamiento (KCl)

1.7 Determinación de Conductividad Eléctrica (CE)

La conductividad eléctrica (CE) de los suelos es una medida de la capacidad del suelo para conducir corriente eléctrica y se utiliza como indicador de la salinidad y la cantidad de sales disueltas en el suelo. El principio detrás de la determinación de la conductividad eléctrica en suelos es que los iones cargados en el suelo permiten que la corriente eléctrica fluya a través de la solución del suelo, para lo cual a la muestra seca se le hace una extracción con una relación de 1:5 (m/V), para disolver los electrolitos, la Conductividad Eléctrica se mide en el extracto filtrado (*ISO 11265:1994 - Soil quality* —

Determination of the specific electrical conductivity, s. f.).

MATERIALES

- Tubos para centrifuga de 50 ml
- Vasos de precipitación
- Espátula y/o cucharilla
- Piseta
- Gradilla para tubos de centrifuga
- Tamiz
- Mortero y Pistilo

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Agitador
- Conductímetro
- Centrifuga

REACTIVOS

- Agua destilada

PROCEDIMIENTO

- Triturar la muestra en un mortero y tamizarla en un tamiz de

2mm de diámetro.

- Pesar 4 g de la muestra con precisión de 0,0001g y colocarla en un tubo para centrífuga.
- La conductividad eléctrica se determina en extracto acuoso 1:10 de las muestras preparadas previamente.
- Adicionar 40 ml de agua destilada.
- Agitar en el agitador mecánico durante 2 horas.
- Retirar del agitador y centrifugar por 4 minutos a 1000 rpm.
- Filtrar en papel filtro normal en un tubo para centrífuga.
- Medir la conductividad eléctrica directamente en el tubo para centrífuga.
- Enjuagar siempre el bulbo medidor de conductividad y la sonda de temperatura con agua destilada entre medición y medición y secar suavemente con un paño de microfibra.
- Anotar los datos y tomar en cuenta las unidades obtenidas (mS o $\mu\text{S/cm}$).

1.8 Determinación de Humedad en suelos

Muestra de Suelo y Biomasa

El método planteado implica tomar una muestra de suelo o biomasa representativa y pesarla, luego secar la muestra a una temperatura especificada en una estufa y volver a pesarla. La diferencia entre el peso húmedo y el peso seco se utiliza para determinar el contenido de humedad del suelo (ASTM-D-2216-19,

2019).

Es importante seguir cuidadosamente los procedimientos descritos en la norma para obtener resultados precisos y confiables.

MATERIALES

- Crisoles o capsulas de porcelana
- Espátula y/o cucharilla

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Estufa
- Desecador

PROCEDIMIENTO

- Verificar que las cápsulas de porcelana tengan codificación en la base, de preferencia con lápiz para evitar confusiones posteriores.
- Tarar el crisol (105 ° Celsius durante 24 horas con el objetivo de eliminar toda la humedad)
- Pasar al desecador por 30 minutos o hasta que alcance la temperatura ambiente.
- Tomar nota del peso de la cápsula vacía, todos los decimales.
- Añadir 5 g de muestra y anotar su peso, con todos los decimales

- Colocar en la estufa durante 24 horas a 105 ° Celsius
- Transcurridas las 24 horas colocar en el desecador por 30 minutos o hasta que alcance temperatura ambiente
- Pesar la muestra seca.

Fórmula para el cálculo:

$$\%H = \frac{(\text{peso cápsula} + \text{muestra fresca}) - (\text{peso cápsula} + \text{muestra})_{\text{secos a } 105^{\circ}\text{C}}}{(\text{peso cápsula} + \text{muestra fresca}) - (\text{peso cápsula vacía})} * 100$$

Muestras de Alimentos

El método propuesto sirve para la determinación del contenido de humedad en alimentos, el cual se basa en el principio de secar una muestra hasta peso constante a una temperatura de 95-100 grados, la pérdida de peso se atribuye al contenido de humedad, como dato importante el método no es aplicable a alimentos que contengan más del 5% de urea. Para alimentos con alto contenido de melaza, la temperatura debe reducirse a 70 grados Celsius (Chemists., 2023a)

Es importante seguir cuidadosamente los procedimientos descritos en la norma para obtener resultados precisos y confiables.

MATERIALES

- Crisoles o capsulas de porcelana
- Espátula y/o cucharilla

EQUIPOS

- Balanza analítica

- Estufa
- Desecador

PROCEDIMIENTO

- Verificar que el material usado como cápsulas, crisol de porcelana tengan codificación.
- Los recipientes deben haber sido sometidos a (105 ° Celsius durante 24 horas con el objetivo de eliminar toda la humedad), y tener peso constante, pasando por desecador al menos 30 minutos o hasta que alcance la temperatura ambiente.
- Tomar nota del peso de la cápsula o recipiente usado sin muestra, procurando anotar todos los decimales.
- Añadir de 2 a 4 g de muestra y anotar su peso, con todos los decimales
- Colocar en la estufa durante al menos 5 horas a una temperatura de entre 95° - 100° Celsius
- Transcurrido el tiempo sacar de la estufa y colocar en el desecador por 30 minutos o hasta que alcance temperatura ambiente
- Pesar la muestra seca.

Fórmula para el cálculo:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Masa perdida en estufa}}{\text{Masa de muestra usada}}$$

Mas detalladamente aplicaremos

$$\%H = \frac{(\text{peso cápsula} + \text{muestra fresca}) - (\text{peso cápsula} + \text{muestra})_{\text{secos a } 95 - 100^{\circ}\text{C}}}{(\text{peso cápsula} + \text{muestra fresca}) - (\text{peso cápsula vacía})} * 100$$

Para obtener el porcentaje de materia seca aplicar la fórmula:

$$\% \text{ Materia seca} = 100 - \% \text{ Humedad}$$

1.9 Determinación de Materia Orgánica

El presente método se basa en la combustión de la materia orgánica presente en la muestra de suelo, lo que permite la determinación de la cantidad de materia orgánica presente (ASTM D2974, 2020).

MATERIALES

- Crisoles de porcelana
- Espátula y/o cucharilla

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Estufa
- Mufla
- Desecador

PROCEDIMIENTO

- Codificar o verificar la codificación en la base de los crisoles, de preferencia se lo debe hacer con lápiz, antes de seguir con el procedimiento.
- Tarar el crisol (105 grados Celsius durante al menos 24 H con el objetivo de eliminar toda la humedad)
- Pasar al desecador por 30 minutos o hasta que alcance la temperatura ambiente y pesar, con esto aseguramos que el crisol tenga su peso estable y constante. Tomar nota del peso del crisol vacío. **Nota:** Usar balanza analítica
- Añadir 3 g de muestra y anotar su peso, con todos los decimales.
- Una vez que se ha colocado en la muestra en el crisol, colocar en la estufa a 105° C, durante al menos 2 horas, transcurrido ese tiempo, sacar colocar en desecador y pesar (crisol + muestra) y anotar el peso con todos los decimales. Nota: Usar balanza analítica
- Una vez tomado este peso colocar el (crisol + muestra) en la mufla durante 24 horas a 430° Celsius (la mufla se programa por rampas de temperatura, de manera que la temperatura suba y baje de manera gradual)
- Transcurridas las 24 horas sacar de la mufla y colocar en el desecador por 30 minutos.
- Pesar el crisol con la muestra calcinada.

Fórmula para el cálculo:

$$\%MO = \frac{(\text{peso crisol} + \text{muestra seca}) - (\text{peso crisol} + \text{muestra calcinada})}{(\text{Peso crisol} + \text{muestra seca}) - (\text{peso del crisol vacío})} * 100$$

1.10 Determinación de Cenizas

El método de cenizas se basa en el principio de incinerar la muestra a alta temperatura para eliminar la materia orgánica y dejar solo las cenizas. El proceso se lleva a cabo en un horno de mufla, donde la muestra se somete a temperaturas elevadas (generalmente alrededor de 550 °C) durante un tiempo determinado.

El objetivo de la incineración es eliminar todos los componentes orgánicos presentes en la muestra, como materiales vegetales, grasas, proteínas y carbohidratos, dejando únicamente los residuos inorgánicos o cenizas. Estas cenizas consisten principalmente en sales minerales y otros componentes inorgánicos.

Una vez completada la incineración, se permite que la muestra se enfríe a temperatura ambiente en una desecadora y luego se pesa. La diferencia de peso entre la muestra original y la muestra incinerada representa la cantidad de cenizas presentes. El porcentaje de cenizas se calcula dividiendo el peso de las cenizas entre el peso inicial de la muestra y multiplicándolo por 100.

Este método gravimétrico proporciona una medida precisa del contenido de cenizas en una muestra y se utiliza en diversos campos, como alimentos, agricultura, investigación científica y control de calidad.(Thiex et al., 2012)

MATERIALES

- Crisoles de porcelana
- Espátula y/o cucharilla

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Estufa
- Mufla
- Desecador
- Plancha de calentamiento / reverbero
- Sorbona (Cabina de extracción)

PROCEDIMIENTO

- Para este procedimiento usaremos crisoles previamente codificados de preferencia se lo debe hacer con lápiz, antes de seguir con el procedimiento.
- Tarar el crisol (105 grados Celsius durante al menos 24 H con el objetivo de eliminar toda la humedad).
- Pasar al desecador por 30 minutos o hasta que alcance la temperatura ambiente y pesar, con esto aseguramos que el crisol tenga su peso estable y constante. Tomar nota del peso del crisol vacío. **Nota:** Usar balanza analítica
- Colocar en el crisol 3 a 5 gramos de muestra y anotar su peso,

con todos los decimales.

- Con ayuda de una plancha de calentamiento o reverbero calcinar la muestra hasta que no se evidencie formación y emisión de humos, para esto el proceso debe llevarse dentro de una Sorbona.
- Con ayuda de pinzas transferir el crisol con la muestra calcinada a la mufla y programarla de 500 a 550 grados Celsius.
- Transcurridas las 24 horas, dejar enfriar, sacar de la mufla y colocar en desecador por 2 horas
- Pesar el crisol, con todos los datos recopilados proceder a realizar el siguiente cálculo.

$$\%C = \left(\frac{m1 - m}{m2 - m} \right) * 100$$

En donde:

%C = contenido de cenizas en porcentaje de masa

m = masa de la cápsula vacía en g

m1 = masa de la cápsula con la muestra después de la incineración en g

m2 = masa de la cápsula con muestra antes de la incineración en g

1.11 Determinación Densidad Real (Suelos)

La densidad real de los suelos es una medida de la masa de la

materia sólida por unidad de volumen. La determinación de la densidad real de los suelos se utiliza para evaluar la calidad del suelo y su aptitud para diferentes usos, como la agricultura, la jardinería y la construcción.

MATERIALES:

- Balón aforado de 50 ml
- Embudo pequeño
- Espátula
- Balanza Analítica

PROCEDIMIENTO:

1. Con ayuda de una balanza analítica pesar el balón aforado vacío, este debe estar limpio, seco y a peso constante (dsecador). Registra la masa del balón vacío (P 1)
2. Posteriormente con ayudar de un embudo y con mucho cuidado poner dentro del balón de aforo, 10 gramos de suelo (secado a temperatura ambiente), registrar la masa de la muestra (P2), P3: P1+ P2 (balón +muestra)
3. En el Balón con la muestra añadir 25 ml de agua destilada procurando lavar residuos de suelo en las paredes del balón, agitamos por 5 minutos para eliminar el aire retenido por la muestra.
4. Aforar a 50 ml con agua destilada asegurándose que no se

formen burbujas y dejar reposar por 30 minutos, luego de transcurrido ese tiempo pesar el balón +muestra +agua, registrar el peso. (Peso 4)

5. Lavar el balón llenar con agua, aforar y registrar el peso (Peso 5)

Los resultados serán introducidos calculados con la siguiente fórmula:

$$\rho_{\text{real}} = \left(\frac{(P3 - P1)}{((P5 - P1) - (P4 - P2))} \right)$$

Donde:

P1: Masa Balón Vacío

P2: Masa muestra

P3: Masa balón + muestra

P4: Masa Balón + muestra + agua

P5: Masa balón + agua

1.12 Determinación Densidad Aparente (Suelos)

MATERIALES:

- Probetas de 25 ml o 50 ml
- Embudo pequeño
- Espátula
- Balanza Analítica

PROCEDIMIENTO:

- Para la determinación de Densidad Aparente con ayuda de

una probeta de los volúmenes indicados (25 o 50ml).

- Pesar la Probeta Vacía, encerar la balanza.
- En la misma probeta utilizada (encerada) poner la muestra de suelo (previamente molida y tamizada) dentro de la probeta, hasta un volumen conocido que puede ser los 25 o 50 ml, se debe procurar que la muestra de suelo colocada no presente espacios de aire notorios, o grandes, y que la probeta se vaya llenado de manera uniforme sin ejercer presión en la muestra de suelo, de manera que tal que no se comprima el suelo.
- Una vez colocado el suelo en la probeta, volver a pesar la probeta (previamente encerada), lo cual nos dará la masa de suelo contenida en la probeta.

$$Da \left(\frac{g}{ml} \right) = \frac{\text{Peso del suelo}}{\text{volumen ocupado}}$$

1.13 Determinación de Textura en Suelos

El método de Bouyoucos, también conocido como método de sedimentación, es una técnica utilizada para determinar la textura del suelo. Fue desarrollado por el científico ruso Dmitry N. Bouyoucos en la década de 1930 y es ampliamente utilizado en estudios de clasificación de suelos.

