

EFFECTIVIDAD DE DISTINTOS PRETRATAMIENTOS EN EL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE TRES SUELOS CONTRASTANTES DE LA REGIÓN PAMPEANA

FILIFE BEHRENDIS KRAEMER^{1*}; PATRICIA LILIA FERNÁNDEZ¹; MARCOS BACIS CEDDIA³; CELIO IGNÁCIO CHAGAS¹ & HÉCTOR MARÍA JOSÉ MORRÁS⁴

Recibido: 13-11-13

Recibido con revisiones: 10-11-15

Aceptado: 16-11-15

RESUMEN

La granulometría es una de las características fundamentales del suelo, y su evaluación brinda información clave en la determinación de sus propiedades físicas. Sin embargo, existen divergencias metodológicas en los procedimientos de dispersión del suelo y de eliminación de la materia orgánica (EMO). En este trabajo se evaluó la variación de la granulometría en tres suelos pampeanos diferenciados en su textura, mineralogía y contenido de MO. Se pusieron a prueba dos procedimientos de EMO (calcinación a 430 °C y oxidación por H₂O₂) y dos velocidades de agitación (90 y 150 rpm) en agitador recíproco. Cuando la materia orgánica fue eliminada con agua oxigenada se obtuvo una mayor extracción de arcilla, independientemente de la velocidad de agitación. Sin embargo, en promedio, se encontraron contenidos más altos de arcillas con una mayor velocidad de agitación. En el suelo arenoso (Haplustol), la combinación calcinación y agitación 150 rpm presentó un desempeño estadísticamente similar al H₂O₂ y agitación 150 o 90 rpm. Por el contrario, para los suelos de textura fina evaluados en este trabajo (Argiudol y Hapludert) la utilización de la calcinación no sería conveniente ya que subestima el contenido de arcilla debido a una posible reorganización de las partículas de arcilla producida por el calor. Este trabajo destaca la importancia de las condiciones metodológicas en los resultados de la distribución granulométrica de los suelos, mientras que la evaluación de un mayor número de suelos y la evaluación de otros Ordenes es necesaria para lograr procedimientos adecuados para dicha determinación.

Palabras clave. Granulometría, eliminación de materia orgánica, dispersión mecánica.

EFFECTIVENESS OF DIFFERENT PRETREATMENTS ON GRANULOMETRY ANALYSIS FOR THREE CONTRASTING SOILS OF THE PAMPEAN REGION

ABSTRACT

Granulometry is one of the main soil characteristics and its evaluation gives key information in the determination of its physical properties. However, there are still methodological discrepancies related to soil dispersion and organic matter elimination (OME) procedures. In this work changes in granulometry were assessed for in three soils with contrasting textures, mineralogy, and organic matter levels. Two OME procedures (calcination at 430 °C and oxidation by H₂O₂) and two shaking velocities (90 and 150 rpm) in reciprocal agitator were evaluated. When organic matter was eliminated with H₂O₂ higher clay extraction was obtained regardless of the agitation velocities. In the sandy soil (Haplustoll), the combination of calcination and 150 rpm shaking velocity showed a similar statistical performance than H₂O₂ and 150 or 90 rpm shaking treatment. On the contrary, for the fine texture soils assessed for in this work (Argiudoll and Hapludert), calcination techniques would not be appropriate as they underestimated clay content due to a probable clay particle reorganization produced by heat. This work highlights the importance of methodological conditions on the outcome of soil granulometric distribution. The evaluation of a larger number of soils and of other soil Orders is necessary to achieve sound determination methodologies.

Key words. Granulometry, organic matter elimination, mechanical dispersion.

¹ Cátedra de Manejo y Conservación de Suelos. Facultad de Agronomía. Universidad de Buenos Aires

² Cátedra de Fertilidad y Fertilizantes. Facultad de Agronomía. Universidad de Buenos Aires

³ Departamento de Suelos. Universidade Federal Rural de Rio de Janeiro. Brasil

⁴ Instituto de Suelos-CIRN-INTA

*Autor de contacto: filipebk@agro.uba.ar

INTRODUCCIÓN

La distribución de tamaños de partículas del suelo es una característica fundamental para la interpretación de las propiedades físicas y químicas de los suelos. Su evaluación brinda información clave en estudios de movimiento del agua, erosión, manejo del suelo, adsorción de nutrientes, agroquímicos y contaminantes biológicos, entre otros. Las metodologías más asiduamente utilizadas para el análisis granulométrico son el hidrómetro de Bouyoucos (Bouyoucos, 1962) y la pipeta de Robinson (Gee & Bauder, 1986). También actualmente existen procedimientos instrumentales con contadores tipo Coulter (Walker & Hutka, 1970), granulometría por rayos X (Viton & Sadler, 1997) y con la utilización de láser (Chappell, 1998; Zobeck, 2004). Sin embargo, si bien este último procedimiento tiene buena repetitividad y rapidez, no se correlaciona muy bien con los resultados granulométricos provistos por el hidrómetro y la pipeta (Eshel *et al.*, 2004) particularmente en las fracciones más gruesas de la arena y en la arcilla (Baize, 1993).

No obstante y más allá de las particularidades de cada método en la discriminación del tamaño de las partículas, también en estas metodologías más habituales aparecen otras dificultades relacionadas con la divergencia en los pretratamientos. Las diferencias se manifiestan, tanto en la eliminación de los agentes agregantes y cementantes (materia orgánica, carbonatos, óxidos de hierro, sales) (Lavkulich & Wiens, 1970; USDA, 1996; Mormeneo, 1996) como así también en el proceso de dispersión de la muestra (Dong *et al.*, 1983; Gupta *et al.*, 1984; Bartoli *et al.*, 1991). Por ejemplo, si bien gran parte de los laboratorios eliminan los carbonatos previo a la cuantificación de las fracciones, esta debería ser una decisión del usuario ya que dicha eliminación puede disminuir el valor agronómico del dato granulométrico (Baize, 1993).

