

EFFECTO DEL PROCESAMIENTO DE LA MUESTRA EDAFICA SOBRE LA CONCENTRACION DE LOS NITRATOS DEL SUELO

Mabel E. Vázquez y L. A. Barberis (1)

Recibido: 2/6/82

Aceptado: 29/6/82

RESUMEN

En el presente trabajo se estudió el efecto del procesamiento de la muestra de suelo sobre la concentración de los nitratos. Con tal fin se muestreó un suelo caracterizado como brunizem planosólico, perteneciente a la serie Navarro, a lo largo del año.

Los muestreos edáficos se realizaron en otoño, invierno y primavera sobre una superficie de una hectárea y a dos profundidades (0-18, 18-30 cm). El sistema de muestreo fue de tipo sistemático con diagrama de cuadrícula y el número de muestras extraídas fue de 50 a 100/ha. El mismo esquema se repitió en dos potreros contiguos, con y sin remoción cultural.

Las muestras extraídas se acondicionaron de dos maneras: a) secado a la sombra y temperatura ambiente, b) se mantuvieron húmedas en congelador una semana. En las mismas se determinó la concentración de nitratos por extracción con sulfato cúprico 0,02 N y determinación colorimétrica.

El secado a temperatura ambiente provocó incrementos en la concentración de nitratos. Estos incrementos fueron variables a lo largo del año, difiriendo con el manejo cultural y la profundidad.

Las medidas de dispersión generadas por este procedimiento fueron menores.

THE EFFECT OF SAMPLE HANDLING ON SOIL NITRATE CONCENTRATION

SUMMARY

The effect of the soil sample pretreatment on the level of soil nitrates was studied. Samples were taken in autumn, winter and spring of a planosol brunizem, of the Navarro series, located in Luján, Buenos Aires Province.

A surface of one hectare was systematically sampled by means a grid, 50 to 100 samples were taken at two depths, 0-18 and 18-30 cm. Two side by side plots with and without plowry were sampled.

Two ways of conditioning in the samples were applied: a) shadow drying at room temperature, b) humid freezing during one week. Colorimetric determination of NO_3^- extracted with SO_4Cu 0,02 N was performed.

Drying at room temperature provoked increasing concentration of NO_3^- . These increments varied along the year and differed with the labours and depth of sampling.

The dispersion values due to this processing are smaller.

(1) Cátedra de Fertilidad y Fertilizantes, Departamento de Suelos, Facultad de Agronomía, Universidad de Buenos Aires, Av. San Martín 4453, (1417) Buenos Aires, Argentina:

INTRODUCCION

Entre la extracción de una muestra de suelo y su análisis químico, media un período de longitud indeterminada, donde las muestras reciben distintos tratamientos de acondicionamiento.

Se ha encontrado que para muchas determinaciones químicas la modalidad del acondicionamiento puede alterar seriamente el valor real de la misma.

Pueden citarse ejemplos como los de Peverill, Briner y Douglas (1975), para azufre y potasio extractable, con secado a 40°C respecto de temperatura ambiente o almacenaje en bolsas de papel respecto de envase plástico hermético con agregado de bacteriostático.

Bartlett y James (1980) informan que el almacenado y secado modifican la solubilidad de la materia orgánica y su capacidad de ser oxidada, provocando la reducción del manganeso y aumentando la acidez de los suelos estudiados.

Específicamente para la determinación de nitratos, se pueden informar antecedentes tales como los presentados por Jackson (1964), quien aconseja el uso de tolueno para impedir que el nivel de nitratos se incremente si la determinación no es inmediata.

Resultados similares obtienen Northwest Soil and Plant Test Work Group (1974) en Estados Unidos y Smith (1972), quien registra incrementos en el tenor de nitratos de 10 ppm si la muestra se mantiene 2 días a temperatura ambiente en lugar de conservarse en congelador.

