

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE AGRONOMIA
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGRONOMICAS

EVALUACION DE METODOLOGIAS PARA EXTRACCION DE AZUFRE EN SUELOS A
DIFERENTE p^H Y CONTENIDO DE MATERIA ORGANICA.

TESIS

PRESENTADA A LA HONORABLE JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE
AGRONOMIA DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

POR

HANANI HAROLD SAGASTUME GODINEZ

EN EL ACTO DE INVESTIDURA COMO

INGENIERO AGRONOMO

EN

SISTEMAS DE PRODUCCION AGRICOLA

EN EL GRADO ACADEMICO DE

LICENCIADO

GUATEMALA, MAYO DE 1995

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

RECTOR

Dr. JAFETH ERNESTO CABRERA FRANCO

JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE AGRONOMIA

DECANO:	Ing. Agr. EFRAIN MEDINA GUERRA
VOCAL PRIMERO:	Ing. Agr. JUAN JOSE CASTILLO MONT
VOCAL SEGUNDO:	Ing. Agr. WALDEMAR NUFIO REYES
VOCAL TERCERO:	Ing. Agr. CARLOS ROBERTO MOTTA DE PAZ
VOCAL CUARTO:	Prof. GABRIEL AMADO ROSALES VASQUEZ
VOCAL QUINTO:	Br. AUGUSTO SAUL GUERRA GUTIERREZ
SECRETARIO:	Ing. Agr. MARCO ROMILIO ESTRADA MUY

Guatemala, mayo de 1995.

Honorable Junta Directiva
Honorable Tribunal Examinador
Facultad de Agronomía
Universidad de San Carlos de Guatemala.

Señores representantes:

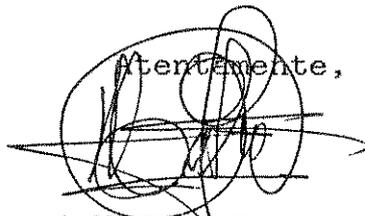
De conformidad con las normas establecidas por la ley orgánica de la Universidad de San Carlos de Guatemala, tengo el honor de someter a vuestra consideración, el trabajo de tesis titulado:

"EVALUACION DE METODOLOGIAS PARA EXTRACCION DE AZUFRE EN SUELOS A DIFERENTE p^H Y CONTENIDO DE MATERIA ORGANICA".

Como requisito previo a optar al título de Ingeniero Agrónomo en Sistemas de Producción Agrícola, en el grado académico de Licenciado.

Esperando que el presente trabajo de investigación llene los requisitos necesarios para su aprobación, me es grato presentarles mi agradecimiento por la atención a la presente.

Atentamente,



Hanani Harold Sagastume Godinez.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

ACTO QUE DEDICO

AL CREADOR

Grande y poderoso que me ha permitido
alcanzar mis metas.

A MIS PADRES

Hanani Haroldo Sagastume Flamenco.
Lucrecia de Jesús Godinez.
Sea este un significativo tributo a su
trabajo, a sus desvelos, a sus
sacrificios, a sus oraciones, con
profunda gratitud.

A MIS HERMANOS

Edgar Antonio, María Geritza, Lidia
Irina, Doris Magaly, Brenda Jeaneth,
Edwar Lidany.

A MIS SOBRINOS

Karla, Jessica, Harold Arnaldo,
Edgar y Chiqui.

A MIS CUÑADOS

En especial a Marda Zulema.

A MI FAMILIA

EN GENERAL

Como muestra de cariño y
agradecimiento al esfuerzo y apoyo
brindado, en especial a mis primos
Otto Alberto Morales y Ramiro De la
Rosa Barrera.

TESIS QUE DEDICO

A: Guatemala.

Jutiapa

La Universidad de San carlos de
Guatemala.

La Facultad de Agronomía.

A mis amigos, amigas y compañeros
en general como un recuerdo de
nuestras experiencia compartidas y
muestra de amistad.

Todas las personas que
contribuyeron a mi formación.

AGRADECIMIENTO

A:

Mis asesores de tesis Ing. Quím. MSc. Lisely De León Arana y el Ing. Agr. José Jesús Chonay P., por su valiosa orientación para culminar la presente investigación.

La familia Eguizabal por su colaboración en la ejecución del trabajo.

Mi primo Ramiro De la Rosa Barrera por el apoyo brindado.

El Lic. Jorge Luis De León Arana y al Ing. Agr. Jhony Toledo por su ayuda en en el análisis estadístico.

Todas aquellas personas que de una u otra manera, colaboraron en el presente estudio.

INDICE

	Página
INDICE DE CUADROS	ix
INDICE DE FIGURAS	x
RESUMEN	xi
1. INTRODUCCION	1
2. DEFINICION DEL PROBLEMA	2
3. MARCO TEORICO	3
3.1. MARCO CONCEPTUAL	3
3.1.1 EL AZUFRE EN SUELOS	3
3.1.1.1 AZUFRE ORGANICO EN SUELOS	4
3.1.1.2 AZUFRE INORGANICO EN SUELOS	4
3.1.1.3 ADSORCION DE SULFATO POR SUELOS	6
3.1.1.4 TRANSFORMACIONES MICROBIANAS DE AZUFRE EN SUELOS	7
3.1.1.5 POBLACION DE MACROORGANISMOS	10
3.1.1.6 OXIDACION DE AZUFRE INORGANICO	10
A. CARACTERISTICAS DE LA FUENTE DE AZUFRE A OXIDAR EN EL SUELO	11
3.1.2 EL AZUFRE EN PLANTAS	13
3.1.3 INTERACCION DE AZUFRE Y OTROS NUTRIMENTOS	14
3.2 MARCO REFERENCIAL	15
3.2.1 OTROS ENSAYOS DEL AZUFRE	15
4. OBJETIVOS	17
5. HIPOTESIS	18
6. MATERIALES Y METODOS	19
6.1 Características climáticas de muestreo	19
6.2 Muestreo de suelos	22
6.3. Métodos de análisis	24
6.3.1 Tratamientos	24
6.3.2 Modelo Estadístico	25
6.3.3 Variable evaluada	25
6.4. Características de las digestiones para extracción de azufre total en suelos	25

6.4.1 DIGESTION ALCALINA	25
6.4.2 DIGESTION ACIDA: (con HClO_4)	27
6.4.3 DIGESTION SECA	28
6.5. Características de las soluciones para extracción de azufre inorgánico en suelos. (SO_4)	28
6.6. Determinación de azufre como sulfato, método turbidimétrico utilizando goma acacia	29
6.7. Metodología para cuantificar azufre	29
6.8. Prueba para soluciones extractoras	30
6.9. Prueba para las soluciones A y B	30
6.10. Pruebas de Recuperación	31
6.11. Recuperación	31
6.12. Preparación de curva standar de calibración	32
7. RESULTADOS Y DISCUSION	33
7.1. Azufre total en suelos	33
7.2. Azufre inorgánico en suelos	36
7.3. Análisis económico	38
8. CONCLUSIONES	40
9. RECOMENDACIONES	41
10. BIBLIOGRAFIA	42
11. APENDICE	45

INDICE DE CUADROS

CUADRO	Página
1. Contenido de azufre de algunos fertilizantes	12
2. Rango de pH, contenido de materia orgánica y lugares donde se tomó muestra de suelo	23
3. Comparación de medias debido a la interacción suelo-digestión para la extracción de azufre total	35
4. Porcentaje de recuperación obtenidos para las tres soluciones extractoras utilizando sulfato de potasio (K ₂ SO ₄).	37
5. Costo por muestra (Q) y tiempo de duración para cada una de las digestiones utilizadas	38
6. Costo por muestra (Q) y tiempo de duración para cada una de las digestiones utilizadas	39
7A. Análisis estadístico para las digestiones utilizadas en la extracción de azufre total en suelos	46
8A. Concentración de azufre total en mg/kg de suelo de los diferentes suelos trabajados	47
9A. Características de los suelos utilizados en el trabajo	48
10A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo de la digestión seca para cada uno de los suelos trabajados	49
11A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo de la digestión ácida para cada uno de los suelos trabajados	49
12A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo de la digestión alcalina para cada uno de los suelos trabajados	50
13A. Valores obtenidos para la curva standar para la cuantificación de S-SO ₄ .	50

INDICE DE FIGURAS

FIGURA	Pagina
1 Factores que afectan el movimiento de sulfatos los suelos.	5
2 Representación simplificada del sulfato adsor- vido por suelos ácidos.	7
3 Ciclo del S en el ecosistema bio-agricola	9
4 Comparación de las digestiones utilizadas para cada uno de los suelos trabajados.	34

EVALUACION DE METODOLOGIAS PARA EXTRACCION DE AZUFRE EN SUELOS A
DIFERENTE p^H Y CONTENIDO DE MATERIA ORGANICA.

EVALUATION OF METHODOLOGY FOR SULPHUR EXTRACTION IN SOILS OF
DIFERENT p^H AND CONTENER ORGANIC MATTER.

RESUMEN

El azufre es uno de los macronutrientes esenciales en las plantas, la concentración varia entre 0.1 a 1 % en las plantas, encontrándose en los suelos en concentraciones menores (3).

El análisis de este elemento es importante ya que según algunos autores (3, 16) este es limitante en algunos suelos y por el momento es considerado adecuado debido a la difusión del fertilizante sulfato de amonio. En Guatemala, donde se realiza análisis de suelo y planta, el azufre no es reportado en el cuadro de análisis, es decir, no posee una metodología de rutina para extraer azufre total e inorgánico. Por lo que se hizo necesario realizar la presente investigación donde se evaluó tres digestiones para oxidar azufre total en suelos (seca, ácida y alcalina) y tres soluciones extractoras para oxidar azufre inorgánico en suelos (cloruro de calcio, acetato de calcio y fosfato monoácido de calcio), utilizando para cuantificarlo el método turbidimétrico. Los suelos evaluados se seleccionaron con base en el p^H (<5, 5-7 y >7), y contenido de materia orgánica (<3, 3-6 y >6). Se concluyó que la digestión que oxida la mayor cantidad de azufre total es la alcalina

además de ser la mas conveniente para trabajar en el laboratorio por el menor tiempo en la obtención de resultados. Los suelos analizados no presentaron azufre inorgánico lábil, debido probablemente a las concentraciones utilizadas en la curva de calibración que variaron de 5 a 10 ppm, por lo que se realizó pruebas de recuperación utilizando sulfato de potasio, siendo la solución extractora económica para el análisis de azufre total el fosfato monoácido de calcio.

