



Agrociencia
ISSN: 1405-3195
agrocien@colpos.mx
Colegio de Postgraduados
México

León Martínez, Noé; Etchevers Barra, Jorge D.; Galvis Spínola, Arturo; Trinidad Santos, Antonio
Barras recubiertas con óxido de hierro para extraer P del suelo
Agrociencia, vol. 35, núm. 2, marzo-abril, 2001, pp. 127-135
Colegio de Postgraduados
Texcoco, México

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=30235201>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica
Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

BARRAS RECUBIERTAS CON ÓXIDO DE HIERRO PARA EXTRAER P DEL SUELO

STRIPS CONDITIONED WITH A FILM OF IRON OXIDE FOR SOIL-P EXTRACTION

Noé León-Martínez¹, Jorge D. Etchevers-Barra², Arturo Galvis-Spinola² y Antonio Trinidad-Santos²

¹El Colegio de la Frontera Sur. Carretera Panamericana y Periférico Sur S/N. 29290. San Cristobal de Las Casas, Chiapas, México. Tel: (967) 81883 ext. 4214. Fax: (967) 82322. (nleon@scl.ecosur.mx).

²IRENAT, Colegio de Postgraduados. km 36.5 Carretera México-Texcoco, 56230, Montecillo, Estado de México.

RESUMEN

La fracción de P del suelo que se considera disponible para las plantas, tradicionalmente se mide extrayéndola con diversas soluciones. En el presente trabajo se describe un procedimiento alternativo, rápido y de bajo costo, consistente en el uso de unas barras recubiertas con una capa de óxidos de hierro (BEP). Esta última substancia actúa como adsorbente de P. Las BEP pueden enterrarse directamente en el suelo obviándose la fase de muestreo. Se construyeron y evaluaron BEP con materiales plásticos (acetato y acrílico) y metálicos (cilindros, solera y fleje de hierro y barras de aluminio). Las BEP se acondicionaron y las BEP metálicas se trataron con HCl antes de la formación de la capa de óxido. Las barras se fabricaron sumergiéndolas, primero, en una solución de FeCl₃ para luego tratarlas con NH₃ (vapor o solución) para formar una capa de óxido de hierro en su superficie. Las BEP se probaron en soluciones con concentración conocida de P y en el suelo. El P que reaccionó con los óxidos se extrajo, evaluó y se usó como indicador de la capacidad de las BEP para remover este nutriente. En evaluaciones preliminares se observó que las BEP fabricadas con acetato y acrílico sólo recuperaron 5% del P, en tanto que las de fleje y solera 50%. Estos resultados, y otras consideraciones, permitieron seleccionar al fleje como el material más adecuado para la fabricación de las BEP. Las BEP de fleje se evaluaron en soluciones con concentraciones crecientes de P (10 a 50 ppm) y se logró recuperar entre 65% y 75% del P en la solución. Su efectividad también se midió en suelos equilibrados a diferentes constantes características de humedad, punto de marchitez permanente (PMP), capacidad de campo (CC) y punto de saturación (PS), texturas (arenoso, franco arcillo arenoso y franco) y tiempos de contacto (1, 2, 8 y 24 horas). La recuperación de P aumentó a medida que se incrementó la humedad del suelo y el tiempo de contacto, pero hubo una interacción entre ambos factores. La recuperación del P, de acuerdo con la textura, mostró el siguiente orden: franco arcillo arenoso > franco > arenoso. El P agregado a muestras de suelo y extraído con los procedimientos Olsen y con BEP de fleje fue explicado en 93% y 96%, respectivamente. El procedimiento Olsen recuperó más P que las BEP, pero ambos lo extrajeron de manera directa, lineal y altamente significativa en relación con el P agregado. Lo anterior permite concluir que el método

ABSTRACT

The soil-available P is traditionally measured in samples of soil using different solutions. The present work describes an alternative procedure, quick and of low cost, that uses strips coated with a film of iron oxide that adsorb soil-P (BEP). Phosphorus extraction strips were made with plastic (acetate and acrylic) and metal (cylinder, flat iron plate, iron straps, and aluminum plate). All materials were conditioned and later treated with FeCl₃ and NH₃ (fumes and solution) to form a film of iron or aluminum oxide on their surface. Metallic materials were submerged in 10% HCl before treatment with FeCl₃. The P reacting with the oxides was extracted, evaluated, and used as an indicator of BEP P extraction. BEPs were subjected to a preliminary evaluation submerging them in a 20-ppm P solution. BEPs made of acetate and acrylic recovered only 5% of P; by contrast, P recovery from flat iron plates and strips approached 50%. These results, as well as other considerations, allowed to select iron strips as the most appropriate material for construction of BEPs. When three iron straps BEPs were placed in solutions containing increasing levels of P (10 to 50 ppm P), 65%-75% of the P in the solution was recovered. Effectiveness of iron strip BEPs was tested in soils adjusted to different levels of constant soil moisture conditions (permanent wilting point, field capacity, and saturation point), textures (sandy, sandy clay loam, and loam), and contact periods (1, 2, 8, and 24 hours). P recovered from the soil increased as soil moisture and contact period between bars and soil increased; however, there was interaction between soil moisture and contact period. P recovered was a function of texture; the order of recovery was: sandy > sandy clay loam > loam. P recovered from soil samples by the Olsen-P and BEP procedures explained 96% and 93% of added P, respectively. More P was recovered by the Olsen procedure than by BEP, but in both cases extracted P showed a highly significant and direct correlation with P added to the soil. It is concluded that BEP is a promissory alternative to determine soil-available P; however, further studies must be conducted before recommending it as a routine procedure.

Key words: Analysis of phosphorus in soil, bars of oxide iron, available phosphorus.

INTRODUCTION

Methods for direct and rapid evaluation of soil fertility are scarce. Current agriculture requires simple and low-cost procedures to make rapid

Recibido: Enero, 2000. Aprobado: Marzo, 2001.

Publicado como ARTÍCULO en *Agrociencia* 35: 127-135. 2001.

BEP es una alternativa promisorio para determinar disponibilidad de P del suelo; sin embargo, es necesario afinar detalles antes de recomendar su uso rutinario.