Por otro lado Králová *et al.* (1980) sostienen que a 4°C no existe variación en el nivel de nitratos, pero que a 22°C a partir de los cuatro días de almacenamiento en húmedo se puede producir un incremento de hasta 16 ppm. Incrementos similares obtienen Øien *et al.* (1980). En la Argentina Barberis *et al.* (1977) detectan una variación importante en el nivel de nitratos, entre la determinación inmediata respecto del secado al aire, el al-

macenaje en heladera 14 días ó 14 días a temperatura ambiente.

En este trabajo se pretende precisar la influencia del secado de la muestra en la determinación de los nitratos del suelo y realizar esta tarea para suelos con distinto manejo cultural.

MATERIALES Y METODOS

Suelos

Se trabajó con un suelo de un establecimiento del Pdo. de Luján, provincia de Buenos Aires, dentro de un área con pendientes suaves y levemente ondulada, con cotas entre 30 y 35 m s.n.m. Este suelo está caracterizado como brunizem planosólico y pertenece a la serie Navarro.

Es un suelo desarrollado sobre sedimentos loésicos franco limosos finos y en condiciones de cierto hidromorfismo. Se caracteriza por la presencia de un horizonte B₂ textural muy arcilloso, a partir de los 40 cm, con escurrimiento medio a lento (Barberis y Berasategui, inédito) Algunos resultados analíticos complementarios de estos suelos pueden verse en los trabajos de Conti *et al.* (1980, a) y Conti *et al.* (1980, b).

Dentro del establecimiento se identificaron 2 potreros contiguos pertenecientes a la misma serie y fase de suelo, pero sometidos a manejos culturales distintos. Un potrero permaneció todo el año del ensayo con una pradera polifítica sin ningún tipo de remoción cultural y el otro fue sembrado con rye-grass anual (*Lolium multiflorum*) a fines del mes de marzo, con las labores tradicionales para la zona, siendo pastoreado de junio a octubre.

Sistema de muestreo

En cada uno de los potreros se delimitó una superficie de una hectárea, teniendo la precaución de alejarse 100 m de los alambrados para evitar cualquier situación anómala.

Sobre cada superficie se extrajeron en el primer muestreo 100 muestras de la capa de 0-18 cm y 100 de la de 18-30 cm para cada potrero, respectivamente. Esta profundidad no superó el horizonte A.

Se utilizó un sistema de muestreo sistemático del tipo de cuadrícula, lo cual permite calcular la dispersión de los valores y reducir el número de tomas a 50 en los sucesivos muestreos, sin dejar de evaluar el límite de confianza conseguido respecto de un muestreo tan intenso como lo es el de 100 extracciones por hectárea.

Las muestras se extrajeron con pala, apartando una lonja central de la palada de forma prismática, de manera que toda la profundidad integrara la muestra.

Fechas de muestreo	Potrero sin remoción	Potrero con remoción
Primer muestreo (otoño)	1/5	15/5
Segundo muestreo (invierno)	20/7	21/8
Tercer muestreo (primavera)	15/10	1/11

Acondicionamiento de las muestras

Una vez extraídas las muestras, éstas se condujeron al laboratorio en bolsas plásticas aproximadamente en tres horas.

La mitad de cada muestra se guardó en congelador a -10°C y la otra mitad se extendió a la sombra y a temperatura ambiente. Cuando ésta se secó, se mortereó y se tamizó por malla de 2 mm.

El análisis químico se hizo una vez seca la muestra mantenida a temperatura ambiente y en un lapso no mayor a la semana para las mantenidas en congelador. Estas últimas fueron descongeladas dos horas antes del análisis y no se las tamizó, es decir la determinación se hizo sobre suelo húmedo inalterado.

Análisis químicos

El procedimiento analítico es similar para ambos acondicionamientos con ligeras variantes. El principio es la extracción con sulfato cúprico 0,02 N, sin sulfato de plata, pues éstos suelos poseen menos de 15 ppm de cloruros, y determinación colorimétrica por el método del fenol disulfónico según lo especificado por Jackson (1964). Se hicieron sin embargo algunas modificaciones para reducir la escala y se reemplazó el filtrado por el centrifugado.

