

DETERMINACIONES DE GRANULOMETRÍA EN SUELOS VOLCÁNICOS: COMPARACIÓN ENTRE DISTINTOS MÉTODOS ANALÍTICOS

LUDMILA LA MANNA^{1*}; CÉSAR MARIO ROSTAGNO²; CARLOS GUILLERMO BUDUBA³;
JORGE IRISARRI⁴ & ANA NAVAS⁵

Recibido: 25-02-16

Recibido con revisiones: 13-05-16

Aceptado: 13-05-16

RESUMEN

La determinación del tamaño de partículas es un análisis clave en los estudios de suelo, y se requiere información precisa de esta variable. Sin embargo, distintas metodologías de análisis pueden arrojar resultados disímiles, más aún en suelos volcánicos ricos en materia orgánica. Este estudio tuvo por objetivo comparar las fracciones granulométricas de suelos volcánicos no alofanizados de la Región Andino Patagónica Argentina, aplicando distintos métodos analíticos (métodos del hidrómetro, de la pipeta y por difracción láser), siguiendo los pretratamientos y protocolos comúnmente utilizados en cada técnica. Se evaluó además la factibilidad de emplear la calcinación de las muestras como pretratamiento para eliminar la materia orgánica. El método del hidrómetro (MH) tendió a sobrestimar la fracción arena y subestimar la fracción limo, respecto al método de la pipeta (MP). Sin embargo, los resultados obtenidos con el MH y MP estuvieron fuertemente correlacionados para ambas fracciones, y no así para la fracción arcilla:

$$\text{Arena}_{\text{MP}} = 0,94 \text{ Arena}_{\text{MH}} - 3,99 \quad (r^2=0,83); \text{Limo}_{\text{MP}} = 1,07 \text{ Limo}_{\text{MH}} + 8,49 \quad (r^2=0,79); \text{Arcilla}_{\text{MP}} = 0,62 \text{ Arcilla}_{\text{MH}} + 1,79 \quad (r^2=0,54)$$

El MH y el método de difracción láser (ML) presentaron valores similares para las fracciones arena y limo, y sólo se hallaron diferencias significativas para la fracción arcilla, la cual presentó mayores valores con el MH. Ambos métodos estuvieron fuertemente correlacionados para las fracciones arena y limo, y no así para la fracción arcilla:

$$\text{Arena}_{\text{ML}} = 1,32 \text{ Arena}_{\text{MH}} - 17,72 \quad (r^2=0,78); \text{Limo}_{\text{ML}} = 1,30 \text{ Limo}_{\text{MH}} - 7,20 \quad (r^2=0,77); \text{Arcilla}_{\text{ML}} = 0,83 \text{ Arcilla}_{\text{MH}} - 2,32 \quad (r^2=0,27)$$

Los resultados obtenidos estuvieron influenciados no sólo por el método analítico en sí, sino también por los diferentes pretratamientos asociados a cada técnica. La eliminación de materia orgánica por calcinación no resultó recomendable dado que la alta temperatura a la que fueron sometidas las muestras (430 °C) alteró sustancialmente a las distintas fracciones granulométricas.

Palabras clave. Hidrómetro, pipeta, difracción láser, eliminación de materia orgánica.

GRAIN-SIZE ANALYSIS OF VOLCANIC SOILS: COMPARISON BETWEEN DIFFERENT METHODS

ABSTRACT

Grain-size analysis is a key analysis in soil studies, so accurate determinations are needed for this variable. However, different analytical methods could show different results, even more in volcanic soils with high organic matter contents. The aim of this study was to compare the granulometric fractions of non-allophanic volcanic soils of the Andean Region of Argentina, applying different methods for particle size analysis (hydrometer, pipette and laser diffraction), following pretreatments and protocols commonly used for each technique. Feasibility of applying ignition as pretreatment for removing organic matter was also evaluated. The hydrometer method (HM) tended to overestimate sand fraction and underestimate silt fraction, respect to the pipette method (PM). However, HM and PM were highly correlated for sand and silt fraction, but not for clay fraction:

$$\text{Sand}_{\text{PM}} = 0,94 \text{ Sand}_{\text{HM}} - 3,99 \quad (r^2=0,83); \text{Silt}_{\text{PM}} = 1,07 \text{ Silt}_{\text{HM}} + 8,49 \quad (r^2=0,79); \text{Clay}_{\text{PM}} = 0,62 \text{ Clay}_{\text{HM}} + 1,79 \quad (r^2=0,54)$$

HM and laser diffraction method (LM) showed similar values for sand and silt fractions and differed in clay fraction, which showed higher values by HM. Both methods were highly correlated for sand and silt fractions, and not for clay fraction:

$$\text{Sand}_{\text{LM}} = 1,32 \text{ Sand}_{\text{HM}} - 17,72 \quad (r^2=0,78); \text{Silt}_{\text{LM}} = 1,30 \text{ Silt}_{\text{HM}} - 7,20 \quad (r^2=0,77); \text{Clay}_{\text{LM}} = 0,83 \text{ Clay}_{\text{HM}} - 2,32 \quad (r^2=0,27)$$

Results were influenced not only by the technique followed for grain-size determination, but also by the pretreatment applied in each case. The removal of organic matter by ignition was not appropriate. High temperature (430 °C) modified the different grain size fractions.

Key words. Hydrometer, pipette, laser diffraction, removal of organic matter.

1 Laboratorio de Estudios Ambientales Integrados, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de la Patagonia San Juan Bosco. Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET). Esquel, Chubut, Argentina.

