

pH DE LOS SUELOS

I.N.V. E - 131

1. OBJETO

Esta norma se refiere a la determinación del pH (potencial del hidrógeno) de un suelo. Se describen tres métodos de ensayo.

2. PRINCIPIOS GENERALES

Dos métodos generales de medición de pH se distinguen: métodos eléctricos y métodos colorimétricos.

2.1 Métodos eléctricos.- Los métodos eléctricos para la determinación del pH están basados en el principio de que las soluciones que se van a ensayar pueden considerarse como un electrolito de una celda voltaica. El electrodo de referencia se mantiene a un voltaje constante y no es afectado por los cambios de pH. El otro electrodo es de tal naturaleza que el pH de la solución afecta su voltaje. La relación entre el pH y el voltaje de la celda de las soluciones de ensayo pueden convertirse a valores de pH. El voltaje de soluciones de pH desconocido puede determinarse midiendo el voltaje de la celda y convirtiendo el valor del voltaje a unidades de pH. Cuando se usan electrodos especificados, es posible diseñar el indicador de voltaje para que puedan leerse directamente valores de pH. El electrodo de referencia es generalmente del tipo de calomel saturado, el cual tiene un potencial constante con respecto a la solución de ensayo y envuelve un mínimo de dificultades con los potenciales de los líquidos que están en su unión. El otro electrodo puede ser del tipo de hidrógeno, quinhidroma, antimonio o vidrio. El electrodo de vidrio generalmente se considera más adecuado y ha tenido mayor uso en los últimos años.

El electrodo de vidrio consiste de un bulbo muy delgado hecho de un tipo de vidrio especial. En el interior del bulbo va colocado un electrolito conveniente y un electrodo. Se ha encontrado que tal electrodo permite exactitud en la medida del pH en la escala 0 a 9, sin afectarlo la presencia de agentes oxidantes, reductores, materias coloidales, sólidos en suspensión, etc., y es igualmente exacto cuando se ensayan soluciones "buffer". Los mismos resultados para valores de pH por encima de 9, excepto para desviaciones causadas por el incremento de iones activos de sodio y otros metales alcalinos, los cuales deben corregirse por ensayos con soluciones "buffer" normales de valores de pH aproximados a la solución de ensayo, o por el uso de curvas de corrección especiales, suministradas con el instrumento. El método eléctrico descrito en esta Norma limita los electrodos a ser de dos materiales: calomel y vidrio.

2.2 Métodos colorimétricos.- Los métodos colorimétricos son los más baratos y los más sencillos para la determinación del pH. Las lecturas se pueden hacer rápidamente y el método es aplicable en el caso de que no sea necesaria una gran exactitud. En este tipo de determinación del pH, unas pocas gotas del indicador adecuado se le agregan a la solución. El color de la mezcla obtenida se compara contra colores estándar que pueden ser soluciones coloreadas o tablas, de papel coloreado.

El método colorimétrico es susceptible de error por temperatura, efecto del solvente, oxidación, reducción, efecto salino, proteínico, coloidal y por soluciones "buffer" diluidas. Los mayores errores son introducidos por el efecto coloidal y escasez de "buffer" en una solución, aunque la oxidación y reducción pueden causar errores notables.

Puesto que la mayoría de los indicadores usados son ácidos o bases orgánicas débiles, es obvio que cuando se agregan a soluciones no "buffer" tenderán a cambiar el pH exactamente como lo haría la adición de otros ácidos o bases. Esto ocasiona que los valores de pH cuando se determinan con indicadores en soluciones débilmente "buffer" sean susceptibles de error. En soluciones "buffer" concentradas el efecto del indicador no es notable.

El efecto coloidal es debido a materiales coloidales en ciertas soluciones de suelos, las cuales con frecuencia exhiben absorción específica, aumentando el error en varias unidades de pH.

La oxidación y reducción afectan los indicadores, puesto que ellos son por naturaleza colorantes orgánicos. Con frecuencia son blanqueados por la oxidación o la reducción causada por constituyentes del suelo, dando como resultado indicaciones falsas en el color.

La temperatura afecta el grado de ionización de ácidos, bases o sales. Consecuentemente, pueden introducirse errores en el pH si no se considera la temperatura. Es mejor llevar a cabo todas las determinaciones de pH a la misma temperatura (20 a 30°C) o en todo caso, anotar la temperatura a la cual se hizo la determinación.