El método de Bouyoucos se basa en la diferenciación de partículas de diferentes tamaños y densidades en una suspensión de suelo. Consiste en agitar una muestra de suelo con agua y permitir

que las partículas se sedimenten en un cilindro graduado durante un periodo de tiempo determinado. A medida que las partículas se asientan, se separan en capas según su tamaño y densidad. Luego, se mide la altura de cada capa sedimentada y se calcula el porcentaje de arena, limo y arcilla en la muestra de suelo.(Flores Delgadillo & Alcalá Martínez, 2010)

MATERIALES:

- Vasos de precipitación
- Varilla de Agitación
- Espátula
- Probetas de 1000 ml

EQUIPOS:

- Balanza
- Termómetro Digital
- Cronómetro
- Densímetro de Bouyoucos

REACTIVOS

- Solución Dispersante

PROCEDIMIENTO

Medir 100 gramos de suelo con la ayuda de la balanza y

colocar en los vasos de precipitación, tomamos nota de la masa obtenida.

Una vez colocado el suelo en el vaso de precipitación agregar 10 ml de Solución Dispersante y 200 ml de agua destilada.

Con la ayuda de la varilla de agitación agitar bien hasta que la mezcla esté homogénea, para dejar reposar por 24 horas.

Trascurridas las 24 horas trasvasar el contenido del vaso de precipitación a la probeta de 1000 ml asegurándose que todo el contenido ha pasado a la probeta para lo cual nos podemos ayudar con la varilla de agitación y una piseta, de manera tal que nada de muestra quede retenido en el vaso.

Una vez que se haya colocado todo el contenido del vaso en la probeta procedemos a llenar con agua destilada y con el densímetro en el interior de la probeta completar a un volumen de 1000 ml.

Sacamos el densímetro y con la ayuda de Parafilm y la palma de la mano agitamos vigorosamente la probeta de tal manera que nada de la muestra de suelo quede pegado en la base ni en las paredes de la probeta.

En este punto debemos tener listo el cronómetro ya que luego de agitar debemos colocar en una superficie plana la probeta y contabilizar 40 segundos, tiempo en el cual debemos hacer la primera toma (registro) de datos de temperatura y del valor que marque el

Densímetro en dicho tiempo.

Luego de haber tomado los primeros datos debemos dejar en reposo la probeta con la muestra durante 2 horas.

Transcurrido ese tiempo colocamos nuevamente el densímetro (con mucho cuidado) y tomamos la lectura que marque una vez que se haya estabilizado y deje de moverse, al igual que la temperatura con ayuda del termómetro.

La determinación de textura se la realiza luego de tabular los datos de temperaturas y lecturas del densímetro a los diferentes tiempos, obteniendo los porcentajes de Arena, Limo y Arcilla.

Usando las siguientes fórmulas.

$$\% \text{ Arena} = 100 - \left(\frac{\text{Primera Lectura Corregida del Densímetro}}{\text{gramos de Muestra}} \right) * 100$$

$$\% \text{ Arcilla} = \left(\frac{\text{Segunda Lectura Corregida del Densímetro}}{\text{gramos de Muestra}} \right) * 100$$

$$\% \text{ Limo} = 100 - (\% \text{ Arena} + \% \text{ de Arcilla})$$

Una vez obtenidos los porcentajes nos ayudamos del siguiente gráfico. Marcando los valores y trazando las líneas según corresponda y en el punto donde se crucen las líneas corresponderá a la textura del suelo analizado.

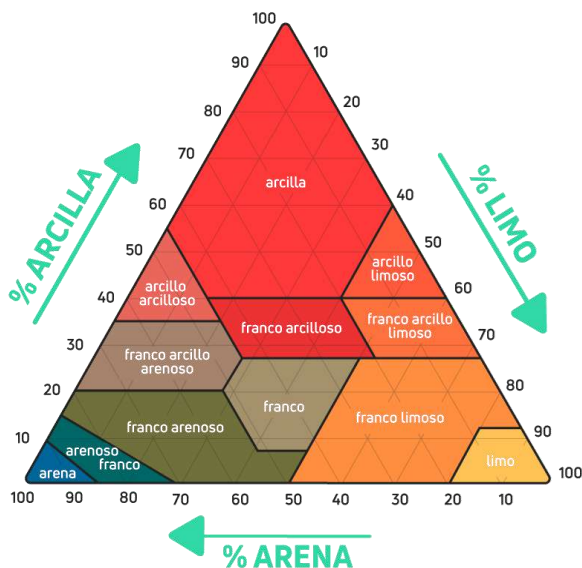


Imagen 1: Triángulo de Textura USDA

1.14 Determinación de Carbono Orgánico Oxidable

El método Walkley-Black es un método químico para la determinación de la cantidad de materia orgánica en el suelo. Este método se basa en la oxidación de la materia orgánica presente en la muestra de suelo utilizando ácido sulfúrico y dicromato de potasio, seguida por la valoración del exceso de dicromato de potasio utilizando una solución de sulfato ferroso.(WALKLEY & BLACK, 1934)

MATERIALES

Pipetas automáticas o vidrio volumétricas que puedan tomar volúmenes de 5 y 10 ml

EQUIPOS

- Microbalanza (para productos de compostaje)
- Balanza Analítica (para muestras de suelos)

REACTIVOS

- Dicromato de Potasio
- Ácido Sulfúrico
- Ácido Fosfórico
- Sulfato Ferroso
- Difenilamina

PREPARACIÓN DE REACTIVOS.

Solución 1 N de Dicromato de Potasio ($K_2Cr_2O_7$): Disolver en agua destilada 49,04 g de y aforar en un matraz volumétrico a 1000 ml.

Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4) con una densidad de 1,84 g/ml.

Ácido fosfórico (H_3PO_4) del 85%.

Solución 0,5 N de Sulfato Ferroso: en el caso de Sulfato Ferroso Heptahidratado pesar 139 gramos agregar 800 ml de agua y 20 ml de H_2SO_4 concentrado, aforar a 1000 ml.

Indicador Difenilamina: Disolver 0,5 g de $(C_6H_5)_2HN$ en 20 ml de agua y llevar a 100 ml con H_2SO_4 concentrado.

PROCEDIMIENTO

1. Para pesar la cantidad adecuada de muestra debemos diferenciar entre suelos y biomasa
2. Para suelos pesar 0,1 a 0,5 g en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Dependiendo del color del suelo, mientras más oscuro sea, se pesa menor cantidad y viceversa.
3. Para biomasa pesar 15 a 20 mg y poner en un matraz Erlenmeyer de 500 ml
4. Con la ayuda de una pipeta y dentro de una campana extractora, adicionar 5 ml de la solución de dicromato de potasio 1N.
5. Adicionar lentamente con una pipeta volumétrica 10 ml de ácido sulfúrico concentrado girando el matraz con cuidado de manera que la mezcla quede en contacto con todo el suelo y evitando que se adhiera a las paredes.
6. Dejar reposar la mezcla por 30 minutos.
7. Añadir 50 ml de agua destilada y desionizada.
8. Añadir 5 ml de ácido fosfórico al 85%.
9. Antes de titular añadir 5 gotas de Difenilamina en el Erlenmeyer (la solución cambiará de color de amarillo a negro)
10. Se realiza la titulación gota a gota desde una bureta con la solución de Sulfato Ferroso 0,5 N agitando

constantemente. Para obtener una mejor homogenización se utiliza un agitador magnético.

11. Al inicio de la valoración se tiene una mezcla de color pardo oscuro que variará por distintas tonalidades de azul durante la valoración hasta el punto final cambiando a color verde esmeralda.
12. Anotar el volumen de sulfato ferroso utilizado en la valoración y proceder a realizar los cálculos.
13. Se debe realizar un blanco siguiendo el proceso antes descrito, pero sin muestra, para conocer el volumen de titulación usado en la fórmula.

Fórmula para Cálculo de Carbono Orgánico

1.15 Determinación de Polifenoles Solubles (Residuos y Compost)

Este método se basa en la reacción de los polifenoles con el reactivo de Folin-Ciocalteu en medio alcalino. La cantidad de polifenoles se puede determinar mediante espectrofotometría a una longitud de onda de 765 nm.

El principio del método se basa en la reacción de los grupos hidroxilo de los compuestos fenólicos con el reactivo de Folin-Ciocalteu en medio alcalino para producir un complejo azul. La intensidad del color producido es proporcional a la cantidad de compuestos fenólicos presentes en la muestra.(Folin & Ciocalteu, 1927)

Se determinan los polifenoles solubles presentes, mediante extracción acuosa en relación 1:20 y determinación por medio de una modificación del método Folin (Beltrán y col., 1999).

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados de diferentes volúmenes los necesarios para la preparación de reactivos y Estándares
- Vasos de Precipitación de diferentes volúmenes, según las necesidades presentadas.
- Filtro de Membrana de 47 mm y 0.45 μm de porosidad.

EQUIPOS

- Cabina de extracción
- Reverbero (opcional)
- Baño ultrasónico (opcional)
- Agitador mecánico
- Centrífuga
- Equipo de Filtración (Bomba de vacío, embudo Buchner, Kitasato)

REACTIVOS

- Ácido Gálico

- Reactivo Folin-Ciocalteu 2N
- Carbonato sódico

PREPARACIÓN DE REACTIVOS.

Preparación de ESTÁNDAR patrón: Se pesa 1 g de ácido gálico y se llevan a 1 litro con agua desionizada en un balón aforado. Esta disolución contiene 1000 ppm de ácido gálico.

Para el preparar Carbonato de Sodio al 20%, pesar 20 gramos de carbonato y aforar a 100 ml, tomar en cuenta que el carbonato no se disuelve inmediatamente por lo que se recomienda preparar con la debida anticipación.

PROCEDIMIENTO

- Extracto Acuoso; se pesan 2 g residuo seco en un Tubo para centrífuga de 50 ml del y homogeneizado y se le añaden 40 ml de agua desionizada (1:20) y se agita durante 2 horas. Después de la agitación, se centrifuga a 3000 rpm 5 minutos.
- Filtrar en un equipo de filtración al vacío (Kitasato-embudo buchner y bomba generadora de vacío) para evitar que el extracto tenga sólidos en suspensión que puedan alterar los resultados al leer en el espectrofotómetro y/o dañar las celdas (vidrio, cuarzo, plástico) usadas para la lectura
- El extracto obtenido se emplea para la determinación de los polifenoles solubles.

A partir de la solución de patrón de 1000 ppm de ácido gálico

y con la ayuda de la siguiente tabla se prepara los siguientes estándares para calibrar el espectrofotómetro UV-VIS.

Nota: En caso de tener suficiente Reactivo y disponibilidad de balones de 50 ml

Tabla 1: Preparación de estándares para Calibración en Análisis de Polifenoles

	C1	V1	C2	V2	Observación
NIVEL	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	Nota I: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I) Nota II: el mismo tratamiento que se le da a las muestras se le debe dar a los Estándares
STOCK	1000	0.5	5	100	
1	5	2	0.2	50	
2	5	4	0.4	50	
3	5	8	0.8	50	
4	5	10	01	50	
5	5	15	1.5	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

- Antes de aforar cada estándar adicionar 2,5 ml de reactivo Folin-Ciocalteu. Se agita para homogeneizar y después de 3 minutos, se añaden 5 ml de una solución acuosa de carbonato sódico al 20 %, se mueve para eliminar las burbujas generadas.
- Tratamiento de muestras, De acuerdo a las características de la muestra o a los resultados que se esperan, se puede tomar de 0,25 ml a 1 ml del extracto de muestra, antes de aforar la alícuota del extracto, se le adicionan 2,5 ml de reactivo

Folin-Ciocalteu, se agita para homogeneizar y después de 3 minutos, se añaden 5 ml de una solución acuosa de carbonato sódico al 20 %, se mueve para eliminar las burbujas generadas y finalmente se lleva a un volumen conocido que puede ser de 50 ml usando un balón aforado.

Se ha elaborado una modificación a la técnica antes planteada, tomando en cuenta la optimización de reactivos, ya que cuando se tiene muchas muestras el reactivo de Folin- Ciocalteu puede ser escaso.

Nota: en caso de no tener reactivo suficiente se recomienda usar la siguiente tabla para preparar la muestra.

Tabla 2: Preparación opcional de estándares para calibración en Análisis de Polifenoles

	C1	V1	C2	V2	Observación
NIVEL	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	Nota I: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I) Nota II: el mismo tratamiento que se le da a las muestras se le debe dar a los estándares
STOCK	1000	2	20	100	
1	20	0.5	1	10	
2	20	1	2	10	
3	20	1.5	3	10	
4	20	2	4	10	
5	20	2.5	5	10	

Fuente: Elaborado por los Autores

- Antes de aforar cada estándar adicionar 0.25 ml de reactivo Folin-Ciocalteu. Se agita para homogeneizar y después de 3

minutos, se añaden 0.5 ml de una solución acuosa de carbonato sódico al 20 %, se mueve para eliminar las burbujas generadas.

- Tratamiento de muestras, De acuerdo a las características de la muestra o a los resultados que se esperan, se puede tomar de 0,1 mL del extracto de muestra, antes de aforar la alícuota del extracto, se le adicionan 0.25 ml de reactivo Folin-Ciocalteu, se agita para homogeneizar y después de 3 minutos, se añaden 0.5 ml de una solución acuosa de carbonato sódico al 20 %, se mueve para eliminar las burbujas generadas y finalmente se lleva a un volumen conocido que puede ser de 10 mL usando un balón aforado.
- Luego de adicionar los reactivos para que se dé la reacción podremos observar un cambio de coloración de amarillo a azul verdoso y finalmente a azul, para que se dé la reacción completa y poder realizar la medición se debe esperar 1 hora.
- En caso de presentarse precipitados y/o turbidez (que tornen la solución color blanquesina o lechosa), se recomienda centrifugar las muestras para posteriormente realizar la calibración.
- En el espectrofotómetro escogemos una longitud de onda de 725 nm,
- Se mide la absorbancia de los patrones y se hace la curva. El

r^2 debe ser 0,999..