2 Unidad de Investigación Ecología Terrestre, CENPAT-CONICET. Puerto Madryn, Chubut, Argentina.

3 Laboratorio de Estudios Ambientales Integrados, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de la Patagonia San Juan Bosco. Instituto Nacional de Tecnología Agropecuaria (INTA). Chubut, Argentina.

4 Facultad de Ciencias Agrarias, Universidad Nacional del Comahue. Cinco Saltos, Río Negro, Argentina.

5 Departamento de Suelo y Agua, Estación Experimental de Aula Dei, EEAD-CSIC. Zaragoza, España.

* Autor de contacto: llamanna@unpata.edu.ar

INTRODUCCIÓN

Los suelos están compuestos por partículas minerales y orgánicas de distinto tamaño. La fracción menor a 2 mm de diámetro equivalente se denomina tierra fina y en ella se distinguen tres fracciones granulométricas: arena (>50 μ), limo (2-50 μ) y arcilla (<2 μ) (Schoeneberger *et al.*, 1998). La proporción de estas tres fracciones define la textura del suelo, de modo que las diferentes combinaciones permiten su agrupación en unas pocas clases y familias texturales. La clasificación textural y la clasificación de tamaño de partículas que se utilizan en la Argentina son las propuestas por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (Schoeneberger *et al.*, 1998) y son las que se aplican en la nomenclatura para las distintas taxa desde los niveles de Orden hasta el de Familia (USDA-NRSC, 2014).

La textura de un suelo, o de sus distintos horizontes, está vinculada a la herencia del material parental, al tipo de meteorización, a los procesos de sedimentación y de transporte, y a la pedogénesis dominante. A su vez, la textura condiciona el comportamiento físico-químico del suelo. La permeabilidad, la capacidad de retención hídrica, la distribución del tamaño de poros, la capacidad de intercambio de iones y de almacenamiento de materia orgánica, son algunas de las características del suelo más estrechamente relacionadas con la textura. Ésta también afecta el drenaje interno, las operaciones agronómicas y las propiedades ingenieriles de los suelos (Taboada & Álvarez, 2008; USDA-NRSC, 2014).

Si bien existen diversas metodologías para determinar la granulometría del suelo, todas ellas contemplan la previa dispersión de las partículas individuales. La dispersión generalmente se realiza por medios mecánicos (agitación mecánica) y químicos. El agregado de hexametáfosfato de sodio, el cual acompleja el calcio en solución y lo reemplaza por el sodio en el complejo de intercambio, da como resultado la dispersión de las partículas primarias (Gee & Bauder, 1986).

A veces no es sencillo dispersar todas las partículas, sino que algunas quedan adheridas entre sí formando microagregados. Las partículas pueden estar fuertemente cementadas con compuestos inorgánicos (sílice coloidal, carbonatos de calcio, óxidos de hierro y/o manganeso) u orgánicos (humus) y, previo a la dispersión química, la individualización por tamaño requiere la eliminación de los agentes cementantes. Sin embargo, la distribución de tamaño de partículas eliminando completamente estos agentes supone un comportamiento diferente al que ocurre en la

naturaleza, y por este motivo, en estudios de física de suelos existe una inclinación a no eliminarlos (Gabriels & Lobo, 2006). Por el contrario, para el estudio de la génesis y la clasificación de los suelos, en que se requiere una estimación más exacta del contenido de arcilla de los horizontes genéticos, se recomienda eliminar los agentes cementantes (Buol *et al.*, 1991).

La presencia de microagregados es frecuente en los suelos derivados de ceniza volcánica, pues la materia orgánica (principal cementante) y la fracción mineral se combinan formando microagregados muy estables (Warkentin & Maeda, 1980; Wada, 1985; McDaniel *et al.*, 2012). Estos microagregados se comportan como una partícula más gruesa que enmascara la granulometría verdadera del suelo (*i.e.*, pseudolimos o pseudoarenas).

El método más difundido para eliminar materia orgánica es el tratamiento con agua oxigenada y calor, si bien otros reactivos, como el hipoclorito de sodio, podrían resultar más eficaces (Mikutta *et al.*, 2005). En suelos volcánicos se emplea también, en ocasiones, la dispersión con ultrasonido, la cual permite romper las fuertes uniones entre la fracción mineral y orgánica (Arteta, 2001; Gabriels & Lobo, 2006).

Existen distintos métodos para determinar la distribución del tamaño de partículas del suelo. Las técnicas analíticas más comúnmente utilizadas son el método del hidrómetro, conocido como método de Bouyoucos (Bouyoucos, 1936) y el método de la pipeta (Day, 1965). Ambos métodos se fundamentan en la velocidad de sedimentación de las partículas, descrita por la Ley de Stokes.

El método de la pipeta requiere la destrucción de todos los agentes cementantes, incluida la materia orgánica. Al aplicar el método del hidrómetro, si bien algunos autores sugieren eliminar la materia orgánica cuando los contenidos de carbono orgánico superan el 1% o el 2% (Steinhardt *et al.*, 1980; USDA-NRSC, 2014), es frecuente que la determinación se realice sin eliminar materia orgánica (Gabriels & Lobo, 2006; Norambuena *et al.*, 2000).

Un método de utilización reciente en la Argentina es el basado en la difracción láser. El mismo se basa en que las partículas de un determinado tamaño difractan la luz a través de un ángulo dado y que éste ángulo aumenta al disminuir el tamaño de la partícula (Beuselinck *et al.*, 1998). El método de difracción láser incorpora, como pretratamiento de las muestras, la dispersión con ultrasonido.