3. EQUIPO

3.1 pH metros.- Existen dos tipos de estos medidores: (1) potenciométricos, los cuales tienen indicación nula, y (2) tipo amplificador de alta impedancia, el cual da el pH directamente (sin indicación nula). Los medidores se consiguen portátiles, de baterías, de modo que pueden ser usados en el campo. El medidor potenciométrico es más exacto y generalmente más versátil.

3.2 Electrodos de vidrio y de calomel: En la determinación del pH debe usarse un electrodo saturado de calomel, de referencia, o equivalente. Unos pocos cristales de KCl deben estar siempre presentes dentro de la cámara que rodea al calomel para asegurar que la solución esté saturada bajo las condiciones de uso. El diseño del electrodo debe permitir la formación de una interfase fresca entre la solución de KCl y el "buffer" o la muestra de suelo para cada ensayo, y debe permitir que los trozos de suelo que queden, sean fácilmente removidos mediante lavado.

También se requiere un electrodo de vidrio de construcción fuerte. La respuesta al pH del electrodo de vidrio debe considerarse satisfactoria si provee el valor correcto de pH (con tolerancia de ± 0.1 unidades de pH) para soluciones en equilibrio (soluciones buffer).

Nota 1: Estas soluciones de equilibrio (soluciones buffer) se obtienen añadiendo agua destilada a un producto fabricado en forma de tabletas o de polvo por compañías de productos químicos o suministrados por los fabricantes de los medidores de pH.

Puede aceptarse que los electrodos, el de calomel y el de vidrio, se encuentren formando una sola unidad o electrodo combinado, siempre y cuando se cumplan los requisitos arriba mencionados.

3.3 Sonda.- Cuando se requiera medir el pH en un sitio por debajo de la superficie del suelo, es necesario utilizar una sonda de longitud apropiada que permita efectuar las mediciones a la profundidad de interés. Esta sonda consiste en un electrodo de vidrio o en un electrodo combinado localizado dentro de una cubeta de caucho, al final de un tubo plástico.

4. PROCEDIMIENTO

4.1 Ensayo del equipo.- Previamente a su utilización en el campo o periódicamente cuando su uso es extensivo allí, el aparato debe ser revisado para comprobar su linealidad y respuesta. El procedimiento de revisión es el siguiente:

- Enciéndase el instrumento, déjese calentar suficientemente, y llévese hasta un balance eléctrico, de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Antes de usarlo, límpiese y lávense los electrodos de vidrio y de calomel con agua destilada.

Nota 2: Los electrodos de vidrio nuevos, y aquéllos que han sido almacenados en seco deben ser previamente acondicionados según las recomendaciones del fabricante.

- Se requieren al menos dos soluciones de equilibrio (buffer) estándar, para pH, que abarquen el valor de pH del suelo que va a ser determinado. Por experiencia se recomiendan las soluciones de pH igual a 4, 7 y 8. La temperatura de ensayo de estas soluciones no deberá diferir en más de 5°C entre ellas.
- Ajústese el dial compensador de temperatura del pH-metro, a la temperatura estándar de la solución.
- Sumérjanse los electrodos en un pequeño volumen de la primera solución estándar conocida. Ahora ajústese el pH-metro para corregir la lectura observada al valor de pH conocido, mediante el dial correspondiente.
- Remuévanse los electrodos de la primera solución estándar y lávense con agua destilada. Sumérjanse los electrodos en la segunda solución estándar. Si la lectura observada no difiere en más de 0.1 unidades del valor de pH conocido de la segunda solución, puede considerarse que el aparato esta funcionando satisfactoriamente.

4.2 Calibración del pH-metro.- Calíbrese el pH-metro antes de su utilización. Si es necesario efectuar una serie larga de mediciones, compleméntese la calibración inicial con una calibración cada 30 min. La calibración se efectuará como sigue:

- Úsese una solución estándar en un intervalo que incluya el pH del suelo de ensayo, si esta información puede estimarse. De otro modo, comiéncese con una solución que tenga un pH de 7. Estabilícese la temperatura de la solución de forma tal que se ajuste a la temperatura del suelo de ensayo, con una tolerancia de $\pm 10^{\circ}\text{C}$.
- Sumérjanse los electrodos en la solución estándar y ajústese la lectura del pH-metro a la real conocida, de la solución, utilizando el dial calibrador.

