

DETERMINACION DE NITROGENO EN LAS FRACCIONES LIVIANAS DE LOS COMPLEJOS ORGANICO-MINERALES DE LOS SUELOS

Marta E. Conti, Ana M. Rodríguez Janeiro, Rosa M. Palma y Mirta González (1)

Recibido: 7/10/82

Aceptado: 29/11/82

RESUMEN

Se describe un método, para la determinación de Nitrógeno en las fracciones livianas de los complejos orgánico-minerales, con sensibilidad y precisión adecuados para la parte superficial del suelo.

El mismo consiste en el fraccionamiento densimétrico de los complejos con una mezcla de bromoformo-etanol de densidad igual a 2, y la cuantificación del "Nitrógeno liviano" por la técnica de Micro-Kjeldahl.

Dado que el procedimiento es relativamente simple se aplicó a una red de ensayos de trigo, presentando correlación significativa con rendimiento en algunos años, teniendo en otros una tendencia positiva.

Comparativamente, manifestó ser el método diagnóstico de mayor homogeneidad en las distintas zonas y años estudiados.

NITROGEN DETERMINATION IN LIGHT FRACTION OF ORGANIC-MINERAL COMPOUNDS OF SOILS

SUMMARY

A routine method for the determination of Nitrogen in light fractions of organo-mineral complexes in superficial soils is described.

It includes the densimetric fraction of the complexes by means of a bromoform-ethanol mixture of density 2, and the quantitative analysis of "light Nitrogen" by Micro-Kjedhal technique.

As the process is rather simple it was applied to a net of field experiments of wheat, presenting some years a significant correlation with yields, and others a positive tendency.

It appears as the most homogeneous diagnostic method in the different areas and years studied.

INTRODUCCION

Las experiencias de fertilización han demostrado que la riqueza de un suelo en Nitrógeno total no es un índice de valor para estimar las dosis de fertilizante a aplicar en un cultivo, ya que las respuestas obtenidas generalmente están poco relacionadas con dicho contenido.

Por otro lado, el Nitrógeno nítrico (forma disponible para los vegetales) es muy soluble en agua y no es retenido por los complejos del suelo. Este aspecto, sumado al de la actividad microbiana, condiciona en gran medida su determinación al momento y forma de muestreo, y acondicionamiento de la muestra previo al análisis de laboratorio (Barberis *et al.*, 1977).

En el presente trabajo se expone una

(1) Cátedra de Edafología, Facultad de Agronomía, Universidad de Buenos Aires, Av. San Martín 4453, (1417) Buenos Aires, Argentina.

metodología de laboratorio adaptada a análisis de rutina, para cuantificar el Nitrógeno de las fracciones de baja densidad de los complejos orgánico-minerales de los suelos. Estas fracciones livianas (densidad menor o igual a 2), por su menor contenido de partículas arcillosas y menor estabilidad que el resto de los complejos, son susceptible de rápida mineralización, quedando este elemento a pronta disposición de la nutrición vegetal (Richter *et al.*, 1975).

El objetivo es la ampliación de los parámetros de diagnóstico de la fertilidad nitrogenada, teniendo en cuenta las dificultades que plantea establecer el balance de este elemento, tomando en cuenta sus formas asimilables debido a la movilidad de las mismas, y a la complejidad de los fenómenos biológicos que entran en juego.

Por lo tanto, se estima que la determinación de "Nitrógeno liviano" podrá ser un valioso complemento de los datos de Nitrógeno total y nitratos en los programas de fertilización y manejo de los suelos agrícolas.

MATERIALES Y METODO

Equipos

- 1) Medida de suelo de aproximadamente 1 g.
- 2) Tubos cónicos de centrifuga de 10 ml de capacidad.
- 3) Balanza analítica.
- 4) Dedil de goma látex.
- 5) Centrifuga.
- 6) Embudos Buchner de 3 cm de diámetro y frascos kitasatos.
- 7) Bomba de vacío.
- 8) Papel de filtro whatman GF/A.
- 9) Tubos de ensayo standard (16 mm x 150 mm).
- 10) Pinza histológica.
- 11) Campana para extracción de humos.
- 12) Mecheros Bunsen.
- 13) Bloque de aluminio para digestión kjeldahl en tubos de ensayo.
- 14) Bidones y buretas de vidrio para conte-

ner y descargar las soluciones de NaOH, H_3BO_3 y H_2SO_4 .

