

NOTAS TECNICAS

COMPARACION DE METABORATO DE LITIO Y BORAX EN ANALISIS ELEMENTAL DE SUELOS

Héctor Fernando Franco-Alvarez*

INTRODUCCION

El análisis elemental de suelos es aplicable también a rocas, minerales y a coloides minerales. Consiste en la determinación de la cantidad total de cada uno de los elementos en la muestra, tales como Si, Fe, Al, K, Ca, Mg, Na, Cu, Mn, Zn, Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Ti y V. Aunque cuando estos totales absolutos tienen poco significado en lo que se refiere a las necesidades de fertilidad de los suelos, son útiles para caracterizar suelos, arcillas, rocas y minerales (3, 4, 5).

La literatura existente sobre el tema recomienda el análisis de fusión de la muestra con un fundente adecuado y determinación hasta donde sea posible por espectrofotometría de absorción atómica. Entre los fundentes utilizados por varios investigadores del mundo, están:

- Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) (3, 4, 5).
- Metaborato de Litio (LiBO_2) (1), y
- Tetraborato de Litio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) (2, 6).

El presente trabajo se realizó en el laboratorio de Química Agrícola de CENICAFE con el objeto de comparar el metaborato de litio y el bórax, como fundentes para análisis de Si y de elementos totales en suelos y establecer una metodología que pueda ser útil para el laboratorio.

* Auxiliar IV de la Sección de Química Agrícola del Centro Nacional de Investigaciones de Café, CENICAFE, Chinchiná, Caldas, Colombia.

MATERIALES Y METODOS

1. Suelos:

Se utilizaron cinco suelos: Naranjal horizonte orgánico e inorgánico, y horizontes orgánicos de suelos Fondesa, Fresno y de un lote de CENICAFE con aplicaciones de cal, el cual sirvió como testigo.

2. Métodos empleados:

2. 1. Con Metaborato de Litio (LiBO_2).

Se pesaron 0,1 g de muestra en un crisol de platino. Se adicionaron 0,6 g de LiBO_2 . Se mezcló bien y se fundió en mufla a 1.000 °C durante 15 minutos. Luego de enfriar el crisol, con su contenido, por inmersión en un recipiente con agua, el producto fundido se disolvió con 20 ml de H_2O caliente, y 5 ml de HCl concentrado; posteriormente se adicionaron otros 20 ml de H_2O caliente y 5 ml de HCl concentrado.

La solución obtenida se pasó a un frasco volumétrico de 200 ml y se ajustó a volumen. En esta solución se hicieron las determinaciones.

2. 2. Con Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$).

Se siguió la misma técnica del Metaborato de Litio; solamente varió la cantidad de Borax (1,2 gramos por muestra).

3. Determinaciones:

Las determinaciones se realizaron por E.A.A. en el Perkin Elmer modelo 2380, teniendo en cuenta las condiciones especificadas por el manual del equipo para cada uno de los elementos estudiados:

Si y Al con llama $\text{N}_2\text{O} - \text{C}_2\text{H}_2$

Ca, Mg, K, Fe, Mn, Zn y Cu con llama aire - C_2H_2

RESULTADOS Y DISCUSION

A. Determinación de Si.

1. Preparación de patrones.

1. 1. A partir de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ se preparó patrón de 1.000 ppm en Si, acidulando con HCl al 5^o/o.
1. 2. A partir de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ se preparó patrón de 2.000 ppm de Si en agua.
- 1.3. A partir de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ se preparó patrón de 250 ppm en Si, fusión con LiBO_2 y disolución posterior.
1. 4. A partir de arena se preparó patrón de 250 ppm en Si, fusión con LiBO_2 y disolución posterior.

De cada uno de estos patrones se prepararon series de soluciones de trabajo de 0, 25, 50, 100, 150 y 300 ppm de Si para determinar las absorbancias respectivas y poder recomendar los patrones para análisis de Si por E.A.A.

En la Tabla 1 se presentan las absorbancias (Abs x 1.000) de las soluciones de trabajo preparadas.