En las muestras secas al aire el análisis se hizo sobre 5 g de suelo y con 25 ml de extractante en un tiempo total de agitado de 30 minutos. En las muestras húmedas se usaron 40 g de suelo con 200 ml de extractante y 50 minutos de agitado.

La razón de este incremento fue la heterogeneidad del material sin tamizado.

En ambos se determinó el contenido de humedad a 105°C y los resultados se expresaron sobre suelo seco a esa temperatura.

RESULTADOS

Como se mencionó antes, el primer muestreo estuvo integrado por 100 extracciones, la reducción a 50 en los posteriores muestreos generó un límite de confianza alrededor de la media que figura en el Cuadro 1.

En el Cuadro 2 se transcriben los resultados obtenidos en las tres épocas de muestreo.

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Resulta claro que los valores obtenidos por ambos procesamientos se vinculan estrechamente. Se ha calculado el coeficiente de correlación entre los valores promedio para cada fecha de extracción y profundidad, el cual alcanzó el nivel de 0,78, significativo al 1% y por supuesto de carácter positivo.

CUADRO 1: Límites de confianza generados al reducir el número de extracciones.

Determinación	Profundidad (cm)	Límite de confianza	
		(ppm)	(% de la media)
Nitratos (húmedo)	0 - 18	12,63	29,70
	18 - 30	7,40	34,23
Nitratos (seco)	0 - 18	12,03	22,82
	18 - 30	6,31	22,21

Por otro lado se observó que la determinación tras el proceso de secado tenía valores superiores a la hecha sobre la muestra mantenida húmeda en congelador, que se considera más fiel a la realidad. Solamente se registraron dos excepciones a este fenómeno y las mismas corresponden al muestreo de primavera para el potrero con remoción cultural.

Cuando se hizo el análisis estadístico de este último punto, comparando de a pares los valores promedio (de 50 ó 100 determinaciones) en grupos separados para cada fecha y profundidad de muestreo, se detectaron diferencias significativas al 5%, que verificaron el incremento del nivel de nitratos tras el proceso de secado de la muestra.

El efecto del incremento no quita validez a la medida como elemento de diagnóstico, pero sí el hecho de que este incremento sea sumamente variable.

Si se realizan los cálculos sobre los valores medios de cada fecha de muestreo, separadamente para sistemas con y sin remoción, el incremento es en promedio de un 60%, pero existen casos, como fuera mencionado, donde no hay tal incremento, y otros en cambio donde éste es de hasta un 150% (no debe olvidarse que estos resultados se obtuvieron de valores promedio de 50 ó 100 determinaciones). Si los cálculos se hacen sobre muestras individualmente, la situación se hace muchísimo más grave. La disparidad no sigue un curso definido, por lo menos no predecible.

Por otro lado se estudió si el incremento generado por el proceso de secado tenía las mismas magnitudes para cualquier fecha de

muestreo, y además si este modelo era equivalente para ambos sistemas culturales (Cuadro 3).

Resulta evidente que el incremento en la concentración, generado por el proceso del secado, es en valores absolutos y porcentuales, variable según la época de muestreo y que esto interactúa con el manejo cultural que se haga del suelo.

Este fenómeno puede tener lugar por tres razones particulares:

- a) La labilidad de la materia orgánica de la muestra. Esto hace que la misma sea más o menos susceptible de ser mineralizada y específicamente de ser nitrificada durante el período de secado. Dicha labilidad puede ser variable a lo largo del año por motivos tales como los siguientes:
 - Que haya residuos frescos recién incorporados.
 - Que se ejecute una remoción intensa del suelo, por ejemplo una arada poco antes del muestreo, que proporciona condiciones favorables para la mineralización "in situ" y deja materia orgánica menos lábil como sustrato de nueva mineralización para el proceso del secado.
- b) Las diferencias de temperatura y humedad relativa ambiente, entre las que acontece a campo y las que se proporcionan en un ambiente no climatizado para el secado. Se sabe que éstas son variables determinantes en el ritmo de mineralización. De acuerdo a la época del año estas diferencias pueden ser más o menos grandes.