Si bien los análisis granulométricos son un componente clave en los estudios de suelo, distintos pretratamientos y metodologías de análisis pueden arrojar resultados disímiles, más aún en suelos volcánicos ricos en materia orgánica como los que se asocian al ecotono bosque-estepa de la región Andino Patagónica de la Argentina. Los objetivos del presente estudio fueron:

- i) Determinar y comparar las fracciones granulométricas aplicando distintos métodos analíticos (del hidrómetro; de la pipeta; difracción láser) siguiendo los pretratamientos y protocolos comúnmente utilizados en cada técnica.
- ii) Obtener ecuaciones que permitan correlacionar los distintos métodos entre sí.
- iii) Determinar y comparar las fracciones granulométricas en muestras de ceniza volcánica reciente (material mineral, libre de materia orgánica) aplicando distintos métodos analíticos (del hidrómetro; difracción láser).
- iv) Evaluar la factibilidad de emplear la calcinación de las muestras como pretratamiento expeditivo para eliminar la materia orgánica.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se colectaron 59 muestras del horizonte A de suelos volcánicos situados en cercanías de la localidad de Esquel, provincia de Chubut, asociados a pastizales naturales, plantaciones de *Pinus ponderosa* (Dougl. Ex Laws) y bosques nativos de *Austrocedrus chilensis* [(D. Don) Pic. Serm. & Bizzarri] y *Maytenus boaria* (Mol.).

En todas las muestras se determinaron las fracciones granulométricas por el método del hidrómetro. En 35 de estas muestras se determinó también la granulometría por el método de la pipeta, y en las 24 restantes, por el método de difracción láser. La Tabla 1 presenta una síntesis de los protocolos aplicados. En base a la distribución porcentual de las fracciones granulométricas, se determinó en cada caso la clase textural de acuerdo a Schoeneberger *et al.* (1998).

A 48 de las 59 muestras colectadas se les eliminó materia orgánica por calcinación y se aplicó a continuación el método del hidrómetro. La eliminación de materia orgánica por calcinación se realizó siguiendo las normas IRAM-SAGPyA (29571-1, 2008).

Se colectaron también 32 muestras de ceniza volcánica, provenientes de las erupciones recientes de los volcanes Chaitén (año 2008) y Puyehue (año 2011). Las fracciones granulométricas de estas muestras, naturalmente desprovistas de materia orgánica, fueron determinadas mediante la técnica del hidrómetro y la de difracción láser (Tabla 1).

Tabla 1. Esquema de los protocolos para determinación de la granulometría por distintos métodos analíticos.

Table 1. Scheme of procedures for determining grain-size by different analytical methods.

Método	Hidrómetro	Pipeta	Difracción Láser
Cantidad de muestra	42 g o 100 g si es arenoso	10 g o 20 g si es arenoso*	2g*
Eliminación de Materia orgánica	No	H ₂ O ₂ en baño a 80 °C	H ₂ O ₂ en baño a 80 °C
Dispersión con Hexametáfosfato de Sodio	Al 5%, 24 horas, con agitación periódica	Al 4%, 5 minutos, con agitación	Al 40%, 8 horas, con agitación
Dispersión por Ultrasonido	No	No	Sí
Determinación granulometría	Sedimentación en Probeta de 1 litro. Agitación. Lectura de la densidad de la solución de sedimentación a los 40 segundos. Reposo. Lectura de la densidad de la solución de sedimentación a los 120 minutos.	Sedimentación en probeta graduada. Se toma alícuota a los 10 cm. Se toma otra alícuota en tiempo y profundidad variable según temperatura. Determinación de peso seco de alícuotas. Determinación de arenas por tamizado.	Equipo por difracción láser Beckman Coulter.

*Se corrige en base a contenido de materia orgánica

En todas las muestras de suelo se determinó el contenido de materia orgánica (IRAM-SAGPyA 29571-1, 2008) y el pH en fluoruro de sodio (estimador de la presencia de aluminosilicatos no cristalinos, Fieldes & Perrot, 1966). En un subgrupo de muestras (N=35) se determinó también la capacidad de campo y el punto de marchitez permanente (Richards, 1956).

El tratamiento estadístico de la información se efectuó mediante análisis de correlación de Pearson, test de t para muestras pareadas y regresiones simples.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Método del hidrómetro vs pipeta

Los valores de materia orgánica en el horizonte A de suelos volcánicos variaron entre 27 y 122 g kg⁻¹ en el grupo de muestras considerado (N=35). Los valores de pH NaF a los 2' variaron entre 7,6 y 8,9; y entre 8,1 y 9,6 cuando fue determinado a los 60'. Estos valores de pH NaF sugieren que las muestras no contienen alófono, y que podrían presentar haloisita (cristalina) o bien imogolita (aluminosilicato no cristalino) (Irisarri, 2000).

Los valores de las distintas fracciones granulométricas variaron significativamente en función del método de determinación utilizado (Tabla 2). En el 92% de las muestras, los tenores de arena determinados por el método del hidrómetro fueron más elevados que los obtenidos por el método de la pipeta, con una diferencia media de 7,6% (Tabla 2). La menor dispersión de los agregados obtenida con el método del hidrómetro explicaría las mayores concentraciones de arena. Normabuena *et al.* (2002) y Beretta *et al.* (2014) coinciden en que la sobrestimación de la fracción arena aplicando la técnica del hidrómetro obedece al aporte de microagregados (pseudo arenas) que no se dispersan con este método.

Por el contrario, en el 97% de las muestras, los tenores de limo determinados por el método del hidrómetro fueron más bajos que los obtenidos por el método de la pipeta, con una diferencia media de 10,2% (Tabla 2). Parte de esta fracción estaría asociada a los agregados tamaño arena que no son dispersados en el método del hidrómetro, coincidiendo con resultados hallados en suelos volcánicos de Chile (Normabuena *et al.*, 2002).