La absorbancia más alta la presentó la serie de soluciones (1.2.1.) procedentes del patrón de 2.000 ppm de Si, preparado a partir de 10,10 gramos de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en solución acuosa (1. 2.). Seguidamente, con absorbancias altas se encuentran las series de soluciones (1.1.1. y 1.1.2.) procedentes del patrón de 1.000 ppm de Si, preparado a partir de 5,05 gramos de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en HCl al 5^o/o (1.1.).

TABLA 1.- ABSORBANCIA (Abs x 1000) DE LOS PATRONES DE TRABAJO PREPARADOS.

Si p. p. m.	A b s o r b a n c i a				
	1.1.1.	1.1.2.	1.2.1.	1.3.1.	1.4.1.
0	2	2	4	8	10
25	28	29	33	26	23
50	51	55	60	38	36
100	97	101	115	73	57
150	136	153	162	100	80
300	240	278	284	—	—
Los patrones:	1.1.1. en solución matriz de LiBO_2 .				
	1.1.2. en HCl al 5 ^o /o.				
	1.2.1. en HCl al 5 ^o /o.				
	1.3.1. en solución matriz de LiBO_2 .				
	1.4.1. en solución matriz de LiBO_2				

Las absorbancias más bajas corresponden a las series de soluciones (1.3.1. y 1.4.1.), procedentes de los patrones de 250 ppm de Si, preparados a partir de 0,405 g de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (1. 3) y 0,107 g de arena (1. 4), fusión con LiBO_2 y posterior disolución ácida respectivamente.

2. Análisis de los suelos:

En la tabla 2 se presentan los resultados de SiO_2 para los suelos estudiados, obtenidos por cada uno de los métodos.

Las soluciones procedentes de la fusión con Borax presentan una mejor y fácil solubilización; en este caso trabaja mejor. La cantidad pesada de muestra, 100 mg, para llevar a 200 ml, entra dentro del rango óptimo de trabajo para el Si.

TABLA 2.- PORCENTAJE DE SiO_2 EN LOS SUELOS ESTUDIADOS, PARA CADA METODO.

Suelo	SiO_2	
	LiBO_2 %o	Borax %o
Naranjal Orgánico	41,2	56,0
Naranjal Inorgánico	30,4	34,2
Fondesa Orgánico	33,0	62,6
Fresno Orgánico	17,6	64,2
Testigo Encalamiento Orgánico	29,0	39,9

B. Determinación de Al y Fe:

En la tabla 3 se presentan los resultados de Al_2O_3 y Fe_2O_3 para los suelos estudiados, obtenidos por cada uno de los métodos.

Tanto para el Al como para el Fe, ambos métodos son sensiblemente iguales, siendo la solubilización de la fusión con Borax la mejor y más fácil.

Los rangos de lectura obtenidos para ambos elementos, con el tamaño de muestra y disolución utilizados, están bien para efectuar las determinaciones directamente en la solución original.

TABLA 3.- PORCENTAJE DE Al_2O_3 Y Fe_2O_3 EN LOS SUELOS ESTUDIADOS PARA CADA METODO.

S u e l o	Al_2O_3		Fe_2O_3	
	LiBO ₂ (^o /o)	Borax	LiBO ₂ (^o /o)	Borax
Naranjal Orgánico	6,8	7,8	4,3	4,5
Naranjal Inorgánico	13,7	10,7	7,6	6,1
Fondesa Orgánico	9,7	9,0	4,9	4,7
Fresno Orgánico	5,0	8,7	3,2	5,3
Testigo Encalamiento Orgánico	10,1	9,2	9,5	7,8

C. Determinación de Mn - Zn y Cu:

En la tabla 4 se presentan los resultados de MnO, ZnO y CuO para los suelos estudiados, obtenidos por cada uno de los métodos. Como se observa en esta tabla, los valores encontrados son cero o muy bajos. lo que nos indica que se detecta poco, como en el caso del Mn, o no se detecta como en el Zn y Cu. De donde el tamaño de muestra y la disolución no son las adecuadas por la baja sensibilidad encontrada.

En caso de análisis de estos elementos en suelos, deberá aumentarse el tamaño de muestra para incrementar la sensibilidad y encontrar los rangos óptimos de trabajo en las soluciones originales.