- Se mide la absorbancia de las muestras en un espectrofotómetro ultravioleta- Visible (UV-VIS).
- En el equipo se obtendrá resultados en mg/L
- Posteriormente se debe realizar los cálculos para transformar a mg/kg.

PROCESAMIENTO DE RESULTADOS DE mg/L a mg/kg

Luego de realizadas las lecturas en el equipo, procedemos a realizar el cambio de unidades (por tratarse de un sólido), para lo cual vamos a usar la siguiente fórmula.

$$C \frac{mg}{kg} = \frac{(C_{Equipo} * FD) * (V_m * \frac{1l}{1000ml})}{P_m * \frac{1 kg}{1000 g}}$$

Donde:

C= Concentración a obtener del Analito en mg/kg

C_{Equipo} = Concentración del Analito obtenido en el Equipo en mg/l

FD= Factor de Dilución, Se debe tener en cuenta que ya existe un factor de dilución que debe ser tomado en cuenta el valor de la alícuota llevado al volumen conocido. Por ejemplo 0.25ml a 50 ml el cual da como resultado un FD de 200

Esto también será aplicado en caso de que concentración del producto exceda el rango lineal del método (estándar más alto en la

curva de calibración), diluya y analice la muestra, por ejemplo 5 ml a 25 ml, tenemos un FD de 5

V_m = Volumen de la Muestra en mililitros, 40 ml

P_m = Peso de la Muestra en gramos (g),

En la formula se incluye los factores de conversión de g a kg y de ml a litros.

1.16 Determinación Del Índice De Germinación

El método de determinación del índice de germinación de Zucconi se utiliza para evaluar la calidad del compost, y se basa en la medición de la germinación de semillas de rábano (*Raphanus sativus*) en una mezcla de suelo y compost. El método fue desarrollado por Zucconi y De Bertoldi en 1987 y se ha convertido en una técnica estándar ampliamente utilizada para la evaluación de la fitotoxicidad del compost. (Zucconi, F. and De Bertoldi, M. (1987) *Compost Specifications for the Production and Characterization of Compost from Municipal Solid Waste*. In De Bertoldi, M., Ferranti, M.P., L'Hermite, M.P. and Zucconi, F., Eds., *Compost Production, Quality and Use*, El, s. f.)

El principio del método se basa en la capacidad del compost para liberar compuestos fitotóxicos durante el proceso de compostaje. El método implica la colocación de semillas de rábano en una mezcla de suelo y compost, y la medición del porcentaje de germinación de las semillas después de un período de incubación de

7 días. El índice de germinación se calcula como el porcentaje de semillas germinadas en el compost dividido por el porcentaje de semillas germinadas en la mezcla de suelo de referencia.(Zucconi, 1981)

REACTIVOS

- Etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, al 50%).
- Agua desionizada.

EQUIPOS

- Incubadora
- Centrifuga
- Balanza
- Agitador-

MATERIALES

- Pipeta
- Micropipeta
- Cajas Petri
- Tubos para centrífuga de 50 ml
- Vaso de precipitación
- Embudo Buchner
- Papel filtro
- Filtros de nitrocelulosa 0,45 μm
- Papel Aluminio

PROCEDIMIENTO

- Pesar la muestra previamente homogénea, seca y tamizada, 2g
- Se prepara una dilución de las muestras solidas en proporción 1:15, para esto
- Se humedece la muestra con agua desionizada hasta alcanzar aproximadamente el 60% de humedad (1,5 ml por 1 g de muestra) y se deja en reposo durante 30 minutos.
- Se añaden 13,5 ml de agua desionizada por gramo de muestra seca. para diluir este extracto hasta el 10%,
- Se agitan las muestras en el agitador orbital durante 30 minutos.
- Se centrifuga a 4000 rpm durante 10 minutos.
- Se filtra la solución con la ayuda de filtros de membrana de 0,45 μm (el filtro contiene nitrocelulosa) en embudos Buchner mediante vacío para esterilizar el extracto. Si la filtración no es rápida se puede filtrar previamente con papel filtro normal
- En cajas Petri de 10 cm de diámetro, cubiertas con papel de filtro, se ponen 8 semillas de berro y se añaden 2 ml del extracto acuoso mojando el papel en su totalidad, realizándose un total de 10 repeticiones por cada muestra (correctamente codificada).

- Es necesario también colocar un blanco en la incubadora (10 cajas Petri con agua destilada)
- Las semillas se incuban a 27.5 °C distribuyendo las placas de forma aleatoria dentro de la estufa durante 48 horas en oscuridad, para esto las cajas se envuelven en papel de aluminio.
- Transcurrido este tiempo, se añade 1 ml de una mezcla de etanol y agua 1:1 (v/v) para detener el crecimiento de las plantas (Nota: si se considera necesario, este paso se puede obviar) y se dejan durante 10 min en el refrigerador.
- Se retiran las semillas y se colocan en una hoja de papel para cuantificar el número de semillas germinadas y la longitud alcanzada por las raíces por caja, con la ayuda de un calibrador.
- Los resultados se expresan como índice de germinación, el cual se obtiene al multiplicar el porcentaje de germinación (G) y el porcentaje de crecimiento de las raíces (L), ambos respecto al control hecho con agua destilada, y dividir para cien.

$$IG\% = \frac{(\%G * \%L)}{100}$$

1.17 Determinación De Cloruros (Método Mohr)

El principio del método de Mohr es que los cloruros presentes

en la muestra de suelo reaccionan con una solución de nitrato de plata (AgNO_3) en presencia de nitrato de potasio (KNO_3) y cromato de potasio (K_2CrO_4), que actúa como indicador. El punto final de la reacción se detecta por un cambio de color de amarillo a rojo oscuro cuando todos los iones de cloruro se han consumido y comienza la precipitación de cloruro de plata. El volumen de la solución de nitrato de plata utilizado en la reacción se utiliza para determinar la cantidad de cloruros en la muestra.

El catión Ag^+ reaccionará en primer lugar con el anión Cl^- de la muestra; al consumirse cuantitativamente el Cl^- , el ion reaccionará con el primer exceso de Ag^+ proveniente del titulante formando el sólido rojizo Ag_2CrO_4 , el cual marca el punto final de la titulación; el volumen de disolución de Ag^+ requerido para que aparezca el Ag_2CrO_4 corresponde al punto de equivalencia. Así, la precisión y exactitud está señalada por la formación del sólido Ag_2CrO_4 . (Chávez-Ramos & Bonilla-Martínez, 2014)

MATERIALES

- Bureta
- Erlenmeyer de 250ml
- Soporte y pinza bureta
- Papel filtro
- Tubos para centrífuga

EQUIPOS

- Centrífuga
- Agitador
- Micropipeta

REACTIVOS

- Nitrato de plata AgNO_3
- Cromato de potasio K_2CrO_4

Preparación de Reactivos

Para preparar un litro de AgNO_3 0.01 N, se pesa 1.6987 g, se recomienda leer la etiqueta de reactivo que se disponga para conocer la pureza del mismo (ya que puede cambiar dependiendo del fabricante)

Para preparar un 100 ml de K_2CrO_4 al 5% se pesa 5 g, se recomienda leer la etiqueta de reactivo que se disponga para conocer la pureza del mismo (ya que puede cambiar dependiendo del fabricante).

PROCEDIMIENTO

- Preparar extractos de las muestras solidas en proporción 1:20 en tubos para centrífuga.
- Agitar en el agitador mecánico durante 2 horas.
- Retirar del agitador y centrifugar por 4 minutos a 1000 rpm
- Filtrar por gravedad o de ser posible con ayuda de equipo de

filtración (Bomba de vacío, embudo Buchner, Kitasato)

- Con micropipeta tomar 1 ml de este extracto y aforar a 100ml.
- Tomar 25 ml de la nueva solución en un matraz Erlenmeyer
- Añadir 4 -6 gotas de indicador (K_2CrO_4 5%)
- Preparar Nitrato de Plata ($AgNO_3$) 0.01N, si se encuentra preparado continuar con el siguiente paso.
- Titular con la solución de $AgNO_3$ 0.01 N hasta la formación de un color ladrillo
- Medir el volumen de $AgNO_3$ (ml) consumido

Para el cálculo de las concentraciones de cloruros se utilizó la siguiente fórmula:

$$Cl^- \frac{mg}{L} = \frac{(A - B) * N * 35.45}{ml \text{ muestra}} * 1000$$

Donde:

A= mL valoración para la muestra

B= mL valoración para el blanco

N= normalidad de $AgNO_3$

1.18 Determinación de Sulfatos

El principio del método Hach para la determinación de sulfatos mediante almohadilla de polvo se basa en la formación de un precipitado de sulfato de bario ($BaSO_4$) al reaccionar los sulfatos presentes en la muestra con una solución de cloruro de bario y ácido clorhídrico. La cantidad de sulfatos presentes en la muestra se puede

cuantificar midiendo la turbidez de la solución resultante utilizando una almohadilla de polvo Hach.(Hach, 2000)

MATERIALES

- Envases plásticos y/o tubos para centrífuga de 50 ml.
- Papel filtro
- Espátula
- Celdas cubicas de Vidrio o Cuarzo (10 ml) para espectrómetro HACH.
- Balones de aforo de diferentes volúmenes (25, 50, 100)

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Centrífuga
- Agitador
- Micropipeta
- Espectrómetro HACH (Laboratorio de Calidad del Agua)

REACTIVOS

- Sulfaver 4

PROCEDIMIENTO

- La muestra debe estar previamente acondicionada (molida)
- Pesar 4 g de la muestra con precisión de 0,0001g y colocarla en un tubo para centrífuga o envase adecuado según las características de la muestra.

- Adicionar 40 ml de agua desionizada.
- Para determinar Sulfatos el extracto acuoso tiene una relación de 1:10.
- Agitar con ayuda del agitador mecánico durante 2 horas.
- Retirar del agitador y dejar sedimentar.
- Para facilitar la filtración se centrifuga los tubos con las muestras a 1000 RPM durante 5 minutos.
- Para evitar interferencias se recomienda filtrar la muestra por filtros de 0,45 μm de porosidad

Nota: En muestras de compost o muestras de Biomasa, suelen presentar color, lo que significa un interferente ya que el método utilizado es colorimétrico.

Recomendación: Se deberá realizar una dilución con un factor adecuado para que se pueda diferenciar la coloración (blanquecina de este método)

Una vez preparada la muestra, en el espectrómetro HACH, elegir el método para Sulfatos en el menú del equipo.

Para encerrar el equipo, se recomienda que solo haga por muestra ya que cada una presenta una coloración inicial, tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “CERO”.

Una vez encerrado el equipo colocar el polvo del interior de la almohadilla, en contacto con los 10 ml de muestra para comenzar la

reacción, agitar hasta que se disuelva todo el reactivo y esperar hasta que se complete la reacción.

Una vez transcurrido el tiempo tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “MEDIR”.

El valor que aparece en pantalla deberá ser anotado para la realización de los cálculos pertinentes ya que las unidades deberán ser transformadas por tratarse de un sólido.

1.19 Determinación de Nitratos

MATERIALES

- Envases plásticos y/o tubos para centrífuga de 50 ml.
- Papel filtro
- Espátula
- Celdas cubicas de Vidrio o Cuarzo (10 ml) para espectrómetro HACH.
- Balones de aforo de diferentes volúmenes (25, 50, 100)

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Centrífuga
- Agitador
- Micropipeta
- Espectrómetro HACH (Laboratorio de Calidad del Agua)

REACTIVOS

- Nitrover 5

PROCEDIMIENTO

- La muestra debe estar previamente acondicionada (molida)
- Pesar 4 g de la muestra con precisión de 0,0001g y colocarla en un tubo para centrífuga o envase adecuado según las características de la muestra.
- Adicionar 40 ml de agua desionizada.
- Para determinar Sulfatos el extracto acuoso tiene una relación de 1:10.
- Agitar con ayuda del agitador mecánico durante 2 horas.
- Retirar del agitador y dejar sedimentar.
- Para facilitar la filtración se centrifuga los tubos con las muestras a 1000 RPM durante 5 minutos.
- Para evitar interferencias se recomienda filtrar la muestra por filtros de 0,45 μm de porosidad.

Nota: En muestras de compost o muestras de Biomasa, suelen presentar color, lo que significa un interferente ya que el método utilizado es colorimétrico.

Recomendación: Se deberá realizar una dilución con un factor adecuado para que se pueda diferenciar la coloración (amarillento de este método)

Una vez preparada la muestra, en el espectrómetro HACH, elegir el método para Sulfatos en el menú del equipo.

Para encerrar el equipo, se recomienda que solo haga por muestra ya que cada una presenta una coloración inicial, tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “CERO”.

Una vez encerrado el equipo colocar el polvo del interior de la almohadilla, en contacto con los 10 ml de muestra para comenzar la reacción, agitar hasta que se disuelva todo el reactivo y esperar hasta que se complete la reacción.

Una vez transcurrido el tiempo tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “MEDIR”.

El valor que aparece en pantalla deberá ser anotado para la realización de los cálculos pertinentes ya que las unidades deberán ser transformadas por tratarse de un sólido.