En tanto, para la fracción arcilla los resultados fueron más variables y, contrariamente a lo esperado, en la mayoría de las muestras (el 69% de los casos) el método del hidrómetro dio valores más altos que el método de la pipeta, con una diferencia media de 2,6% (Tabla 2). El mayor contenido de arcilla registrado con el método del hidrómetro podría estar relacionado con la presencia de materia orgánica en suspensión, que alteraría la medición de densidad (Tabla 1). Estudios en Latosoles de Brasil obtuvieron resultados similares, los cuales fueron adjudicados a la presencia de limo fino en suspensión (Sales *et al.*, 2014), sugiriendo que los tiempos de lectura que implica el método del hidrómetro posiblemente no sean adecuados para todos los tipos de suelo.

A pesar de las diferencias en granulometría registradas, en la mayoría de las muestras (80%), la clase textural fue similar con uno u otro método. En aquellas muestras en que existieron diferencias, el método de la pipeta correspondió a una clase textural más fina. Por ejemplo, muestras de texturas franca, franco arenosa y arena franca, de acuerdo al método del hidrómetro, correspondieron a texturas franco limosa, franca y franco arenosa, respectivamente, según el método de la pipeta.

El método del hidrómetro presentó una alta correlación con el método de la pipeta para las fracciones arena y limo, la cual resultó menor para la fracción arcilla (Fig. 1). Las

Tabla 2. Valores medios de las fracciones arena, limo y arcilla del horizonte A de suelos volcánicos, determinados por los métodos del hidrómetro y de la pipeta. Se indica el valor de significancia de la Prueba de t para muestras pareadas.

Table 2. Mean values of sand, silt and clay fractions in volcanic soil samples (A horizon) determined by hydrometer and pipette methods. p value for t test for paired samples is shown.

	Hidrómetro	Pipeta	p
	N=35		
Arena (%)	62,2	54,6	<0,001
Limo (%)	26,6	36,8	<0,001
Arcilla (%)	11,2	8,6	<0,001

siguientes ecuaciones de regresión permiten relacionar ambos métodos:

$$\text{Arena}_{\text{MP}} = 0,94 \text{ Arena}_{\text{MH}} - 3,99 \quad (r^2=0,83)$$

$$\text{Limo}_{\text{MP}} = 1,07 \text{ Limo}_{\text{MH}} + 8,49 \quad (r^2=0,79)$$

$$\text{Arcilla}_{\text{MP}} = 0,62 \text{ Arcilla}_{\text{MH}} + 1,79 \quad (r^2=0,54)$$

Siendo:

MH=Método del hidrómetro

MP=Método de la pipeta

Cuando se consideró la fracción fina en conjunto (limo + arcilla) la correlación entre los métodos resultó muy alta ($r=0,91$; $p<0,001$).

La correlación entre las constantes hídricas del suelo y las fracciones granulométricas fue mayor cuando éstas se determinaron mediante el método de la pipeta que

cuando se aplicó el método del hidrómetro (Tabla 3). Estos resultados indicarían una mayor exactitud del método de la pipeta. En general, este método es considerado más eficiente para muestras con bajos contenidos de arcilla, y el del hidrómetro, para muestras con elevados contenidos de arcilla (Sternberg & Creager, 1961). Para ambos métodos, la capacidad de retención de agua correlacionó mejor con las fracciones arena y limo que con la fracción arcilla.

Método del hidrómetro vs difracción láser

Los valores de materia orgánica en este grupo de 24 muestras variaron entre 29 y 154 g kg^{-1} . Los valores de pH NaF a los 2' variaron entre 7,5 y 9,0; y entre 8,3 y 9,4 cuando fue determinado a los 60'. Al igual que en el anterior grupo de muestras, los valores de pH NaF sugieren que las muestras no contienen alófono (Irisarri, 2000).

Los tenores de arena y limo determinados por los métodos del hidrómetro y de difracción láser fueron simi-