4.3 Preparación del suelo para la determinación del pH

Idealmente, la medición del pH debería hacerse en el campo, sobre muestras inalteradas con el electrodo de vidrio haciendo contacto con el suelo a la profundidad de interés. Si se desea medir el pH del suelo de la superficie, el suelo puede ser desintegrado si está compactado, para dar cabida a los electrodos. Si se desea una medición subterránea del pH, es necesario efectuar una perforación o una excavación que permita colocar el electrodo en el suelo a la profundidad deseada. La sonda es ideal para usarla con una herramienta

perforadora, como por ejemplo una barrena de mano. Después de haber hecho la perforación, puede bajarse cuidadosamente la sonda en la cavidad, sin una preparación adicional del suelo.

Las muestras de suelo pueden ser extraídas a la superficie con una herramienta perforadora o algún extractor de muestras, y la medida puede hacerse en el campo, sobre la muestra así obtenida. Esta técnica es menos deseable que la de la sonda, descrita arriba.

La técnica menos aconsejable para medir el pH es aquella basada en una muestra transportada a un laboratorio para efectuar allí el ensayo. Sin embargo, si es inevitable hacerlo así, la medición del pH debe hacerse tan pronto como sea recibida la muestra. Colóquese la muestra en un recipiente de vidrio, limpio y hermético, o en una bolsa plástica de manera que el suelo no tenga contacto con algún metal. Si la medida del pH no se hace dentro de las 24 horas siguientes al momento de extracción de la muestra, se recomienda empacar la muestra en hielo seco, para retardar cualquier cambio en el pH debido a reacciones química o biológicas. Efectúese la medición del pH sobre la muestra tal como se recibió, y a la temperatura ambiente.

La adición de agua en ningún caso es recomendada, ya que existen suelos que con ello pueden variar su pH. Sin embargo, si un suelo es extremadamente seco y tiene una resistividad que excede de $10^6 \Omega\text{-cm}$, lo cual es una condición poco común, entonces la medición del pH no puede y no debe hacerse. Esta situación se manifestará con un movimiento aleatorio de la lectura del pH-metro.

4.4 Determinación del pH del suelo

Calíbrese el aparato como se indicó en el numeral 4.2. La temperatura del suelo deberá ajustarse a la temperatura de la solución estándar con una tolerancia de $\pm 10^\circ\text{C}$. Sin embargo, el dial compensador de temperatura deberá permanecer como se ajustó en el momento de la calibración.

Límpiese la superficie de los electrodos, lavándolos con agua destilada.

Presiónese el área de contacto del electrodo de vidrio o del electrodo combinado, según el caso, contra el suelo inalterado, en el sitio de interés.

El electrodo de referencia deberá ponerse en contacto con el suelo cercano al electrodo de vidrio, en caso de electrodos separados. Se sugiere una separación de 300 mm (1 pie) para mediciones superficiales. Para mediciones subterráneas, el electrodo de referencia puede ser colocado sobre la superficie, a 300 mm (1 pie) aproximadamente del orificio de perforación.

Con los electrodos colocados en sitio, dispóngase el aparato para leer el pH, déjense unos minutos para que se establezca el equilibrio, y tómese luego la lectura.

Después de varios minutos, repítase la medición. Los valores obtenidos no deberán diferir en más de 0.2 unidades de pH entre ellos.

METODO COLORIMETRICO USANDO EL JUEGO DE INDICADOR DE CAMPO LA MOTTE KENNY

5. EQUIPO

El aparato consiste en tres ampollas de solución de indicador: rojo de metilo (para pH 4.4 a 6.0), azul de bromotymol (para pH 6.0 a 7.6) y rojo cresol (para pH 7.2 a 8.8), cada frasco con una pipeta y tres ampollas para hacer los ensayos. Este equipo está completamente dispuesto en una caja de madera de tamaño de bolsillo; también acompaña al aparato una tabla de comparación de color.

6. PROCEDIMIENTO

Llénese cada uno de los tres tubos hasta la marca más baja con el suelo que se va a ensayar y luego llénese cada tubo hasta la marca superior con agua destilada. Agítense cada tubo fuertemente y colóqueseles nuevamente en los huecos correspondientes.

Al primer tubo agréguese una gota de indicador rojo de metilo, sosteniendo la pipeta en una posición vertical; al segundo una gota de azul de bromotymol y al tercero una gota de rojo de cresol. Agítense cada tubo y vuélvasele de nuevo a los huecos. Si después de agitar los tubos no están llenos hasta la marca, agréguese suficiente agua para llevar el nivel a la marca exacta. Tápense los frascos y déjense quietos en los huecos. Déjese en una posición vertical el tubo con el suelo para que se asiente hasta que las porciones claras de los tubos muestren colores definidos.