1.20 Determinación de Fosfatos

El principio del método Hach para la determinación de fosfatos mediante almohadilla de polvo se basa en la formación de un complejo de fosfomolibdato al reaccionar los fosfatos presentes en la muestra con una solución de molibdato de amonio y ácido sulfúrico. La cantidad de fosfatos presentes en la muestra se puede cuantificar midiendo la absorción de la solución resultante utilizando una

almohadilla de polvo Hach.(Hach, 2000)

MATERIALES

- Envases plásticos y/o tubos para centrífuga de 50 ml.
- Papel filtro
- Espátula
- Celdas cubicas de Vidrio o Cuarzo (10 ml) para espectrómetro HACH.
- Balones de aforo de diferentes volúmenes (25, 50, 100)

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Centrífuga
- Agitador
- Micropipeta
- Espectrómetro HACH

REACTIVOS

- Phosver 3

PROCEDIMIENTO

- La muestra debe estar previamente acondicionada (molida)
- Pesar 4 g de la muestra con precisión de 0,0001g y colocarla en un tubo para centrífuga o envase adecuado según las

características de la muestra.

- Adicionar 40 ml de agua desionizada.
- Para determinar Fosfatos el extracto acuoso tiene una relación de 1:10.
- Agitar con ayuda del agitador mecánico durante 2 horas.
- Retirar del agitador y dejar sedimentar.
- Para facilitar la filtración se centrifuga los tubos con las muestras a 1000 RPM durante 5 minutos.
- Para evitar interferencias se recomienda filtrar la muestra por filtros de 0,45 μm de porosidad

Nota: En muestras de compost o muestras de Biomasa, suelen presentar color, lo que significa un interferente ya que el método utilizado es colorimétrico.

Recomendación: Se deberá realizar una dilución con un factor adecuado para que se pueda diferenciar la coloración (azulado de este método)

Una vez preparada la muestra, en el espectrómetro HACH, elegir el método para Sulfatos en el menú del equipo.

Para encerrar el equipo, se recomienda que solo haga por muestra ya que cada una presenta una coloración inicial, tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “CERO”.

Una vez encerrado el equipo colocar el polvo del interior de la

almohadilla, en contacto con los 10 ml de muestra para comenzar la reacción, agitar hasta que se disuelva todo el reactivo y esperar hasta que se complete la reacción.

Una vez transcurrido el tiempo tomar la celda colocarla en el compartimento del espectrómetro, tapar para que no exista interferencia de la luz externa y presionar “MEDIR”.

El valor que aparece en pantalla deberá ser anotado para la realización de los cálculos pertinentes ya que las unidades deberán ser transformadas por tratarse de un sólido.

1.21 Capacidad de Intercambio Catiónico

La Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) es una propiedad química fundamental del suelo que desempeña un papel crucial en la determinación de su fertilidad. La CIC está estrechamente relacionada con otros factores importantes como la materia orgánica y la textura del suelo. De hecho, la CIC se considera un estimador confiable de la capacidad del suelo para retener y liberar nutrientes esenciales para el crecimiento de las plantas.(Hernando & Rengifo, 1974; Organización de las Naciones Unidas, 2019)

Una alta CIC indica que el suelo tiene una mayor capacidad para retener y suministrar nutrientes a las plantas, lo que se considera deseable para un suelo fértil. Por otro lado, una baja CIC puede indicar una menor capacidad del suelo para retener nutrientes y

puede requerir una mayor adición de fertilizantes para satisfacer las necesidades de las plantas.

1.21.1 Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico Método 1

El método de determinación se basa en la saturación del complejo de cambio con bario y determinación del catión retenido por diferencia con un blanco.

MATERIALES

- Papel filtro
- Embudos
- Embudos büchner
- Erlenmeyer
- Varilla de agitación
- Crisoles
- Vasos de precipitación filtro de membrana celulósica de 0.45µm
- Kitasatos

EQUIPOS

- Balanza analítica
- Mufla
- Bomba de Vacío.

REACTIVOS

- Agua exenta de CO₂

- Disolución A de Mehlich
- Disolución B de Mehlich
- Sulfato amónico 1N
- Ácido clorhídrico

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Notas: todos los reactivos se preparan con agua libre de CO₂, que se obtiene hirviendo agua desionizada por 2 horas, comprobando que baje el volumen, la misma que se guarda en caliente en frascos plásticos.

Agua exenta de CO₂

- Se hierve agua desionizada, eliminándose así el aire que está disuelto, y una vez fría se satura de aire sin CO₂, pasando el aire a través de una disolución de NaOH (10%) de un tubo con cal sodada.

Disolución A de Mehlich

- 90 ml Trietanolamina, se disuelven 1 litro de agua exenta de CO₂ y se añade HCl 1:10 v/v hasta ajustar un pH de 8.1 Enrasar a 2 litros con agua exenta de CO₂.
- 100 g de BaCl₂ 2H₂O se disuelven y enrasan a 2 litros con agua exenta de CO₂.

Disolución B de Mehlich

- 50 g de BaCl₂ 2H₂O se disuelven y enrasan a 4 litros con agua exenta de CO₂.

PROCEDIMIENTO

- Se pesa en fundas de papel aluminio con precisión de 1,0001 g un gramo de muestra y 4 gramos de carbón activo para retener las fracciones orgánicas de bajo peso molecular.
- Se colocan en un embudo büchner, el filtro de membrana celulósica de 0,45 µm de diámetro de poro y se mezcla colocando primero una cama de Carbón activo intercalando con muestra.
- Se humedece el filtro con unas gotas de agua desionizada libre de CO₂ para que el filtro de membrana celulósica se adhiera al embudo Büchner y se procede a colocar el carbón activo intercalado con la muestra
- Se prepara un blanco de Carbón activo y se somete al mismo tratamiento que las muestras
- Se añade 25 ml de agua desionizada libre de CO₂
- Se deja reposar durante 2 horas.
- Se filtra al vacío
- Se repite la operación con 3 fracciones de 25 ml de agua libre de CO₂ para eliminar sulfatos presentes en la muestra.
- Se desprecia el filtrado.
- Se enjuaga el kitasato con agua libre de CO₂, y se añade 5 ml de una solución de HCL 1:1 para evitar la carbonatación del

Ba de los reactivos)

- A continuación, se añade 25 ml de Reactivo A de Mehlich y se deja percolar durante 35 minutos para conseguir el ritmo de goteo continuo, de la siguiente forma:
 - 10 minutos con bomba cerrada
 - 5 minutos abierta
 - 5 minutos cerrada
 - 5 minutos abierta
 - 5 minutos cerrada
 - 5 minutos abierta (con bomba de vacío)
- Se añade 25 ml de reactivo B de Mehlich y se percola de la misma forma que con el reactivo B, los filtrados son recogidos en el mismo kitasato.
- Se lava 3 veces con agua libre de CO₂, el embudo Büchner, 2 veces con 25 ml de agua y la última con 75 ml de agua libre de CO₂, recogiendo los líquidos percolados en el mismo kitasato, esta filtración se realiza al vacío.
- Colocar el filtrado resultante del proceso en un vaso de precipitación.
- Calentar el vaso de precipitación en una plancha.
- Cuando estén próximos a ebullición se retira de la planta y se añade 15 ml de solución de sulfato de amonio (NH₄)₂SO₄ 1N para precipitar el Bario como sulfato de bario BaSO₄, y se

deja la noche en reposo.

- Los precipitados se filtran en embudos simples de vidrio sobre un Erlenmeyer con papel filtro para análisis cuantitativo de 110 u y se realizan lavados con agua acidificada (5m de HCl concentrado aforado a 1 L) por 3 veces consecutivas.
- Se recoge el papel filtro con el precipitado resultante del proceso sobre un crisol previamente tarado y se lo cierra dentro del mismo con la ayuda de una pinza metálica.
- Se incinera y calcina en mufla según la técnica establecida para compost a temperatura de 800°C por 30 minutos.
- De la diferencia de pesos de sulfato de bario en el ensayo en el blanco y en el problema, se calcula la CIC, expresada en meq/100 g de muestra

$$CCC(\text{meq}/100\text{g de materia orgánica}) = \frac{[(P2 - P1) - (P4 - P3)] * 85690}{P}$$

1.21.2 Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico Método 2

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Agitador
- Sistema de Filtración (Kitasato- embudo – Bomba de Vacío)

MATERIALES

- Papel Filtro
- Espátula
- Erlenmeyer

REACTIVOS

- Acetato de Amonio 1N
- Etanol Absoluto
- Cloruro de Sodio
- Formaldehído
- Fenolftaleína (indicador)

PROCEDIMIENTO

Pesamos 5 gramos de muestra seca y molida (tomamos nota del peso), colocamos en envases (tubos de centrífuga u otro adecuado para agitación) adicionamos 40 ml de Acetato de Amonio 1N y agitamos durante 15 minutos.

Una vez agitado filtramos con ayuda del sistema de filtración de vacío (embudo, Kitasato, bomba)

Se recomienda realizar primero este procedimiento con el blanco.

Una vez filtrados los extractos, se hace lavados con 60 ml de acetato de amonio (se desprecia el filtrado o se puede usar para

analizar Ca, Na, K, Mg por técnicas instrumentales como Absorción Atómica)

Una vez realizado el lavado con Acetato de Amonio se lava el suelo con 50 ml etanol absoluto, esperamos a que se filtre todo (se recomienda almacenar el Etanol para luego de su uso realizar un proceso de recuperación mediante rota evaporación).

Una vez realizado el lavado y enjuague con etanol tomamos 50 ml de Cloruro de Sodio al 10% con una probeta y la ponemos en contacto con el suelo, dejamos que filtre.

Al filtrado añadimos 20 ml de Formaldehído y la solución está lista para ser titulada.

Para titular tomamos la solución de Hidróxido de Sodio 0.2N y llenamos una bureta.

Antes de titular añadimos 3-5 gotas de fenolftaleína (indicador) a la solución de cloruro de sodio y formaldehído

Titulamos hasta cambio de color (rosado) y tomamos nota del volumen gastado, para proceder a los cálculos con la siguiente fórmula.

$$CIC = \frac{(V_{NaOH} * N_{NaOH} * V_{extracto} * 100)}{V_{alicuota} * W_{muestra}}$$

Donde:

CIC= Capacidad de Intercambio Catiónico meq/100g

V_{NaOH} =Volumen gastado de NaOH

$V_{extracto}$ = Volumen obtenido luego de la extracción con NaCl

Valicuota= Volumen de extracto usado para la titulación

Wmuestra= Masa de muestra usada para la obtención del extracto

1.21.3 Determinación de Capacidad de Intercambio Catiónico

Método 3

La Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) se puede obtener utilizando espectrometría de absorción atómica con la finalidad de determinar la concentración de elementos químicos específicos como calcio (Ca^{2+}), magnesio (Mg^{2+}), potasio (K^{+}), sodio (Na^{+}), en una muestra. Habiendo preparado la muestra de suelo, generalmente mediante un proceso de extracción, permitiendo liberar los cationes intercambiables.(Henríquez et al., 2005; Rodríguez & Rodríguez, 2002)

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Agitador
- Sistema de Filtración (Kitasato- embudo – Bomba de Vacío)

MATERIALES

- Papel Filtro
- Espátula
- Envases para almacenar muestra.

REACTIVOS

- Acetato de Amonio 1N

PROCEDIMIENTO

Pesamos 5 gramos de muestra seca y molida (tomamos nota

del peso), colocamos en envases (tubos de centrífuga u otro adecuado para agitación) adicionamos 40 ml de Acetato de Amonio 1N y agitamos durante 15 minutos.

Una vez agitado filtramos con ayuda del sistema de filtración de vacío (embudo, Kitasato, bomba)

Una vez filtrados los extractos, se recomienda hacer lavados con 60 ml de Acetato de Amonio, hasta alcanzar un volumen de 100ml,

El extracto será analizado por Espectrometría de Absorción Atómica determinado la concentración de Ca, Na, K, Mg.

Una vez obtenidas las concentraciones de los elementos aplicar la siguiente fórmula:

$$CIC_{meq/100g} = \frac{ppm\ Ca}{200} + \frac{ppm\ Mg}{120} + \frac{ppm\ K}{390} + \frac{ppm\ Na}{230}$$

Esta fórmula proporciona una estimación de la CIC basada en las concentraciones de estos cuatro cationes en ppm en el suelo.

1.22 Determinación de Nitrógeno Kjeldahl en Suelos y Productos de Compostaje

El método Kjeldahl es una técnica utilizada para la determinación del contenido de nitrógeno en muestras orgánicas e inorgánicas. Fue desarrollado por el químico danés Johan Kjeldahl en 1883 y es ampliamente utilizado en la industria alimentaria y en el análisis de suelos y aguas.

El método implica la digestión de una muestra con ácido

sulfúrico concentrado, lo que convierte el nitrógeno orgánico en amoníaco. Luego, el amoníaco se destila y se captura en una solución ácida de ácido bórico. El amoníaco se titula con una solución valorada de ácido clorhídrico para determinar la cantidad de nitrógeno presente.

método para la determinación del contenido total de nitrógeno en suelos, mediante el uso de ácido sulfúrico concentrado, catalizador de cobre y posterior destilación con hidróxido de sodio.

El método Kjeldahl modificado es utilizado comúnmente en la determinación de nitrógeno en muestras de suelo y residuos orgánicos debido a que es más preciso y exacto que otros métodos de determinación de nitrógeno.(ISO, 1995; Normalización Española, 2001)

MATERIALES

- Espátula
- Tubos de Digestión Kjeldahl

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Sistema Kjeldahl (Digester- Scrubber- Destilador)

REACTIVOS

- Hidróxido de Sodio
- Ácido Bórico

- Ácido Sulfúrico
- Ácido Clorhídrico
- Sulfato de Potasio
- Sulfato de Cobre

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Hidróxido de Sodio al 40 %: pesar 400 gramos de NaOH en un vaso de precipitación, añadir agua y mecer muy lentamente con ayuda de una varilla de agitación hasta que se disuelva las hojuelas de NaOH, (tener precaución ya que se generará calor, se recomienda usar los equipos de protección personal adecuados para trabajar con estas sustancias), una vez disuelto esperar que se enfríe y llevar a 1 litro.