Una de las principales etapas en el pretratamiento de las muestras de suelo para el análisis granulométrico es la eliminación de la materia orgánica. Aun cuando en algunas metodologías con utilización del hidrómetro se indica que la materia orgánica debería eliminarse sólo cuando ésta supere el 5% (Bouyoucos, 1962; Forsythe, 1975), en la generalidad de los procedimientos analíticos se aconseja su eliminación, en particular en los horizontes superficiales (USDA, 1996). Suelos con un tenor elevado de MO presentan agregados más estables y resistentes a la desagregación mecánica y a la dispersión química (Angers, 1998; Tisdall & Oades, 1982). No obstante, el punto de finalización del procedimiento de eliminación más utiliza-

do (agua oxigenada -H₂O₂- 30 v/v) es subjetivo, dependiendo en gran parte de la experiencia del operador (Forsythe, 1975). Una alternativa, más sencilla y económica y que se suele aplicar como rutina es la calcinación de la muestra a temperaturas que pueden oscilar entre 300 °C y 600 °C (Ball, 1964; Salehi *et al.*, 2011). El tiempo demandado para la eliminación de la MO por este método es del orden de 2-6 horas según la temperatura mientras que para la eliminación mediante H₂O₂, puede variar de 12 a 24 horas (Sierra & Di Pietro, 1985) hasta una semana de acuerdo al contenido de MO de la muestra. Además, el costo de la calcinación, si se posee una mufla es insignificante comparado al costo del agua oxigenada. Sin embargo, dependiendo del contenido y composición mineralógica de la fracción arcilla, diversos autores advierten la ocurrencia de un posible fundido de algunos componentes de esta fracción que conduciría a una disminución de su porcentaje (Parlak, 2011).

Por otro lado, existe un cierto grado de consenso en la utilización de dispersantes químicos generalmente compuestos con el ión sodio tales como el oxalato de sodio o el pirofosfato de sodio, siendo los más comunes el hexamefosfato de sodio y el "calgón" (hexametáfosfato + carbonato de sodio) (Forsythe, 1975; Baize, 1993; USDA, 1996). Para suelos pampeanos han sido propuestos también otros dispersantes, como el hidróxido de sodio en suelos con problemas de dispersión por cementación de sílice y aluminosilicatos combinados amorfos (Mormeneo, 1996). En cambio, para otros suelos con minerales amorfos como pueden ser los Andosoles se recomienda una dispersión ácida con HCl (Baize, 2000).

En contraposición, no existe consenso en el tipo o velocidad de agitación para la dispersión mecánica. Aparte de la utilización poco frecuente del agitador de hélice/coctelera, diversos protocolos indican la utilización de agitadores de vaivén con velocidades de agitación que oscilan entre 15-125 por minuto con duraciones de entre 20 minutos a 16 horas (Rivière, 1977; Sierra & Di Pietro, 1985; van Reeuwijk, 1986; USDA, 1996; Pansu *et al.*, 2001).

Para suelos donde el principal factor de agregación es el hierro o el aluminio como Oxisoles o Ultisoles (Oades & Water, 1991) diversas alternativas de agitación mecánica han resultado en importantes diferencias en la distribución de las fracciones granulométricas. Por ejemplo, se ha utilizado agitación recíproca desde 60 hasta 180 rpm por 16 hs (Unterleitner, 2011), coctelera de altas rotaciones (10.000 a 12.000 rpm) con tiempos que variaron entre

5 y 20 minutos (Carvalho, 1985), y aún la utilización de abrasivos (arena) (Tavares-Filho & Stefano de Magalhães, 2008). En general, en dichos trabajos mayores velocidades de agitación han producido un mayor rendimiento de arcillas. Sin embargo para suelos Molisoles y Vertisoles donde el principal mecanismo de agregación es la materia orgánica (Oades, 1993; Tisdal & Oades, 1982) y el contenido y tipo de arcillas respectivamente (Utomo & Dexter, 1982; Igwe *et al.*, 1999), aún no es claro la importancia del control del tipo y velocidad de agitación luego de la eliminación del agente agregante.

Por otro lado, también el ultrasonido ha sido utilizado para dispersar las partículas previamente al análisis granulométrico (Edwards & Bremner, 1964; Pritchard, 1974; Sierra & Di Pietro, 1985; Gregorich *et al.*, 1988). Sin embargo algunos trabajos advierten que la fracción arcilla en diversos tipos de suelos, no ha podido ser completamente dispersada mediante esta metodología (Bartoli, 1991) siendo la misma aconsejada para Andosoles en los cuales debería utilizarse una intensidad moderada (Baize, 2000). Por ello, en la actualidad, se ha reducido el uso del ultrasonido como metodología para análisis granulométricos aunque es utilizado en otros estudios que implican la desagregación del suelo (e.g. estabilidad estructural).

De lo que antecede, la efectividad de las distintas metodologías depende también del tipo de suelo, en relación con las particularidades de composición de sus fracciones orgánicas e inorgánicas. Estas particularidades se expresan de manera sintética en algunas propiedades físicas del suelo. En este sentido la determinación de los límites de Atterberg, límite líquido (LL) plástico (Lp) e índice de plasticidad (Ip) puede ser útil para evaluar los efectos de distintas metodologías sobre la desagregación ya que dichos límites están afectados por la materia orgánica, la mineralogía y la textura del suelo, siendo éstas variables integrales de la composición del suelo (Keller & Dexter, 2012; Zolfaghari *et al.*, 2015).

Dados estos antecedentes que indican cierta incertidumbre respecto a los pretratamientos más adecuados para el análisis granulométrico, el presente trabajo tiene como objetivo poner a prueba dos formas de eliminación de MO (calcineración a 430 °C y oxidación por H₂O₂) y dos velocidades de agitación recíproca (90 y 150 rpm) en tres suelos de la región pampeana de textura y mineralogía contrastantes y distinto nivel de MO.

MATERIALES Y MÉTODOS

Diseño experimental y área de muestreo

Los sitios muestreados se ubican en Bengolea (Provincia de Córdoba, 33°01'31"S; 63°37'53"W) cuyo suelo correspondió a la serie General Cabrera (INTA, 1993) clasificado como Haplustol éntico (Soil Survey Staff, 2010), en Pergamino (Provincia de Buenos Aires 33°56'36"S; 60°33'57"W), serie Pergamino (Argjudol típico) y una fase ligeramente erosionada (Pe1) (INTA, 1974) que corresponde al manejo "Malas prácticas agrícolas" que se detallará a continuación. Por último, en el sitio de Viale (provincia de Entre Ríos 31°52'59.6"S; 59°40'07"W) se evaluó la serie Santiago clasificada anteriormente como Peluderte árgico y actualmente como Hapludert típico (Plan Mapa de Suelos, 1998).