Palabras clave: Análisis de fósforo en el suelo, barras de óxido de hierro, fósforo disponible.

INTRODUCCIÓN

Los métodos para evaluar la fertilidad del suelo en forma directa y rápida son escasos. La agricultura actual requiere de procedimientos simples y económicos que permitan tomar decisiones rápidas y fundamentadas. Los procedimientos químicos tradicionales requieren analizar muestras colectadas en el campo, las que deben secarse, molerse y tamizarse, pasos que encarecen y prolongan el proceso. En el presente trabajo se propone un procedimiento alternativo que podría servir para estimar en forma rápida la disponibilidad de P en el suelo para los cultivos. Tradicionalmente, dicha fracción de P se ha analizado por métodos como los de Olsen, Bray (I y II), Mehlich (1, 2 y 3), Morgan, ácido cítrico, Troug, etc. (Kuo, 1996), pero Hammond *et al.* (1985) propusieron un procedimiento alternativo para determinar la disponibilidad de P del suelo para los cultivos. Dicho método se basa en la reacción del P presente en una suspensión de suelo con el óxido de hierro impregnado en tiras de papel filtro. El P adsorbido por los óxidos de hierro es solubilizado mediante un tratamiento con H_2SO_4 para su evaluación. Menon *et al.* (1989) evaluaron la disponibilidad de P para los cultivos con dicho método y observaron que el P extraído correlacionaba mejor con el P absorbido por las plantas de maíz (*Zea mays* L.) y con la materia seca de éste ($r=0.87$), que con el P extraído mediante los procedimientos tradicionales como: Bray I, agua, Olsen y resinas. Menon *et al.* (1991) propusieron, en un trabajo posterior, una modificación a la técnica de preparación de las tiras de papel filtro con hidróxido de hierro, consistente en impregnar el papel con $FeCl_3$ ó $AlCl_3$, o con ambos, y luego someterlo a una exposición de vapores amoniacales. Las técnicas modificadas y original se evaluaron en cuatro suelos, con intervalo de pH de 4.5 a 8.5, previamente tratados con dos fuentes de P y tres dosis de este elemento. El papel filtro tratado con vapor de NH_3 presentó una mejor correlación con el rendimiento de materia seca de la planta, independientemente del tipo, fuente y dosis de aplicación del fertilizante, que las tiras de papel que habían sido sumergidas en una solución amoniacal. Cuando parte del Fe fue substituido por Al, las tiras extrajeron menos P de la solución de equilibrio que cuando se empleó sólo Fe. Menon *et al.* (1990) reportaron que la adsorción de una fracción específica de P se producía durante las primeras 8 horas de contacto de las tiras con la solución del suelo, y que con un aumento

and sound decisions. Traditional chemical procedures are used to analyze soil samples collected in the field, which must be dried, ground, and sieved, and this prolongs the process and increases its cost. The present work proposes an alternative procedure that could help to rapidly estimate soil-available P for crops. Commonly, such P fraction has been analyzed by the Olsen, Bray (I and II), Mehlich (1, 2 and 3), Morgan, citric acid, Troug, and other methods (Kuo, 1996), but Hammond *et al.* (1985) proposed an alternative procedure to determine soil-available P for crops. Such method is based on the reaction of P, present in a soil suspension, with iron oxide-impregnated filter paper strips. P adsorbed by iron oxide is made soluble through a H_2SO_4 treatment for its evaluation.

Menon *et al.* (1989) evaluated available P for crops using iron oxide-coated strips and observed that extracted P correlated better with P adsorbed and dry matter yield of maize (*Zea mays* L.) plants ($r=0.87$) than with P extracted by traditional methods such as Bray, water, Olsen, and resins. Menon *et al.* (1991) proposed, in a subsequent work, a modification to the preparation technique of iron hydroxide filter paper strips; which consists in impregnating the paper with $FeCl_3$, $AlCl_3$, or both, and then exposing it to ammonia fumes. The original and modified techniques were evaluated in four soils, previously treated with combinations of two sources and three rates of P, at pH values ranging between 4.5 to 8.5. Filter paper treated with NH_3 fumes showed a better correlation with plant dry matter yield than paper strips previously submerged in ammonia, independently of fertilizer type, source, and application rate. When part of the Fe was replaced with Al, strips extracted less P from the equilibrium solution than when only using Fe. Menon *et al.* (1990) reported that adsorption of a specific fraction of P occurred during the first eight hours of contact between strips and soil solution; and that increases in adsorbed P were not significant after immersion time increased up to 16 hours. P extracted by iron oxide-impregnated filter paper increased as its contact period to water saturated soils increased (Menon *et al.*, 1990). In water saturated soils, the amount of extracted P can be increased due to a reduction of Fe from $Fe_3(PO_4)_2$ or through hydrolysis of $FePO_4 \cdot 2H_2O$. The latter is the result of a pH increase that occurs under those conditions. High correlation coefficients were obtained when P adsorbed by iron oxide-impregnated paper strips, buried in acid soils in a controlled environment, was correlated with P extracted using $CaCl_2$ 0.01 M and Bray 1 methods ($r=0.94$ and $r=0.97$, respectively). In calcareous soils, where extraction was performed using the P-Olsen method, the correlation coefficient was $r=0.96$. Sharpley (1991) obtained similar results when he evaluated P availability using impregnated paper strips in 203 soils which had also been analyzed by the Olsen, Bray I, and Mehlich III