Ácido Bórico al 2 %: pesar 20 gramos de H_3BO_3 en un vaso de precipitación, disolver con agua y agitar con ayuda de una varilla de agitación, en caso de que no se disuelva con ayuda de un reverbero calentar y agitar, una vez disuelto dejar reposar hasta que alcance temperatura ambiente y posteriormente aforar a 1 litro.

Preparación de HCl 0.1 N: Tomar un volumen de 8.35 ml de HCl al 37 % y 1.18 g/ml y llevar a un 1 litro

Indicador Mixto: Rojo de Metilo y Verde de Bromocresol

PROCEDIMIENTO

La masa de la muestra a usarse dependerá de la matriz a ser

analizada:

Suelos: de 2 a 3 g de la muestra seca y tamizada y

Residuos Orgánicos y Vegetales: de 1 a 2 gramos de la muestra seca

Depositar la muestra en el tubo de digestión y registrar el peso para cálculos posteriores.

Pesar 3,4 g de Sulfato de Potasio (K_2SO_4) y 0,2 g de Sulfato de Cobre ($CuSO_4$), y colocarlo en el tubo de digestión.

Seguidamente con ayuda de una probeta, pipeta o dispensador agregar 20 ml de H_2SO_4 al 98%

Digestión

Colocar los tubos Kjeldahl en el Digestor

Verificar que la cabina de extracción este encendida y que el Digestor esté conectado con el Scrubber (lavador de gases).

Encender el Digestor y con ayuda de los botones seleccionar el calentamiento con rampas de temperatura, una vez seleccionado el programa, presionar OK para iniciar la digestión, esperar que culmine la digestión, sacar los tubos y esperar que alcancen temperatura ambiente. Para continuar con la destilación.

Destilación

Encender la unidad de destilación, abrir la válvula de paso de agua para el condensador, colocar un tubo en el compartimento asegúrese de que todo esté correctamente insertado y cierre la puerta.

Colocar un Erlenmeyer (capacidad 500 ml)

Proceder a la destilación presionando OK en la unidad de destilación.

El equipo automáticamente dosificará 50 ml de una solución de ácido bórico al 2% en el Erlenmeyer, 50 ml de Agua y 70 ml de Hidróxido de Sodio al 40% en el tubo de digestión, (verificar que los contenedores estén completamente cerrados y que contengan la cantidad necesaria de reactivos.

Añadir 10 gotas de indicador mixto rojo de metilo y verde de bromocresol agite para mezclar el contenido completamente. Sumerja la punta que baja del condensador de la unidad de destilación en el Erlenmeyer.

Sacudir la punta de la manguera del condensador y quitar el Erlenmeyer con el destilado.

Estandarización de Reactivos.

Para el cálculo de estandarización de HCl se utilizará la siguiente fórmula:

$$N = \frac{g_{\text{Na}_2\text{CO}_3} * 1000}{\text{mL de HCl} * (105.988/2)}$$

Dónde:

N = Normalidad estandarizada de HCl

mL de HCl = Volumen de HCl gastado en la estandarización

105.988= Peso molecular del Carbonato de Sodio

Titulación.

Titular el destilado hasta cambio de color con HCl 0.1 N estandarizado. Registrar el volumen consumido.

Correr un blanco cada lote de muestras o cada día para las respectivas correcciones de resultados.

El contenido de Nitrógeno Total Kjeldahl en suelos, lodos, sedimentos, residuos, vegetales o alimentos se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$\text{NTK mg/Kg} = \frac{[(\text{mL HCl})_{\text{muestra}} - (\text{mL HCl})_{\text{Blanco}}] * 14 * \text{N HCl} * 1000}{\text{WM}}$$
$$\% \text{ NTK} = \frac{\text{NTK mg/Kg}}{10000}$$

Dónde:

N = Normalidad del HCl

WM = Masa de muestra utilizado en el ensayo

ml HCl muestra= Volumen de HCl gastado en la titulación de la muestra

ml HCl blanco= Volumen de HCl gastado en la titulación del blanco

1.23 Determinación de Nitrógeno Kjeldahl en alimentos y plantas

La determinación de nitrógeno en plantas se basa en la digestión ácida de la muestra vegetal para convertir todo el nitrógeno presente en forma orgánica e inorgánica en amoníaco. El amoníaco resultante se destila y se captura en una solución ácida. Luego, se titula con una solución estándar de ácido para determinar la cantidad de nitrógeno presente en la muestra. (Chemists., 2023b)

MATERIALES

- Espátula
- Tubos de Digestión Kjeldahl

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Sistema Kjeldahl (Digester- Scrubber- Destilador)

REACTIVOS

- Hidróxido de Sodio
- Ácido Bórico
- Ácido Sulfúrico
- Ácido Clorhídrico
- Sulfato de Potasio
- Sulfato de Cobre

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Hidróxido de Sodio al 40 %: pesar 400 gramos de NaOH en un vaso de precipitación, añadir agua y mecer muy lentamente con ayuda de una varilla de agitación hasta que se disuelva las hojuelas de NaOH, (tener precaución ya que se generará calor, se recomienda usar los equipos de protección personal adecuados para trabajar con estas sustancias), una vez disuelto esperar que se enfríe y llevar a 1 litro.

Ácido Bórico al 2 %: pesar 20 gramos de H_3BO_3 en un vaso

de precipitación, disolver con agua y agitar con ayuda de una varilla de agitación, en caso de que no se disuelva con ayuda de un reverbero calentar y agitar, una vez disuelto dejar reposar hasta que alcance temperatura ambiente y posteriormente aforar a 1 litro.

Preparación de HCl 0.1 N: Tomar un volumen de 8.35 ml de HCl al 37 % y 1.18 g/ml y llevar a un 1 litro

Indicador Mixto: Rojo de Metilo y Verde de Bromocresol

PROCEDIMIENTO

La masa de la muestra a usarse dependerá de la matriz a ser analizada:

Alimentos: 0.5 a 1 gramo de muestra seca o de 1 a 2 gramos de muestra fresca.

Depositar la muestra en el tubo de digestión y registrar el peso para cálculos posteriores.

Pesar 3,4 g de Sulfato de Potasio (K_2SO_4) y 0,2 g de Sulfato de Cobre ($CuSO_4$), y colocarlo en el tubo de digestión.

Seguidamente con ayuda de una probeta, pipeta o dispensador agregar 20 ml de H_2SO_4 al 98%

Digestión

Colocar los tubos Kjeldahl en el Digestor

Verificar que la cabina de extracción este encendida y que el Digestor esté conectado con el Scrubber (lavador de gases).

Encender el Digestor e iniciar la digestión, esperar que

culmine la digestión, sacar los tubos y esperar que alcancen temperatura ambiente. Para continuar con la destilación.

Destilación

Encender la unidad de destilación, abrir la válvula de paso de agua para el condensador, colocar un tubo en el compartimento asegúrese de que todo esté correctamente insertado y cierre la puerta.

Colocar un Erlenmeyer (capacidad 500 ml)

Proceder a la destilación siguiendo las instrucciones del equipo.

El equipo automáticamente dosificará 50 ml de una solución de ácido bórico al 2% en el Erlenmeyer, 50 ml de Agua y 70 ml de Hidróxido de Sodio al 40% en el tubo de digestión, (verificar que los contenedores estén completamente cerrados y que contengan la cantidad necesaria de reactivos.

Añadir 10 gotas de indicador mixto rojo de metilo y verde de bromocresol agite para mezclar el contenido completamente. Sumerja la punta que baja del condensador de la unidad de destilación en el Erlenmeyer.

Sacudir la punta de la manguera del condensador y quitar el Erlenmeyer con el destilado.

Estandarización de Reactivos.

Para el cálculo de estandarización de HCl se utilizará la siguiente fórmula:

$$N = \frac{g_{\text{Na}_2\text{CO}_3} * 1000}{\text{mL de HCl} * (105.988/2)}$$

Dónde:

N = Normalidad estandarizada de HCl

mL de HCl = Volumen de HCl gastado en la estandarización

105.988= Peso molecular del Carbonato de Sodio

Titulación.

Titular el destilado hasta cambio de color con HCl 0.1 N estandarizado. Registrar el volumen consumido.

Correr un blanco cada lote de muestras o cada día para las respectivas correcciones de resultados.

El contenido de Nitrógeno Total Kjeldahl en suelos, lodos, sedimentos, residuos, vegetales o alimentos se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$\text{NTK mg/Kg} = \frac{[(\text{mL HCl})_{\text{muestra}} - (\text{mL HCl})_{\text{Blanco}}] * 14 * N \text{ HCl} * 1000}{\text{WM}}$$

$$\% \text{ NTK} = \frac{\text{NTK mg/Kg}}{10000}$$

Dónde:

N = Normalidad del HCl

WM = Masa de muestra utilizado en el ensayo

ml HCl muestra= Volumen de HCl gastado en la titulación de la muestra

ml HCl blanco= Volumen de HCl gastado en la titulación del blanco

1.23.1 Cálculo de Proteína a partir de Nitrógeno Kjeldahl en alimentos.

Para convertir los resultados de nitrógeno Kjeldahl en contenido de proteína, se utiliza un factor de conversión apropiado el

cual depende del tipo de muestra y su composición. A continuación, se mencionan algunos factores de conversión típicos:

Muestras de alimentos y piensos:

Factor de conversión general: 6.25 (se asume que la proteína contiene aproximadamente el 16% de nitrógeno).

Para muestras de productos lácteos:

Factor de conversión para leche: 6.38

Factor de conversión para queso: 5.71

CAPÍTULO 3

3 ANALISIS DE ELEMENTOS (METALES PESADOS, MICRO Y MACRO NUTRIENTES)

3.1 Digestión De Muestras Para Análisis de Metales Totales

El método 3050B es un procedimiento analítico de la Environmental Protection Agency (EPA) de los Estados Unidos que se utiliza para la determinación de metales pesados y otros contaminantes en muestras de suelos, sedimentos y residuos. El principio del método se basa en la extracción de los contaminantes presentes en la muestra con ácido clorhídrico (HCl) y ácido nítrico (HNO₃), para oxidar cualquier materia orgánica presente y permitir la completa disolución de los contaminantes (USEPA (United States Environmental Protection Agency), 1996).

MATERIALES

- Erlenmeyer de 250 ml
- Vidrio Reloj (lisos y rugosos)
- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)

- Embudos de vidrio
- Balones aforados de diferentes volúmenes los necesarios para la preparación de reactivos y estándares
- Papel filtro Whatman grado 41
- Filtro de Membrana de 47 mm y 0.45 μm de porosidad

EQUIPOS

- Planchas de Calentamiento (Reverberos)
- Cabina de extracción
- Equipo de Filtración (Bomba de vacío, embudo Buchner, Kitasato)

REACTIVOS

- Ácido Nítrico HNO_3 1:1
- Ácido Nítrico HNO_3 Concentrado
- Ácido Clorhídrico HCl Concentrado
- Peróxido de Hidrógeno 30%

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Para la preparación de Ácido Nítrico (HNO_3) 1:1, debemos tomar en cuenta la cantidad de muestras a ser digeridas, para lo cual debemos tomar volúmenes iguales en recipientes adecuados (probetas) de agua ultrapura y de la sustancia (ácido) y mezclarlos cuidadosamente hasta tener una mezcla homogénea y almacenar en

un recipiente etiquetado y con tapa.

PROCEDIMIENTO

- Pesar la muestra previamente homogénea, seca y tamizada, 2g con una exactitud de 0,0001 g. Registrar el peso para cálculos posteriores
- Colocar la muestra en Erlenmeyer de digestión.

Nota: Todos los pasos que requieran el uso de ácidos deben realizarse en una cabina o campana de extracción, por personal debidamente cualificado y usando el equipo de protección personal adecuado para laboratorio.

- Agregar 10 ml de HNO_3 1:1, mezclar y cubrir con un vidrio reloj.
- Calentar la muestra a $95^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ y mantener en reflujo durante 10 a 15 minutos sin hervir.
- Dejar que la muestra se enfríe y refrescar la muestra, agregando 5 ml de HNO_3 concentrado, colocar la tapa (vidrio reloj) y mantener en reflujo durante 30 minutos.
- Si se generan humos castaños-marrones-oscuros, lo que indica la oxidación de la muestra por HNO_3 , repetir este paso (añadir 5 ml de HNO_3 concentrado.) hasta que desaparezcan estos humos.
- Evaporar la solución sin hervir hasta aproximadamente 5 ml o calentar sin hervir a $95^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ durante dos horas.

- Dejar enfriar a temperatura ambiente y agregar 2 ml de agua y 3 ml H_2O_2 al 30%. Cubrir el Erlenmeyer o con un vidrio reloj y colocar el vaso cubierto a la fuente de calor, para empezar la reacción con el peróxido.

Nota: Se debe tener cuidado de que no existan pérdidas debido a excesiva efervescencia.

Calentar hasta que la efervescencia disminuya y dejar enfriar.

- Continuar agregando H_2O_2 al 30% en alícuotas de 1ml, calentar hasta que la efervescencia sea mínima o hasta que la apariencia de la muestra general esté inalterada.

Nota: No agregue más de un total de 10 ml de H_2O_2 al 30%

Continuar calentando la solución durante dos horas, hasta que la digestión ácido-peróxido se haya reducido a aproximadamente 5ml.