Estos sitios se corresponden a situaciones seleccionadas por el proyecto BIOSPAS (www.biospas.org), cuyo objetivo a largo plazo es la identificación de indicadores de sustentabilidad bajo siembra directa (SD) (Wall, 2011). En cada sitio se tomaron muestras de lotes con diferentes manejos. Los manejos del suelo analizados fueron elegidos en relación a los criterios de la agricultura certificada propuesta por Aapresid (www.aapresid.org.ar), en los cuales se define: 1) "Buenas prácticas agrícolas" (BP): manejo agrícola sustentable bajo SD con rotaciones agrícolas intensivas, reposición de nutrientes y adecuado uso de agroquímicos; 2) "Malas prácticas agrícolas" (MP): manejos agrícola no sustentable bajo SD con monocultivos, baja reposición de nutrientes y alto uso de agroquímicos. Además, se seleccionaron situaciones sin cultivo denominada "Ambiente Natural" (AN) las cuales corresponden a zonas con vegetación natural situadas cercanas al área de estudio, donde no se ha practicado la agricultura por lo menos desde hace 30 años. Mayores detalles sobre los manejos pueden ser encontrados en Rosa *et al.* (2014) y Kraemer (2015). En consecuencia, este diseño permitió obtener muestras con diferencias texturales y mineralógicas entre localidades y con diferentes niveles de materia orgánica resultantes de los diferentes manejos en una misma localidad. Para este trabajo se utilizó sólo un bloque (bloque 2) de cada tratamiento de este diseño.

Determinaciones granulométricas

Para realizar las determinaciones granulométricas se recolectaron muestras superficiales (0-20 cm) correspondientes a los horizontes A de los tres suelos evaluados. Se utilizaron 20 g de muestra tamizada a 2 mm seca al aire para cada determinación (3 repeticiones para la combinación tipo de suelo x tratamiento de manejo). Para la eliminación de la materia orgánica (EMO) se seleccionaron dos tipos de procedimientos: agua oxigenada (30% v/v) -H₂O₂- y calcineración a 430 °C mediante mufla-Cal. 430 °C- durante 4 horas (Davies, 1974). Los tratamientos de velocidad de agitación (VA) implementados para

realizar la dispersión mecánica surgen de las metodologías estándares citadas en la literatura (Rivière, 1977; van Reeuwijk, 1986; USDA, 1996) y empleadas en diversos laboratorios de suelos. Así, se eligió trabajar con dos velocidades de agitación, 90 y 150 rpm, ambas durante 16 h. Esta agitación se realizó en un agitador recíproco MA 139/CFT Marconi. La dispersión química de las muestras para todos los tratamientos se efectuó mediante el hexametáfosfato de sodio (0,5%). Luego mediante la metodología de la pipeta de Robinson (Gee & Bauder, 1986) se obtuvieron las fracciones arcilla (<2 μm) y limo (2-50 μm). Las arenas (>50 μm) fueron obtenidas posteriormente mediante tamizado en húmedo. El cálculo de textura está referido al 100% de la fracción mineral del suelo excluyendo la MO y el agua higroscópica.

Caracterización química, fisicoquímica y mineralógica de los suelos

Para evaluar las causas del comportamiento de los distintos tratamientos en los ensayos granulométricos, en cada muestra se determinaron carbono orgánico (CO) mediante combustión húmeda (Walkley & Black, 1934), pH del suelo (suelo:agua 1:2,5), y conductividad eléctrica (CE) mediante potenciómetro y la capacidad de intercambio catiónico (CIC) –con acetato de amonio 1N, pH 7– (Rhoades, 1982) determinándose el Na^+ de intercambio mediante fotometría de llama y el Ca^{+2} mediante absorción atómica. La mineralogía de la fracción arcilla fue analizada por difracción de rayos X con un equipo Philips XPro en muestras homioiónica orientadas, glicoladas y calcinadas a 520 °C. A partir de los difractogramas se obtuvo la abundancia relativa de los minerales de arcilla mediante un método semicuantitativo (Holtzapffel, 1985) y se calculó el porcentaje de esmectitas más interstratificados illita-esmectita (I/E + E). Por último, se determinaron los límites de Atterberg: límite líquido (LL), límite plástico (Lp) e índice plástico (IP) (Means & Parcher, 1965).

Análisis estadísticos

El diseño del ensayo fue de tipo factorial, cuyos factores fueron: tipo de eliminación de MO (Calc. 430 °C y H_2O_2) y velocidad de agitación (90 y 150 rpm) sobre los distintos tipos de suelos (Haplustol, Argiudol y Vertisol) y tres tratamientos de manejo (AN, BP y MP). Para cada combinación de factores y tipo de suelo x tratamiento de manejo fueron realizadas 3 repeticiones. Los datos se analizaron mediante un análisis de varianza (ANVA). En el ANVA se incluyó la interacción entre ambos factores. Los supuestos del ANVA (normalidad y homogeneidad de varianzas) fueron cumplimentados en todos los casos. Cuando hubo diferencias significativas se realizó el tests LSD (diferencias mínimas significativas) con un $\alpha=0,05$. También se realizaron correlaciones (Pearson) entre la diferencia en el rendimiento de arcilla entre los métodos de eliminación de la materia orgánica (H_2O_2 -Calc. 430 °C) y las característi-

cas químicas, fisicoquímicas y mineralógicas del suelo. Todos los análisis estadísticos fueron realizados mediante el programa Infostat/P v1.1, 2002.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los distintos tratamientos evaluados para cada suelo presentaron pocas diferencias químicas, fisicoquímicas y mineralógicas entre los mismos, observándose las mayores diferencias entre los suelos correspondientes a los distintos sitios (Tabla 1). No obstante, se puede mencionar que para el Haplustol y el Hapludert, los valores de CO del tratamiento MP fueron más bajos que AN y BP, mientras que para el Argiudol, las mayores diferencias se encontraron entre los tratamientos agrícolas y en AN (Tabla 1). Los suelos evaluados presentaron valores semejantes de pH, clasificándose los suelos como levemente ácidos (Tabla 1). Los valores de CE fueron similares para el Haplustol y el Argiudol y levemente superiores para el Hapludert; esta misma tendencia se observa para el Ca^{+2} , mientras que para el PSI se observa una tendencia opuesta con menores valores para el Hapludert, intermedios para el Argiudol, y levemente superiores para el Haplustol (Tabla 1). Estos valores relativamente altos de PSI del Haplustol difieren del concepto central de la serie que describe este suelo (Serie General Cabrera) el cual posee valores bajos de dicha variable. Los tratamientos de este suelo se encontraban en una posición más baja a la descrita correspondiéndose posiblemente a una fase ligeramente anegable (GC2, INTA, 1993) con una acumulación leve de sodio. La mineralogía de arcillas de los Molisoles presentó una composición con predominancia de illita, con evidencias de minerales interstratificados (illita-esmectita) (Tabla 1), mientras que el Hapludert presentó valores más elevados de dichos minerales (Tabla 1) con presencia de minerales esmectíticos. En todos los suelos se presentaron trazas de caolinita y de minerales accesorios (cuarzo y feldespatos) (Kraemer *et al.*, 2011). En consecuencia, la CIC fue mayor en el Hapludert, intermedia en el Argiudol, encontrándose el valor más bajo en el Haplustol. También, debido a esas diferencias mineralógicas y texturales entre los sitios, se encontraron en el Hapludert los mayores valores de LP, LL, e IP (Tabla 1 y 2). En todos los suelos, los valores medios de los límites de Atterberg se ajustaron perfectamente con los tipos de suelos minerales inorgánicos de grano fino cuyo 50% o más pasa el tamiz de malla N° 200, según la clasificación ASTM para propósitos de ingeniería (ASTM, 1985).