CUADRO 2: Resultados Obtenidos**a) Nitratos en húmedo**

Potrero	Epoca de muestreo	Prof. (cm)	n	x	SD	S2	CV	
Sin remoción	Otoño	0 - 18	100	42,11	44,63	1.992,23	105,99	
		18 - 30	100	19,95	19,64	385,78	99,45	
	Invierno	0 - 18	50	16,71	22,09	487,86	132,18	
		18 - 30	50	14,28	30,43	925,98	213,09	
	Primavera	0 - 18	50	6,19	14,00	196,08	226,22	
		18 - 30	50	3,16	7,26	52,66	229,64	
	Con remoción	Otoño	0 - 18	100	58,88	27,12	765,39	46,06
			18 - 30	100	41,21	19,39	375,93	47,05
Invierno		0 - 18	50	5,60	9,96	99,16	177,82	
		18 - 30	50	5,21	3,38	11,41	64,85	
Primavera		0 - 18	50	21,22	21,81	475,62	102,67	
		18 - 30	50	14,59	17,97	323,06	123,19	

b) Nitratos en seco

Sin remoción	Otoño	0 - 18	100	56,56	43,82	1.919,42	77,43	
		18 - 30	100	30,77	23,95	573,80	77,85	
	Invierno	0 - 18	50	17,13	23,92	779,62	162,99	
		18 - 30	50	15,70	27,75	770,10	176,76	
	Primavera	0 - 18	50	7,96	13,64	186,15	171,40	
		18 - 30	50	7,61	9,41	88,56	123,66	
	Con remoción	Otoño	0 - 18	100	65,71	34,36	1.180,55	52,59
			18 - 30	100	48,09	21,02	441,80	43,71
Invierno		0 - 18	50	13,54	19,62	385,03	144,92	
		18 - 30	50	12,99	7,83	61,35	60,30	
Primavera		0 - 18	50	14,20	14,49	209,98	102,05	
		18 - 30	50	14,09	17,70	315,35	125,63	

N: Número de muestras

DS: Desviación standard

S2: Varianza

x: Media aritmética

CV: Coeficiente de variación

CUADRO 3: Efecto del acondicionamiento de la muestra a través de la época de muestreo y el sistema cultural.

Sistema Cultural	Epoca de muestreo	Profundidad							
		0 - 18 cm				18 - 30 cm			
		Concentración (ppm) en:		Diferencia		Concentración (ppm) en:		Diferencia	
húmedo 1	seco	(ppm)	% de (1)	húmedo 2	seco	(ppm)	% de (2)		
Sin remoción	Otoño	42,1	56,6	14,5	34,3	20,0	30,8	10,8	54,2
	Invierno	16,7	17,1	0,4	2,6	14,3	15,7	1,4	9,9
	Primavera	6,2	8,0	1,8	28,5	3,2	7,6	4,4	140,8
Con remoción	Otoño	58,9	65,7	6,8	11,5	41,2	48,1	6,9	16,6
	Invierno	5,6	13,5	7,9	141,9	5,2	13,0	7,8	149,3
	Primavera	21,2	14,2	-7,0	--	14,6	14,1	-0,5	--

c) Contenido hídrico de la muestra en el momento de la extracción, lo que determinará junto a los puntos citados en el ítem b), la duración del período del secado.

Otro punto destacable en el estudio de ambos tipos de procesamiento son las medidas de dispersión que éstos generan. Estadísticamente los coeficientes de variación para cada fecha, profundidad y tipo de remoción son superiores para el procesamiento del congelado previo a la determinación.

De manera que no sólo se altera la concentración en sí, sino también el tipo de distribución que ésta sigue. El proceso de secado es un impacto tan fuerte sobre la muestra que, aparentemente, logra homogeneizar medidas más dispersas originalmente.