en el tiempo de inmersión a 16 horas el incremento en la cantidad de P adsorbido no fue significativo. El P extraído por el papel filtro impregnado con óxido de hierro aumentó con el tiempo de contacto en suelos saturados con agua (Menon *et al.*, 1990). En suelos sobresaturados, la cantidad de P extraído puede incrementarse por una reducción del Fe del $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2$ o por la hidrólisis del $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Este último es un producto del incremento de pH que ocurre en esas condiciones. Cuando las cintas de papel filtro impregnadas con óxido de hierro se enteraron directamente en el suelo, en columnas ubicadas en ambiente controlado, y se midió el P adsorbido, éste se correlacionó con el P extraído por CaCl_2 0.01 M y Bray 1, en suelos ácidos, obteniéndose coeficientes de correlación elevados ($r=0.94$ y $r=0.97$, respectivamente). En suelos calcáreos, donde la extracción se hizo con el método P-Olsen, el coeficiente de correlación fue $r=0.96$. Sharpley (1991) obtuvo resultados semejantes cuando evaluó la disponibilidad de P con el procedimiento de la tira de papel impregnada en 203 suelos que también habían sido analizados por los procedimientos de Olsen, Bray 1, y Mehlich III. En estos suelos estaban representados todos los órdenes de la taxonomía de suelos. Los coeficientes de correlación con los dos últimos procedimientos indicados se ubicaron en el intervalo de 0.89 a 0.93. Por otra parte, García (1993)³, evaluó la técnica de las tiras de papel filtro impregnado con óxidos de hierro en suelos mexicanos. Los resultados de este autor sugieren que es posible obtener valores confiables de disponibilidad de P para los cultivos en el campo, empleando BEP y tiempos de contacto con el suelo de ocho horas.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para fabricar las barras extractoras de P (BEP) se probaron diferentes materiales en los que fuese posible depositar o formar una capa superficial de óxido de hierro. Estos materiales se seleccionaron por ser estables, tanto en el suelo como durante el proceso de disolución del óxido de hierro y el P adsorbido en éste. Los materiales seleccionados fueron: papel (papel filtro Whatman 51), plásticos (película de acetato y placas de acrílico) y metales (cilindros de hierro, solera de hierro, fleje de hierro y barras de aluminio). La selección de los materiales metálicos como aluminio y hierro se debió a que es posible inducir la oxidación de su superficie con relativa facilidad. Los cilindros de hierro (clavos) de 10 cm, descabezados, y el fleje fue el del tipo utilizado para asegurar paquetería. Los materiales seleccionados se usaron como soporte de la película de óxidos de hierro.

Para la preparación de las cintas de papel filtro se siguieron algunos pasos del procedimiento descrito por Menon *et al.* (1990) y otros más recientes sugeridos por García (1993)³. Se utilizaron discos de papel filtro Whatman 51 de 12.5 cm de diámetro, los cuales se sumergieron en una solución de FeCl_3 a 10% acidificada con 100 mL L^{-1} de

procedures. All orders of soil taxonomy were represented by these soils. Correlation coefficients from the last two procedures mentioned fell within 0.89 to 0.93. On the other hand, García (1993)³ evaluated techniques of iron oxide impregnated filter paper strips in Mexican soils. His results suggested that it is possible to obtain reliable values of P availability for crops in the field using BEPs in contact with the soil for ocho hours.

MATERIALS AND METHODS

Different materials were tested in manufacturing soil-P extracting bars (BEPs) to insure the formation of an iron oxide layer on the bar's surface. These materials were selected for being stable in the soil and stable throughout the iron oxide's, and adsorbed P, dissolution process. The selected materials were: paper (Whatman 51 filter paper), plastics (acetate film and acrylic plate), and metals (iron cylinder, rigid steel, flexible steel, and aluminum bars). Aluminum and iron were selected because it is easy to induce rusting on them. Iron cylinders consisted of 10-cm long, headless nails, and the flexible steel bars were of the kind used for packaging. The selected materials were used to support a film of iron oxide.

For the preparation of the filter paper strips some steps in the procedure described by Menon *et al.* (1990) were followed, as well as more recent ones suggested by García (1993)³. Whatman 51 disks filter paper of 12.5 cm diameter were submerged in 10% FeCl_3 , acidified with 100 mL L^{-1} of concentrated HCl. Disks were dried in open air for one hour at room temperature and later exposed to 15% NH_3 fumes until they showed an homogeneous dark brown color. Afterwards they were cut into 9.5 x 1.5 cm strips, obtaining a reactive surface of 28.5 cm^2 .

For plastic bars, acetate (overhead transparencies) and acrylic sheets (used for manufacturing folding screens) were used. Both types of sheets were cut in strips of 1.3 x 8.0 cm (20.8 cm^2), and sandpapered to generate a rough surface that favored the adherence of iron oxide, and then given the same treatment as the paper disks. In this case, two periods of immersion (30 and 60 min) were used in 10% FeCl_3 acidified with 100 mL L^{-1} of concentrated HCl. At the same time, another series of strips were submerged in a 15% NH_3 solution for 3 seconds, instead of exposing them to NH_3 fumes, and then they were left to dry.

In the preparation of iron cylinders, 10.2-cm construction nails of 0.4 cm diameter were cut to a length of 8.0 cm (a surface of 3.2 cm^2). Nails were submerged for one hour in concentrated HCl to generate a rough surface. Then they were successively submerged for one hour in an acidified 10% FeCl_3 solution, immersed 3 seconds in 15% NH_4OH , and left to dry until they turned dark brown.

Rigid and flexible steel bars were cut into pieces of 1.3 x 8.0 cm (20.8 cm^2). The process for inducing the formation of an oxide film was identical to that used for nails. In order to have a greater iron oxide-bar adherence, a modification to the BEPs preparation process was introduced. BEPs were immersed for one hour in 20% Arabic gum solution. The rest of the steps were identical to those described above.

³ García C., L. 1993. Evaluación de tres métodos para medir disponibilidad de nitrógeno, fósforo y potasio en suelos. Tesis de Maestría. Colegio de Postgraduados, Montecillo, Estado de México. p. 150.

HCl concentrado. Los discos se secaron al aire a temperatura ambiente durante 1 hora y luego se expusieron a vapores de una solución de NH_3 a 15%, hasta que presentaron una coloración marrón homogénea. Posteriormente se cortaron en tiras de 9.5 cm de longitud por 1.5 cm de anchura, con superficie reactiva de 28.5 cm².