Tabla 1. Caracterización física y química de los sitios (Haplustol, Argiudol y Hapludert) y manejos (Ambiente natural -AN, Buenas prácticas -BP y Malas prácticas -MP). Carbono orgánico (CO), conductividad eléctrica (CE), porcentaje de sodio intercambiable (PSI), capacidad de intercambio catiónico (CIC), límite plástico (Lp), límite líquido (LI), índice plástico (Ip), interestratificados illita-esmectita + esmectita (I/E + E).

Table 1. Physical and chemicals characterization of sites (Haplustoll, Argiudoll and Hapludert) and managements (Natural environment -AN, Good practices -BP, Bad practices -MP) Organic carbon (CO), electrical conductivity (CE), exchangeable sodium percentage (PSI), cationic exchange capacity (CIC), plastic limit (Lp), liquid limit (LI), plastic index (Ip), interestratified illite-smectite + smectite (I/E + E).

Variables /Tratamientos	Haplustol (Bengolea)			Argiudol (Pergamino)			Hapludert (Viale)		
	AN	BP	MP	AN	BP	MP	AN	BP	MP
CO (%)	1,6	1,8	1,1	2,6	1,8	1,8	3,4	3,7	2,5
CE (mS cm ⁻¹)	0,25	0,37	0,36	0,37	0,40	0,22	0,86	0,68	0,63
pH (1:2.5 agua)	6,2	6,6	5,4	5,8	5,7	6,1	6,8	6,5	5,5
Ca ⁺² (meq 100 g ⁻¹)	6,1	9,3	6,8	5,7	7,9	10,4	21,0	25,0	12,0
Na ⁺ (meq 100 g ⁻¹)	0,9	0,8	0,8	0,8	0,7	0,7	0,5	1,2	0,9
PSI (%)	7,3	5,1	6,0	4,9	3,9	3,4	1,3	2,8	3,2
CIC (cmol _c kg ⁻¹)	12,3	15,0	13,7	17,3	17,2	19,2	37,4	41,4	28,8
Lp (%)	19,4	17,1	15,4	23,4	23,8	21,9	27,8	30,5	24,2
LI (%)	25,4	23,0	21,0	36,9	36,3	30,6	59,9	59,4	45,0
IP	6,0	5,9	5,7	13,5	12,6	8,7	32,1	28,9	20,8
I/E + E (%)	29,7	27,5	27,0	20,1	19,0	29,3	81,0	72,8	31,3
Caolinita (%)	8,9	9,5	8,4	9,8	9,1	9,1	3,3	2,1	7,7

Conforme a los análisis realizados, los suelos utilizados en el presente trabajo corresponden a un amplio rango de composición granulométrica, en particular en lo que respecta a sus contenidos de arcilla y arenas (Tabla 2). El promedio de arcillas para todas las combinaciones de EMO y velocidad de agitación (VA) para todos los manejos fue de 15,4% para el Haplustol, 23,7% para el Argiudol y 39,8% para el Hapludert. Por otro lado, las arenas presentaron valores de 54,5% para el Haplustol, 19,8% para el Argiudol y 2,8% para el Hapludert. La composición granulométrica varió muy poco entre los manejos dentro de cada sitio, no superando en ningún suelo el 5% de diferencia de las distintas fracciones (Tabla 2).

El porcentaje de la fracción arcilla en el Haplustol (Fig. 1, Tabla 2) para todos los manejos presentó interacción EMO x VA. Para el pretratamiento Calc. 430 °C, la menor velocidad de agitación (90 rpm) derivó en contenidos de arcillas más bajos. Por el contrario, para el pretratamiento con H₂O₂, e inversamente a lo esperado, a 90 rpm se encontraron los mayores contenidos de arcillas con respecto a 150 rpm, aunque en términos absolutos esta diferencia fue pequeña (Fig. 1). Puede observarse que las muestras Calc. 430 °C llevadas a una VA de 150 rpm presentaron los mismos contenidos de arcilla que los encontrados en los suelos tratados con H₂O₂. En el Argiudol, para todos los manejos, no se observó ni interacción entre los factores, ni efecto significativo de la VA (Tabla 2). Las diferencias de contenido de arcilla

en este suelo se debieron al tipo de EMO, siendo la eliminación con H₂O₂ la que mejor rendimiento tuvo (Fig. 1). En el Hapludert existieron diferencias en el comportamiento de la EMO y la VA según el manejo. En el AN existió interacción entre EMO y VA. En este caso la mayor VA (150) con Calc. 430 °C produjo una cantidad de arcilla significativamente mayor (411 g kg⁻¹), que la obtenida con la menor velocidad de agitación (306 g kg⁻¹) (Tabla 2). Por otro lado, los lotes cultivados no presentaron esta interacción ni tampoco la VA fue significativa en el resultado.

De acuerdo a estos datos en general el pretratamiento que más influencia tuvo en los resultados granulométricos para los tres suelos estudiados fue el tipo de EMO. En promedio, los suelos tratados con H₂O₂ presentaron valores de contenido de arcilla 32% mayor que en los casos tratados con mufla (Calc. 430 °C). Debido a que el principal agente agregante de los Molisoles es la MO (Tisdall & Oades, 1982), y que en suelos con mayores contenidos de arcillas, como es el caso del Hapludert, las uniones entre arcillas y limos están también mediadas por la saturación de los sitios de intercambio con MO (Angers, 1998), la eliminación de este agente habría permitido una desagregación más eficaz de las partículas. Debe notarse que el contenido de hierro libre fue muy bajo en todas las muestras mientras que no se encontraron carbonatos en las mismas, siendo la MO el agente de agregación más importante (Kraemer, 2015).