- 15) Destilador de amonio (Equipo de destilación descripto por Richter, 1975).
- 16) Bureta automática.
- 17) Matraces aforados de 100 y 1000 ml, pipetas y probetas varias.

Soluciones y mezclas

- 1) Mezcla de bromoformo-etanol ajustada a densidad 2.
- 2) Mezcla catalítica: SO_4K_2 , SO_4Cu y Se en proporción 100: 10: 1.
- 3) Hidróxido de sodio al 40 por ciento.
- 4) Indicador mixto: mezclar 66 mg de verde de bromocresol y 33 mg de rojo de metilo en un mortero; llevar a 100 ml con etanol y filtrar por papel de poro grueso.
- 5) Acido bórico al 2% con indicador mixto: disolver 20 g de H_3BO_3 p.a. en 600 ml de agua destilada. Agregar 20 ml de indicador mixto y 200 ml de etanol. Llevar a volumen de 1 litro con agua destilada.
- 6) Acido clorhídrico 0,003 N, preparado por dilución del patrón azeotrópico.

Método

El método comprende las siguientes etapas:

1) Preparación de la muestra

El suelo se seca al aire, eliminando los restos de raíces u otros órganos vegetales que se observen a simple vista. Se morterea y tamiza a través de una malla de 0,2 mm.

2) Fraccionamiento por densidad de los complejos orgánico-minerales

La separación de los complejos orgánico-minerales de densidad menor a 2 se efectúa según las consideraciones descriptas por Richter *et al* (1975), procediendo de la siguiente manera:

- Pesar 900 a 1.100 mg de suelo.
- Transferir a tubo de centrifuga.

- Agregar 7 ml de mezcla bromoformo-etanol de densidad 2, agitando hasta total dispersión del suelo en el líquido. Mantener el tubo tapado con dedil de goma látex durante la agitación.
- Transferir las partículas de suelo adheridas al dedil y a las paredes libres del tubo hacia el seno de la dispersión mediante el arrastre con líquido d2 contenido en frasco gotero de plástico.
- Centrifugar 10 minutos a 1.000 g.
- Separar por decantación la fracción sobrenadante en el líquido densimétrico del resto de las partículas de suelo, inclinándolo el tubo de centrifuga sobre un disco de papel de filtro de 1 cm de diámetro colocado sobre un embudo de Buchner. La filtración se acelera empleando un sistema de vacío.
- Lavar el residuo sobre el papel de filtro con 4 ml de etanol y 4 ml de agua destilada.
- Colocar el disco con las partículas de suelo en un tubo de ensayo seco.
- Limpiar el embudo con un pequeño trozo de papel de filtro húmedo y transferir al mismo tubo con la ayuda de una pinza.
- Efectuar simultáneamente algunos ensayos en blanco, cuyos resultados se descontarán de los obtenidos para las muestras en los cálculos finales.

3) Determinación de Nitrógeno por Micro-Kjeldahl

- Digestión: según metodología descripta por Conti *et al.* (1976).
- Destilación del nitrógeno amoniacal: con equipo de destilación rápida de amonio descripto por Richter (1980).
- Titulación: con bureta automática de resolución 0,01 ml, usando HCl 0,003 N.

4) Cálculos

N liviano (ppm) =

$$= \frac{\text{Volumen del ácido gastado (ml)} \times 0,003 \text{ N (HCl)} \times 14 \times 10^6}{\text{Peso de suelo (mg)}}$$

Volumen de ácido gastado (ml) =
Volumen muestra - Volumen blanco.

RESULTADO Y DISCUSION

a) Sensibilidad

El método se ensayó sobre muestras de suelo provenientes de la provincia de Buenos Aires.