En las barras plásticas se utilizaron hojas de acetato (de las empleadas para realizar retroproyecciones), cortadas en tiras de 1.3 x 8.0 cm (20.8 cm²) y barras de acrílico de igual tamaño (del que se utiliza para la fabricación de cancelas). Ambos materiales se lijaron para generar una superficie rugosa que favoreciese la adherencia del óxido de hierro y se trataron de igual manera que los discos de papel. En este caso se utilizaron dos tiempos de inmersión (30 y 60 min) en solución de FeCl_3 a 10% acidificada con 100 mL L⁻¹ de HCl concentrado. En una serie paralela, las cintas se sumergieron en la solución de NH_3 a 15% por 3 s, en vez de someterlas a la acción de los vapores y luego se dejaron secar.

Para acondicionar los cilindros de hierro se utilizaron clavos de 10.2 cm de longitud por 0.4 cm de diámetro, los cuales se cortaron de 8.0 cm de longitud (3.2 cm² de superficie). Los clavos se sumergieron durante 1 hora en HCl concentrado para generar una superficie rugosa, después se sumergieron de nuevo durante 1 hora en la solución de FeCl_3 a 10% acidificada y 3 s en una solución NH_4OH a 15%; para luego dejarlos secar hasta que se tornaron de color marrón.

La solera y el fleje se cortaron en trozos de 1.3 x 8.0 cm (20.8 cm²). El proceso de formación de la película de óxido fue idéntico al procedimiento utilizado para los clavos. Se prepararon BEP siguiendo la metodología anterior y se trataron por 1 hora en una solución de goma arábiga a 20%. Esta modificación buscaba tener una mayor adhesión del óxido de hierro al soporte físico.

Todas las BEP preparadas de la manera señalada se sometieron a ensayos preliminares para medir la recuperación de P y seleccionar las más aptas. Primero, se empleó una solución que contenía 20 ppm P. Esta prueba inicial sirvió para descartar algunas de ellas. Las seleccionadas para una segunda evaluación (cintas de papel, barras de solera y barras de fleje) se ensayaron con soluciones que contenían 5, 10, 15, 20, 30, 40 y 50 ppm de P.

La barra de fleje, considerada la mejor opción después de las pruebas anteriores, se evaluó en suelo. Se realizó una prueba con diferentes gradientes de humedad (punto de marchitamiento permanente, PMP; capacidad de campo, CC; y porcentaje de saturación, PS) y tiempos de contacto (1, 2, 8 y 24 horas). En este caso, tres BEP de fleje se enterraron en cada unidad experimental. Una muestra de estos suelos también se analizó por el procedimiento de Olsen (Olsen y Dean, 1965). Lo anterior se hizo con la finalidad de tener un patrón de comparación de la capacidad y efectividad de las BEP, respecto de un procedimiento universalmente aceptado.

La efectividad de las BEP de fleje también se probó en suelos con distintas texturas (arenosa, arcillo arenosa y franca). Las muestras de suelo se colectaron en la zona de influencia de Chapingo, estado de México (Campo Experimental Chapingo, Campo Experimental El Horno y el Campo Experimental San Miguel Tlaixpan), se secaron al aire y se tamizaron a 2 mm. Luego se trataron con diferentes cantidades de P (0, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 y 1000 ppm). Como fuente de P se utilizó KH_2PO_4 finamente molido. Los suelos se mezclaron con la sal durante 4 minutos con un agitador

All BEPs were subjected to preliminary testing to measure P recovery and to select the most adequate for the task. First, a solution containing 20 ppm P was used. This initial assay served to discard some BEPs. Those selected for a second evaluation (paper strips, rigid and flexible steel bars) were tested with solutions containing 5, 10, 15, 20, 30, 40, and 50 ppm P.

The flexible steel bar, considered the best option after preliminary testing, was evaluated under soil conditions. A test was conducted at different moisture gradients (permanent wilting point, PWP; field capacity, FC; and saturation point, SP) and different periods of contact between bars and soil (1, 2, 8, and 24 hours). In this test three BEPs of flexible steel bar were buried in each experimental unit. Samples from these soils were also analyzed using the Olsen procedure (Olsen and Dean, 1965); this analysis was made with the purpose of having a control to compare the capacity and effectiveness of BEPs in respect to a universally accepted procedure for measuring soil P.

The effectiveness of the flexible steel bar BEPs was also tested in soils with different textures (sandy, sandy clay loam, and loam). Soil samples were collected in the Chapingo area, state of México (Chapingo Experimental Station, El Horno Experimental Station, and San Miguel Tlaixpan Experimental Station). They were air dried, and sieved at 2 mm. Later they were treated with different amounts of P (0, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, and 1000 ppm P). Finely ground KH_2PO_4 was used as a source of P. Soils were first mixed with KH_2PO_4 for 4 min using a mechanical stirring rod with plastic arms set at 600 RPM. Then samples were brought to approach field capacity and incubated in a stove at 25 °C for 24 hours with three flexible steel bar BEPs buried at a depth of approximately 10 cm. Each treatment was repeated three times. Once the contact period was over, the BEPs were withdrawn and the soil remains adhered to each BEP were removed.

In order to make the phosphorus adsorbed by the BEPs soluble, both types of BEPs, i. e. those equilibrated with P solutions and those buried in the soil, were placed in polypropylene tubes of 100 mL, after washing them to remove the solution excess or the adhered soil. Later they were treated with 50 mL of H_2SO_4 0.2 N and stirred for 30 min at 180 OPM in a reciprocal action stirrer. Each treatment was repeated four times. A blank (control) solution that only contained reagents was carried out. The solution was filtered, and an aliquot of 5mL from this solution was transferred to a 50 mL flask in order to evaluate P concentration. With this purpose, the molybdenum blue method, with ascorbic acid as the reducing agent, was utilized to determine phosphorus concentration (Murphy and Riley, 1962).

Results were analyzed using Tukey's test and correlation analysis, which were applied when considered appropriate.

RESULTS AND DISCUSSION

The aluminum BEPs were discarded from the beginning because it was not possible to generate a good layer of oxides on their surface. The quality of the iron oxide layer formed on the metal cylinders, when submerged in FeCl_3 and exposed to NH_3 fumes, was not considered satisfactory (light brown color). However,

de aspas de plástico regulado a 600 RPM, se llevaron a aproximadamente a capacidad de campo y se incubaron en estufa regulada a 25 °C por 24 horas, con tres BEP de fleje enterradas a una profundidad de aproximadamente 10 cm. De cada tratamiento se realizaron tres repeticiones. Concluido el tiempo de contacto se retiraron las BEP y se removió el exceso de suelo adherido a cada BEP.