TABLA 4.- PORCENTAJE DE MnO Y CuO EN LOS SUELOS ESTUDIADOS PARA CADA METODO.

S u e l o	MnO		ZnO		CuO	
	LiBO ₂ (^o /o)	Borax	LiBO ₂ (^o /o)	Borax	LiBO ₂ (^o /o)	Borax
Naranjal Orgánico	0,11	0,12	0,02	0,02	0,06	0,07
Naranjal Inorgánico	0,10	0,10	0,0	0,02	0,07	0,02
Fondesa Orgánico	0,16	0,17	0,02	0,0	0,04	0,02
Fresno Orgánico	0,09	0,12	0,0	0,0	0,04	0,02
Testigo Encalamiento Orgánico	0,25	0,24	0,0	0,0	0,04	0,02

D. Determinación de K:

En la tabla 5 se presentan los resultados de K_2O para los suelos, obtenidos por cada uno de los métodos.

Ambos métodos son sensiblemente iguales, siendo la solubilización de la fusión con borax mejor y más fácil.

Los rangos de lectura obtenidos están dentro del límite de sensibilidad del K para el tamaño de muestra empleado.

TABLA 5.- PORCENTAJE DE K_2O EN LOS SUELOS ESTUDIADOS PARA CADA METODO

Suelo	K_2O	
	LiBO ₂ 0/o	Borax 0/o
Naranjal Orgánico	0,8	0,9
Naranjal Inorgánico	0,4	0,3
Fondesa Orgánico	0,8	0,9
Fresno Orgánico	0,5	0,5
Testigo Encalamiento Orgánico	0,4	0,4

E. Determinación de Ca y Mg:

En la tabla 6 se presentan los resultados de CaO y MgO para los suelos estudiados, obtenidos por cada uno de los métodos.

En la mayoría de los valores obtenidos para Ca y Mg ambos métodos son sensiblemente iguales, siendo la solubilización de la fusión con Borax la mejor y más fácil. Para es-

TABLA 6.- PORCENTAJE DE CaO Y MgO EN LOS SUELOS ESTUDIADOS PARA CADA METODO.

Suelo	CaO		MgO	
	LiBO ₂ (0/o)	Borax	LiBO ₂ (0/o)	Borax
Naranjal Orgánico	2,5	4,7	3,4	3,6
Naranjal Inorgánico	1,4	1,4	2,1	2,2
Fondesa Orgánico	2,8	3,5	2,6	2,8
Fresno Orgánico	2,9	3,8	3,4	5,0
Testigo Encalamiento Orgánico	7,0	6,6	4,7	3,2

tos elementos, los rangos de lectura obtenidos están dentro de un límite de sensibilidad para el tamaño de muestra empleado.

Siguiendo las recomendaciones de los últimos trabajos en el campo del análisis elemental en suelos y otros materiales (1, 2), se efectuaron determinaciones de Ca y Mg por E.A.A. en las soluciones procedentes de las fusiones, utilizando llama aire-C₂H₂ y N₂O-C₂H₂, con y sin adición de solución de LaCl₃ respectivamente.

En la tabla 7 se presentan los resultados de CaO y MgO para los suelos estudiados, obtenidos por cada uno de los métodos y determinados con llama N₂O-C₂H₂ y Aire-C₂H₂.

Como puede observarse en la Tabla 7, los valores obtenidos para Ca y Mg con cada fundente son similares en todos los casos, aunque la fusión con borax presenta ventajas en la solubilización.

Las determinaciones hechas directamente en la solución original para Ca y Mg con llama N₂O-C₂H₂ y sin LaCl₃, dieron valores similares a los obtenidos con llama aire-C₂H₂ y LaCl₃.

Esto da a entender que hacer las determinaciones para Ca y Mg con llama N₂O-C₂H₂ y LaCl₃, daría valores más altos que los encontrados.

Las determinaciones hechas con aire-C₂H₂ sin adición de LaCl₃ dieron valores bajos como por ejemplo: CaO 0,2 frente a 2,9; 1,1 a 3,4 y MgO de 1,3 a 3,4; 0,8 a 2,6; etc., que los valores obtenidos cuando se adicionó LaCl₃.