1. INTRODUCCION

El análisis químico del azufre en suelos ha sido poco estudiado para su evaluación, posiblemente se deba a aspectos relacionados con la metodología analítica para su extracción, cuantificación.

Existen varias soluciones extractoras para determinar el contenido de azufre en suelos; sin embargo, existen reportes contradictorios que ponen en duda la precisión, exactitud y fiabilidad de ellas (4, 5, 10). La precisión y fiabilidad de la extracción y cuantificación del azufre esta en relación al equipo, método y naturaleza de la muestra (3).

En el presente trabajo de investigación se evaluó tres digestiones: seca, ácida y alcalina para extracción de azufre total en suelos y tres soluciones para extraer azufre inorgánico: cloruro de calcio, acetato de calcio y fosfato monoácido de calcio. Para cuantificación del azufre total e inorgánico se utilizó el método turbidimétrico. Para la evaluación de las digestiones y las soluciones extractoras se consideró tres rangos de pH (<5, 5-7 y >7) y tres porcentajes de materia orgánica (<3, 3-6 y >6).

Los valores más altos de azufre total se obtuvieron con la digestión alcalina, así también resultó ser el método de oxidación con menos tiempo de preparación en el laboratorio y proporciona datos precisos.

La solución extractora más eficiente y económica de azufre inorgánico lábil es el fosfato de calcio.

2. DEFINICION DEL PROBLEMA.

Cada uno de los nutrientes esenciales cumple una determinada función en la planta, el conocer la concentración en el suelo permite saber la disponibilidad para la planta, la deficiencia se ve marcada con síntomas visuales característicos en esta y por lo tanto el rendimiento en la cosecha se ve reducido.

El azufre es un elemento esencial que por las funciones que cumple dentro de las plantas es necesario conocer su concentración en el suelo, por que algunos suelos de Guatemala presentan ciertas deficiencias como lo indican Fitts, J. W; Malavolta, E. citados por Bornemisza (3) y Ranero (16), esta deficiencia es provocada por lixiviación, erosión, adsorción.

Las concentraciones de los elementos se determinan con análisis de extracción y cuantificación, y se hacen a nivel de laboratorio en base a metodologías establecidas que se conocen como de rutina para extracción y cuantificación de elementos.

El seleccionar una metodología de rutina de extracción y cuantificación de azufre facilitara el análisis de elementos y es útil para su interpretación.

3. MARCO TEORICO

3.1. MARCO CONCEPTUAL

3.1.1. EL AZUFRE EN SUELOS:

Perdomo citado por Ranero (17), señala que el contenido de azufre en los suelos varia desde menos de 0.1% hasta 1.0%. Las plantas contienen porcentajes similares de azufre, si crecen bajo condiciones similares o en los mismos tipos de suelos.

El azufre se encuentra en minerales como piritita o marcasita (Fe_2S), cantidades menores en sphalerita (ZnS), calcopiritita (CuFeS_2), cobaltita (CoS) y en cantidades variables de yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y epsomita ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), (6,8,12,17).

En general, los niveles totales de azufre en suelos de mesoamérica son muy variables y dependen de las condiciones climáticas. En las zonas húmedas aunque existe una variación, hay una fuerte proporción de suelos bajos en azufre total. En los suelos superficiales, estos valores son bastante dependientes de la materia orgánica presente, sin embargo para suelos tropicales en general es más crítica la relación C/S que el nivel absoluto del elemento, lo que es fácil de comprender considerando que la mineralización de azufre orgánico es básicamente un proceso microbiano.(12).

Blasco citado por De León (12) indica que se sabe también que la relación C/S determina si habrá mineralización o una fijación biológica del elemento, ya que por lo general se presenta inmovilización cuando esa relación es 50/1 o mayor, mientras que existe un predominio de la mineralización por debajo de ese cociente. El azufre en el suelo se encuentra de dos formas:

3.1.1.1. AZUFRE ORGANICO EN SUELOS:

Fassbender citado por De León (12), indica que el azufre orgánico presente en la materia orgánica proviene de los residuos vegetales y animales que se acumulan en el suelo. Consiste en su mayor parte de proteínas, aminoácidos (cisteína, cistina y metionina), peptidos (glutamina, tiamina y biotina), tiocianatos (mercaptano, taninas) y otros compuestos azufrados.

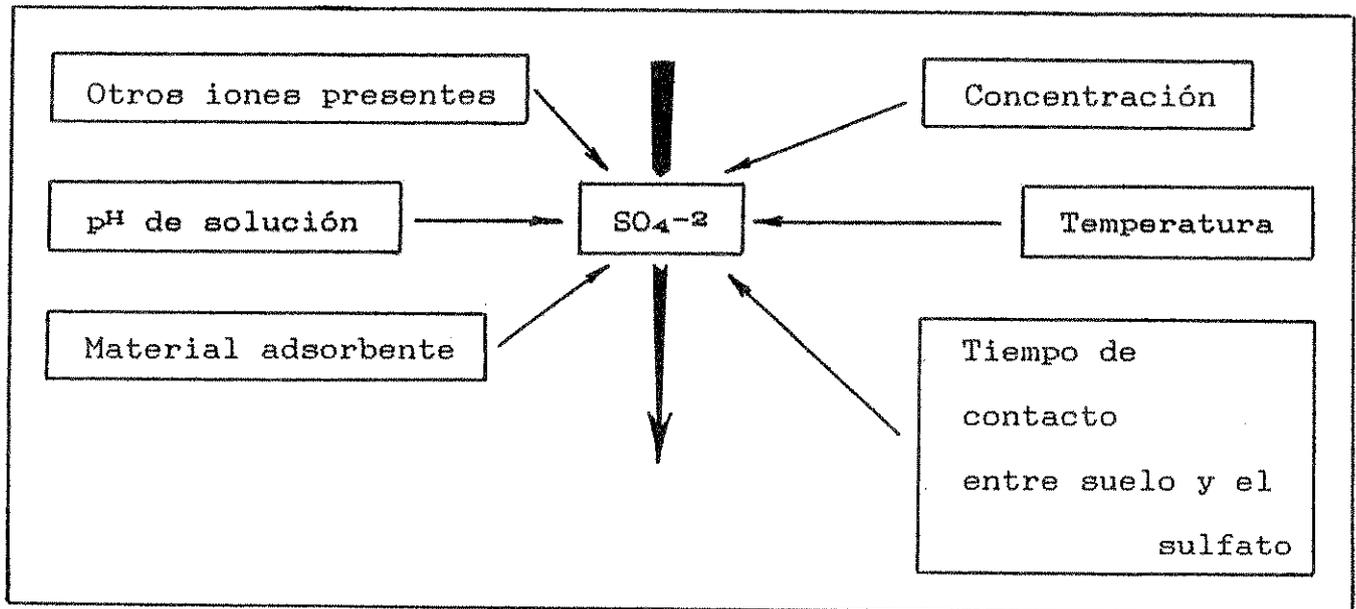
La parte del azufre orgánico se encuentra limitado a la disponibilidad de la planta, por la rapidez del proceso de mineralización, de la materia orgánica, y ocupa casi el 75% del total del azufre en el suelo (17).

3.1.1.2. AZUFRE INORGANICO EN SUELOS:

La mayor parte del azufre inorgánico ocurre en forma de sulfatos (SO_4), solo en casos de anaerobismo (suelos anegados y pantanosos), se presentan sulfuros como la pirita (FeS_2). Generalmente, al establecer nuevamente las condiciones aeróbicas, los sulfuros se transforman rápidamente a sulfatos que pueden ser aprovechados por la planta. (12).

Fassbender citado por De León (12), indica que el anión sulfato puede ser lixiviado, adsorbido por los coloides del suelo, tomado por las plantas, asimilado dentro de la biomasa microbiana o reducido a ión sulfuro.

Gaston y colaboradores citado por Bornemisza (3) presentan un resumen interesante sobre la movilidad del sulfato en suelos ácidos y estos indican seis factores como aquellos que influyen sobre la movilidad de este anión y que se representan en la Figura 1. Muchos de estos factores son conocidos hace décadas y han sido confirmados en varias investigaciones.



Fuente. Gaston y colaboradores citado por Bornemisza (3)

Figura 1. Factores que afectan el movimiento de sulfatos en suelos.

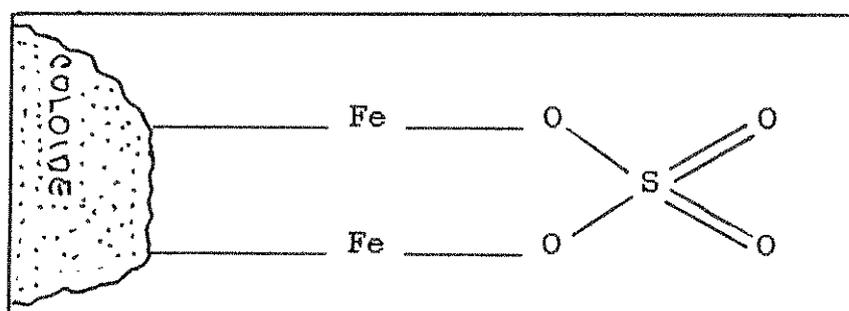
3.1.1.3. ADSORCIÓN DE SULFATO POR SUELOS:

La adsorción de sulfatos puede resumirse en:

- a) La mayoría de los suelos tiene alguna capacidad de retener sulfatos, y la cantidad de sulfatos en el horizonte superficial generalmente es menor que en el subsuelo.
- b) Las arcillas caoliniticas retienen mas sulfato que el grupo de las montmorilloniticas.
- c) Los óxidos de aluminio y hierro muestran una marcada tendencia a retener sulfatos.
- d) Hay una fuerte dependencia entre la retención de sulfatos y el equilibrio del pH , la retención aumenta cuando disminuye el pH .
- e) El sulfato adsorbido esta en equilibrio cinético con el sulfato en disolución.
- f) Hay una marcada diferencia en la retención de diferentes aniones con la retención de sulfato. En suelos ácidos la retención de sulfato involucra esencialmente la química del hierro y aluminio. Los mecanismos de adsorción de sulfato por el suelo son:
 - 1) Intercambio anionico debido a las cargas positivas desarrolladas por el hierro hidratado y/u óxidos de aluminio o firmemente en los bordes de los cristales de arcilla, especialmente caolinita a pH bajo.
 - 2) Retención de ión sulfato por complejos hidroxialuminicos por coordinación.
 - 3) Propiedades anfotéricas de la materia orgánica del suelo, que desarrolla cargas positivas bajo ciertas condiciones específicas.