Tabla 2. Composición granulométrica del Haplustol, Argiudol y Hapludert para los tres manejos estudiados (AN: Ambiente natural; BP: Buenas Prácticas; MP: Malas Prácticas) para diferentes combinaciones de Velocidad de Agitación (VA)-150 y 90 rpm y eliminación de la materia orgánica (EMO)- Agua oxigenada (H_2O_2) y calcinación a 430 °C (Calc. 430 °C). Cuando hubo interacción, letras distintas en minúscula significan diferencias significativas ($P < 0,05$). Cuando no hubo interacción, letras mayúsculas distintas indican diferencias significativas entre EMO y letras minúsculas distintas indican diferencias significativas entre VA ($P < 0,05$). Error estándar entre paréntesis.

Table 2. Granulometric composition for the Haplustoll, Argiudoll and Hapludert for the three studied managements (Natural environment - AN, Good practices -BP, Bad practices -MP) for the combination of agitation velocities (VA)- 150 and 90 rpm and organic matter elimination (EMO)- hydrogen peroxide (H_2O_2) and calcinations to 430 °C (Calc. 430 °C). When interactions occurred, small case letters means significant differences ($P < 0,05$). When no interaction occurred, different upper case letters indicate significant differences between EMO and different smaller case letters indicates significant differences between VA ($P < 0,05$). Standard errors in parenthesis.

Suelo	EMO	VA (rpm)	Arcilla ($< 2 \mu\text{m}$)		Limo ($2 - 50 \mu\text{m}$)		Arena ($> 50 \mu\text{m}$)		
					(g kg^{-1})				
Haplustol (Bengolea)	AN	H_2O_2	90	189 (0,2)	a	274 (0,6)	b	537 (0,5)	b
			150	163 (0,7)	a	287 (0,9)	b	550 (0,3)	b
		Calc. 430 °C	90	90 (1,0)	b	265 (0,5)	b	645 (0,5)	a
			150	169 (1,3)	a	335 (0,5)	a	496 (1,8)	c
		EMO		*		*		ns	
		VA		*		**		**	
	EMO x VA		*		*		**		
	BP	H_2O_2	90	187 (0,7)	a	279 (0,7)	c	534 (0,1)	b
			150	172 (0,1)	a	299 (0,1)	b	529 (0,2)	b
		Calc. 430 °C	90	87 (1,4)	b	270 (0,3)	c	644 (1,7)	a
			150	171 (1,4)	a	351 (0,1)	a	479 (1,4)	c
		EMO		*		**		ns	
		VA		*		***		**	
	EMO x VA		*		**		**		
	MP	H_2O_2	90	180 (0,1)	a	316 (0,1)	b	503 (0,1)	b
			150	175 (1,3)	a	312 (0,2)	b	513 (1,5)	b
		Calc. 430 °C	90	85 (1,0)	b	265 (2,0)	c	650 (1,0)	a
			150	181 (0,2)	a	361 (0,2)	a	458 (0,4)	c
EMO			*		ns		ns		
VA			*		*		*		
EMO x VA		*		**		**			
Argiudol (Pergamino)	AN	H_2O_2	90	272 (3,4)	Aa	563 (1,2)	a	165 (2,2)	Ba
			150	337 (3,1)	Aa	518 (2,4)	a	144 (0,7)	Ba
		Calc. 430 °C	90	164 (0,4)	Ba	566 (1,4)	a	270 (1,0)	Aa
			150	174 (0,8)	Ba	618 (2,3)	a	209 (1,5)	Aa
		EMO		*		ns		**	
		VA		Ns		ns		ns	
	EMO x VA		Ns		ns		ns		
	BP	H_2O_2	90	339 (<0,0)	Aa	483 (0,6)	Ba	177 (0,6)	Ba
			150	337 (0,5)	Aa	482 (0,3)	Ba	181 (0,7)	Ba
		Calc. 430 °C	90	165 (1,5)	Ba	595 (1,5)	Aa	240 (<0,0)	Aa
			150	170 (0,3)	Ba	596 (0,6)	Aa	235 (0,3)	Aa
		EMO		*		***		***	
		VA		Ns		ns		ns	
	EMO x VA		Ns		ns		ns		
	MP	H_2O_2	90	293 (0,9)	Aa	562 (0,6)	Ba	145 (0,2)	d
			150	284 (0,9)	Aa	546 (1,2)	Ba	170 (0,3)	c
		Calc. 430 °C	90	150 (1,0)	Ba	620 (1,0)	Aa	230 (<0,0)	a
			150	155 (1,5)	Ba	636 (1,3)	Aa	210 (0,3)	b
EMO			**		**		***		
VA			Ns		ns		ns		
EMO x VA		Ns		ns		***			

Tabla 2. Continuación
Table 2. Continuation

Hapludert (Viale)	AN	H_2O_2	90	478 (1,8)	Aa	502 (2,1)	c	21 (0,3)	c
			150	472 (0,5)	Aa	508 (0,5)	c	20 (<0,0)	c
		Calc. 430 °C	90	306 (0,1)	Ba	660 (<0,0)	a	35 (0,1)	a
			150	411 (0,5)	Ba	563 (0,6)	b	27 (0,1)	b
		EMO		*		***		**	
		VA		*		*		*	
	EMO x VA		*		**		*		
	BP	H_2O_2	90	456 (1,8)	Aa	527 (1,8)	a	17 (<0,0)	c
			150	473 (1,5)	Aa	508 (1,6)	a	19 (0,1)	c
		Calc. 430 °C	90	343 (1,2)	Ba	619 (1,1)	a	38 (0,1)	a
			150	375 (0,4)	Ba	595 (0,6)	a	31 (0,2)	b
		EMO		*		**		***	
		VA		Ns		ns		ns	
	EMO x VA		Ns		ns		*		
	MP	H_2O_2	90	421 (0,5)	Aa	556 (0,5)	a	23 (<0,0)	c
			150	409 (0,2)	Aa	568 (0,2)	a	23 (0,0)	c
		Calc. 430 °C	90	318 (0,8)	Ba	636 (1,0)	a	47 (0,2)	a
			150	319 (0,1)	Ba	648 (<0,0)	a	34 (0,1)	b
EMO			*		**		***		
VA			Ns		ns		**		
EMO x VA		Ns		ns		**			