Para solubilizar el fósforo adsorbido por las BEP, tanto las equilibradas con soluciones como las enterradas en el suelo, éstas se colocaron en tubos de polipropileno de 100 mL después de lavarlas para remover el exceso de solución o el suelo adherido, y se trataron con 50 mL de H₂SO₄ 0.2 N para luego agitarlas durante 30 min a 180 OPM en un agitador de acción recíproca. Cada tratamiento se repitió cuatro veces y se llevó un blanco que sólo contenía reactivos. La solución se filtró y una alícuota de 5 mL de ésta se transfirió a un matraz aforado de 50 mL para evaluar la concentración de P. Con este propósito se empleó el método de azul de molibdeno con ácido ascórbico como reductor (Murphy y Riley, 1962).

Los resultados se analizaron mediante la prueba de Tukey y el análisis de correlación, cuando se consideró procedente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las BEP de aluminio se descartaron desde el inicio porque no fue posible generar una buena capa de óxidos en su superficie. La calidad de la capa de óxido de hierro formada en los cilindros metálicos cuando se sumergieron en el FeCl₃ y se expusieron a los vapores de NH₃ no se juzgó satisfactoria (color marrón pálido). Sin embargo, cuando la barra se sumergió en una solución de NH₃ a 15% por tres segundos, en vez de ser expuesta a los vapores de este gas, la capa de óxido tuvo una coloración marrón más intensa y homogénea, que se consideró de mayor calidad que la anterior. La inmersión por más de tres segundos en la solución de NH₃ provocó la disolución de dicha capa de óxido y la solución se tornó amarillenta. En contraste con lo observado en los cilindros, las BEP fabricadas con acetato y acrílico presentaron una mejor apariencia visual (mayor uniformidad) y color (marrón intenso) de la capa de óxido que se formó en su superficie. En especial, cuando éstas se sumergieron por tres segundos en la solución de NH₃. Las BEP de solera y fleje se prepararon con y sin goma arábiga, para favorecer la retención del óxido de hierro en su superficie. Las barras preparadas con goma presentaron una coloración marrón más homogénea que las preparadas sin esta sustancia y la película de óxido de hierro se distribuyó más uniformemente. Las barras de fleje resultaron de mejor calidad que las fabricadas con la solera. Los atributos observados sirvieron como base para obtener una idea preliminar del posible desempeño de las barras, pero se dese-
chó sólo la barra de aluminio.

Era necesario probar la capacidad de adsorción de P de la capa de óxidos de las restantes BEP. Dado que el efecto que pudiese tener la concentración de P de la

when bars were submerged in 15% NH₃ for three seconds, instead of being exposed to fumes from this gas, the oxide layer showed a more intense and homogeneous brown color; which was considered of better quality. Immersion for more than three seconds in NH₃ caused the dissolution of the oxide layer and the solution turned yellowish. In contrast with cylinder's results, BEPs made from acetate and acrylic showed a better visual appearance (greater uniformity) and color (dark brown) of the oxide layer formed on their surface, especially when they were submerged for three seconds in NH₃. BEPs made of flexible and rigid steel bars were prepared with and without Arabic gum in order to favor retention of iron oxide on their surface. Bars prepared with gum showed a more uniform brown color than those without it, and the iron oxide film was more evenly distributed on the surface. Flexible steel bars proved to be of better quality than rigid ones. The attributes observed served as a basis to have a preliminary idea of the possible performance of the bars, but only the aluminum bar was discarded.

It was necessary to verify P adsorption capacity of the oxide layer in the remaining BEPs. To determine the effect of P concentration of the equilibrium solution on P recovery, filter paper BEPs were selected arbitrarily as a model to make a preliminary test of P recovery from solutions ranging in P content from 5 to 50 ppm. P recovery with filter paper BEPs was higher at a low concentration of P and diminished insofar as P concentration increased (Figure 1). This was attributed to P saturation present in the external layers of iron oxide at high P solution concentrations (Menon *et al.*, 1989). To test BEPs made of other materials than paper filter we selected the concentration 20 ppm P because it resulted in approximately 50% recovery of P.

P recovery from the 20 ppm P solution using iron cylinders consisted of traces, which was attributed to the low amount of iron oxide on the cylinder's surface, so they were also discarded.

Recovery of phosphorus shown by the acetate, acrylic, flexible and rigid steel bars, all of them with and without Arabic gum, is shown in Figure 2. Recovery was scarce (less than 10%) when using acrylic and acetate BEPs, so they were also discarded. Menon *et al.* (1989) mentioned that in order to have a good reaction between the P solution and the iron oxide impregnated filter paper strip, the strip should be well impregnated with iron oxide.

BEPs made with rigid steel bars recovered a larger amount of P from the solution but, because of their heavy weight, it was difficult to handle them within the test tubes in which the dissolution of the oxide layer was made. In the end, flexible steel bar BEPs were selected because they were less heavy and easy to process.

Figure 3 shows P recovery using a flexible steel bar. These BEPs were treated with and without Arabic gum

solución de equilibrio sobre la recuperación de este elemento era desconocido, arbitrariamente se seleccionó como modelo para hacer una ensayo preliminar de recuperación de P a partir de soluciones con un intervalo de 5 a 50 ppm de este elemento, a las BEP de papel filtro. La recuperación de P con estas BEP fue mayor a baja concentración de P y disminuyó a medida que ésta se incrementaba (Figura 1). Lo anterior se atribuyó a la saturación con P que se habría presentado en las capas externas de óxido de hierro a altas concentraciones de P en solución (Menon *et al.*, 1989). Para la prueba del resto de las BEP, se seleccionó la concentración 20 ppm de P, con la que se obtuvo una recuperación de aproximadamente 50% del P.

Con los cilindros de hierro, la recuperación de P de la solución de 20 ppm P fue sólo trazas, lo cual se atribuyó a la baja cantidad de óxido de hierro que se logró precipitar en la superficie de éstos, por lo cual también se descartaron.