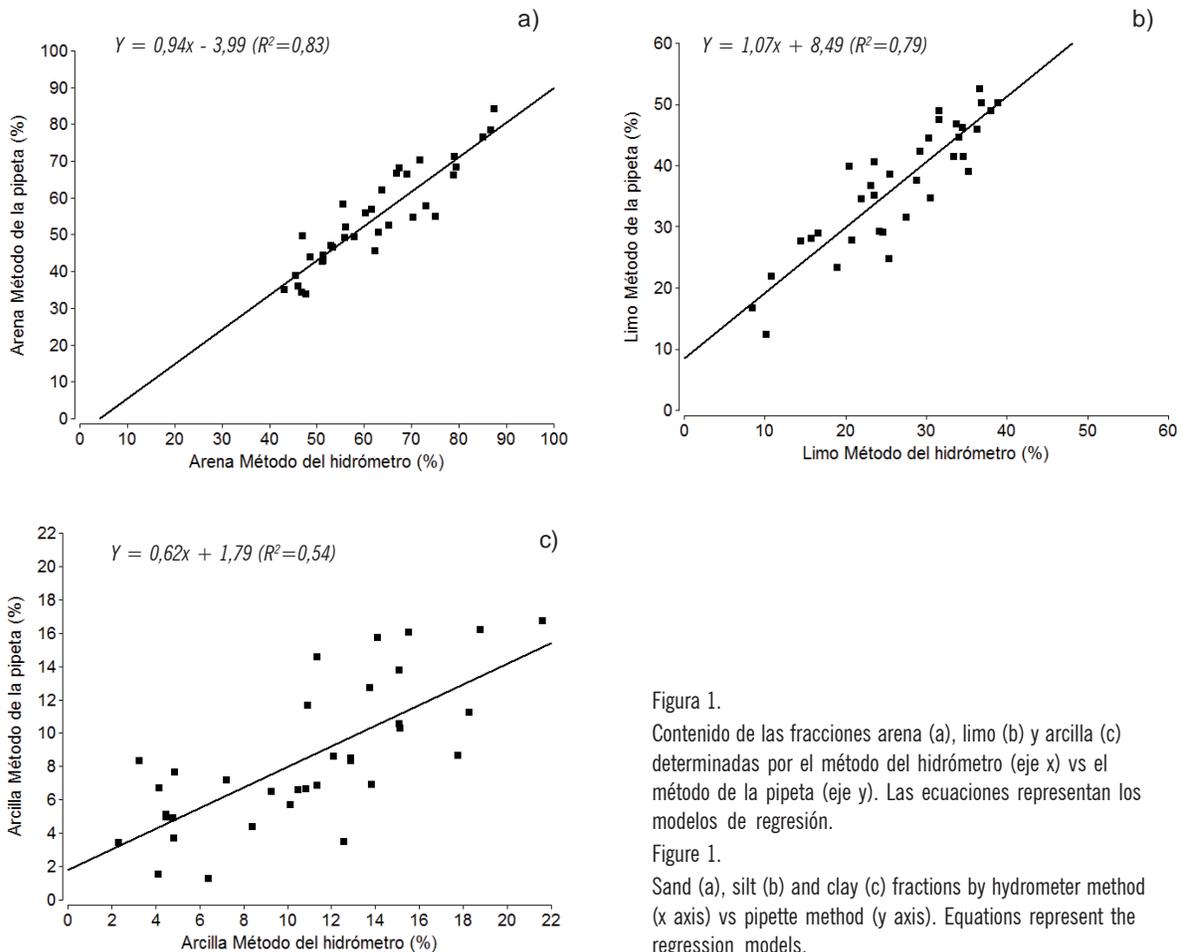


Figura 1. Contenido de las fracciones arena (a), limo (b) y arcilla (c) determinadas por el método del hidrómetro (eje x) vs el método de la pipeta (eje y). Las ecuaciones representan los modelos de regresión.

Figure 1. Sand (a), silt (b) and clay (c) fractions by hydrometer method (x axis) vs pipette method (y axis). Equations represent the regression models.

lares. Sólo se hallaron diferencias significativas para la fracción arcilla, la cual fue mayor por el método del hidrómetro, con una diferencia media cercana al 4% (Tabla 4). La similitud hallada entre las fracciones arena y limo determinadas por ambos métodos sugiere que el pretratamiento de las muestras, diferente en cada técnica (Tabla 1) es, en parte, compensado por el método de medición.

Nuestros resultados coinciden con los hallados en un estudio realizado en suelos de Sicilia (Italia) en el que se concluyó que los contenidos de arena obtenidos por el método del hidrómetro fueron similares a los determinados por el método láser, mientras que los contenidos de la fracción arcilla resultaron menores con este método (Di Stefano *et al.*, 2010). Otros estudios también coinciden en

Tabla 3. Correlación entre las constantes hídricas [CC=capacidad de campo; PMP=Punto de marchitez permanente] y las fracciones granulométricas determinadas por distintos métodos analíticos. Se indica el coeficiente de correlación de Pearson y, entre paréntesis, el valor de significancia.

Table 3. Correlation between soil moisture constants [FC = field capacity; WP = wilting point] and grain size fractions determined by different analytical methods. Pearson correlation coefficient and p value (between round brackets) are shown.

Constantes hídricas	Fracciones granulométricas		
	Arena	Limo	Arcilla
CC (%) 26,6 ± 1,4*	-0,49 (p<0,001)	Método del Hidrómetro 0,57 (p<0,001)	0,26 (p=0,13)
	-0,74 (p<0,001)	Método de la pipeta 0,73 (p<0,001)	0,55 (p<0,001)
PMP (%) 10,6 ± 0,7*	-0,75 (p<0,001)	Método del Hidrómetro 0,76 (p<0,001)	0,55 (p<0,001)
	-0,82 (p<0,001)	Método de la pipeta 0,76 (p<0,001)	0,71 (p<0,001)

*Valor medio ± 1 error estándar.

Tabla 4. Valores medios de las fracciones arena, limo y arcilla del horizonte A de suelos volcánicos y de cenizas recientes, determinadas por los métodos del hidrómetro y de difracción láser. Se indica el valor de significancia de la Prueba de t para muestras pareadas.

Table 4. Mean values of sand, silt and clay fractions in volcanic soil (A horizon) and recent ash samples determined by hydrometer and laser diffraction methods. p value for t test for paired samples is shown.

	Hidrómetro	Difracción láser	p
N=24			
Arena (%)	63,1	67,7	0,104
Limo (%)	29,0	28,3	0,774
Arcilla (%)	7,9	4,0	<0,001
Muestras de ceniza volcánica reciente			
	Hidrómetro	Difracción láser	p
N=32			
Arena (%)	50,0	59,7	<0,001
Limo (%)	44,8	38,2	<0,001
Arcilla (%)	5,2	2,1	<0,001

que el método de difracción láser tiende a subestimar la fracción arcilla, lo cual es atribuido a la influencia de la morfología de las partículas (Beuselinck *et al.*, 1998; Pieri *et al.*, 2006).