Nota: Mantener una capa de solución en el fondo del recipiente en todo momento.

- Agregar 10 ml de HCl concentrado, cubra con el vidrio reloj y mantener en reflujo a 95°C durante 15 minutos.
- Filtrar la solución por gravedad utilizando embudos de vidrio y papel filtro Whatman grado 41, para mejores resultados y de ser posible filtrar en un equipo de filtración al vacío a través membranas de acetato de celulosa de $0.45\ \mu\text{m}$.

Nota: al momento de filtrar procurar que todo el contenido sólido

y líquido que se sometió a digestión sean filtrados, el recipiente donde se realizó la digestión debe quedar limpio en la medida de lo posible.

- Colectar el filtrado en un balón aforado y llevar un volumen conocido (50 o 100ml).
- Analice en el equipo de Absorción Atómica

3.2 Digestión Asistida por Microondas de Muestras Para Análisis De Metales Totales

La digestión asistida por microondas tiene varias ventajas sobre la digestión en convencional, incluyendo tiempos de digestión más cortos, mayor eficiencia de extracción y reducción del consumo de ácido. Además, el método 3051A asistido por microondas es más seguro y menos laborioso que el método convencional, ya que no requiere el manejo de matraces calientes (EPA, 2019).

MATERIALES

- Espátula
- Tubos (envases) de teflón con tapa y contratapa para equipo ETHOS UP.
- Dosificador para ácido.
- Filtro de Membrana de 47 mm y 0.45 μm de porosidad

EQUIPOS

- Balanza Analítica
- Microondas ETHOS UP

- Cabina de extracción
- Equipo de Filtración (Bomba de vacío, embudo Büchner, Kitasato)

REACTIVOS

- Ácido Nítrico HNO_3

PROCEDIMIENTO

- Pesar en una balanza analítica la muestra previamente homogénea, seca y tamizada, 1g con una exactitud de 0,0001 g. en el caso de suelos y 0.5 g en el caso de biomasa (esta diferenciación se la realiza por el contenido de Materia Orgánica en muestras y para precautelar la integridad de analista y del equipo de digestión y sus accesorios ya que se trabaja a altas temperaturas y presiones elevadas) Registrar el peso para cálculos posteriores.
- Colocar la muestra en los envases de teflón y agregar 10 ml de HNO_3
- Tapar los envases con la tapa y contratapa, verificando que el cierre sea el adecuado.

Nota: Todos los pasos que requieran el uso de ácidos deben realizarse en una cabina o campana de extracción, por personal debidamente cualificado y usando el equipo de protección personal adecuado para laboratorio.

- Una vez listos los envases con las muestras colocar en el rotor, procurando que la disposición sea la adecuada para que el rotor quede nivelado.
- Colocar el rotor en el interior del Microondas y seleccionar el método en la pantalla del equipo (este procedimiento será realizado por el Técnico del Laboratorio)
- Una vez culminada la digestión esperar 30 minutos para que el los tubos se enfríen y poder retirarlos del rotor.
- Filtrar en un equipo de filtración al vacío a través membranas de 0.45 μm .

Nota: al momento de filtrar procurar que todo el contenido sólido y líquido que se sometió a digestión sean filtrados, el recipiente donde se realizó la digestión debe quedar limpio en la medida de lo posible.

- Colectar el filtrado en un balón aforado y llevar un volumen conocido (25 o 50 ml).
- Las muestras podrán ser analizadas en el equipo de FAAS o ICP-MS.

3.3 Extracción de Micronutrientes Asimilables en suelos (Cu, Mn, Fe y Zn)

La muestra se trata con una solución extractora (Solución Doble Ácido) para disolver una cantidad de los micronutrientes (Cu, Mn, Fe y Zn), la cual está relacionada con la cantidad que las plantas puedan aprovechar.

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Embudos de vidrio
- Balones aforados
- Papel filtro Whatman grado 41
- Filtro de Membrana de 47 mm y 0.45 μm de porosidad (opcional)

EQUIPOS

- Agitador
- Centrífuga
- Equipo de Filtración (Bomba de vacío, embudo Buchner, Kitasato)

REACTIVOS

- Ácido Clorhídrico (HCl) 1M
- Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 5M
- Solución Extractora Doble Ácido (HCl+H₂SO₄)

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Para la preparación de los reactivos (ácidos y soluciones), debemos tomar en cuenta la cantidad de muestras de las cuales se va a hacer la extracción, a continuación, se explica el procedimiento

para preparar 1 litro de las soluciones.

Para preparar 1 litro de Ácido Clorhídrico (HCl) 1M, de Peso Molecular 36.46 g/mol, con densidad de 1.18 g/ml y 37% de pureza, debemos tomar 83.50 ml de HCl y aforar a un litro con agua ultrapura

Para preparar 1 litro de Ácido Sulfúrico (HCl) 5M, de Peso Molecular 98.08 g/mol, con densidad de 1.84 g/ml y 98% de pureza, debemos tomar 271.96 ml de H₂SO₄ y aforar a un litro con agua ultrapura.

Para la solución Extractora Doble Ácido (HCl+H₂SO₄): Tome 50 ml de HCl (1M) + 2.5 ml de H₂SO₄ (5M) y lleve a 1 litro con agua Tipo I (Ultrapura).

Todas las soluciones deberán ser almacenadas en recipientes adecuados para su almacenamiento, con etiqueta y tapa.

PROCEDIMIENTO

- Pesar la muestra previamente homogénea, seca y tamizada, 4 g con una exactitud de 0,0001 g. Registrar el peso para cálculos posteriores
- Colocar la muestra en recipientes de volúmenes adecuados para la extracción los cuales pueden ser; (tubos de centrifuga y/o Erlenmeyers)
- Adicionar a la muestra 40 ml de la solución extractora y agite por 20 minutos

Nota: el peso de la muestra y el volumen pueden variar, tomando en cuenta las características de la muestra ya que puede haber muestras que por sus características ocupen un volumen mayor, así como también absorban la solución extractora)

- Una vez terminada la agitación se puede centrifugar y posteriormente filtrar la muestra, evitando que el filtrado presente sólidos suspendidos y/o sedimentables.
- El extracto obtenido será analizado por las diferentes técnicas analíticas disponibles se recomienda Absorción Atómica

3.4 Extracción de Macronutrientes Asimilables en suelos (Ca, Na, K, Mg)

Se desplazan los cationes intercambiables con una solución de acetato de amonio y posteriormente se mide la concentración por medio de absorción atómica.

MATERIALES

- Probeta de 50 o 100 ml para dosificar el volumen necesario
- Embudos de vidrio
- Balones aforados de varios volúmenes
- Papel filtro Whatman grado 41
- Filtro de Membrana de 47 mm y 0.45 μm de porosidad (opcional)

EQUIPOS

- Agitador
- Centrífuga
- Equipo de Filtración (Bomba de vacío, embudo Buchner, Kitasato)

REACTIVOS

- Acetato de Amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 1M

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

- Para la preparación de los reactivos (ácidos y soluciones), debemos tomar en cuenta la cantidad de muestras de las cuales se va a hacer la extracción, a continuación, se explica el procedimiento para preparar 1 litro de solución.
- Para la preparación de Acetato de Amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 1M, de Peso Molecular 77.08 g/mol, debemos tomar 77.08g de ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) disolver en un volumen adecuado de agua y posteriormente completar a un litro con agua ultrapura en un balón aforado.

PROCEDIMIENTO

- Pesar la muestra previamente homogénea, seca y tamizada, 2g con una exactitud de 0,0001 g. Registrar el peso para cálculos posteriores.
- Colocar la muestra en recipientes de volúmenes adecuados para la extracción los cuales pueden ser (tubos de centrífuga

y/o Erlenmeyers)

- Adicionar a la muestra 50 ml de Acetato de Amonio 1M y agite por 20 minutos

Nota: el peso de la muestra y el volumen pueden variar, tomando en cuenta las características de la muestra ya que puede haber muestras que por sus características ocupen un volumen mayor, así como también absorban la solución extractora)

- Una vez terminada la agitación se puede centrifugar y posteriormente filtrar la muestra, evitando que el filtrado presente sólidos suspendidos y/o sedimentables.
- El extracto obtenido será analizado por Absorción Atómica

3.5 Preparación de estándares para Curvas de Calibración / Lectura en el Equipo de Absorción Atómica

Una vez terminada la extracción y/o digestión de muestras, se deberá acondicionar la muestra dependiendo de que analito se quiera determinar, para que la lectura y calibración se desarrollen sin inconvenientes.

3.5.1 Espectrometría de Absorción Atómica

En el presente documento se propone analizar las muestras que han sido previamente digestadas mediante Espectrometría de Absorción Atómica cuyo principio se base en que una luz de una longitud de onda característica del elemento de interés se emite a través del vapor atómico del elemento. Los átomos absorben parte de esta luz. Se mide la cantidad de luz absorbida lo que está teniendo

una relación directa con la concentración del elemento en la muestra.(Csuros & Csuros, 2016)

Atomización con Llama

Los metales en solución pueden ser fácilmente determinados mediante espectrofotometría de absorción atómica por llama (aspiración directa). El método es simple, rápido y aplicable a una gran cantidad de muestras ambientales, incluyendo, agua subterránea, muestras acuosas, extractos, desechos industriales, suelos, lodos, sedimentos y otros residuos. El análisis de elementos disueltos no requiere digestión si la muestra ha sido filtrada y luego acidificada. (United States Environmental Protection Agency, 2007)

En un atomizador de llama, una solución de la muestra se nebuliza mediante un flujo de oxidante gaseoso mezclado con un combustible también gaseoso y se lleva hacia una llama donde ocurre la atomización, en la llama ocurre un conjunto complejo de procesos interconectados, como son; la desolvatación, en la que el disolvente se evapora para producir un aerosol molecular finamente dividido, la volatilización para formar moléculas de gas y la disociación de la mayor parte de dichas moléculas produce un gas atómico. Algunos de los átomos del gas se ionizan para formar cationes y electrones.

Otras moléculas y átomos se producen en la llama como resultado de las interacciones del combustible con el oxidante y con las distintas especies de la muestra.(Skoog et al., 2018)

Generación de Hidruros

En la técnica de generación de hidruros la muestra se introduce como un gas, este procedimiento incrementa los límites de detección ya que es una técnica analítica muy sensible, se recomienda aplicar medidas de seguridad adecuada debido a que varias de estas especies analizadas son muy tóxicas, y es muy importante determinarlas en niveles de concentración bajos.(Skoog et al., 2018)

La generación de hidruros también se puede usar con Absorción Atómica utilizando una celda especial de cuarzo calentado en lugar del cabezal del quemador de llama tradicional.(Technologies, 2019).

3.5.2 Cadmio, Cd, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Cadmio

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 3: Preparación de estándares para análisis de Cadmio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	0.2	2	100	Aforar cada estándar (Cd) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	2	0.5	0.02	50	
2	2	1	0.04	50	
3	2	1.5	0.06	50	
4	2	2.5	0.1	50	
5	2	5	0.2	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.3 Níquel, Ni, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Níquel

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 4: Preparación de estándares para análisis de Níquel por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	2	20	100	Aforar cada estándar (Ni) con agua Acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	20	0.5	0.2	50	
2	20	1.25	0.5	50	
3	20	2.5	1	50	
4	20	3.75	1.5	50	
5	20	5	2	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.4 Plomo, Pb, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con

Propipeta (pera de succión)

- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Plomo

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 5: Preparación de estándares para análisis de Plomo por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	3	30	100	Aforar cada estándar (Pb) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	30	0.5	0.3	50	
2	30	1	0.6	50	
3	30	1.5	0.9	50	
4	30	2.5	1.5	50	
5	30	5	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.5 Cromo, Cr, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Cromo

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 6: Preparación de estándares para análisis de Cromo por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	2.5	25	100	Aforar cada estándar (Cr) con agua Acidulada al 1% de HNO ₃ Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	25	0.6	0.3	50	
2	25	1	0.5	50	
3	25	2	1	50	
4	25	3	1.5	50	
5	25	4	2	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

Nota: Para realizar la determinación de Cromo en el equipo de Absorción Atómica se deberá contar con Óxido Nitroso y Acetileno, ya que la llama necesaria deberá contar con mayor poder calórico para que el equipo detecte este elemento.

3.5.6 Cobre, Cu, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Cu

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 7: Preparación de estándares para análisis de Cobre por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar (Cu) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	1.25	0,25	50	
2	10	2.5	0,5	50	
3	10	5	1	50	
4	10	10	2	50	
5	10	15	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.7 Hierro, Fe, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Fe

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 8: Preparación de estándares para análisis de Hierro por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama, Rango Bajo

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
Stock	1000	2.5	25	100	Aforar cada estándar (Fe) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá
1	25	0,5	0,25	50	
2	25	1	0,5	50	
3	25	2	1	50	

4	25	4	2	50	utilizar agua ultrapura (Tipo I)
5	25	6	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

La preparación de Estándares dependerá de la sensibilidad del equipo y de las concentraciones esperadas, por lo cual se plantea una curva de calibración con concentraciones más altas

Tabla 9: Preparación de estándares para análisis de Hierro por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama, Rango Alto

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	5	50	100	Aforar cada estándar (Fe) con agua acidulada al 1% de HNO ₃ Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	50	0,5	0,5	50	
2	50	1	1	50	
3	50	2	2	50	
4	50	4	4	50	
5	50	5	5	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.8 Manganeso, Mn, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Mn

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 10: Preparación de estándares para análisis de Manganeso por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	2,5	25	100	Aforar cada estándar (Mn) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	25	0,5	0,25	50	
2	25	1	0,5	50	
3	25	2	1	50	
4	25	4	2	50	
5	25	8	4	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.9 Zinc, Zn, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas

- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Nítrico (HNO_3)
- Estándar de Zn

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 11: Preparación de estándares para análisis de Zinc por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar (Zn) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	0.5	0.1	50	
2	10	1	0.2	50	
3	10	2.5	0.5	50	
4	10	5	1	50	
5	10	10	2	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.10 Mercurio, Hg, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Clorhídrico (HCl)
- Hidróxido de Sodio (NaOH)
- Borohidruro de Sodio (NaBH₄)
- Estándar de Mercurio

PROCEDIMIENTO

Antes de la Determinación de Mercurio debemos preparar las siguientes soluciones

Preparar una solución de HCl al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares

Solución 1

Solución al 10% de Ácido Clorhídrico (HCl) V/V

Para preparar 1L de Solución 1 medir 100 ml de HCl y aforar

Solución 2

Solución al 0.5% de Hidróxido de Sodio (NaOH)+Solución de al 0.6% Borohidruro de Sodio (NaBH₄)

Para preparar 1L de Solución 2 Pesar 5 gramos de NaOH y 6 gramos de Borohidruro, disolver el NaOH y colocar el (NaBH₄), una vez disuelto todo aforar.