En los horizontes superficiales (0-20 cm) se obtuvieron valores de 44 a 324 ppm de Nitrógeno, mientras que los subsuperficiales (20-40 y 40-60 cm) arrojaron cifras sensiblemente menores a las mencionadas, y con mayor magnitud de variación entre repeticiones. Por lo tanto, se ha manifestado la conveniencia de realizar este análisis sólo en los horizontes superficiales.

b) Precisión

Con el objeto de determinar la precisión del método se seleccionaron 5 muestras de suelo abarcando desde valores altos a pequeños, sobre los que se repitió la metodología 10 veces. Los resultados se presentan en el Cuadro 1.

CUADRO 1: Resultados del análisis de 10 repeticiones de 5 muestras de suelo (S = Desviación Standard; CV = Coeficiente de Variación).

	Muestra				
	1	2	3	4	5
	N (ppm)				
	83	93	140	182	193
	86	94	142	198	193
	91	99	142	198	199
	95	100	144	199	199
	95	101	144	200	204
	96	102	148	200	204
	96	106	153	207	206
	97	106	158	209	220
	104	116	161	214	232
	105	118	166	220	234
\bar{X}	95	103,5	150	203	208,4
S	6,9	8,3	9,15	10,47	15,06
%CV	7,3	8,0	6,1	5,2	7,2

c) Posibilidad de Uso

La metodología antes descripta fue probada sobre muestras correspondientes a la red de ensayos sobre fertilización de las campañas 1978/79 y 1979/80 de acuerdo con un convenio de colaboración entre la Facultad de Agronomía de la Universidad de Buenos Aires, la Comisión de Fertilidad de AACREA (Asociación Argentina de Consorcios Regionales de Experimentación Agrícola) y el Laboratorio de Química Geológica y Edafológica (LAQUIGE) dependiente de FECIC-CONICET.

Se tomaron 27 muestras provenientes de dos zonas de la provincia de Buenos Aires

cuyas características, rendimientos y manejos se encuentran descriptas en Barberis *et al.*, 1980.

Zona I: Norte de Buenos Aires, sur de Santa Fe (9 ensayos) campaña 1978/79 - (12 ensayos) campaña 1979/80.

Zona II: Area oeste de Buenos Aires (6 ensayos) campaña 1978/79.

Sobre ellas, se trató de buscar la ecuación de correlación de mayor ajuste entre el Nitrógeno liviano y el rendimiento de trigo, de las parcelas testigo obteniéndose los resultados del Cuadro 2.

CUADRO 2: Coeficiente de correlación entre los rendimientos de trigo y el resultado del "Nitrógeno liviano" en ppm; * correlación significativa 5%

	Correlación lineal $y = b + mx$	Correlación exponencial $y = b \cdot e^{mx}$	Correlación cuadrática $y = a + a_1x_1 + a_2x^2$
Zona I			
(1978/79)	0,550	0,576	0,146
(1979/80)	0,648 *	0,593 *	0,258
Zona II			
(1978/79)	0,659	0,638	0,435

CUADRO 3: Correlación entre rendimiento de trigo y diferentes parámetros químicos. * Significativo al 5%

	C total	C liviano	N total	NO ₃ en húmedo (0-60 cm) previo a la siembra	N liviano
Zona I					
(1978/79)	0,122	0,271	0,225	0,586	0,550
(1979/80)	0,286	0,576 *	0,632 *	0,227	0,648 *
Zona II					
(1978/79)	0,167	0,884 *	0,037	0,845 *	0,659

CUADRO 4: Correlaciones entre Nitrógeno liviano y algunos parámetros químicos. * Significativo al 5%

	r	regresión
C total vs Nitrógeno liviano (ppm)	= 0,074	$y = 6,129 - 0,0168 x$
C liviano vs Nitrógeno liviano (ppm)	= 0,235	$y = 0,235 + 0,00034 x$
N total vs Nitrógeno liviano (ppm)	= 0,042	$y = 0,16 + 0,00002 x$
NO ₃ en húmedo vs Nitrógeno liviano (ppm)	= 0,442 *	$y = 3,84 + 0,18 x$
NO ₃ en seco vs Nitrógeno liviano (ppm)	= 0,001	$y = 0,38 + 59 x$

Las mayores correlaciones se presentan con ajustes lineales y exponenciales; no encontrándose diferencias significativas entre ambas se prefirió la correlación lineal.