En la mayoría de las muestras de suelo (70%) la clase textural fue similar con uno u otro método. En aquellas muestras en que existieron diferencias, el método láser correspondió a una clase textural más gruesa. Por ejemplo, muestras de texturas franco limosa, franco arenosa y areno franca, de acuerdo al método del hidrómetro, correspondieron a texturas franco arenosa, areno franca y arenosa, respectivamente, según el método de difracción láser.

De forma similar a la comparación efectuada entre los métodos del hidrómetro y la pipeta, pudieron obtenerse modelos de regresión lineal adecuados entre los métodos del hidrómetro y de difracción láser para las fracciones arena

y limo, pero no para la fracción arcilla (Fig. 2). Las siguientes ecuaciones de regresión permiten relacionar ambos métodos:

$$\text{Arena}_{\text{ML}} = 1,32 \text{ Arena}_{\text{MH}} - 17,72 \quad (r^2=0,78)$$

$$\text{Limo}_{\text{ML}} = 1,30 \text{ Limo}_{\text{MH}} - 7,20 \quad (r^2=0,77)$$

$$\text{Arcilla}_{\text{ML}} = 0,83 \text{ Arcilla}_{\text{MH}} - 2,32 \quad (r^2=0,27)$$

Siendo:

ML=Método de difracción láser

MH=Método del hidrómetro

Al analizar las muestras de ceniza reciente, se observaron valores significativamente más bajos de arcilla y limo y más elevados de arena por el método de difracción láser que los determinados mediante el método del hidrómetro (Tabla 4). Las diferencias variaron entre 3 y 10% según la

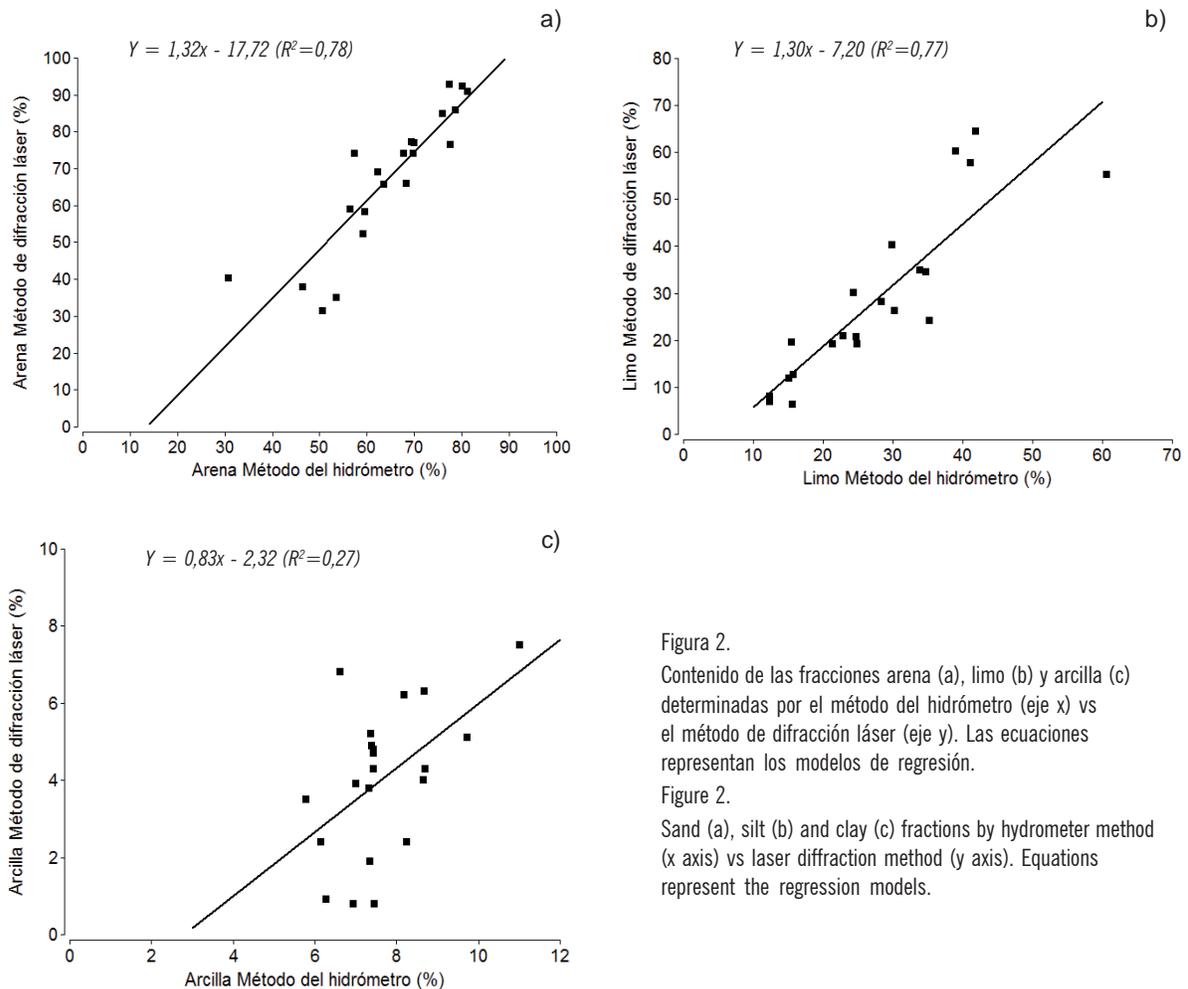


Figura 2.

Contenido de las fracciones arena (a), limo (b) y arcilla (c) determinadas por el método del hidrómetro (eje x) vs el método de difracción láser (eje y). Las ecuaciones representan los modelos de regresión.

Figure 2.