Los suelos que muestran una relativa capacidad de retener gran cantidad de sulfato, son suelos altos en óxidos de hierro y aluminio, aluminio intercambiable y en algunos casos en material amorfo como la alófana. (22).

Gaston y colaboradores citados por Bornemisza (3), sugieren que el sulfato se adsorbe a los cationes abundantes de la fracción sólida, como el hierro, como se observa en la figura 2.



Fuente. Gaston y colaboradores citado por Bornemisza (3)

Figura 2. Representación simplificada del sulfato adsorbido por suelos ácidos

3.1.1.4. TRANSFORMACIONES MICROBIANAS DE AZUFRE EN SUELOS:

Blasco citado por De León (12) indica que los microorganismos son capaces de metabolizar el azufre elemental y sus distintos compuestos tanto orgánicos como inorgánicos. Las transformaciones de azufre comprenden esencialmente los pasos de:

- a) Mineralización de compuestos azufrados.
- b) Inmovilización de compuestos simples.
- c) Oxidación de compuestos inorgánicos y
- d) Reducción de sulfatos a sulfuros.

Todas estas reacciones configuran el ciclo del azufre cuya interpretación, según idea original de Kamprath y ampliada por Bornemisza (3) se encuentra en la figura 3.

En la oxidación-reducción de los compuestos inorgánicos del azufre interviene una microflora especializada. Entre las bacterias que realizan la oxidación del azufre inorgánico, el género Thiobacillus, es más importante. Dichas bacterias son quimoautotróficas obligatorias en su mayor parte derivan su energía de la oxidación del azufre al sulfato.

Dentro de las especies que se conocen, Thiobacillus thiooxidans es estrictamente quimoautotrófica y es capaz de actuar aun a pH por debajo de 3. Thiobacillus thiparus es también quimoautotrófica obligatoria, pero nunca funciona bien en medios ácidos. Thiobacillus novellus actúa sobre compuestos orgánicos y sales inorgánicas del azufre, pero no sobre el azufre elemental, y su mayor actividad se desarrolla en suelos próximos a la neutralidad. También intervienen en la oxidación del azufre Thiobacillus ferrooxidans, Thiobacillus thiothiosulfatans y Thiobacillus coproliticus.

Además del género Thiobacillus, en la oxidación del azufre actúan así mismo los géneros Beggiatoa, Thiothrix, Thioplaca, Leucothrix, Achromatium, Thiobacterium, Thiocystis, y las bacterias fotoautotróficas púrpuras (familia Thiolorhodaceae) y verdes (familia Chlorobacteriaceae). (12).

Blasco citado por De León (12) indica que en la oxidación del azufre inorgánico, intervienen además microorganismos heterotróficos, actinomicetes, hongos, levaduras y otras bacterias.

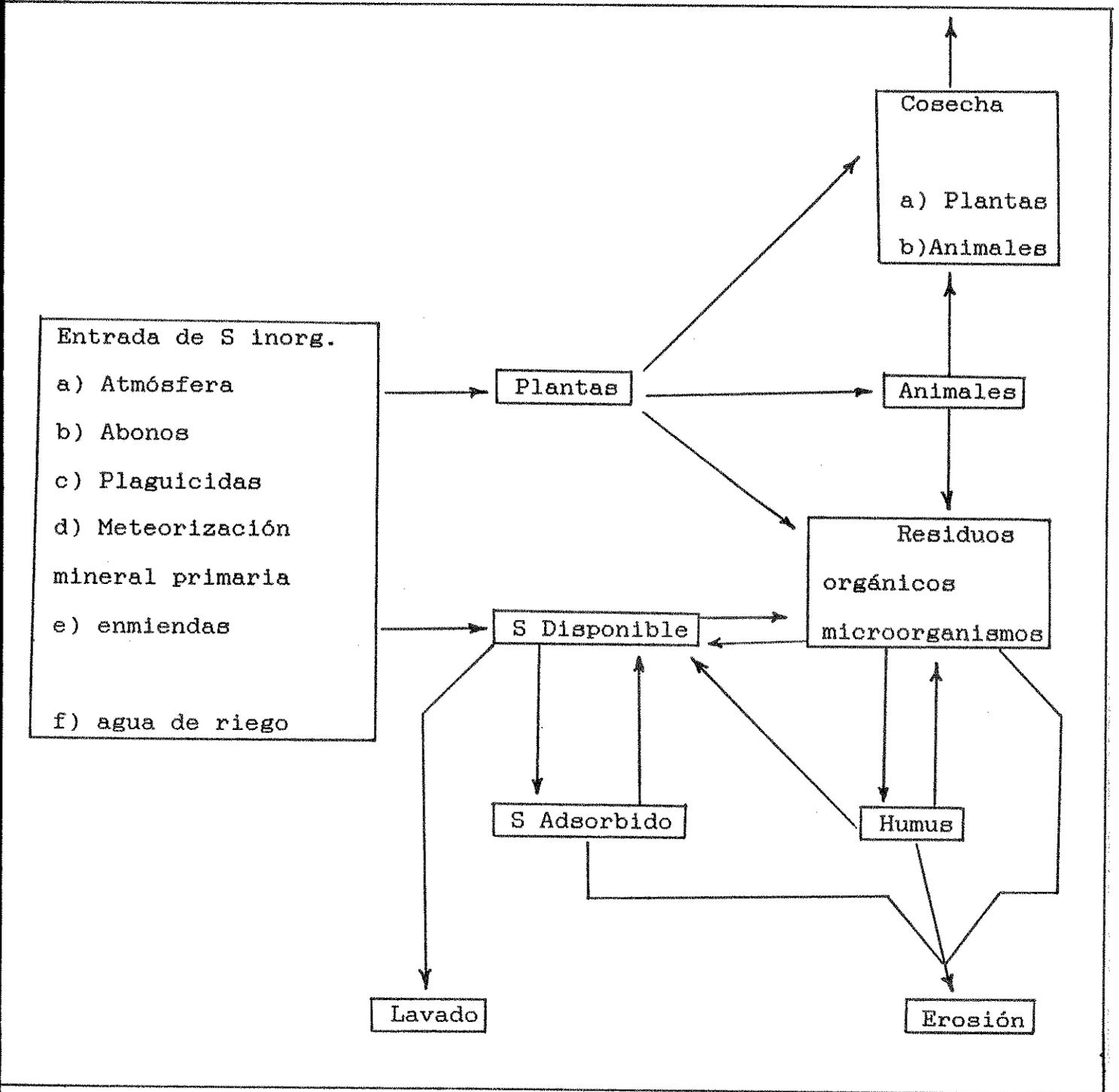


Figura 3 Ciclo del S en el ecosistemas bio-agrícolas.

3.1.1.5. POBLACION DE MACROORGANISMOS:

Aunque la gran mayoría de los suelos arables tienen microorganismos encargados de oxidar el azufre, la densidad de población de los mismos depende en gran parte, de la cantidad de este elemento a oxidar existente en el suelo. En la mayoría de los suelos arables la inoculación no es considerada necesaria (17).

3.1.1.6. OXIDACION DE AZUFRE INORGANICO:

Existe un grupo importante de microorganismos que intervienen en la oxidación del azufre inorgánico siendo el más importante el Thiobacillus. Los compuestos reducidos de azufre más comúnmente estudiados son azufre elemental, sulfuro de hidrógeno, sales de sulfuro, polisulfúros, trióxido de azufre y politionatos.(23).

Burns citado por Ranero (17) indica que la oxidación de los compuestos reducidos anteriores son oxidados bastante rápido, y es proceso generalmente biológico, aunque la oxidación del azufre elemental, depende mucho del tamaño de partícula agregada y su distribución en el suelo.

A. CARACTERISTICAS DE LA FUENTE DE AZUFRE A OXIDAR EN EL SUELO:

Entre estas características tenemos: Tamaño de la partícula, a medida que la partícula es mas fina, mas rápidamente ocurre la oxidación.

Otro factor importante es la localización, que de preferencia la fuente debe estar lo mejor distribuida en el suelo, influye también la época de aplicación, son mas eficientes las aplicaciones pequeñas y periódicas aunque a veces no resulta económico.

El azufre en cualesquiera de sus formas puede llegar al suelo por varios medios, entre estos tenemos principalmente los fertilizantes que contienen azufre, los abonos orgánicos, pesticidas a base de azufre, agua de lluvia y el agua de riego.(17).

Entre los principales fertilizantes que contienen azufre, Bornemisza (3) cita algunos autores que concluyen que los mas comunes se presentan en el cuadro 1 que muestra el contenido de azufre de cada uno.

Cuadro 1. Contenido de azufre de algunos fertilizantes comunes.