La recuperación de fósforo exhibida por las barras de acetato, acrílico, fleje y solera, todas con y sin goma arábiga, se muestra en la Figura 2. Esta recuperación fue escasa (menos de 10%) con las BEP de acrílico y acetato, por lo cual también se desecharon. Menon *et al.* (1989) señalan que para que pueda llevarse a cabo una buena reacción entre el P de la solución y la tira de papel filtro impregnada con óxido de hierro, ésta debe estar suficientemente impregnada de ese material.

Las BEP fabricadas con solera recuperaron una cantidad mayor de P de la solución, pero por su elevada masa fue difícil manejarlas dentro de los tubos de ensayo en los que se hizo la disolución de la capa de óxido, así que finalmente se seleccionaron las BEP hechas con fleje metálico, por ser más livianas y fáciles de procesar.

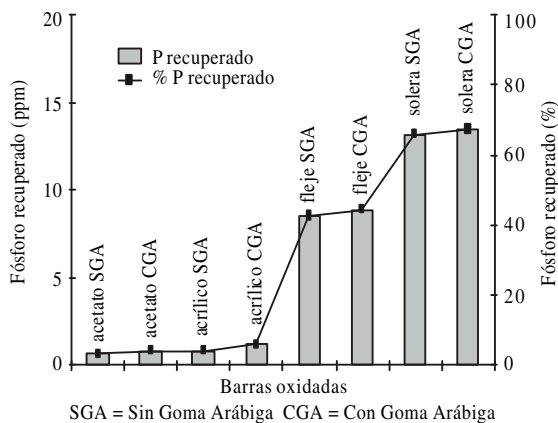


Figura 2. Extracción de P de una solución de 20 ppm con diferentes barras previamente oxidadas.

Figure 2. P extraction from a 20 ppm solution with different previously oxidized bars.

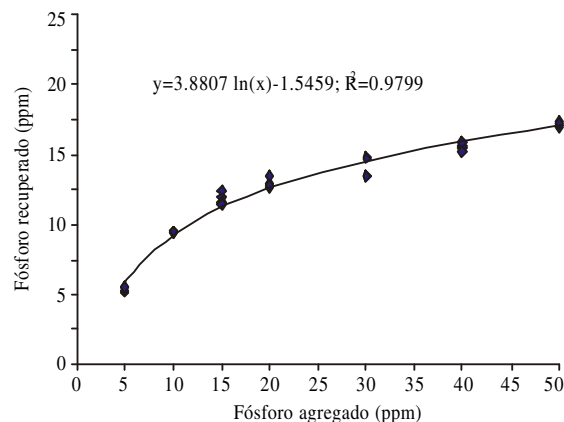


Figura 1. Recuperación de P mediante el uso de cintas de papel filtro previamente oxidadas.

Figure 1. P recovery using previously oxidized filter paper strips.

and let to reach equilibrium with solutions ranging from 5 to 50 ppm P before dissolving the adsorbed P. In general, there were no important differences between BEPs with and without Arabic gum. However, the amount of P recovered by the BEPs diminished in a logarithmic mode (from 60% to 35%) insofar as the P concentration in the equilibrium solution increased, which was attributed to the reasons already mentioned.

In order to recover a larger amount of P, extraction with three flexible steel bars was tested. With the increase in the number of BEPs, the surface of reaction expanded and there were no problems with the dissolution of the oxide layer. As expected, P recovery percentages were higher when using three flexible steel bars instead of one, and the response was linear between 5 and 20 ppm P. Recovery percentage was equal to the previous maximum (65%) (Figure 4).

Based on the evaluations made, the conclusion was that the best option to extract P from the soil was the flexible steel bar. In the next phase these type of BEPs were tested in soils with different P content, at different moisture gradients (PWP, FC, and SP), and different periods of contact between BEPs and soil. Figure 5 shows absorbancies of the reduced phosphomolybdate complex obtained after dissolving the iron oxide from BEPs that were buried in the soil. P extracted by BEPs depended more on soil moisture content than on contact period.

BEPs extracted the largest amount of P from soil maintained at PS moisture level, and the least amount when moisture was close to PWP. The extracted P increased logarithmically with contact period at SP, and linearly at FC. There was no increase in extracted P at PWP. Increase of extracted P with larger contact period was greater at SP than at FC. There was a clear positive interaction between soil water availability and the amount

En la Figura 3 se presentan los resultados de la recuperación de P con una BEP de fleje tratada con y sin goma, equilibrada con soluciones de 5 a 50 ppm P. En general, no hubo diferencias importantes entre ambas. Sin embargo, la cantidad de P recuperado por una barra disminuyó de manera logarítmica (entre 60% y 35%) a medida que se incrementó la concentración de P en la solución, lo cual se atribuyó a las razones ya indicadas.

Con el propósito de recuperar una mayor cantidad de P se ensayó la extracción con tres BEP de fleje. Al aumentar el número de BEP se aumentó la superficie de reacción y no se observaron problemas al momento de la disolución de la capa de óxido. Como era de esperarse, los porcentajes de recuperación de P fueron mayores cuando se colocaron tres barras de fleje en lugar de una, y la respuesta fue lineal entre 5 y 20 ppm de P. El porcentaje de recuperación fue igual al máximo anterior (65%) (Figura 4).

Con base en las evaluaciones reseñadas, se concluyó que la mejor opción era usar en suelo únicamente las BEP de fleje. En la siguiente fase se probaron las BEP con diferentes contenidos de P en el suelo, diferentes gradientes de humedad (PMP, CC y PS) y diferentes tiempos de contacto de las BEP con el suelo. En la Figura 5 se presentan las absorbancias del complejo fosfomolibdato reducido que se obtuvieron después de disolver el óxido de hierro de las BEP enterradas en el suelo. El P extraído por las BEP fue más dependiente del contenido de humedad del suelo, que del tiempo de contacto con éste.