CONCLUSIONES

1. Análisis de Si.
 - a. Se puede trabajar en un rango de concentración de 0 a 150 ppm.
 - b. Preparar un patrón de 1.000 ppm a partir de silicato de sodio (Na₂SiO₃ · 9H₂O), en agua destilada, acidulando al 5^o/o con HCl.
 - c. La solución matriz de LiBO₂ con HCl al 5^o/o, no tiene efecto en las bajas de absorbancia de los patrones de trabajo.

TABLA 7.- PORCENTAJE DE CaO Y MgO EN LOS SUELOS ESTUDIADOS PARA CADA METODO, DETERMINADOS CON LLA
 MA N₂O-C₂H₂ Y AIRE-C₂H₂.

	°/o de CaO				°/o de MgO			
	LiBO ₂		Borax		LiBO ₂		Borax	
	N ₂ O-C ₂ H ₂	AIRE-C ₂ H ₂	N ₂ O-C ₂ H ₂	AIRE-C ₂ H ₂	N ₂ O-C ₂ H ₂	AIRE-C ₂ H ₂	N ₂ O-C ₂ H ₂	AIRE-C ₂ H ₂
Naranjal Orgánico	3,8	2,5	3,5	4,7	2,7	3,4	2,9	3,6
Naranjal Inorgánico	1,2	1,4	0,9	1,4	1,2	2,1	1,2	2,2
Fondesa Orgánico	2,7	2,8	2,5	3,5	1,8	2,6	1,7	2,8
Fresno Orgánico	2,6	2,9	2,7	3,8	2,5	3,4	4,6	3,2
Testigo Encalamiento Orgánico	8,1	7,0	6,5	6,6	5,9	4,7	2,4	5,0

- d. Con 100 mg de suelo llevados a un volumen de 200 ml, es suficiente para obtener lecturas directas en un buen rango de concentración, permitiendo determinar además Al, Ca, Mg, K y Fe.
 - e. Pueden utilizarse cualquiera de los dos fundentes ensayados, metaborato de litio o Borax.
2. Análisis Al, Ca, Mg, K y Fe.
- a. Puede utilizarse como fundente para estos elementos el metaborato de litio o el Borax.
 - b. Con 100 mg de suelo llevados a un volumen de 200 ml, es suficiente para obtener lecturas dentro del rango óptimo de trabajo para estos elementos.
 - c. El Al, Ca, Mg determinarse por E.A.A. con llama $N_2O=C_2H_2$; con adición de $LaCl_3$ para los dos últimos, aprovechándose así también para el Si.
3. Análisis de Mn, Zn y Cu.
- a. No se detectaron por la baja sensibilidad obtenida con el tamaño de muestra empleado.
 - b. Deberá aumentarse el tamaño de muestra hasta un nivel que permita encontrar lecturas de estos elementos que estén dentro del rango óptimo de trabajo.
 - c. Como fundente de la muestra puede emplearse el metaborato de litio o el Borax.

BIBLIOGRAFIA

1. ANALITICAL METHODS for atomic absorption spectrophotometry. Norwalk, Connecticut, USA. Perkin Elmer, Rev. September 1976. v. p.
2. BETTINELLI, M. Fusion procedure for the trace metal analysis of Coal by Atomic Absorption. Atomic Spectroscopy 4(1):5-9, 1983.
3. CHAPMAN, H. D. y PRATT, P. F. Métodos de análisis para suelos, plantas y aguas. México, Editorial Trillas 1973. 195 p.
4. INSTITUTO GEOGRAFICO AGUSTIN CODAZZI. Bogotá (Colombia). Análisis elemental de co-loides minerales, suelos y rocas. In: Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. 4a. Ed. Bogotá, IGAC. 1979. p. 249-302.

5. JACKSON, M. L. Análisis químico de suelos. 2a. Ed. Barcelona, Omega, 1970. 662 p.
6. NADKARNI, R. A.; BOTTO, R. I. y SMITH, S. E. Comparison of two atomic spectroscopic methods for elemental analysis of Geological materials. *Atomic Spectroscopy* 3(6): 180-184. 1982.