Tabla 12: Preparación de estándares para análisis de Mercurio por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observación	
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	Concentración Obtenida en (ppb o µg/l)	Aforar cada estándar con agua acidulada al 1% de HCl
Stock	1000	0.1	1	100		
1	1	0.25	0.005	50	5	
2	1	0.5	0.01	50	10	
3	1	1	0.02	50	20	
4	1	1.5	0.03	50	30	
5	1	2	0.04	50	40	Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.11 Arsénico, As, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Clorhídrico (HCl)
- Hidróxido de Sodio (NaOH)
- Borohidruro de Sodio (NaBH₄)
- Estándar de Arsénico
- Agua acidulada 10% de HCl

PROCEDIMIENTO

Antes de realizar la determinación de la concentración de Arsénico se debe preparar la Solución Reductora la cual está compuesta por los siguientes reactivos.

Solución al 10% de Yoduro de Potasio (KI) m/v + Solución al 10% de Ácido Ascórbico (C₆H₈O₆) m/v

Tomar un volumen de 16 ml de muestra a las cuales:

Se adiciona 2 ml de la solución Reductora en cada muestra

Se adiciona 2 ml de Ácido Clorhídrico concentrado en cada muestra

Para la lectura en el Equipo de Absorción Atómica se debe preparar las siguientes soluciones para la generación de Hidruros.

Solución al 0.5% de Hidróxido de Sodio (NaOH) + Solución de al 0.6% Borohidruro de Sodio (NaBH₄).

Tabla 13: Preparación de estándares para análisis de Arsénico por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros

Nivel	C1	V1	C2	V2	Observación	
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	Concentración Obtenida en (ppb o µg/l)	Nota I: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
Stock	1000	0.1	1	100		
1	1	0.25	0.005	50	5	
2	1	0.5	0.01	50	10	Nota II: El mismo tratamiento que se le da a las muestras se les debe dar a los estándares.
3	1	1	0.02	50	20	
4	1	2	0.04	50	40	
5	1	2.5	0.05	50	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

Dejar en reposo durante al menos 2 horas para que se dé la reacción de reducción y leer inmediatamente (Nota: Preparar la muestra siempre y cuando se esté seguro de realizar la lectura, NO se puede guardar estas soluciones).

3.5.12 Selenio, Se, por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros.

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)

- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Ácido Clorhídrico (HCl)
- Ácido Clorhídrico (HCl al 10%)
- Hidróxido de Sodio (NaOH)
- Borohidruro de Sodio (NaBH₄)
- Estándar de Arsénico

PROCEDIMIENTO

Antes de realizar la determinación de la concentración de Selenio se debe preparar la Solución

Tomar un volumen de 5 ml de muestra a las cuales:

Se adiciona 5 ml de Ácido Clorhídrico concentrado en cada muestra

Calentar a baño maría a 90 °C por 30 minutos

Para la lectura en el Equipo de Absorción Atómica se debe preparar las siguientes soluciones para la generación de Hidruros.

Solución 1

Solución al 10% de Ácido Clorhídrico (HCl) V/V

Solución 2

Solución al 0.5% de Hidróxido de Sodio (NaOH)+Solución

de al 0.6% Borohidruro de Sodio (NaBH_4).

Tabla 14: Preparación de estándares para análisis de Selenio por Espectrometría de Absorción Atómica – Generación de Hidruros

Nivel	C1	V1	C2	V2	Observación	
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	Concentración Obtenida en (ppb o $\mu\text{g/l}$)	
Stock	1000	0.1	1	100		Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	1	0.5	0.01	50	10	
2	1	1	0.02	50	20	
3	1	1.5	0.03	50	30	
4	1	2	0.04	50	40	Nota II: el mismo tratamiento que se le da a las muestras se le debe dar a los estándares
5	1	2.5	0.05	50	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

(Nota: Preparar la muestra siempre y cuando se esté seguro de realizar la lectura, NO se puede guardar estas soluciones).

3.5.13 Calcio, Ca, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)

- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Estándar de Calcio

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 15: Preparación de estándares para análisis de Calcio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	2,5	0,5	50	
2	10	5	1	50	
3	10	10	2	50	
4	10	20	4	50	
5	10	30	6	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.14 Sodio, Na, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas

- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Estándar de Sodio

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 16: Preparación de estándares para análisis de Sodio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar (Na) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	1	0,2	50	
2	10	2,5	0,5	50	
3	10	5	1	50	
4	10	10	2	50	
5	10	15	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

La preparación de Estándares dependerá de la sensibilidad del equipo y de las concentraciones esperadas, por lo cual se plantea una

curva de calibración con concentraciones más bajas.

Tabla 17: Preparación de estándares para análisis de Sodio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama - Rango Bajo

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	0,5	5	100	Aforar cada estándar (Na) con agua acidulada al 1% de HNO ₃
1	5	0,5	0,05	50	
2	5	1	0,1	50	
3	5	2	0,2	50	
4	5	5	0,5	50	Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
5	5	7,5	0,75	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.15 Potasio, K, por Espectrometría de Absorción Atómica - Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Estándar de Potasio

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO_3 al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 18: Preparación de estándares para análisis de Potasio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar (K) con agua acidulada al 1% de HNO_3 Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	2,5	0,5	50	
2	10	5	1	50	
3	10	10	2	50	
4	10	12,5	2,5	50	
5	10	15	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

3.5.16 Magnesio, Mg, por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados

EQUIPOS

- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Estándar de Magnesio

PROCEDIMIENTO

Preparar una solución de HNO₃ al 1%, el volumen necesario para aforar los estándares.

Tabla 19: Preparación de estándares para análisis de Magnesio por Espectrometría de Absorción Atómica -Llama.

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración Inicial (ppm)	Valor a Tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a Aforar (ml)	
STOCK	1000	1	10	100	Aforar cada estándar (Mg) con agua acidulada al 1% de HNO ₃ Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	10	2,5	0,5	50	
2	10	5	1	50	
3	10	10	2	50	
4	10	12,5	2,5	50	
5	10	15	3	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

PROCESAMIENTO DE RESULTADOS DE mg/L A mg/kg

Luego de realizadas las lecturas en el equipo, procedemos a realizar el cambio de unidades (por tratarse de un sólido), para lo cual vamos a usar la siguiente fórmula.

$$C \frac{mg}{kg} = \frac{(C_{Equipo} * FD) * (V_m * \frac{1l}{1000ml})}{P_m * \frac{1kg}{1000g}}$$

Donde:

C= Concentración a obtener del Analito en mg/kg

C Equipo= Concentración del Analito obtenido en el Equipo en mg/l

FD= Factor de Dilución, en caso de que concentración del producto exceda del rango lineal del método (estándar más alto en la curva de calibración), diluya y analice la muestra, por ejemplo 5 ml a 25 ml, tenemos un FD de 5

V_m= Volumen de la Muestra en mililitros (mL), volumen al que se afora luego de la digestión

P_m= Peso de la Muestra en gramos (g),

En la formula se incluye los factores de conversión de g a kg y de ml a litros.

3.6 Determinación de Fósforo por Espectrofotometría Ultravioleta Visible (UV-Vis)

El método referenciado se utilizaba para la determinación de fósforo utilizando la técnica de espectrofotometría para medir la concentración en forma de ortofosfato (PO_4^{3-}) en una muestra. (4500-P PHOSPHORUS - Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater, 2018)

El procedimiento implica la adición de reactivos específicos a la muestra de agua, seguida de una reacción química que produce un compuesto coloreado (azul). En el método se mide la absorbancia de la muestra a una longitud de onda de 880 nm. Para este proceso se lo realizará a partir de las muestras tratadas por digestión ácida para metales

MATERIALES

- Pipetas Automáticas de Volumen Variable y/o con sus respectivas puntas
- Pipetas Volumétricas de Vidrio de diferentes volúmenes con Propipeta (pera de succión)
- Balones aforados de diferentes volúmenes los necesarios para la preparación de reactivos y Estándares
- Tubos de Centrifuga (para colocar muestras)

EQUIPOS

- Potenciómetro
- Cabina de extracción

REACTIVOS

- Molibdato de Amonio
- Tartrato de Potasio
- Ácido Sulfúrico
- Ácido Ascórbico

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Solución A

Disuelva 60 g de Molibdato de Amonio en 200 ml de agua
Añadir 1.455 g de Tartrato de Antimonio y Potasio, disuelva
Añadir 700 ml de Ácido Sulfúrico **Nota:** al momento de
Agregar el ácido debe ser lenta y con agitación leve, al realizar este
procedimiento se notará que aumenta la temperatura de la solución,
la cual se debe dejar enfriar y una vez a temperatura ambiente aforar
a 1 litro.

Solución B

Ácido Ascórbico: Disuelva 132 g de ácido ascórbico en agua
y complete a 1 litro en un balón aforado

Guardar las dos soluciones en una refrigeradora, para
almacenar

Solución de Trabajo (Solución de Color), esta solución
desarrollará la coloración necesaria para el análisis:

Nota: Recomendación

Se deberá preparar la solución de trabajo

Tomar 35 ml de la Solución A, agregar 800 ml de agua,
mezclar bien y añadir 10 ml de Solución B, aforar a 1 litro

Nota: Se necesita 5 ml de esta solución por cada muestra y
estándar.

PROCEDIMIENTO

Tomamos 5 ml de la muestra procedente de la digestión

ácida, la cual, con ayuda de una solución de hidróxido de sodio, vamos a llevar a un pH de entre 3 a 3.5

Una vez estabilizado el pH a ese valor aforamos a un volumen conocido que puede ser de 50 a 100 ml con la ayuda de un balón aforado, tomando en cuenta siempre el factor de dilución que se ha realizado.

Preparamos los estándares para la curva de calibración para Fósforo

Tabla 20: Preparación de estándares para análisis de Fósforo por Espectrometría Ultravioleta-Visible (UV-Vis).

NIVEL	C1	V1	C2	V2	Observaciones
	Concentración inicial (ppm)	Valor a tomar de la concentración inicial (ml)	Concentración a la que se quiere llevar (ppm)	Volumen a aforar (ml)	
STOCK	10000	0,25	25	100	Nota: se deberá utilizar agua ultrapura (Tipo I)
1	25	0,2	0,1	50	
2	25	0,8	0,4	50	
3	25	1,6	0,8	50	
4	25	3	1,5	50	
5	25	4	2	50	

Fuente: Elaborado por los Autores

Una vez aforado y preparados los reactivos, tomamos 5 ml de la solución previamente aforada y 5 ml de cada estándar y adicionamos 5 ml de la Solución de Color para Fósforo.

Esperamos 15 minutos para que se dé la reacción de color

Preparar el espectrofotómetro a 880 nm para la lectura de estándar y muestras

Una vez preparado el Espectrofotómetro, y calibrado con las soluciones estándar, se lee las muestras.

PROCESAMIENTO DE RESULTADOS DE mg/L A mg/kg

Luego de realizadas las lecturas en el equipo, procedemos a realizar el cambio de unidades (por tratarse de un sólido), para lo cual vamos a usar la siguiente fórmula.

$$C \frac{mg}{kg} = \frac{(C_{Equipo} * FD) * (V_m * \frac{1l}{1000ml})}{P_m * \frac{1kg}{1000g}}$$

Donde:

C= Concentración a obtener del Analito en mg/kg

C_{Equipo}= Concentración del Analito obtenido en el Equipo en mg/l

FD= Factor de Dilución, en caso de que concentración del producto exceda del rango lineal del método (estándar más alto en la curva de calibración), diluya y analice la muestra, por ejemplo 5 ml a 25 ml, tenemos un FD de 5

Tomar en cuenta todas las diluciones realizadas, antes y durante la lectura en el equipo

V_m= Volumen de la Muestra en mililitros (mL), volumen al

que se afora luego de la digestión

P_m = Peso de la Muestra en gramos (g),

En la formula se incluye los factores de conversión de g a kg
y de ml a litros.