TIPO DE ELEMENTO	FERTILIZANTE	CONTENIDO DE AZUFRE (%)	CONTENIDO DE OTROS NUTRIENTES (%)
N	Sulfato de amonio	24	21 N
	Nitrosulfato de amonio	14	25 N
	Urea cubierta de S	14	38 N
	Urea S (urea sulfato de amonio)	5	40 N
P ₂ O ₅	Superfosfáto simple	12	18 P ₂ O ₅ , 16 CaO
	Superfosfáto triple	1	45 P ₂ O ₅
	Fosfato diamónico	1	16 N, 46 P ₂ O ₅
	Fosfato monoamónico	1	11 N, 52 P ₂ O ₅
K ₂ O	Sulfato de potasio y magnesio	22	30 K ₂ O, 10 MgO
	Sulfato de potasio	18	50 K ₂ O
Mg	Sulfato de magnesio	22	27 MgO
	Sulfato de magnesio sal de Epson	13	16 MgO
NP/NPL	Abonos completos	1-8	
S	Azufre elemental	100	32 CaO
	Yeso	18	

Fuente: Problemas del azufre en suelos y cultivos de Mesoamérica (3).

3.1.2. EL AZUFRE EN PLANTAS:

Las plantas lo absorben como anión sulfato del suelo después de la absorción, el sulfato se traslada al xilema, donde en la corriente transpiratoria es llevado a las hojas y ahí, reducido e incorporado en los compuestos orgánicos (12). Sin embargo mas del 95% del azufre total en suelos de regiones húmedas, semihúmedas y templadas esta en forma orgánica, por lo que la velocidad de mineralización es un parámetro importante en la predicción de las necesidades nutricionales de las plantas y la cantidad de azufre que necesitan para crecimiento y rendimiento óptimo.(12).

Según Bornemisza (3) las ocho funciones principales para las cuales las plantas requieren azufre son las siguientes:

1. Síntesis de los aminoácidos esenciales que contienen azufre y que son componentes fundamentales de las proteínas, estos son la cisteína, la citina y la metionina.
2. La síntesis de la clorofila.
3. Las actividades de varias enzimas proteolíticas como las papainasas.
4. La formación de diferentes vitaminas como la biotina y otras además de la glutatona y la coenzima A.
5. Formación de una serie de glucosidos, componentes fundamentales de los aceites esenciales que dan el olor de muchas plantas, especialmente liliacias y crucíferaceas.
6. El establecimiento de enlaces disulfuro entre compuestos que se ha observado que contribuyen a una mayor tolerancia a condiciones desfavorables como el frío y la falta de agua.

7. La actividad de la enzima sulforilasa de ATP que tiene un papel importante en el metabolismo del azufre.
8. La formación de ferredoxina, una proteína de hierro y azufre portadora de electrones en el proceso fotosintético involucra en la fijación de nitrógeno.

3.1.3. INTERACCION DE AZUFRE Y OTROS NUTRIMENTOS:

La experiencia agrícola, a través de muchos años, ha demostrado que el efecto del azufre no es independiente a su aplicación solo ó en conjunto con otros nutrimentos. Las interacciones que se dan entre el sulfato y el molibdato y del sulfato con el selenato son interacciones en sentido negativo, un proceso que se llama antagonismo. La interacción más importante es la de N-S ya que las necesidades de diferentes plantas varían en lo que se refiere a esta relación. Se sabe que aplicando juntos estos dos elementos, tiene una acción sinérgica, es decir, la acción conjunta resulta en un mejor aprovechamiento de ambos elementos que si se les hubiera aplicado por separado. Es también cierta la inversa, indicando que si se aplican o suministran cantidades de uno de los dos elementos y el otro es escaso, las deficiencias serán especialmente fuertes. Esta observación se entiende fácilmente considerando que tanto el nitrógeno como el azufre son partes fundamentales de las proteínas.

Otra interacción de gran importancia es la de S/P . Aquí debe considerarse el efecto desplazador del fosfato, especialmente si se aplica en grandes cantidades como es común en suelos volcánicos. Esto

resultará en un aumento del lavado del SO_4 y puede incluso conducir a deficiencias donde no se las observa previamente.

En India hay evidencia que indica que el abonamiento con fósforo dificulta la absorción del sulfato. Esta observación es muy importante para los trópicos de América, donde está aumentando apreciablemente el uso de fosfatos debido a la deficiencia común de este elemento. Como resultado, el aprovechamiento del azufre se vuelve menos eficiente y se presentan mas deficiencias.

Se ha informado sobre interacciones positivas azufre-potasio para arroz, pero investigaciones sobre interacciones de este anión con Ca y Mg no han indicado efecto alguno.(3).

3.2. MARCO REFERENCIAL:

3.2.1. OTROS ENSAYOS DEL AZUFRE:

A. Azufre Total:

Blanchar, R. W. (5), comparó tres digestiones para oxidar el azufre total en suelos, estas fueron: Digestión Seca propuesta por Steinbergs et. al. (1961), utilizando para cuantificar el azufre total el método de azul de metileno. Digestión Alcalina desarrollada por Tabatabai & Bremner (1970) (21), utilizando para cuantificación el método turbidimétrico. Digestión Acida propuesta por Askley (1961), utilizando para cuantificación de azufre total el método de azul de metileno.

Concluyó que las digestiones húmedas (alcalina y ácida), son las recomendables para oxidar azufre total en suelos.

B. Azufre inorgánico:

Dick, W. A. & Tabatabai, M. A. (10), compararon siete metodologías para extracción de azufre inorgánico, las metodologías fueron: Agua, 10 mM de LiCl, 10 mM KCl, 0.15% CaCl, 10 mM $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_2)_3$, 100 ppm de P como $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)$ y 3.0 mM NaHCO_3 + 1.8 mM NaCO_3 , los métodos de cuantificación fueron el azul de metileno y la cromatografía de iones. Concluyen que el método preciso de la cuantificación es la cromatografía de iones. Mientras que Blanchar, R. W. (5) y Tabatabai, M. A. & Bremner, J. M. (19), recomiendan utilizar el método turbidimétrico para la cuantificación de azufre.

Ranero (17), evaluó 25 suelos de Guatemala, bajo condiciones de invernadero, para la determinación de niveles críticos de azufre inorgánico, utilizando como planta indicadora el girasol, la solución extractora evaluada fué la propuesta por Bardsley y Lancaster, (acetato de amonio 0.5 N y ácido acético 0.25 N con una relación extractora de suelo de 2.5:1), encontró que el nivel crítico es de 14 mg S/Kg de suelo. Además menciona que con 50 Kilogramos de S/Ha, se corrige las deficiencias de azufre en el suelo, y por último encontró una correlación positiva entre el contenido de materia orgánica y el de azufre.

4. OBJETIVOS

4.1. GENERAL:

Generar información para la determinación del azufre en suelos, con diferente pH y diferentes porcentajes de materia orgánica, cuantificado por el método turbidimétrico.

4.2. ESPECIFICOS:

1- Evaluar tres métodos de preparación de muestras para oxidar azufre total en siete suelos, con diferente pH y materia orgánica.

2- Evaluar tres diferentes soluciones extractoras para oxidar azufre inorgánico en siete suelos con diferente pH y de materia orgánica.

5. HIPOTESIS:

5.1. Al menos una de las digestiones es efectiva para la oxidación de azufre total en los siete suelos a diferente pH y materia orgánica.

5.2. Al menos una de las soluciones extractoras es efectiva para la oxidación de azufre inorgánico en los siete suelos a diferente pH y materia orgánica

6. MATERIALES Y METODOS

6.1. Características climáticas de los lugares de muestreo:

A: Tactíc, Alta Verapaz:

La zona de vida es Bosque muy húmedo subtropical frío, (bmh-S(f)). El patrón de lluvia varía de 2,045 a 2,514 mm. con un promedio 2,284 mm., de precipitación total anual. Las biotemperaturas varían de 16 a 23 °C. La evapotranspiración potencial puede estimarse en promedio de 0.50 mm. El material original es de cerros de caliza, siendo estos suelos poco profundos y pendientes inclinadas. Incluye además áreas de rocas no calcáreas y grandes áreas de serpentinas que parecen haberse originado de caliza.

B: Cuesta de la Arada, Chiquimula:

La zona de vida es Bosque seco subtropical, (bs-S). La precipitación en esta formación varía entre 500 y 1,000 mm. y con un promedio total anual de 855 mm. La biotemperatura media anual para esta zona oscila entre 19 a 24 °C. La relación de evapotranspiración potencial es de 1.5 mm. El material original es sobre materiales volcánicos, los cuales son suelos profundos sobre materiales de color claro. La mayor parte del material sobre el cual se ha desarrollado fué depositado en que gran parte de Guatemala central fué cubierta de ceniza volcánica, toba o lahar y aparecen mezclados el granito, el gneis y otras rocas.

C: Río Dulce, Izabal:

La zona de vida es Bosque muy húmedo tropical, (bmh-T). Se cuenta con pocos datos para determinar el patrón de lluvias para esta zona, sin embargo con sus 3,600 mm, nos indica que ya esta en el extremo del triángulo, para tomarla como tropical, con una temperatura de 27 °C. Se estima la evapotranspiración potencial en 0.4 mm. Los suelos pertenecen a las tierras bajas del Petén-Caribe, los cuales son suelos poco profundos, sobre materiales no consolidados o sobre arcilla esquistosa, otras se desarrollan sobre piedra caliza y de suelos aluviales, siendo estos últimos los aptos para las cosechas.

D: Tactic, Alta Verapaz:

La zona de vida es Bosque muy húmedo subtropical frío, (bmh-S(f)). El patrón de lluvia varia de 2,045 a 2,514 mm., con un promedio de 2,284 mm., de precipitación total anual. Las biotemperaturas van de 16 a 23 °C. La evapotranspiración potencial puede estimarse en promedio de 0.50 mm. El material original es de cerros de caliza, siendo estos suelos poco profundos. El material original es de cerros de caliza, siendo estos suelos poco profundos y pendientes inclinadas. Incluye además áreas de rocas no calcáreas y grandes áreas de serpentinas que parecen haberse originado de caliza.