De todo lo dicho hasta aquí, se desprende que las variables que controlan las concentraciones logradas para la determinación analítica de nitratos, con muestra seca a temperatura ambiente son numerosas. Esto hace que esta medida sea muy poco confiable como elemento de diagnóstico y se cuestione seriamente este tipo de procesamiento.

De todas maneras en caso de desearse trabajar sobre muestras secas por la comodidad que ésto implica, deberían estandarizarse la temperatura y la humedad de secado, así como el sistema de almacenamiento. Aún así no se aseguraría la confiabilidad de la medida de nitratos para suelos con diferentes características intrínsecas o de manejo.

CONCLUSIONES

- 1) El secado inmediato a temperatura ambiente y a la sombra incrementa el valor de nitratos respecto del de las muestras húmedas conservadas en congelador menos de una semana.
- 2) El incremento es en promedio de un 60%, pero su rango de variación va desde el incremento nulo hasta el 150%, sobre promedios de 50 muestras.
- 3) Los valores arrojados por ambos tipos de procesamientos son afectados por el sistema cultural aplicado y la época en que se extrae la muestra.
- 4) El procesamiento de secado de las mues-

tras disminuye la dispersión espacial de la determinación de nitratos.

- 5) Dado el número de variables que alteran el valor de la concentración de nitratos tras el secado de la muestra a temperatura ambiente, se deduce que este sistema de acondicionamiento no es aconsejable.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Peverill, Briner, Douglas, 1975. Changes in extractable sulphur and potassium levels in soil due to oven drying and storage. *Australian J. of Soil Sc.* 13, 1: 69-75.
- 2) Bartlett R., James B., 1980. Studying dried, stored soil samples in some pitfalls. *Soil Sc. of Am. J.* 44, 4: 721-724.
- 3) Jackson M. L., 1964. Análisis Químico de Suelos. Ed. Omega, Barcelona, 272-278.
- 4) Northwest Soil and Plant Test Work Group: Subcommittee on Soil Sampling, 1974. Principles of soil-sampling for Northwest agriculture. En A. I. Dow Ed. Proceeding Twentyfifty Annual Pacific Northwest Fertilizer Conference, 115-126.
- 5) Smith C. M., 1972. Diagnostic Methods. En W. C. White and D. N. Collins Ed. The Fertilizer Handbook, The Fertilizer Institute, Washington, D. C., 115-141.
- 6) Králová M., Drazdák K., and Kysela F., 1980. The effect of soil sample handling on nitrate concentration. *Scientia Agriculturae Bohemoslovaca* 12, 2: 79-84.
- 7) Øien, A., and A. R. Selmer-Olsen, 1980. A laboratory method for evaluation of available nitrogen in soil. *Acta Agriculturae Scandinavica* 30, 2: 149-156.
- 8) Barberis L. A., Zourarakis D. y Sunde D., 1977. Influencia de las técnicas de muestreo y acondicionamiento en la determinación del nivel de nitratos del suelo. Presentado en el Tercer Congreso de Fertilidad y Fertilizantes, Facultad de Agronomía, Universidad de Buenos Aires, Argentina.
- 9) Barberis, L. A., Berasategui, L., 1977. Relevamiento edáfico del Establecimiento La Adela. Inédito.
- 10) Conti M. E., Arrigó N. M., Palma M. R., 1980 a. Variabilidad espacial en determinaciones de Carbono, Nitrógeno, Fósforo y ph de un muestreo sistemático de suelo. *Rev. Fac. Agr.* 1, 2: 43-48.
- 11) Conti M. E., Arrigó N., Palma M. R., Vázquez M. E., 1980 b. Efecto de las variaciones estacionales, profundidad de muestreo e influencia de los distintos manejos sobre los resultados analíticos de Carbono, Nitrógeno, Fósforo y ph de suelo. Actas de la IX R. A. C. S., Paraná, Argentina, 2: 273-286.