Las BEP extrajeron mayor cantidad de P del suelo a PS y la mínima cuando la humedad fue cercana al PMP. El P extraído aumentó con el tiempo de extracción de

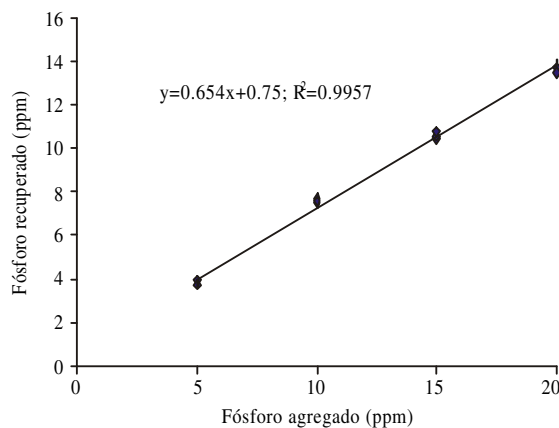


Figura 4. Extracción de P de diferentes concentraciones del elemento mediante el uso de tres barras de fleje con goma arábica, previamente oxidadas.

Figure 4. P extraction from different concentrations of P using three flexible steel bars previously oxidized and treated with arabic gum.

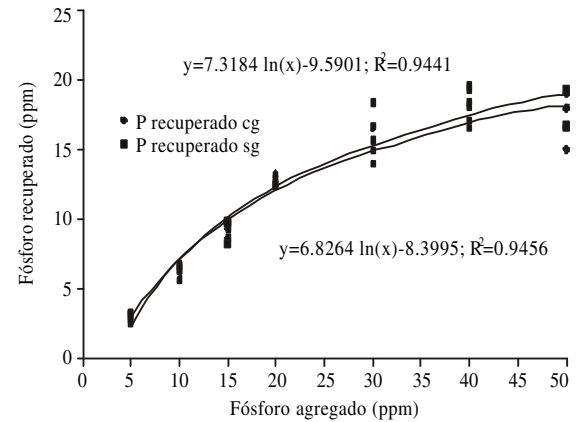


Figura 3. Extracción de P de diferentes concentraciones del elemento mediante el uso de un fleje con y sin goma arábica, previamente oxidado.

Figure 3. P extraction from solutions with different concentrations of P using a flexible steel bar previously oxidized and treated with and without Arabic gum.

of extracted P. The effect of soil moisture on extracted P was due to greater diffusion of P in the soil at greater water contents.

The flexible steel bar recovered nearly 20% of the P applied to the soil after 24 hours of contact at FC and increasing concentrations of P, but only 6% when contact lasted for one hour. In contrast, the traditional Olsen method (Olsen and Dean, 1965) recovered approximately 60% of the P applied to the soil (Figure 6).

The effect of contrasting soil textures in the amount of P extracted by flexible steel bars was also studied. The

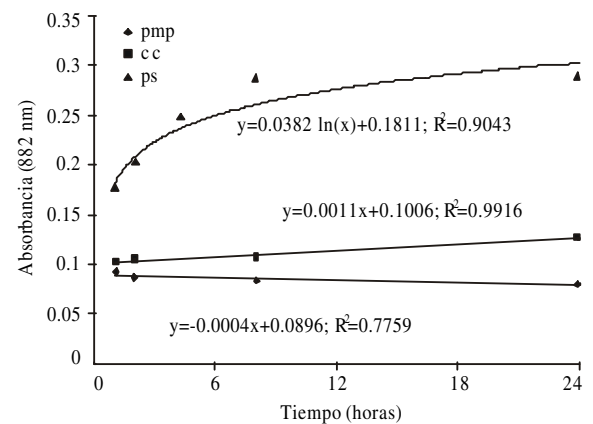


Figura 5. Comportamiento de las absorbancias en el suelo a diferentes niveles de humedad y tiempo de contacto con las barras de fleje previamente oxidadas.

Figure 5. Absorbance of blue molybdenum P complex after dissolving the iron oxide of BEPs buried in soils maintained at different levels of moisture throughout different contact periods.

manera logarítmica a PS, y lineal a CC. A PMP no hubo aumento. El incremento con el tiempo de contacto fue mayor a PS que a CC. Se observó una clara interacción positiva entre la disponibilidad de agua en el suelo y la cantidad de P extraído. El efecto de la humedad del suelo en el P extraído se explica por la mayor difusión del P en el suelo con mayor contenido de agua.

Cuando se comparó la extracción de P de las BEP de fleje (24 horas de contacto, concentraciones crecientes de P en el suelo a CC) con el P extraído por el método convencional de Olsen (Olsen y Dean, 1965) se observó que este último recuperó aproximadamente 60% de P aplicado al suelo, en tanto que las barras recuperaron cerca de 20% cuando el tiempo de contacto fue 24 horas con el suelo, pero sólo 6% cuando éste fue de 1 hora (Figura 6).

También se estudió el efecto de suelos con texturas contrastantes en la cantidad de P extraído por las BEP de fleje. Los suelos se trataron para que tuvieran concentraciones crecientes de P y se llevaron a CC. Las BEP de fleje se enterraron y se dejaron en contacto por 24 horas. La recuperación de P en el suelo arenoso no fue satisfactoria. En el suelo tratado con 1000 ppm de P sólo recuperó 1 ppm de P. Esto posiblemente se debió a que no hubo un contacto íntimo de las BEP con el suelo debido a la granulometría de éste. En contraste, en el suelo franco arcillo arenoso, la recuperación de P del mismo tratamiento anterior alcanzó 500 ppm P. En el caso del suelo franco la recuperación también fue baja (5%), pero este suelo presentaba características ándicas (Álvarez *et al.*, 1999). En todos los casos la recuperación fue menor a bajas concentraciones de P en suelo que a altas, lo cual se atribuyó a la existencia de reacciones de superficie que adsorbieron el P agregado (Figura 7).

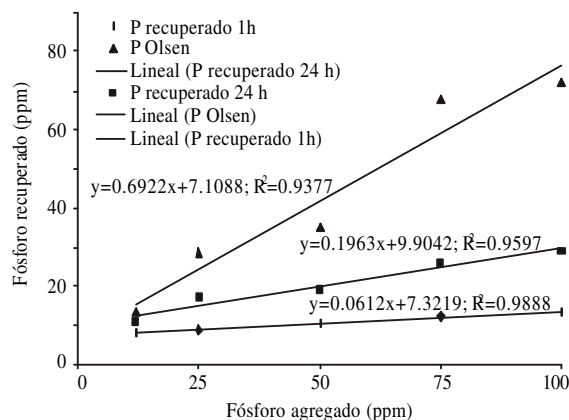


Figura 6. Recuperación de fósforo del suelo con el método Olsen y BEP.