E: Aldea Xesiguan, Santa Apolonia, Chimaltenango:

La zona de vida es Bosque húmedo montano bajo subtropical (bh-MB). El patrón de lluvia varia entre 1,057 y 1,558 mm, con un promedio de 1,344 mm, de precipitación anual. Las biotemperaturas van de 15 a 23 °C. La evapotranspiración potencial puede estimarse en promedio de 0.75 mm. Son suelos que pertenecen a la altiplanicie central, poco profundos desarrollados sobre cenizas volcánicas de color claro. Las series de estos suelos difieren entre sí por la clase de material madre, profundidad, textura, color del suelo y declive.

F: Aldea Parucheche, San José Poaquil, Chimaltenango:

La zona de vida es Bosque muy húmedo montano bajo subtropical (bmh-MB). Para determinar el patrón de lluvia se contó con pocos, datos, sin embargo, puede decirse que la precipitación total anual va de 2,065 a 3,900 mm, promediando 2,730. Las biotemperaturas van de 12.5 a 18.6 °C. La evapotranspiración potencial se estima en 0.35 mm. Son suelos que pertenecen a la altiplanicie central, poco profundos desarrollados sobre cenizas volcánicas de color claro. Las series de estos suelos difieren entre sí por la clase de material madre, profundidad, textura, color del suelo y declive.

G: San Agustín Acasaguastlan, El Progreso:

La zona de vida es Bosque seco subtropical, (bs-S). En esta zona de vida las condiciones climáticas se caracterizan por días claros y soleados, durante los meses que no llueve y parcialmente nublados, durante la época de enero a abril. La época de lluvia corresponde especialmente a los meses de junio a octubre, en que llegan a ser las precipitaciones mas importantes en esta región. La precipitación en esta formación varia de 500 a 1,000 mm, y como promedio total anual 855. La biotemperatura promedio anual oscila entre 19 y 24 °C. La relación de evapotranspiración potencial es de alrededor de 1.5 mm. Los suelos son desarrollados sobre materiales sedimentarios y metamórficos, siendo profundos, sobre esquistos y serpentina, poseen buen drenaje y un relieve de inclinado a escarpado.

6.2. Muestreo de suelos:

Los suelos que se utilizaron, fueron seleccionados de tal forma que representen tres rangos de pH: $pH > 7$, $5 < pH < 7$, y $pH < 5$, para lo cual se utilizó de forma preliminar papel indicador de pH, y en cada rango se consideró 3 diferentes contenidos de materia orgánica; alto > 6 , medio de 3-6 y bajo < 3 , tomándose en cuenta el tipo de cobertura (si existe o no) de cada lugar que se muestreo, esto se puede observar en el cuadro 2.

Cuadro 2. Rango de p^H , contenido de materia orgánica y sitios donde se tomó la muestra de suelo analizada.

RANGO DE p^H	CONTENIDO DE M.O.	LUGARES DONDE SE MUESTREO	COORDENADAS
<5	Alto	Tactic, Cobán, Bosque de pino.	90°21'24''LN, 15°19'34.2''LO
	Medio	Cuesta La Arada, Chiquimula, Terreno recién arado.	90°37'12''LN, 14°42'16.2''LE
	Bajo	Rio dulce, Izabal km 253, cultivo de maíz.	89°49'30.6''LN, 15°35'45.6''LE.
5< p^H <7	Alto	Tactic, Cobán, cultivo de frijol.	90°21'42''LN 15°19'24''LO
	Medio	Aldea Xesiguan, Santa Apolonia, Chimaltenango cultivo, de Yerbamora	90°54'36''LN, 14°38'30''LE
	Bajo	Aldea Parucheche, San José Poaquil, Chimaltenango, cultivo de maíz y frijol.	90°49'48''LN, 14°36'12''LE
>7	Bajo	San Agustín Acasaguastlan, El Progreso. cultivo de Chile.	89°58'12''LN, 14°52'24''LE

Las muestras de suelo se secaron al aire bajo condiciones de invernadero y se pasaron por tamiz de 2 mm. Una porción se guardó en bolsas de polietileno a temperatura ambiente y submuestras de esta porción

se utilizaron en las evaluaciones metodológicas.

Otra porción se pasó por un tamiz menor de 2 mm para determinar las siguientes propiedades: materia orgánica por método Walkley y Black, P, K, Ca, Mg, Cu, Zn, Fe y Mg por extracción en disolución Carolina del Norte.

6.3. Metodos de análisis:

6.3.1. Tratamientos:

Para poder relacionar todos los suelos entre sí con los métodos de análisis se trabajó la interacción de los factores A y B, donde el factor A = Suelos (1,2,3,4,5,6,7) y el factor B = Digestiones (Seca, Acida y Alcalina).

6.3.2. Modelo Estadístico:

El modelo estadístico que se utilizó para el diseño experimental es el siguiente:

$$Y_{ijklm} = \mu + A(i) + B(j) + E(ijk)$$

Donde:

- μ = efecto de la media general
- $A(i)$ = efecto de los suelos.
- $B(j)$ = efecto de las digestiones.
- $E(ijk)$ = error experimental.

6.3.3. Variable evaluada:

La variable que se midió fue la concentración de azufre total en mg/kg de suelo.

6.4. Características de las digestiones para extracción de azufre total en suelos:

6.4.1. DIGESTIÓN ALCALINA (con hipobromito de sodio)

A: Preparación del Hidróxido de Sodio 2M (NaOH 2M):

Agregar 80 g de NaOH en 500 ml de agua destilada, disolver y llevar a volumen de 1 litro con agua destilada.

B: Preparación del Hipobromito de Sodio:

A 100 ml de Hidróxido de sodio 2M (NaOH), agregar 3 ml de Bromo (Br), manteniendo una agitación constante (aproximadamente 0.5 ml de bromo/minuto). Preparar esta solución inmediatamente antes de utilizarla.

C: Extracción:

En un beacker de 500 ml agregar 0.2 g de suelo tamizado a 100 mesh. Agregar 3 ml de hipobromito de sodio.

Agitar el frasco por cinco segundos para mezclar los contenidos y dejar reposar por 5 minutos.

Volver a agitar por cinco segundos, tapar con vidrios de reloj y calentar a 250 - 260°C (realizarlo en una campana), hasta que los contenidos sean evaporados a sequedad, y continuar calentando por otros 30 minutos más.

Dejar enfriar por aproximadamente 5 minutos.

Luego agregar 1 ml de agua destilada y calentar por algunos segundos, de tal forma que los residuos queden en suspensión.

Dejar enfriar a temperatura ambiente.

En un balón aforado a 50 ml llevar a volumen con agua destilada.

Filtrar y determinar por el método turbidimétrico.

COMENTARIOS:

Preparar siempre la solución de hipobromito en la campana y siempre prepararla antes de utilizarla porque si no puede dar resultados más bajos de lo normal.

La digestión alcalina es simple y rápida y se pueden realizar varias digestiones al mismo tiempo.

Utilizar la solución de hipobromito es mejor que utilizar KBr-KOH para obtener oxidación completa de todos los compuestos orgánicos de azufre presentes en la muestra.

6.4.2. DIGESTION ACIDA: (con HClO_4)

A: Extracción:

Agregar a un beakers Phillips 2 g. de suelo tamizado a 100 mesh. Agregar 3 ml de ácido nítrico (HNO_3) 69% v/v y agitar por algunos segundos para mezclar bien.

Luego tapar con un vidrio de reloj y calentar en un baño de María durante 1 hora.

Remover del baño de vapor, destapar y agregar 3 ml de ácido perclórico (HClO_4) al 60% v/v y 7 ml de ácido fosfórico (H_3PO_4) 85% v/v (estos ácidos se pueden premezclar, si se desea para facilitar su manejo).

Luego calentar en un plato caliente a un intervalo de 190 - 210°C, hasta que vapores blancos densos del HClO_4 aparezcan.

Quitar el vidrio de reloj y continuar calentando por 30 minutos más.

Dejar enfriar, destapar y agregar 2 ml de ácido clorhídrico (HCl) concentrado.

Volver a calentar hasta que aparezcan nuevamente los vapores blancos del HClO_4 .

Transferir a un balón volumetrico de 100 ml y llevar a volumen con ácido clorhídrico diluido (HCl).

Los residuos de silicio pueden ser removidos por filtración o dejando que se sedimenten en el balón.

El sulfato (SO_4) en solución se cuantifica por el método turbidimétrico.

6.4.3. DIGESTION SECA:

A: Extracción:

Tomar 0.1-0.5 g de suelo (pasados por tamiz de 80 mesh) y mezclarlos con 0.25 g de NaHCO_3 (bicarbonato de sodio en un crisol de porcelana).

Colocar en una mufla y calentar a 550°C por 3 horas.

Dejar enfriar.

Luego transferir a un balón aforado de 50 ml y llevar a volumen con HCl diluido.

Filtrar y determinar por el método turbidimétrico.

6.5. Características de las soluciones para extracción de Azufre

Inorgánico en suelos: (SO_4)

6.5.1. Extracción:

Pesar 10 g. de suelo (menor de 2 mm. de diámetro) y agregar a un erlenmeyer de 250 ml.

Agregar 50 ml de solución extractora. (Cloruro de calcio, Acetato de calcio o Fosfato monoácido de calcio)

Tapar y agitar durante una hora.

Filtrar y determinar por el método turbidimétrico.

Si la muestra no queda bien filtrada se puede utilizar carbón activado (0.1 g.) y volver a filtrar.

**6.6. Determinación de azufre como sulfato, método turbidimétrico
utilizando goma acacia:**

6.6.1. Solución A:

A: Procedimiento para su preparación:

Medir 89.29 ml de ácido nítrico (HNO_3) concentrado que esta al 70 %.

Pesar 2 mg. de Sulfato de Potasio (K_2SO_4).

Mezclarlos en un balón aforado de 1 litro y llevar a volumen con agua destilada.

6.6.2. Solución B:

A: Procedimiento para su preparación:

Medir 480 ml de ácido acético.

Pesar 5 g/l de goma acacia.

Pesar 5 g/l de cloruro de bario.

Mezclarlos en un balón aforado de 1 litro y llevar a volumen con agua destilada.