Primero compárese el color del tubo al cual se le agregó rojo de metilo, con la tabla de comparación rojo de metilo; si se obtiene una igual, léase directamente

la reacción del suelo en la tabla o sea 4.6, 5.2, 5.6 etc. En este caso no hay necesidad de hacer nuevas lecturas. Si este primer tubo muestra un color que es tan amarillo como el normal rojo de metilo de pH 6.0, compárese el color del segundo tubo al cual se le agregó azul de bromotimol con la tabla de azul bromotimol. Si se encuentra un color igual al del normal, se hace la lectura directa. Pero si este tubo muestra un color azul igual al normal de azul bromotimol de pH 7.6, compárese el último tubo al que se le agregó rojo de cresol con el normal de rojo cresol y hágase la lectura directamente.

Nota: Para asegurar resultados satisfactorios, el ensayo de suelos arcillosos, por el método La Motte Kenny, requiere la siguiente modificación: la muestra de arcilla se debe mezclar con BaCl₂, 0.1N y agitar con un agitador de vidrio. Los indicadores deben agregarse a la mezcla bien agitada y dejarse precipitar. El suelo se asentará aproximadamente en 5 minutos. La comparación debe hacerse directamente con la tabla de comparación.

PROCEDIMIENTO COLORIMETRICO USANDO EL JUEGO SOILTEST

Un método colorimétrico económico y conveniente para determinar valores de pH aproximados, es el procedimiento de juego Soilttest.

7. EQUIPO

Se utiliza una solución indicadora universal que cubre una gama de pH entre 3.0 a 9.0. Acompañan el aparato las instrucciones y una tabla de comparación.

8. PROCEDIMIENTO

Las instrucciones son las siguientes:

Para abrir el tubo gotero quítese la tapa del frasco y fuércese un pin o aguja a través del centro de la junta de enchufe de metal delgado.

Para efectuar el ensayo, tómese un pedazo de papel parafinado y dóblesele a lo largo. Doblense los extremos del papel, formando una especie de barquito. Con un cuchillo apropiado, colóquese una pequeña cantidad de suelo, igual aproximadamente a 3 gotas de solución de ensayo, en la mitad del papel.

Agréguese 8 a 10 gotas de la solución de indicador Soilttest. Agítese el papel hasta que el color del líquido permanezca constante más o menos durante medio minuto. Entonces, agítese el suelo de manera que el líquido se separe del sólido en el mismo papel. Compárese el color del líquido con la tabla de comparación de pH.

Si el líquido fuere muy turbio para hacer la lectura, debe esperarse que el residuo sólido se precipite. El líquido claro se puede derramar sobre otro pedazo de papel. Demasiado suelo aumenta la turbidez.

Las partículas del suelo resaltan el color amarillo de la solución. Hágase, por lo tanto, la lectura en el borde de la solución clara.

Los suelos que tengan fibras de humus deben separarse de la solución que esté en el papel.

El ensayo Soilttest es muy sensible y se debe tener mucho cuidado para lograr resultados exactos.

Los ensayos se hacen mejor en suelos húmedos, no en suelo cenagosos o plásticos, sino cuando son desmenuzables y aptos para el cultivo.

9. PAPELES INDICADORES

Para la medición rápida de pH se usan papeles indicadores merck los cuales prácticamente abarcan la escala entera de los pH. Existe la posibilidad de determinar en la práctica con ayuda del papel indicador universal (pH 1 a 10) valores entre el pH 1 a 10 sin detalles, y con el papel indicador especial, ante todo en las gamas entre 3.8 y 10, valores más precisos. Los papeles indicadores merck y los papeles indicadores especiales merck son fáciles de operar y no requieren conocimientos especiales para su manejo.

Modo de empleo.- Se prepara la muestra mezclando aproximadamente 5 g de suelo con suficiente agua para formar una pasta un poco por encima del límite líquido. Cuando el terreno está bien húmedo, no es necesario preparar la muestra sino operando directamente sobre el terreno que se va a ensayar. Se sumerge o se aplica la tira de papel indicador universal durante unos pocos segundos en la muestra que se va a ensayar.

Los líquidos viscosos o coloreados, así como las suspensiones, se gotean en el papel. Luego se compara el color del papel humedecido (tratándose de líquidos

goteados con el dorso del papel), con la escala de colores. El color de la escala que más se aproxime a la coloración del papel humedecido, da directamente el pH aproximado de la muestra ensayada.

10. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

MOPT E-26

ASTM G 51