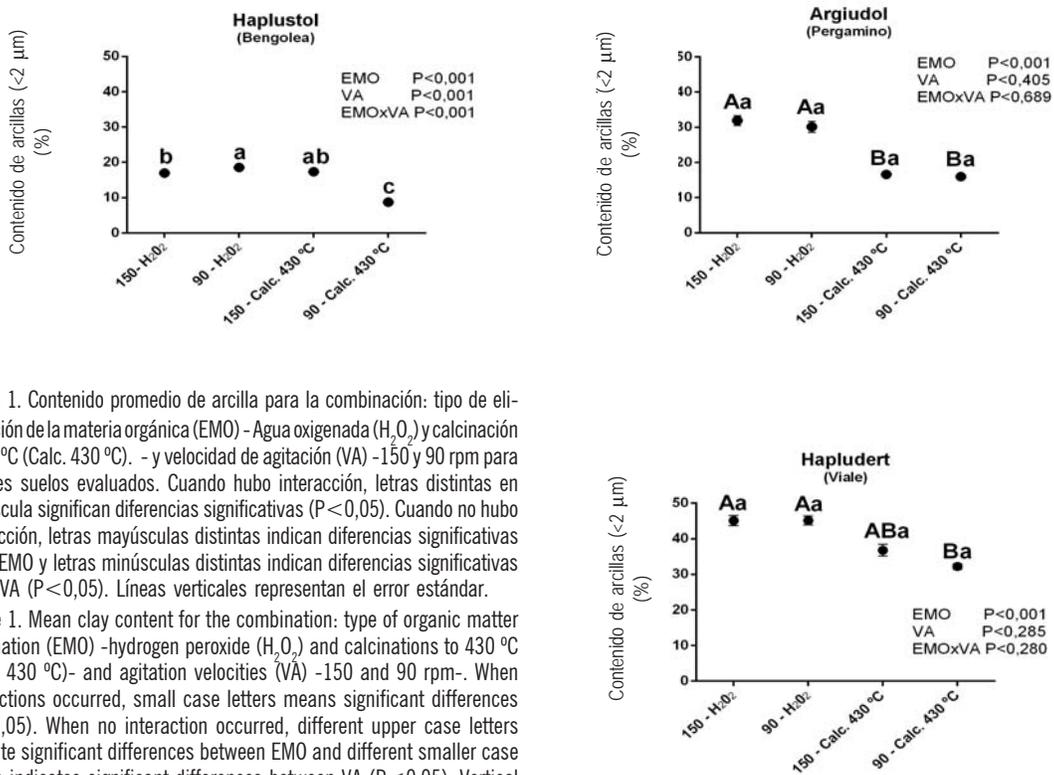


Figura 1. Contenido promedio de arcilla para la combinación: tipo de eliminación de la materia orgánica (EMO) - Agua oxigenada (H₂O₂) y calcinación a 430 °C (Calc. 430 °C). - y velocidad de agitación (VA) -150 y 90 rpm- para los tres suelos evaluados. Cuando hubo interacción, letras distintas en minúscula significan diferencias significativas (P<0,05). Cuando no hubo interacción, letras mayúsculas distintas indican diferencias significativas entre EMO y letras minúsculas distintas indican diferencias significativas entre VA (P<0,05). Líneas verticales representan el error estándar.

Figure 1. Mean clay content for the combination: type of organic matter elimination (EMO) -hydrogen peroxide (H₂O₂) and calcinations to 430 °C (Calc. 430 °C)- and agitation velocities (VA) -150 and 90 rpm-. When interactions occurred, small case letters means significant differences (P<0,05). When no interaction occurred, different upper case letters indicate significant differences between EMO and different smaller case letters indicates significant differences between VA (P<0,05). Vertical lines represent standard errors.

Para los tres suelos en general, el coeficiente de variación (CV) de las arcillas con respecto a la combinación de EMO y VA fue mayor al CV del limo, mostrando valores de CV para las arcillas de 29,4% para el Haplustol, 36,6% para el Argiudol y 16,5% para el Hapludert. En segundo lugar, la mayor variación producida por los tratamientos se observó en las arenas con CV de 13,2% para Bengolea, 21,5% para Pergamino y 32,9% para Viale. Esto podría significar que el efecto de los factores (EMO y VA) estaría influenciado principalmente por las variaciones de las fracciones finas (arcillas) que se redistribuyen hacia las fracciones más gruesas (arenas y limos).

Para evaluar las causas de los distintas variaciones en el contenido de arcillas por parte de los tratamientos analizados se realizaron correlaciones (Pearson) entre dicho contenido como diferencia entre los métodos de eliminación de la materia orgánica (H_2O_2 - Calc. 430 °C) y diversas propiedades físicas y químicas. Como se observa en la Tabla 3, existieron correlaciones significativas y de gran magnitud. Esto se vio reflejado en los tratamientos con la velo-

cidad más lenta (90 rpm). Así esta diferencia en el porcentaje de arcillas fue influenciado positivamente por los factores que juegan en la agregación del suelo como la MO, CIC, contenido de Ca^{2+} y aquellas variables relacionadas con la mineralogía como LL, LP, IP y porcentaje de I/E + E, aunque esta última variable no presentó un efecto considerado significativo (Tabla 3). Es probable que la mayor correlación de la proporción de estas arcillas 2:1 con el contenido de arcillas determinado por oxidación por H_2O_2 con respecto a la calcinación, no se deba solamente a su efecto en la agregación del suelo a través de la estabilización de los microagregados (Fernández-Ugalde *et al.*, 2012), sino que en los resultados obtenidos podrían incidir también fenómenos de fusión de arcillas (Giovannini *et al.*, 1988; Terefe *et al.*, 2008). Así, en el caso del Hapludert los filosilicatos en la fracción arcilla se contabilizarían como parte de fracciones de mayor tamaño. Resultados similares han sido reportados por Parlak (2011) y Ulery & Graham (1993). En contraposición, el PSI, variable que se contrapone a la agregación, mostró una correlación negativa elevada con diferencia en el contenido de arcilla obtenido por calcinación y oxidación.

En síntesis, se pudo comprobar que la menor velocidad de agitación (90 rpm) para los suelos tratados con calcinación no permitiría lograr una dispersión adecuada del suelo subestimando de esta forma el real contenido de arcillas. Esto se acentuaría en los suelos con alto contenido de materia orgánica, Ca^{2+} y minerales 2-1 expansibles.