6.7. Metodología para cuantificar azufre:

6.7.1. Procedimiento:

Tomar 10 ml del sobrenadante/extracto/solución extractora y transferir a un earlynmeyer de 50 ml.

Agregar 10 ml de solución A.

Agregar 5 ml de solución B.

Agitar por unos segundos y esperar 10 minutos.

Agitar suavemente y determinar la concentración en un espectrofotómetro a 440 nm.

COMENTARIOS:

Al hacer la lectura con el método turbidimétrico tomar en cuenta que la turbidez solo dura 15 minutos aproximadamente, además no apagar el aparato durante las lecturas.

6.8. Prueba para soluciones extractoras:**6.8.1. Procedimiento:**

Pesar 1 g de suelo y colocar en un earlenmeyer de 250 ml.

Agregar 10 mg. de sulfato de Potasio (K_2SO_4).

Agitar por una hora.

Filtrar con papel Whatman # 42.

Determinar por método turbimétrico.

Nota: Debe recuperar por lo menos 85 % de lo aplicado.

6.9. Prueba para las soluciones A y B.**6.9.1. Procedimiento:**

Agregar cierta cantidad de K_2SO_4 en un earlenmeyer de 50ml.

Agregar 10 ml. de solución extractora (Cloruro de Calcio, Acetato de Calcio o fosfato monoácido de Calcio)

Agregar 10 ml. de solución A y 5 ml. de solución B.

Agitar y esperar diez minutos.

Tomar lectura en un espectofotómetro a 440 nm.

6.10. Pruebas de Recuperación:

6.10.1. Solución madre:

A: Procedimiento:

Para preparar una solución madre que está 100 ppm. se deben pesar 0.5439 g de sulfato de potasio.

Agregar en un balón aforado de un litro y llevar a volumen con agua destilada.

6.10.2. Submuestras de la solución madre:

A: Procedimiento:

Para preparar una solución a 10 ppm., tomar diez ml. de la solución madre, y colocarlos en un balón aforado a 100 ml., llevar a volumen (agitar bien).

Para preparar una solución a 25 ppm., tomar 25 ml. de la solución madre, y colocarlos en un balón aforado a 100 ml. y llevar a volumen.

6.11. Recuperación:

A: Procedimiento:

Pesar 10 g. de suelo y colocar en un earlenmeyer de 250 ml.

Agregar un ml de solución que está a 10 ppm o 25 ppm.

Agregar 50 ml. de solución extractora (Cloruro de calcio, Acetato de calcio o Fosfato monoácido de Calcio).

Agitar por una hora.

Filtrar con papel Whatman #42.

Leer en espectrofotómetro a 440 nm. utilizando método turbidimétrico.

Nota: Debe de existir un 85 % de eficiencia para aceptar la solución extractora.

6.12. Preparación de curva standar de calibración:

A. Procedimiento:

Para preparar una solución madre que está 100 ppm. se deben pesar 0.5439 g de sulfato de potasio.

Agregar en un balón aforado de un litro y llevar a volumen con agua destilada.

B. Alicuotas de la solución madre:

Para preparar la curva de calibración se toman alicuotas conocidas (5, 6, 7, 8, 9 y 10 ppm), por ejemplo para la alicuota de 5 ppm se toman 5 ml de la solución madre y se agrega en un balón aforado a 100 ml y posteriormente se afora con agua destilada.

Luego se toma lectura en un espectrofotometro a 440 nm y el porcentaje de transmitancia se convierte en absorvancia, esta se plotea en el eje de las ordenadas (Y) y las concentraciones en el de las abcisas (X), luego se realiza un análisis de regresión simple y se establece la ecuación para averiguar la concentración en ppm (los resultados se presentan en el cuadro 13A del apéndice).

7. RESULTADOS Y DISCUSION:

7.1. Azufre total en suelos:

En la figura 4 se observa la concentración de azufre total extraída por las digestiones evaluadas y los valores obtenidos se encuentran en el cuadro 8A. Los valores menores de azufre total corresponden a la digestión seca, estos resultados concuerdan con los obtenidos por Tabatabai (22), quien encontró que el uso de la digestión seca existen pérdidas de azufre orgánico, por lo que atribuye que los valores serán menores que los obtenidos por digestión húmeda (ácida ó alcalina).

El contenido de azufre total correlaciona con el contenido de materia orgánica como lo indica Fox et. al. citado por Ranero (17), como puede verse en la figura 4 que los suelos 3 y 6 son altos en materia orgánica y poseen los valores de azufre total mayores no importando la digestión utilizada.

En el cuadro 7A del apéndice se presenta el análisis de varianza, puede observarse que existe significancia para la interacción suelo-digestión y la comparación de medias se presenta en el cuadro 3.

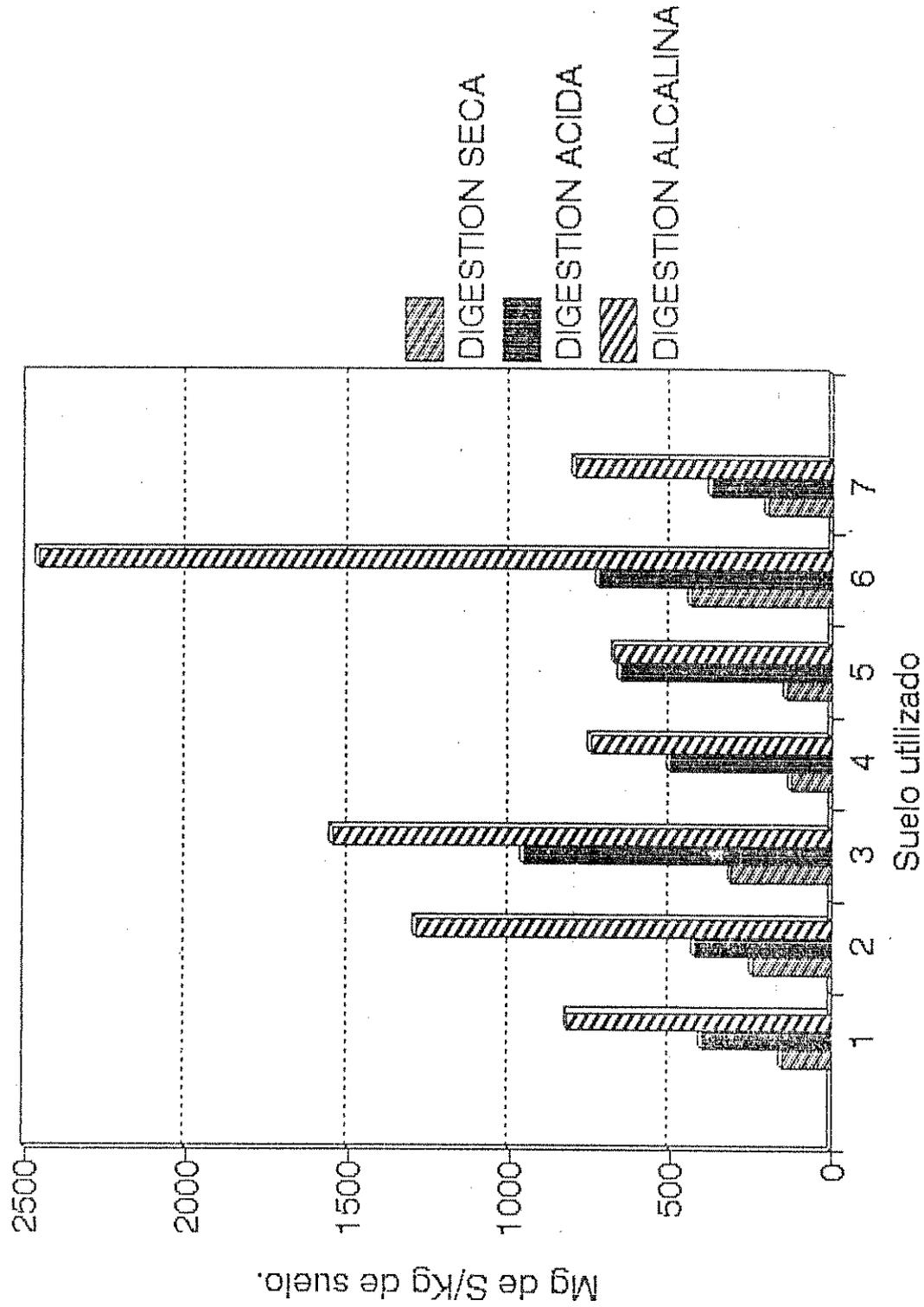


Figura 4. Comparación de las digestiones utilizadas para cada uno de los suelos trabajados.

Cuadro 3. Comparación de medias debido a la interacción suelo-digestión para la extracción de azufre total.

Suelo No.	pH	M.o (%)	Digestión	Media	Resumen
6	6.1	9.49	Alcalina	2465.0	a
3	5.3	15.6	Alcalina	1150.0	b
2	4.9	3.58	Alcalina	1292.5	c
1	5.1	1.34	Alcalina	822.5	e
7	8.3	2.63	Alcalina	800.0	e
4	6.1	2.96	Alcalina	745.8	f
5	6.4	3.65	Alcalina	676.7	g
3	5.3	15.6	Acida	957.2	d
6	6.1	9.49	Acida	725.0	f
5	6.4	3.65	Acida	654.4	g
4	6.1	2.96	Acida	503.3	h
2	4.9	3.58	Acida	423.3	ij
1	5.1	1.34	Acida	403.3	j
7	8.3	2.63	Acida	375.0	k
6	6.1	9.49	Seca	437.5	i
3	5.3	15.6	Seca	313.7	l
2	4.9	3.58	Seca	247.3	m
7	8.3	2.63	Seca	198.8	m
1	5.1	1.34	Seca	150.2	n
5	6.4	3.65	Seca	137.3	n
4	6.1	2.96	Seca	127.0	n

En el cuadro 3 se puede observar el resumen de las medias de las interacciones suelo-digestión evaluada, para la extracción de azufre total en mg/kg de suelo, la digestión que oxida la mayor cantidad de azufre total para los suelos evaluados fué la digestión alcalina. La digestión seca oxidó la menor cantidad de azufre total ya que posee las menores concentraciones, debido a las pérdidas de azufre en el proceso de ignición como indica Tabatabai (22).