Figure 6. Phosphorus recovered from the soil by Olsen and BEP methods.

soils were treated to have increasing P concentrations and were watered to FC. The flexible steel bars were buried in the soil for 24 hours.

Recovery of P was not satisfactory in sandy soils. Only 1 ppm P out of 1000 ppm P added was recovered. This low recovery could be explained by an imperfect contact between BEP and soil particles. In contrast, in the sandy clay loam soil, P recovery at the same P rate amounted to 500 ppm P. P recovery was also low (5%) for the loam soil, but this soil showed andic characteristics (Álvarez *et al.*, 1999). In all cases, recovery was lower at low P concentrations in the soil than at high ones, which was attributed to surface reactions that adsorbed added P (Figure 7).

The results of these experiments showed, on one hand, that there is a relationship between the amount of P extracted by BEPs and the extracted by a conventional method; but, on the other hand, the amount of P extracted by BEPs is extremely dependent on reactive surface, contact period, soil moisture content, and soil texture; therefore its application in field conditions requires a standardization.

CONCLUSIONS

The nature of the materials used to make soil-P extraction bars affected the formation of iron oxide on their surface, and therefore P recovery was not the same for all of them. The flexible steel bar was considered the most appropriate material for manufacturing these bars. Even though the amount of soil-P recovered by the bars was less than that recovered by a conventional

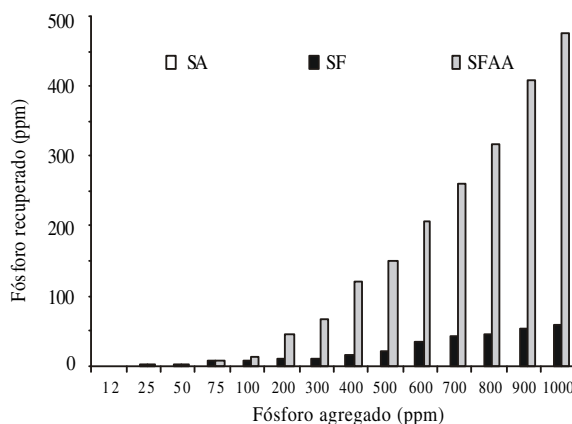


Figura 7. Fósforo recuperado de diferentes suelos: suelo arenoso (SA), suelo franco (SF) y suelo franco arcilloso (SFAA), con el método BEP.

Figure 7. Phosphorus recovered from different soils: sandy (SS), loam (LS), and sandy clay loam (SCLS), by the BEP method.

Los resultados de estos experimentos señalaron, por un lado, que existe una relación entre las cantidades de P extraídas por las BEP y la extraída por un método convencional, pero, por otro lado, la cantidad de P extraído por las BEP es extraordinariamente dependiente de la superficie reactiva, del tiempo de contacto, del contenido de humedad del suelo y de la textura de éste, por lo cual su aplicación en condiciones de campo requiere de una estandarización.

CONCLUSIONES

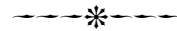
La naturaleza de los materiales empleados para fabricar las barras afectó la formación de óxido de hierro en su superficie y por lo tanto la recuperación de P no fue la misma en todas ellas. Se consideró que el fleje era el material más adecuado para la fabricación de las mismas. Aunque la cantidad de P recuperado del suelo por las barras fue menor que el recuperado por un método convencional (P Olsen), la relación entre el P adicionado al suelo y el recuperado fue lineal y con alta correlación. Los resultados de este experimento permiten concluir que es posible medir disponibilidad de P con BEP cubiertas con óxidos de hierro, pero hay aspectos del manejo de las mismas que deben estudiarse mejor antes de proponer esta técnica como un procedimiento rutinario.

LITERATURA CITADA

Álvarez-Sánchez, E., J. D. Etchevers B., J. Ortiz C., R. Núñez E., V. Volke H., L. Tijerina Ch., and A. Martínez G. 1999. Phosphate nutrition of potato: Its effect on biomass production and accumulation. *Journal of Plant Nutrition* 22:205-217.

method (P Olsen), the relationship between P added to the soil and P recovered was linear and highly correlated. From the results of this experiment, it can be concluded that while it is possible to measure P availability with iron oxide-covered BEPs, there are aspects about the handling of these bars that require further study before recommending them as a technique for routine soil testing procedures.

—End of the English version—



- Hammond, L. L., R. G. Menon, and H. A. Sissingh. 1985. Determination of plant-available phosphorus with P_i soil test. *Agron. Abstr.* 1985: 173.
- Kuo, S. 1996. Phosphorus. *In: Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods.* Sparks, D. L. (ed.). Soil Science Society of America, Madison, Wisconsin. pp: 869-919.
- Menon, R. G., S. H. Shien, L. L. Hammond, and J. Henao. 1989. Modified techniques for preparing paper strips for the new P_i soil test for phosphorus. *Fertilizer Research* 19: 85-91.
- Menon, R. G., S. H. Shien, and L. L. Hammond. 1990. Development and evaluation of the P_i soil test for plant-available phosphorus. *Communications in Soil Science Plant Analysis* 21: 1131-1150.
- Menon, R. G., S. H. Shien., L. L. Hammond., and B. R. Arora. 1991. Sorption of phosphorus by the iron oxide impregnated filter paper (P_i soil test) embedded in soil. *Plant and Soil* 126: 287-294.
- Murphy, J., and J. P. Riley. 1962. A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. *Analytic Chemistry Acta* 27:31-36.
- Olsen, S. R., and L. A. Dean. 1965. Phosphorus. *In: Methods of Soil Analysis. Part. 2.* Black, C. A. (ed.). American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin. pp: 1035-1049.
- Sharpley, A. N. 1991. Soil phosphorus extracted by iron-aluminum oxide impregnated filter paper. *Soil Science Society America Journal* 55: 1038-1041.