CONCLUSIONES

En este estudio se encontró que el tipo de procedimiento de eliminación de materia orgánica tuvo un efecto significativo en la distribución granulométrica de tres suelos de textura y mineralogía contrastantes. Como tendencia general, cuando la materia orgánica fue eliminada con agua oxigenada se obtuvo una mayor extracción de arcilla independientemente de la velocidad de agitación (150 o 90 rpm). Sin embargo, en promedio, se encontraron contenidos más altos de arcillas en los pretratamientos con mayor velocidad de agitación. Para suelos de textura fina evaluados en este trabajo (Argiudol y Hapludert), la utilización de la calcinación no sería conveniente, ya que llevaría a subestimar el contenido de arcilla debido a una posible reorganización de los filosilicatos de esa fracción. En el suelo arenoso (Haplustol), la combinación calcinación y agitación a 150 rpm tuvo un resultado estadísticamente similar al H_2O_2 y agitación 150 o 90, lo que indicaría que esa

Tabla 3. Correlaciones de Pearson entre la diferencia de rendimiento de arcilla entre H_2O_2 y calcinación y variables físicas y químicas. Carbono orgánico (CO), conductividad eléctrica (CE), porcentaje de sodio intercambiable (PSI), capacidad de intercambio catiónico (CIC), límite plástico (Lp), límite líquido (Ll), índice de plasticidad (Ip), interestratificados illita/esmectita + esmectita (I/E + E). $P < 0,05$ *, $P < 0,01$ **.

Table 3. Pearson correlation between the difference in clay yield between H_2O_2 and calcination and physical and chemicals variables. Organic carbon (CO), electrical conductivity (CE), exchangeable sodium percentage (PSI), cationic exchange capacity (CIC), plastic limit (Lp), liquid limit (LI), plasticity index (Ip), interestratified illite-smectite + smectite (I/E + E). $P < 0,05$ *, $P < 0,01$ **.

Variables/RPM	Rendimiento de arcilla (H_2O_2 -Calc. 430 °C)	
	90	150
CO (%)	0,84**	-0,19
CE (mS cm ⁻¹)	0,76*	0,10
pH (1:2.5 - agua)	0,08	0,24
Ca ⁺² (meq 100 g ⁻¹)	0,70*	0,06
Na ⁺ (meq 100 g ⁻¹)	0,42	0,17
PSI (%)	-0,65*	0,39
CIC (cmolc kg ⁻¹)	0,85**	-0,07
LP (%)	0,80*	-0,43
LL (%)	0,84**	-0,23
IP	0,83**	-0,13
I/E+E (%)	0,58	0,23
Caolinita (%)	-0,68*	-0,17

combinación de pretratamientos sería sólo recomendable para este tipo de suelos. De esta investigación metodológica surge la importancia del pretratamiento de las muestras en los análisis granulométricos y el interés de ampliar estos ensayos a un mayor número de suelos y Ordenes que difieran en la composición de sus fracciones orgánicas y minerales.

AGRADECIMIENTOS

Trabajo realizado en el marco del proyecto Binacional de Posgrados Asociados Brasil-Argentina CAPG-BA 040-10 y el proyecto BIOSPAS financiado por la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica- PAE/ PICT 2007 n°18.

BIBLIOGRAFÍA

- Angers, DA. 1998. Water-stable aggregation of Québec silty clay soils: some factors controlling its dynamics. *Soil Till. Res.* 47(1): 91-96.
- ASTM. 1985. American Society for testing and Materials. Standard test method for soil classification of soils for engineering purposes. D 2487-83. Annual Book of ASTM Standards 04.08:395-408. American Society for testing and Materials, Philadelphia.
- Ball, DF. 1964. Loss-on ignition as an estimate of organic matter and organic carbon in non-calcareous soils. *J. Soil Sci.* 15: 84-92.
- Baize, D. 1993. Soil science analyses: A guide to current use. John Wiley & Sons. Chichester, England, ISBN 0-471-93469-0. 192 pp.
- Baize, D. 2000. Guide des analyses en pédologie. 2ème édition revue et augmentée. INRA Éditions, Paris. 257 pp.
- Bartoli, F; G Burtin & A Herbillon. 1991. Disaggregation and clay dispersion of oxisols: Na Resin, a recommended methodology. *Geoderma* 49: 301-317.
- Bouyoucos, GJ. 1962. Hydrometer method improved for making particle size analyses of soils. *Agron J.* 54: 464-465.
- Carvalho, MA. 1985. Eficiência de dispersantes na análise textural de materiais de solos com horizonte B latossólico e B textural. Lavras, Escola Superior de Agricultura de Lavras. 79 pp. (Tese de Mestrado).
- Chappell, A. 1998. Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distribution using optical laser diffraction. *Catena* 31: 271-281.
- Davies, BE. 1974. Loss-on-ignition as an estimate of soil organic matter. *Soil Sci. Proc.* 38: 150-151.
- Dong, A; G Chesters & GV Simsiman. 1983. Soil dispersibility. *Soil Sci.* 136(4): 208-212.
- Edwards AP & JM Bremner. 1967. Dispersion of soil particles by sonic vibrations. *J. Soil Sci.* 18(1): 47-63.
- Eshel, G; GJ Levy, U Mangelgrin & MJ Singer. 2004. Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 68: 736-743.
- Fernández-Ugalde, O; P Barré; F Hubert; I Virto; C Girardin; E Ferrage; L Caner; B Velde & C Chenu. 2012. Evidence of mineral control of soil aggregation. *Revista de la sociedad española de mineralogía.* Macla n 16, Resumen SEM/SEA.
- Forsythe, W. 1975. Física de Suelos. Manual de laboratorio. Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas, San José, Costa Rica. 212 pp.
- Gee, G.W & J W Bauder. 1986. Particle-size Analysis. P. 383-411. *In: AL Page (ed).* Methods of soil analysis, Part 1. Physical and mineralogical methods. Second Edition, Agronomy.
- Giovannini, G; S Lucchesi & M Giachetti. 1988. Effect of heating on some physical and chemical parameters related to soil fertility and plant growth. *Soil Sci.* 146: 255-261.
- Gregorich, EG; RG Kachanoski & RP Voroney. 1988. Ultrasonic dispersion of aggregates: Distribution of organic matter in size fractions. *Can. J. Soil Sci.* 64: 395-403.
- Gupta, R; D Bhumbla & I Abrol. 1984. Effect of sodicity, pH, organic matter and calcium carbonate on the dispersion behavior of soils. *Soil Sci.* 137: 245-251.
- Holtzapffel, T. 1985. Les minéraux argileux: préparation, analyse diffractométrique et détermination. *Société Géologique du Nord.* 12: 136 pp.
- Igwe, CA; FOR Akamigbo & JSC Mbagwu. 1999. Chemical and mineralogical properties in soils of southeastern Nigeria in relation to aggregate stability. *Geoderma* 92: 111-123.
- Infostat / Pv1.1. 2002. InfoStat, v. 1.1. Grupo InfoStat, FCA. Universidad Nacional de Córdoba. Argentina.
- INTA. 1974. Hoja 3560-32: Pergamino. Cartas de Suelos de la República Argentina. Escala 1:50.000. CIRN, INTA, Buenos Aires.
- INTA. 1974-1997. Colección: Cartas de Suelos de la República Argentina. Escala 1:50.000. CIRN, INTA, Buenos Aires.
- INTA. 1993. Hoja 3363 - 20: Ucaha. Cartas de la Provincia de Córdoba. Escala 1:50.000. Plan Mapa de Suelos - EEA Manfredi, INTA, Córdoba.
- Keller, T & AR Dexter. 2012. Plastic limits of agricultural soils as functions of soil texture and organic matter content. *Soil Res.* 50: 7-17.
- Kraemer, FB. 2015. Influencia de la granulometría y la mineralogía en el comportamiento hidro-físico y estructural en suelos con distinta intensidad y secuencia de cultivos bajo siembra directa. Tesis doctoral, Universidad de Buenos Aires, Buenos Aires, Argentina. 236 pp.
- Kraemer, FB; PL Fernández; MG Castiglioni & HJM Morrás. 2011. Evaluación del tiempo de inmersión de los agregados en el tratamiento de humedecimiento rápido de la técnica de Le Bissonnais. XIX Congreso Latinoamericano y XXIII Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo.
- Lavkulich, L & J Wiens. 1970. Comparison of organic matter destruction by hydrogen peroxide and sodium hypochlorite and its effects on selected mineral constituents. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 34: 755-758.
- Means, RE & JV Parcher. 1965. Plasticity. *In: Physical properties of soils.* Prentice-Hall of India Ltd. Pags. 68-84.
- Mormeneo, ML; MC Camilión & R Lasi. 1996. Composición de los agregados no dispersables de sedimentos pampeanos. *Revista del Museo de La Plata* XI (110): 135-148.
- Oades, JM. 1993. The role of biology in the formation, stabilization and degradation of soil structure. *Geoderma* 56: 377-400.
- Oades, JM & AG Waters. 1991. Aggregate hierarchy in soils. *Aust J of Soil Res.* 29: 815-828.
- Pansu, M; J Gautheyrou & JY Loyer. 2001. Soil Analysis-sampling, instrumentation and quality control. Balkema publishers, Lisse, Abington, Exton, Tokyo, 512 pp.