En la figura 4 se observa a nivel general, el comportamiento de cada una de las digestiones evaluadas se infiere que la digestión alcalina oxidó la mayor cantidad de azufre total, seguida de la digestión ácida y por último la digestión seca que fue la que oxidó la menor cantidad de azufre total.

7.2. Azufre inorgánico en suelos:

Cuando se realizó la extracción de azufre inorgánico en los suelos la respuesta fué negativa debido a que los suelos no presentaron azufre lábil, debido probablemente a que este nutriente puede ser lixiviado, erosionado o fijado, ya que según las características de los lugares donde se muestreó (ver inciso 6.1.) en algunos lugares de estos existe alta precipitación, alta humedad relativa. Algunos autores (17,22), indican que el 75-95 % del azufre total es orgánico, y únicamente de 5 a un 25 % de azufre inorgánico, el cual no todo es disponible para la planta, además en la curva de calibración que se utilizó los rangos de concentración fueron a partir de 5, por lo que tomando en cuenta el valor de concentración de azufre inorgánico lábil puede que los valores hayan sido menores.

Cuadro 4. Porcentaje de recuperación obtenidos para las tres soluciones extractoras utilizando Sulfato de Potasio (K_2SO_4).

Solución Extractora	Concentración en PPM extraído.		Prom. recup. (%)
	10	25	
Acetato de calcio	5.60 (1)	14.21 (6)	56.42
Cloruro de calcio	2.62 (1)	6.82 (6)	26.74
Fosfato de calcio	8.88 (1)	21.09 (6)	86.58

(1) = suelo con pH de 5.1

y % M.o de 1.34.

(6) = suelo con pH 6.1

y % M.o de 9.49

En el cuadro 4 se puede observar que la solución extractora eficiente en cuanto a la recuperación del ión sulfato (SO_4) fué el fosfato monoácido de calcio con un porcentaje de recuperación promedio de 86.58. No así el acetato de calcio que obtuvo un 56.42 % de recuperación y el cloruro de calcio que obtuvo un 26.74 %.

7.3. Análisis económico:

Al realizar un análisis químico de cualesquiera de los elementos es necesario saber que tan rentable es realizarlo por lo que se hizo necesario realizar un análisis económico tanto para las digestiones utilizadas como para las metodologías de extracción, sin olvidar que tan eficientes son las digestiones y metodologías analizadas en cuanto a la extracción del elemento estudiado.

Para dicho análisis se tomaron únicamente los costos de reactivos (insumos) no tomándose en cuenta costo de mano de obra y costos indirectos (costos fijos), los cálculos se presentan en el apéndice 13A.

Cuadro 5. Costo por muestra (Q) y tiempo de duración para cada una de las digestiones utilizadas.

Tipo de Digestión	Costo/muestra (Q)	Tiempo/muestra (Días)
Seca	0.70	1
Alcalina	11.35	1/2
Acida	4.00	2

En el cuadro 5 se presentan los costos para cada una de las digestiones utilizadas, se concluye que el menor costo corresponde a la digestión seca, pero es la metodología que extrae la menor cantidad de azufre total y un día de duración para la obtención de datos, le sigue la digestión ácida, ésta por un lado tiene el inconveniente que no da resultados precisos de azufre total en comparación con la digestión

alcalina, además de que se requiere de aproximadamente dos días en la obtención de datos. Por ultimo tenemos la digestión alcalina que a pesar que posee el costo mas alto nos proporciona datos mas precisos y su tiempo de operación es corto para la obtención de los mismos.

Cuadro 6. Costo por muestra (Q) y tiempo de duración para cada una de las soluciones extractoras utilizadas.

Metodología Extractora	Costo/muestra (Q)	Tiempo/muestra (Horas)
Cloruro de calcio	0.50	4
Acetato de calcio	0.50	4
Fosfato monoácido de calcio	0.43	4

En el cuadro 6 se presenta el costo para cada una de las metodologías extractoras observando que a nivel general la metodología extractora que posee el menor costo para su ejecución es el fosfato monoácido de calcio, además de ser la metodología mas eficiente en cuanto a recuperación de sulfato se refiere. En cuanto al tiempo de ejecución no existe ningún problema ya que en todas se requiere el mismo tiempo de operación.

8. CONCLUSIONES:

1. Con la digestión alcalina se obtuvieron los valores mayores de azufre total y además es la que requiere menos tiempo de recuperación (1/2 día), sin embargo tiene el costo más alto de las tres digestiones evaluadas.

2. En las pruebas de recuperación de azufre inorgánico lábil evaluada con fosfato monoácido de calcio recuperó la mayor cantidad de SO_4 (86.58%), además de tener el costo por insumo más bajo de las tres soluciones extractoras evaluadas.

9. RECOMENDACIONES:

- 1- Realizar otros estudios de esta naturaleza y trabajarlos con diferentes suelos utilizando las mismas soluciones extractoras principalmente en lo que se refiere a la extracción de azufre inorgánico.

- 2- Al realizar pruebas de cuantificación de azufre utilizar curva de calibración con concentración desde 0, debido que los suelos contienen bajas concentraciones de azufre.

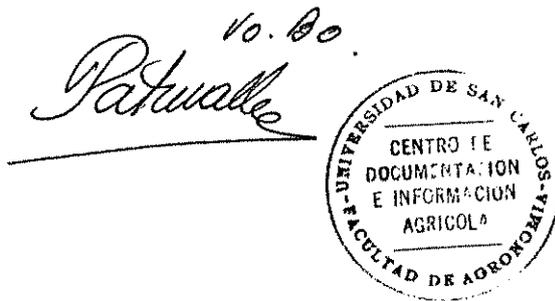
PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE LOS RÍOS
CARRERA DE INGENIERÍA EN QUÍMICA
LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO

10. BIBLIOGRAFIA

1. AGUILAR REYES, E. 1978. Análisis de rendimiento de tres variedades de maní (Arachys hypogea L.) bajo diferentes niveles de nitrógeno y azufre. Tesis Ing.Agr. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Agronomía. 33 p.
2. BARRETO, H.J. 1994. Probability of economic maize yield response to sulphur fertilization in central america. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 326-332.
3. BORNEMISZA, E. 1990. Problemas del azufre en suelos y cultivos de mesoamérica. San José, C. R., Universidad de Costa Rica. 101 p.
4. BLAIR, G.J.; et. al. 1994. The development of the KCl-40 sulfur soil test. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 351-363.
5. BLANCHAR, R.W. 1986. Measurement of sulfur in soils and plants. Soil Science of America (EE.UU) 17:455-490.
6. CASTANEDA MORALES, H. 1977. Efecto de la aplicación de azufre sobre el rendimiento del sorgo granífero (Sorghum bicolor L. Moench) y su incidencia económica en Chiquimulilla, Santa Rosa. Tesis Ing. Agr. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala Facultad de Agronomía. 27 p.
7. CECCOTTI, S.P.; MESSICK, D.L. 1994. PLant nutrient sulphur balance in Latin America. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 379-391.
8. CROWLEY, J.; CAMI, M.; SOBERANES, M. 1953. Azufre (notas sobre su importancia en el desarrollo de México). México, D.F., EDIAPSA. 173 p.
9. CRUZ, J.R. DE LA. 1982. Clasificación de zonas de vida de Guatemala a nivel de reconocimiento. Guatemala, Instituto Nacional Forestal. 42 p.

10. DICH, W. A.; TABATABAI, M. A. 1979. Ion chromatographic determination of sulfate and nitrate in soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* (EE.UU) 43(5):899-904.
11. JONSON, C.M.; NISHITA, H. 1952. Microestimation of sulfur in plant materials, soils, and irrigation waters. *Analytical Chemistry.* (EE.UU) 24:736-742.
12. LEON ARANA, L. DE 1991. Efecto de la adición de residuos foliares en procesos de transformación de azufre y en el fraccionamiento de cobre, manganeso y zinc en suelos cafetaleros de Costa Rica. Tesis Mag. Sc. Costa Rica, Universidad de Costa Rica. 93 p.
13. LETONA PAREDES, C. 1979. Relación de nitrógeno azufre y molibdeno en el contenido de proteína y componentes primarios del rendimiento en frijol negro (Phaseolus Vulgaris L.). Tesis Ing. Agr. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Agronomía. 33 p.
14. MAMARIL, C. P. 1994. Contribution of sulphur research on rice production in Southeast Asia. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico). Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 333-334.
15. MESSICK, D. L.; NUNEZ ESCOBAR, R. 1994. Forewood. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. 314 p.
16. NUNEZ ESCOBAR, R. 1994. Soil and crop responses to sulphur application in mexican agricultura. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 315-325.
17. RANERO CABARRUS, J. 1974. Estudio de correlación de un método analítico para la determinación de azufre y de la respuesta a la aplicación de ese elemento en 25 suelos de Guatemala. Tesis Ing. Agr. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Agronomía. 38 p.
18. SCHNUG, E.; HANEKLAUS, S. 1994. Ecological aspects of plant sulphur supply. En Congreso Mundial de la Ciencia del Suelo (15.,1994, Acapulco, Mexico) Transactions. Mexico, International Society of Soil Science. p. 364-371.

19. SIMMONS, C.S.; TARANO, T.M.; PINTO, J.H. 1959. Clasificación y reconocimiento de los suelos de la república de Guatemala. Trad. Pedro Tirado. Guatemala, José de Pineda Ibarra. 1000 p.
19. TABATABAI, M. A.; BREMNER, J. M. 1970. A simple turbidimetric method of determining total sulfur in plant materials. Soil Sci. Soc. Amer. (EE.UU) 34:805-806.
20. -----, 1970. An alkaline oxidation method for determination fo total sulfur in soils. Soil Sci. Soc. Amer. EE.UU 34:62-65.
21. TABATABAI, M. A. 1987. Physicochemical fate of sulfate in soils. JAPCA. (EE.UU) 1:34-37.
22. TRUDINGER, P. A. 1986. Chemistry of the sulfur cicle. Soil Science Society of America. (EE.UU) 1:1-21.