Sand (a), silt (b) and clay (c) fractions by hydrometer method (x axis) vs laser diffraction method (y axis). Equations represent the regression models.

fracción. Estos resultados ponen en evidencia las diferencias entre las técnicas analíticas en sí, dado que al ser material mineral reciente, carente de materia orgánica y con baja o nula agregación, no serían tan relevantes los diferentes pretratamientos aplicados en cada caso.

Eliminación de materia orgánica por calcinación

Eliminar la materia orgánica por calcinación, como paso previo al análisis mediante el hidrómetro, no mejoró la correlación con el método de la pipeta (Tablas 5 y 6). Al igual que sin la eliminación de materia orgánica, los métodos presentaron buenas correlaciones para las fracciones arena y limo, y baja correlación para la fracción arcilla.

Por otra parte, las similitudes halladas entre los resultados obtenidos por los métodos del hidrómetro y difracción láser (Tabla 4), se perdieron al eliminar la materia orgánica mediante calcinación, alcanzando diferencias medias de hasta 18% (Tabla 5). Los valores de R^2 de las regresiones (Tabla 6) fueron siempre inferiores a los hallados cuando no se eliminó materia orgánica (Fig. 2).

Someter una muestra de suelo a tan altas temperaturas (*i.e.*, 430 °C) puede implicar la desnaturalización de sus componentes (Heiri *et al.*, 2001; Freyer & Voigt, 2003). Entre 200 y 400 °C se produce la deshidroxilación de los óxidos de hierro, aluminio y manganeso, y a temperaturas superiores a 400 °C comienza la deshidroxilación de las

arcillas (Besoain, 1985). Las partículas tamaño arcilla pueden cementarse producto de la generación de óxidos, tendiendo a la formación de microagregados muy estables, de mayor tamaño. Así, la eliminación de la materia orgánica por calcinación no sería un método recomendable como tratamiento previo a la determinación del tamaño de partículas, pues altera sustancialmente a las distintas fracciones granulométricas.

CONCLUSIONES

En el presente trabajo se obtuvieron modelos de regresión que permitieron determinar la relación entre el contenido de las fracciones granulométricas obtenidas por distintos métodos analíticos (hidrómetro, pipeta, difracción láser) en suelos volcánicos no alofanizados. Los modelos de regresión estimados presentaron buenos ajustes para las fracciones arena y limo, no siendo adecuados para la fracción arcilla.

Los resultados estuvieron influenciados no sólo por el método analítico en sí, sino también por los diferentes pretratamientos asociados a cada técnica.

En acuerdo con otros estudios, el método del hidrómetro produjo una dispersión incompleta del suelo, de modo que una parte de la fracción arena estaría representada por agregados formados por las fracciones más finas, limo y/

Tabla 5. Efecto de la eliminación de materia orgánica por calcinación. Se indican los valores medios de las fracciones arena, limo y arcilla determinados por distintos métodos analíticos y el valor de significancia de la Prueba de t para muestras pareadas.

Table 5. Effect of organic matter removal by ignition. Mean values of sand, silt and clay fractions determined by different analytical methods and p value for t test for paired samples are shown.

	Calcinación MO + Hidrómetro	Hidrómetro	Pipeta	p [Calcinación MO + Hidrómetro vs. Hidrómetro]	p [Calcinación MO + Hidrómetro vs. Pipeta]
N = 24					
Arena (%)	63,8	62,9	55,5	0,518	< 0,001
Limo (%)	29,8	25,5	36,0	< 0,001	< 0,001
Arcilla (%)	6,4	11,6	8,5	< 0,001	0,02
	Calcinación MO + Hidrómetro	Difracción láser		p [Calcinación MO + Hidrómetro vs. Difracción láser]	
N = 24					
Arena (%)	74,8	56,8		< 0,001	
Limo (%)	20,3	37,1		< 0,001	
Arcilla (%)	4,9	06,1		0,038	

Tabla 6. Modelos de regresión considerando como variable independiente (x) las fracciones granulométricas determinadas por el método del hidrómetro previa eliminación de materia orgánica por calcinación.

Table 6. Regression models considering particle size according to hydrometer method with removal of organic matter by ignition as independent variable (x).

<i>Y=Fracciones granulométricas según Método de la pipeta</i>		
Fracción	Ecuación	R ²
Arena (%)	$Y=1,24x-21,94$	0,86
Limo (%)	$Y=1,05x+3,30$	0,82
Arcilla (%)	$Y=1,20x+0,70$	0,35
<i>Y=Fracciones granulométricas según Método de difracción láser</i>		
Fracción	Ecuación	R ²
Arena (%)	$Y=1,30x-40,11$	0,68
Limo (%)	$Y=1,22x+11,20$	0,65
Arcilla (%)	$Y=0,22x+5,13$	0,08

o coloides orgánicos y arcilla. En tanto el método de la pipeta, que conlleva un pretratamiento de eliminación de materia orgánica, evidenció una mayor exactitud, presentando una mayor correlación con las constantes hídricas del suelo.

Los valores hallados para las fracciones arena y limo no difirieron entre el método del hidrómetro y el de difracción láser. Tanto en muestras de suelo como de ceniza, el método de difracción láser tendió a subestimar la fracción arcilla.

La eliminación de materia orgánica por calcinación no mejoró la correlación entre los valores de las fracciones obtenidas por los métodos del hidrómetro y de la pipeta, y generó grandes desvíos respecto al método de difracción láser. La eliminación de la materia orgánica por calcinación no resultó un pretratamiento recomendable en la determinación del tamaño de partículas.

AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer, por su asistencia técnica en los laboratorios, a T. López (EEAD-CSIC), L. Videla (CENPAT, CONICET), M. Figueroa, P. Noli y J. Finocchiaro (UNPSJB), y al proyecto CGL2014-52986-R. Agradecemos también a los revisores del trabajo, cuyos comentarios permitieron mejorar el manuscrito.

BIBLIOGRAFÍA

Arteta, RL. 2001. Comparación de métodos de análisis mecánico de Suelos. *Terra* 19(3): 219-225.

Beretta, A; A Silbermann; L Paladino; D Torres; D Bassahun; R Musselli & A García-Lamohte. 2014. Soil texture analyses using a hydrometer: modification of the Bouyoucos method. *Cien. Inv. Agr.* 41(2): 263-271.

Besoain, E. 1985. Mineralogía de arcillas de suelos. Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura. San José, Costa Rica. 1216 p.

Beuselink, L; G Govers; J Poesen; G Degraer & L Froyen. 1998. Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. *Catena* 32: 193-208.

Bouyoucos, GJ. 1936. Directions for Making Mechanical Analysis of Soils by the Hydrometer Method. *Soil Sci.* 4: 225-228.

Buol, S; F Hole & R Mc Cracken. 1991. Génesis y clasificación de suelos. Ed. Trillas. México. 417 p.

Day, RP. 1965. Pipette method of particle size analysis. *In: Methods of soil analysis.* Agronomy 9. ASA USA. p. 553-562.

Di Stefano, C; V Ferro & S Mirabile. 2010. Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. *Biosystems Eng.* 106(2): 205-215.

Fieldes, M & KW Perrot. 1966. The nature of allophane in soils Part 3: rapid field and laboratory test for allophane. *N.Z.J. Sci.* 9: 623-629.

Freyer, D & W Voigt. 2003. Crystallization and phase stability of CaSO₄ and CaSO₄ - Based Salts. *Monatshefte fur Chemie* 134: 693-719.

Gabriels, D & D Lobo. 2006. Métodos para determinar granulometría y densidad aparente del suelo. *Venezuelos* 14: 37-48.

Gee, GW & JW Bauder. 1986. Particle-size Analysis. *In: Klute, A (ed). Methods of soil analysis. Physical and mineralogical methods.* Agronomy Monograph 9 (2da edn). American Society of Agronomy, Madison.

Heiri, O; A Lotter & G Lemcke. 2001. Loss on ignition as a method for estimating organic and carbonate content in sediments: reproducibility and comparability of results. *Catena* 25: 101-110.

- IRAM-SAGPyA 29571-1. 2008. Calidad Ambiental-Calidad del suelo. Determinación de materia orgánica en suelos. Parte 1, Método de pérdida por calcinación.
- Irisarri, JA. 2000. La propuesta de reclasificación de los Andepts de Argentina, de acuerdo al Orden Andisoles. Workshop Soil Taxonomy. INTA, AICET, AACs.
- McDaniel, PA; DJ Lowe; O Arnalds & CL Ping. 2012. Andisols. *In: Huang PM; Y Li & ME Sumner (eds) Handbook of Soil Sciences Vol. 1. 2da edn* Pp 29-48. CRC Press (Taylor & Francis), Boca Raton.
- Mikutta, R; M Kleber; K Kaiser & R Jahn R. 2005. Organic matter removal from soil using hydrogen peroxide, sodium hypochlorite, and disodium peroxodisulfate. *Soil Sci Soc Am J* 69: 120-135.
- Norambuena, P; W Luzio & W Vera. 2002. Comparación entre los métodos de la pipeta y Bouyoucos y su relación con la retención de agua en ocho suelos de la zona altioplánica de la Provincia de Parinacota, Chile. *Agric Tec* 62 (1): 150-157.
- Pieri, L; M Bittelli & P Rossi Pisa. 2006. Laser diffraction, transmission electron microscopy and image analysis to evaluate a bimodal Gaussian model for particle size distribution in soils. *Geoderma* 135: 118-132.
- Richards, L. 1956. Sample retainers for measuring water retention by soil. *Soil Sci Soc Am Proc* 20: 301-303.
- Sales, LR; L Ferreira; B Moschini; M Barobosa; W Perieira dos Santos & M De Souza Dias. 2014. Comparação entre métodos de análise textural em um vermelho distroférico em diferentes usos do solo no Município Lavras. Actas XXIII Congresso de Pós-graduação da Ufla. Lavras, Brasil.
- Schoeneberger, PJ; DA Wysocky; E Benham & W Broderson. 1998. Field book for describing and sampling soils. Natural Resources Conservation Service, USDA, National Soil Survey Center, Lincoln.
- Steinhardt, GC; DP Franzmeier & SC Valentine. 1980. Effects of hydrogen peroxide pretreatment on particle-size analysis (soil samples). *Proc. Indiana Acad. Sci.* 90: 428-434.
- Sternberg, RW & JS Creager. 1961. Comparative efficiencies of size analysis by hydrometer and pipette methods. *J. Sediment. Res.* 31: 96-100.
- Taboada, M & C Álvarez. 2008. Fertilidad Física de los Suelos. Editorial Facultad Agronomía (UBA), 2da edn. 272 p.
- USDA-NRCS. 2014. Soil Survey Field and Laboratory Methods Manual. Soil Survey Investigations Report No. 51, Version 2.
- Wada, K. 1985. The distinctive properties of Andosols. *Adv Soil Sci* 2: 173-229.
- Warkentin, BP & T Maeda. 1980. Physical and mechanical characteristics of Andisols. *In: Theng BK (ed) Soil with variable charge.* Pp. 281-301. NZ Soc Soil Sci.