- Parlak, M. 2011. Effect of heating on some physical, chemical and mineralogical aspects of forest soil. *Bartın Orman Fakültesi Dergisi. Cilt: 13. Sayı: 19: 143-152.*
- Plan Mapa de Suelos, Convenio INTA Gobierno de Entre Ríos. 1998. Carta de Suelos de la República Argentina. Departamento Paraná, Provincia de Entre Ríos. EEA Paraná, Serie Relevamiento de Recursos Naturales N° 17, 114 pp.
- Pritchard, DT. 1974. A method for soil particle-size analysis using ultrasonic disaggregation. *J. Soil Sci.* 25: 3.
- Rhoades, J. 1982. Cation Exchange Capacity. *In: AL Page; RH Miller y DR Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part. 2. Agron. Monog. 9. p.p. 149-157. Am. Soc. Agron. Madison, WI.*
- Rivière, A. 1977. Méthodes granulométriques. Techniques et interprétations. Masson. Paris 1977. ISBN 2-225 46112-0. 170 pp.
- Salehi HH; OH Beni; HB Harchegani ; I Borujeni & HR Motaghian. 2011. Refining Soil Organic Matter Determination by Loss-on-Ignition. *Pedosphere* 21(4): 473-482.
- Sierra, JO & LB Di Pietro. 1985. Efectos de la dispersión ultrasónica en soluciones de suelos. *Ciencia del suelo* 3: (1, 2).
- Rosa, SM; FB Kraemer; MA Soria; LD Guerrero; HJM Morrás; ELM Figuerola & L Erijman L. 2014. The influence of soil properties on denitrifying bacterial communities and denitrification potential in no-till production farms under contrasting management in the Argentinean Pampas. *Appl. Soil Ecol.* 75: 172-180.
- Soil Survey Staff. 2010. Claves para la Taxonomía de Suelos. 11th ed. USDA-Natural Resources Conservation Service, Washington, DC.
- Tavares-Filho, J & F Stefano de Magalhães. 2008. Dispersão de amostras de latossolo vermelho eutroférrico influenciadas por pretratamento para oxidação de matéria orgânica e pelo tipo de agitação mecânica. *R. Bras. Ci. Solo* 1429-1435.
- Terefe, T; I Mariscal-Sancho; F Peregrina & R Espejo. 2008. Influence of heating on various properties of six Mediterranean soils: A laboratory study. *Geoderma* 143: 273-280.
- Tisdall, JM & JM Oades. 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. *J. Soil Sci.* 62: 141-163.
- Ulery, AL & RC Graham. 1993. Forest fire effects on soil colour and texture. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 57: 135-140.
- Unterleitner, B. 2011. Avaliação de diferentes rotações para análise granulométrica de alguns Latossolos. Trabalho de Conclusão de Curso. (Graduação em Engenharia Agrônômica) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. 36 pp.
- USDA (US Dept. of Agriculture). 1996. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Soil Survey Investigations. Report N° 46, Version 3.0 Washington, DC. Soil Conservation Service.
- Utomo, WH & AR Dexter. 1982. Changes in soil aggregate water stability induced by wetting and drying cycles in non-saturated soil. *Soil Sci.* 33: 623- 637.
- Van Reeuwijk, LP. 1986. Procedures for soil analysis Technical paper 9. International soil Reference and Information Centre (ISRIC) Wageningen, The Netherlands. 185 pp.
- Vitton, AJ & LY Sadler. 1997. Particle-size analysis of soils using laser light scattering and x-ray absorption techniques. *Geotech. Test. J.* 20: 63-73.
- Walker, PH & J Hutka. 1971. Use of the Coulter Counter (model B) for particle-size analysis of soils. Div. of Soils Tech. Paper N° 1. Melbourne Australia: CSIRO.
- Walkley, A & A Black. 1934. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter, and proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Sci.* 37: 29-38.
- Wall, LG. 2011. The BIOSPAS Consortium: Soil Biology and Agricultural Production. *In: de Bruijn, FJ. (ed), Handbook of Molecular Microbial Ecology I. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, pp. 299-306.*
- Zobeck, TM. 2004. Rapid soil particle size analyses using laser diffraction. *Applied Eng. Agric.* 20: 633-639.
- Zolfaghari, Z; MR Mosaddeghi & S Ayoubi. 2015. ANN-based pedotransfer and soil spatial prediction functions for predicting Atterberg consistency limits and indices from easily available properties at the watershed scale in western Iran. *Soil Use and Manage.* doi: 10.1111/sum.12167.