10. APENDICE

Cuadro 7A. Análisis estadístico para las digestiones utilizadas en la extracción de azufre total en suelos.

F.V	G.l	S.c	C.M	F.c	F.t
Suelo	6	4777352.2	796225.4	788.5**	3.24
Digestión	2	9988612.9	4994306.4	4995.9**	5.12
Suelo*Digestión	12	3812031.3	317669.3	314.6**	2.64
Error	42	28282.3	1009.8		
Total	62	18606278.6			

C.V = 4.85 %

Donde: F.V = Fuente de variación.

G.l = Grados de libertad.

S.c = Suma de cuadrados.

C.M = Cuadrado medio.

F.c = F. calculada.

F.t = F. tabulada.

Cuadro 84. Concentracion de azufre total en mg/kg de suelo de los diferentes suelos evaluados con su respectivo pH y contenido de Materia organica.

TIPO DE DIGESTION	CONCENTRACION		CONCENTRACION DE AZUFRE mg/kg de suelo							
	pH	M.O. %	5.10	4.90	5.30	6.10	6.40	6.10	8.30	
Digestion Secca			1.34	3.28	16.60	2.56	3.66	9.49	2.63	
Digestion Acidida			403.30	423.90	957.20	603.90	664.40	726.00	376.00	
Digestion Alcalina			822.60	1292.60	1660.00	745.60	676.70	2466.00	600.00	

Fuente: Laboratorio de Manejo de Suelo y Agua FAUSAAC.

Cuadro 9A. Características de los suelos utilizados en el trabajo.

No.	pH	%M.o	P	K	Ca	Mg	Cu	Zn	Fe	Mn
1	5.1	1.34	16.7	20	4.04	12.2	1.0	1.5	12	25
2	4.9	3.58	6.73	40	2.18	2.31	1.5	1.5	13.5	9
3	5.3	15.6	0.1	30	1.56	0.56	0.5	3.0	5.0	13
4	6.1	2.96	24.2	143	6.86	1.03	1.5	2.0	18.5	14
5	6.4	3.65	9.22	610	8.08	2.15	2.0	2.0	17.0	14
6	6.1	9.49	0.16	93	3.43	1.14	0.5	2.0	3.0	4
7	8.3	2.63	204	270	18.7	5.96	0.5	3.0	2.5	10

Donde: P y K están en ug/ml.

Ca y Mg están en meq/100 ml.

Cu, ZN, Fe y Mn están en ppm.

Cuadro 10A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo de la Digestión seca para cada uno de los suelos trabajados.

REP\SUELO	1	2	3	4	5	6	7
1	154.5	249.0	311.5	126.0	135.0	447.0	205.0
2	145.0	244.0	318.0	129.0	135.0	428.0	197.5
3	151.0	249.0	311.5	126.0	142	437.5	194.0

Cuadro 11A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo para la Digestión ácida para cada uno de los suelos trabajados.

REP\SUELO	1	2	3	4	5	6	7
1	400.0	420.0	945.0	503.3	646.7	740.0	381.7
2	410.0	430.0	963.3	503.3	658.3	725.0	371.7
3	400.0	420.0	963.3	503.3	658.3	710.0	371.7

Cuadro 12A. Resultados obtenidos en mg/kg de suelo para la Digestión alcalina para cada uno de los suelos trabajados.

REP\SUELO	1	2	3	4	5	6	7
1	805.0	1267.5	1502.5	772.5	675.0	2562.5	840.0
2	822.5	1292.5	1557.5	740.0	662.5	2387.5	805.0
3	840.0	1317.5	1590.0	725.0	692.5	2445.0	755.0

Cuadro 13A. Valores obtenidos para la curva standar para la cuantificación de S-SO₄.

Azufre (s) en ppm (X)	% de Transmitancia	% de Absorvancia (Y)
5	58	0.237
6	42	0.377
7	39	0.409
8	37	0.432
9	25	0.602
10	23	0.638

$$\% A = 0.00798 [\text{ppm}] - 0.1603$$

APENDICE 14A. Cálculos realizados para el análisis económico del
azufre total e inorganico.

PRECIOS DE REACTIVOS (año de 1995):

<u>REACTIVO</u>	<u>PRECIO (Q)</u>	<u>CANTIDAD</u>
Cloruro de calcio	151.30	500 g
Acetato de calcio	208.65	1 kg
Fosfato monoacido de calcio	42.00	500 g
Acido nítrico	65.81	2.5 lt
Sulfato de potasio	38.60	500 g
Acido Acético	113.50	2.5 lt
Goma arábiga	285.90	1 kg
Cloruro de Bario	112.00	500 g
Acido Perclorico	170.75	1 lt
Acido Fosforico	120.38	2.5 lt
Acido Clorhídrico	49.75	1 lt
Bicarbonato de sodio	19.50	500 g
Bromo	265.50	250 ml
Hidróxido de sodio	53.93	1 kg

- METODO TURBIDIMETRICO:

- SOLUCION A:

$$89.29 \text{ ml HNO}_3 * Q65.81/2500 \text{ ml HNO}_3 = Q2.35$$

$$0.0002 \text{ g K}_2\text{SO}_4 * Q38.60/500 \text{ g K}_2\text{SO}_4 = \underline{Q0.0002}$$

2.36

$$Q2.36/1000 \text{ ml} * 10 \text{ ml/ muestra} = Q0.02 * 3 \text{ rep} = Q0.06$$

- SOLUCION B:

480 ml Ac. Acet. * Q113.50/2500 ml Ac. = Q21.79

5 g de Goma Acac. * Q285.90/1000 g goma = Q 1.43

5 g de BaCl₂ * Q112.0/500 g = Q 1.12

24.34

Q24.34/1000ml * 5 ml/ muestra Q0.12 * 3 rep = Q0.36

Valor del método turbidimétrico= Solución A Q 0.06

Solución B Q 0.36

0.42

- SOLUCIONES EXTRACTORAS:

a) CLORURO DE CALCIO:

1.5 g de Cloruro * Q151.30/500 g de cloruro = Q0.45

Q0.45/1000 ml * 50 ml/ muestra = Q0.02 * 3 rep = Q0.06

Metodo Turbidimétrico = Q0.42

0.48

b) ACETATO DE CALCIO:

1.7618 g de acetato * Q208.65/1000 g acetato = Q0.37

Q0.37/1000 ml * 50 ml/muestra = Q0.02 * 3 rep = Q0.06

Metodo Turbidimétrico = Q0.42

0.48

c) FOSFATO MONOACIDO DE CALCIO:

0.3778 g de Fosfato * Q67.20/500 g Fosfato = Q0.05

0.05/1000 ml * 50 ml/ muestra = 0.0025 * 3 rep = Q0.016

Metodo Turbidimétrico= Q0.42

Q0.43

-DIGESTIONES:

a) ALCALINA:

$$3 \text{ ml Br/ muestra} * Q265.50/250 \text{ ml } Q3.19 * 3 \text{ rep} = Q 9.60$$

$$80 \text{ g/1000 ml} * Q53.93/1000 \text{ g} * 100 \text{ ml/muestra} = Q0.43 * 3 \text{ rep} = \underline{Q 1.26}$$

10.80

$$\text{Metodo Turbidimétrico} = \underline{Q 0.42}$$

11.22

b) ACIDA:

$$3 \text{ ml HNO}_3/\text{muestra} * Q65.81/2500 \text{ ml} = Q0.08 * 3 \text{ rep} = Q 0.24$$

$$3 \text{ ml HClO}_4 * Q170.75/1000 \text{ ml} = Q0.51 * 3 \text{ rep} = Q 1.54$$

$$7 \text{ ml H}_2\text{PO}_4 * Q120.38/2500 \text{ ml} = Q0.34 * 3 \text{ rep} = Q 1.01$$

$$2 \text{ ml HCl} * Q49.75/1000 \text{ ml} = Q0.10 * 3 \text{ rep} = Q 0.30$$

$$32.15 \text{ ml HCl/1000 ml} * Q49.75/1000 \text{ ml} * 95 \text{ ml/muestra}$$

$$Q0.15 * 3 \text{ rep} = \underline{Q 0.46}$$

3.55

$$\text{Metodo Turbidimétrico} = \underline{Q 0.42}$$

3.97

c) SECA:

$$0.25 \text{ g bicarbonato/muestra} * Q19.50/500 \text{ g bicarbonato} = Q0.001$$

$$0.001 * 3 \text{ rep} = Q0.03$$

$$32.15 \text{ ml HCl} * Q49.75 * 50 \text{ ml/1000000} = Q0.008 * 3 \text{ rep} = \underline{Q0.24}$$

0.27

$$\text{Metodo Turbidimétrico} = \underline{Q0.42}$$

0.69



LA TESIS TITULADA: "EVALUACION DE METODOLOGIAS PARA EXTRACCION DE AZUFRE EN SUELOS A DIFERENTE Ph Y CONTENIDO DE MATERIA ORGANICA".

DESARROLLADA POR EL ESTUDIANTE: HANANI HAROLD SAGASTUME GODINEZ

CARNET No: 8918235

HA SIDO EVALUADA POR LOS PROFESIONALES: Ing. Agr. Maxdelio Herrera
 Ing. Agr. Aníbal Sachajá

Los Asesores y las Autoridades de la Facultad de Agronomía, hacen constar que ha cumplido con las normas universitarias y reglamentos de la Facultad de Agronomía de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Ing. Agr. M.Sc. José Jesús Chonay
 ASESOR

Ing. Quím. M.Sc. Lisely de León Arana
 ASESOR

Ing. Agr. Rolando Lara Alecio
 DIRECTOR DEL IIA.



I M P R I M A S E

Ing. Agr. Efraín Medina Guerra
 DECANO



c.Control Académico
 Archivo
 RL/prr.

APARTADO POSTAL 1545 • 01091 GUATEMALA, C. A.

TELEFONO: 769794 • FAX: (5022) 769770