Debido al pequeño número de muestras analizadas, sólo en la Zona I (1979/80) se manifiesta correlación significativa; sin embargo, en los restantes casos se muestra una tendencia de correlación estrecha (muy cercana a la significancia al 5%).

En el Cuadro 3 se comparan el grado de asociación entre los rendimientos de trigo y otros parámetros químicos del suelo.

De los resultados suministrados se desprenden que en relación con el resto de los parámetros parece ser un elemento de diagnóstico de mejor correlación que C total, C liviano y N total en la zona I (1978/79) y 1979/80); en la zona II (1978/79) supera al C y N total presentando menor correlación que el C liviano y NO_3^- en húmedo (0-60 cm) previos a la siembra. En un panorama generalizado se presenta el N liviano como el método de diagnóstico de fertilidad edáfica de mayor homogeneidad en las distintas zonas y años de los estudiados en este trabajo.

El índice Nitrógeno liviano presenta estrecha relación con contenido de nitratos en húmedo previo a la siembra, no manifestando ninguna tendencia con C total, C liviano, N total y NO_3^- en seco (Cuadro 4).

Por lo aquí expuesto, y en la búsqueda de otros elementos de juicio para conocer la capacidad de un suelo de suministrar Nitrógeno a los cultivos, este trabajo se ha orientado hacia la evaluación del N liviano, como parámetro diagnóstico de la fertilidad edáfica, teniendo en cuenta las siguientes consideraciones:

a) Richter *et al* (1975) y Conti (1976) han demostrado que el Carbono de las fraccio-

nes livianas de los complejos orgánico-minerales del suelo, separadas por densidad, acusa los efectos de variaciones de acuerdo al manejo con mayor sensibilidad que el análisis de Carbono orgánico total. Este concepto podrá ser extensivo al Nitrógeno contenido en tales fracciones.

b) El procedimiento analítico descripto presenta ciertas ventajas en cuanto a su sencillez de muestreo y reproducibilidad. Esto se debe a que los resultados estarían menos afectados por las precipitaciones, sequías o alteraciones en las condiciones biológicas, previas a la toma de muestras y análisis de laboratorio.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Barberis, L. A.; D. Zourarakis y D. Sunde, 1977. Influencia de las técnicas de muestreo y acondicionamiento en la determinación del nivel de nitratos en suelo. IIIa. Reunión Nacional de Fertilidad y Fertilizantes - Buenos Aires 28 de noviembre al 1 de diciembre de 1977.
- 2) Barberis, L. A.; M. E. Conti; H. del Campo; A. Nervi; y P. Daniel, 1980. Respuestas del trigo a la fertilización nitrogenada en el norte y oeste de la Pampa Húmeda (Campaña 1978/79 y 1979/80). Actas de la IX Reunión Argentina de la Ciencia del Suelo: 537-548.
- 3) Conti, M. E., 1976. Uso del método de fraccionamiento densimétrico de los complejos orgánico-minerales de suelos en el diagnóstico de la fertilidad edáfica. Tesis Mag. - Sci. Escuela para Graduados en Ciencias Agropecuarias de la República Argentina - Castelar.
- 4) Conti, M. E.; M. Richter, L. Giuffré, 1976. Método de determinación rápida de Nitrógeno en suelo. *IDIA*, julio-diciembre 1976: 119-122.
- 5) Richter, M.; I. Mizuno; S. Aranguéz; and S. Uriarte, 1975. Densimetric fractionation of soil organo-mineral complexes. *The Journal of soil Science* 26 (2): 112-123.
- 6) Richter, M., 1980. Mejoras en la determinación de amonio por destilación. *Revista de la Facultad de Agronomía* 1 (2): 1: 9.