BIBLIOGRAFÍA

- Ambiente, C. D. E. M., & De La Junta, D. E. A. (1999). *Los Criterios Y Estándares Para Declarar Un Suelo Contaminado En Andalucía Y La Metodología Y Técnicas De Toma De Muestra Y Análisis Para Su Investigación*.
- 4500-P Phosphorus - Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 23rd. (2018). <https://www.standardmethods.org/doi/10.2105/smww.2882.093>
- Astm-D-2216-19. (2019). Standard Test Method For Laboratory Determination Of Water (Moisture) Content Of Soil And Rock By Mass. *Astm International*, January, 1-5. <https://www.astm.org/D2216-19.html>
- Astm D1193-06. (2011). Standard Specification For Reagent Water. En *Astm International*. <https://www.astm.org/D1193-99.html>
- Astm D2974. (2020). Standard Test Methods For Determining The Water (Moisture) Content, Ash Content, And Organic Material Of Peat And Other Organic Soils. *Astm International*, 1-4. <https://www.astm.org/D2974-20e01.html>
- Chávez-Ramos, K., & Bonilla-Martínez, D. (2014). La Formación De Precipitados Bajo El Efecto De La Acidez En El Método De Mohr. *Educación Química*, 25(4), 440-445.

[Http://Www.Scielo.Org.Mx/SciELO.Php?Script=Sci_Arttext&Pid=S0187-893x2014000400006&Lng=Es&Nrm=Iso&Tlng=Es](http://Www.Scielo.Org.Mx/SciELO.Php?Script=Sci_Arttext&Pid=S0187-893x2014000400006&Lng=Es&Nrm=Iso&Tlng=Es)

Chemists., A. Of O. A. (2023a). *Aoac 934.01-1934, Loss On Drying (Moisture) At 95°C-100°C For Feed - Aoac Official Method*.
[Http://Www.Aoacofficialmethod.Org/Index.Php?Main_Page=Product_Info&Products_Id=671](http://Www.Aoacofficialmethod.Org/Index.Php?Main_Page=Product_Info&Products_Id=671)

Chemists., A. Of O. A. (2023b). *Aoac 978.04-1978, Nitrogen (Total) (Crude Protein) In Plants. : Aoac Official Method*.
[Http://Www.Aoacofficialmethod.Org/Index.Php?Main_Page=Product_Info&Cpath=1&Products_Id=1116](http://Www.Aoacofficialmethod.Org/Index.Php?Main_Page=Product_Info&Cpath=1&Products_Id=1116)

Composting Counsil. (S. F.). *Test Methods For The Examination Of Composting And Compost*.
[Https://Www.Compostingcouncil.Org/Page/Tmecc?&Hhsearchterms=%22tmecc%22](https://Www.Compostingcouncil.Org/Page/Tmecc?&Hhsearchterms=%22tmecc%22)

Csuros, M., & Csuros, C. (2016). *Environmental Sampling And Analysis For Metals*. Crc Press.

Epa, U. S. (2019). U.S. Epa Method 3051a: Microwave Assisted Acid Digestion Of Sediments, Sludges, And Oils. En *Us Epa*.
[Https://Www.Epa.Gov/Hw-Sw846/Sw-846-Test-Method-3051a-Microwave-Assisted-Acid-Digestion-Sediments-Sludges-Soils-And](https://Www.Epa.Gov/Hw-Sw846/Sw-846-Test-Method-3051a-Microwave-Assisted-Acid-Digestion-Sediments-Sludges-Soils-And)

Flores Delgadillo, L., & Alcalá Martínez, J. R. (2010). *Manual De Procedimientos Analíticos. Física De Suelos*.
[Https://Docplayer.Es/6383660-Manual-De-Procedimientos-Analiticos-Fisica-De-Suelos.Html](https://Docplayer.Es/6383660-Manual-De-Procedimientos-Analiticos-Fisica-De-Suelos.Html)

- Folin, O., & Ciocalteu, V. (1927). On Tyrosine And Tryptophane Determinations In Proteins. *Journal Of Biological Chemistry*, 73(2), 627-650. [https://doi.org/10.1016/S0021-9258\(18\)84277-6](https://doi.org/10.1016/S0021-9258(18)84277-6)
- Hach, C. (2000). Manual De Análisis De Agua. *Loveland, Colorado, Ee. Uu.*
- Henríquez, M., Pérez, J., Gascó, J. M., & Rodríguez, O. (2005). Determinación De La Capacidad De Intercambio Catiónico En Arena Y Caolín Usando Acetato De Amonio, Acetato De Sodio Y Cloruro De Amonio. *Bioagro*, 17(1), 59-62. http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1316-33612005000100008&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- Hernando, C., & Rengifo, A. (1974). Comparacion De Cinco Metodos Para Determinar Capacidad De Intercambio Cationico En Suelos Alcalinos. *Acta Agronómica*, 24(1-4), 66-92. <https://doi.org/10.15446/acag>
- Iso. (1995). *Soil Quality. Determination Of Total Nitrogen - Modified Kjeldahl Method. Iso 11261:1995*. 1995, 4. <https://www.iso.org/standard/19239.html>
- Iso 11265:1994 - *Soil Quality — Determination Of The Specific Electrical Conductivity*. (S. F.). Recuperado 5 De Abril De 2023, De <https://www.iso.org/standard/19243.html>
- Ministerio Del Ambiente. (2015). *Acuerdo Ministerial 097a-Edición Especial* No. 387. 1-184. <https://www.registroficial.gob.ec/index.php/registro-oficial->

Web/Publicaciones/Ediciones-Especiales/Item/5550-Edición-
Especial-No-387

Normalización Española. (2001). *Une-En 13342:2001
Caracterización De Lodos. Determinación Del ...*
<https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma?C=N0024735>

Organización De Las Naciones Unidas. (2019). *Definiciones | Portal
De Suelos De La Fao | Organización De Las Naciones Unidas
Para La Alimentación Y La Agricultura.* 2019.
<https://www.fao.org/soils-portal/soil-survey/clasificacion-de-suelos/sistemas-numericos/propiedades-quimicas/es/>

Osorio, W., & Casamitjana, M. (2012). Toma De Muestras De Suelo
Para Evaluar La Fertilidad Del Suelo. *Manejo Integral Del
Suelo Y Nutrición Vegetal*, 1(1), 23-28.

Radojevic, M., Bashkin, V., & Bashkin, V. N. (2006). *Practical
Environmental Analysis*. Royal Society Of Chemistry.

Rodríguez, O., & Rodríguez, A. (2002). Comparación De La Cic En
Dos Suelos, Utilizando Acetato De Amonio, Acetato De Sodio
Y Cloruro De Amonio. *Revista De La Facultad De Agronomía*,
19(4), 253-263.
http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-78182002000400001&lng=es&nrm=iso&tlng=es

Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2018). *Principios De
Análisis Instrumental*. McGraw-Hill Madrid.

Soil Sampling | *Us Epa.* (2020). *Us Epa.*

<https://www.epa.gov/quality/soil-sampling>

Standard Methods. (2011). *1060 Collection And Preservation Of Samples - Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater*. 1060.
<https://www.standardmethods.org/doi/10.2105/smww.2882.09>

Standardization, I. O. For. (2002). *Iso 10381-2: Soil Quality-Sampling. Part 2: Guidance On Sampling Techniques*. International Organization For Standardization Geneva.

Sw-846 Test Method 9045d: Soil And Waste Ph | Us Epa. (2004).
<https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-9045d-soil-and-waste-ph>

Technologies, T. (2019). *Icp Glossary Of Terms*.
<https://www.teledyneleemanlabs.com/resource/documents/icp-glossary-of-terms.pdf>

Thiex, N., Novotny, L., & Crawford, A. (2012). Determination Of Ash In Animal Feed: Aoac Official Method 942.05 Revisited. En *Journal Of Aoac International* (Vol. 95, Número 5, Pp. 1392-1397). Oxford Academic.
<https://doi.org/10.5740/jaoacint.12-129>

United States Environmental Protection Agency. (2007). *Sw-846 Test Method 7000b: Flame Atomic Absorption Spectrophotometry*.
<https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-7000b-flame-atomic-absorption-spectrophotometry>

Usepa. (2014). *Chapter Three Of The Sw-846 Compendium*.

<https://www.epa.gov/hw-sw846/chapter-three-sw-846-compendium-inorganic-analytes>

Usepa (United States Environmental Protection Agency). (1996). *Epa Method 3050b Acid Digestion Of Sediments, Sludges And Soils, Sw-846 Revision 2. October, 2012.*
<https://www.epa.gov/esam/epa-method-3050b-acid-digestion-sediments-sludges-and-soils>

Walkley, A., & Black, I. A. (1934). An Examination Of The Degtjareff Method For Determining Soil Organic Matter, And A Proposed Modification Of The Chromic Acid Titration Method. *Soil Science*, 37(1).
https://journals.lww.com/soilsci/fulltext/1934/01000/an_examination_of_the_degtjareff_method_for.3.aspx

Zucconi, F. And De Bertoldi, M. (1987) *Compost Specifications For The Production And Characterization Of Compost From Municipal Solid Waste. In De Bertoldi, M., Ferranti, M.P., L'Hermite, M.P. And Zucconi, F., Eds., Compost Production, Quality And Use, El. (S. F.).* Recuperado 11 De Mayo De 2023, De
[https://www.scirp.org/\(S\(Lz5mqp453edsnp55rrgjt55\)\)/Reference/Referencespapers.aspx?Referenceid=1463430](https://www.scirp.org/(S(Lz5mqp453edsnp55rrgjt55))/Reference/Referencespapers.aspx?Referenceid=1463430)

Zucconi, F. (1981). Evaluating Toxicity Of Immature Compost. *Biocycle*, 22(2), 54-57.

DE LOS AUTORES

Irene del Carmen Gavilanes Terán



Ecuatoriana, Doctora en Química en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Máster en Protección Ambiental y Magíster en Nutrición Clínica. Máster en Gestión Tratamiento y Valorización de Residuos Orgánicos con premio honorífico de graduación en la Universidad Miguel Hernández de Elche-España. Ganadora de una beca para estudios de doctorado “SENESCYT CONVOCATORIA 2011”. Doctora en Recursos y Tecnologías Agrarias, Agroambientales y Alimentarias en la Universidad Miguel Hernández de Elche-España, con grado honorífico de Cum laude. Directora del grupo de investigación GAIBAQ “Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología, Ambiente y Química de la Facultad de Ciencias-ESPOCH. Su labor académica está centrada en estudios de Grado y Posgrado. Directora y Co-directora de Tesis de

Doctorado en la Universidad Miguel Hernández de Elche (España). Editora de la Revista indexada Perfiles. Miembro de la REC (Red Española de Compostaje) y RACAL (Red para el Análisis de la Calidad Ambiental en América Latina). Su campo investigativo está relacionado con la Gestión, Tratamiento y Valorización de Residuos orgánicos generados en varios sectores (agrícolas, ganaderos, agroindustriales, urbanos) vinculando su actividad investigativa con la Seguridad Alimentaria y áreas de Salud. Producto de su trabajo ha participado en Congresos Nacionales e Internacional publicando los resultados de sus investigaciones en revistas científicas internacionales indexadas y de alto impacto. Coautora de más de 40 obras de relevancia, y con producción científica en revistas de alto impacto investigativo Q1 (SJR <10%), además de revisora de artículos científicos para revistas indexadas. Ha dirigido y participado en proyectos nacionales e internacionales en colaboración con Empresas Públicas y Privadas, así como Universidades Internacionales.

Cristian Andrés Chuquín Enríquez



Ecuatoriano, Ingeniero en Biotecnología Ambiental, graduado en 2013 de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y miembro del Grupo Asociado de Investigación en Biotecnología Ambiental y Química. Posee más de diez años de experiencia en laboratorio de análisis, inspección e investigación de diferentes matrices, como agua, suelo, aire, alimentos, residuos orgánicos y tejido vegetal, con amplia experiencia en el uso de diferentes técnicas analíticas e instrumentales, como potenciometría, conductimetría, gravimetría, colorimetría, volumetría y espectrometría UV-VIS, AAS, CVAA, ICP-AES e ICP-MS. Ha participado en la elaboración de procedimientos específicos, instructivos, validación de métodos y mantenimiento preventivo básico de equipos de laboratorio, adicionalmente cuenta con experiencia en el monitoreo ambiental y la toma de muestras de diferentes matrices, como agua (naturales, residuales, embotelladas, potable, marinas), suelos (agrícolas,

industriales), lixiviados y ha trabajado con sistemas de gestión en la norma ISO 17025 y auditorías de la misma. Actualmente, trabaja como técnico de investigación del Instituto de Investigaciones de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Víctor Hugo Valverde Orozco



Doctorando del programa de doctorado en Recursos y Tecnologías Agrarias, Agroambientales y Alimentarias por la Universidad Miguel Hernández de Elche (España). Máster Universitario de Investigación en Gestión, Tratamiento y Valorización de Residuos Orgánicos por la Universidad Miguel Hernández de Elche (España), Ingeniero Químico por la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (Ecuador), Docente e investigador de la Universidad Nacional de Chimborazo, la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, y la Universidad Estatal Amazónica, en las ramas de Química, Agroindustria y Ambiente, se ha desempeñado como Técnico de Laboratorio y Técnico de Investigación, posee experiencia en manejo de equipos, métodos y procedimientos de análisis. Ha participado en el equipo de trabajo de 5 proyectos de investigación nacionales e internacionales y publicado más de 16 artículos de divulgación científica en revistas

internacionales de alto impacto, capítulos de libro y congresos nacionales e internacionales. Las líneas de investigación en las que actualmente se desempeña son la gestión de residuos y subproductos procedentes de sistemas agroindustriales, tecnologías para el desarrollo de nuevos productos, mantenimiento de la calidad y seguridad de alimentos de origen animal y vegetal, y protección del medio ambiente. Los resultados de sus investigaciones se plasman en obras de divulgación científica y proyectos sostenibles ejecutados en beneficio de la comunidad.



PUERTO MADERO
EDITORIAL

ISBN 978-631-6557-03-2



9 786316 557032