

Calibración del método de pérdida de peso por ignición para la estimación del carbono orgánico en Inceptisoles del NE de Entre Ríos

Dabadie, Mariana; Carolina Pérez; Marcelo Arturi; Juan Goya; Martín Sandoval

Laboratorio de Investigación de Sistemas Ecológicos y Ambientales (LISEA), Facultad de Ciencias Agrarias y Forestales, Facultad de Ciencias Naturales y Museo, Universidad Nacional de La Plata. Edificio ex Escuela de Bosques, segundo piso. Diagonal 113 N° 469, 1900 La Plata, Buenos Aires, Argentina;
lisea@agro.unlp.edu.ar

Dabadie, Mariana; Carolina Pérez; Marcelo Arturi; Juan Goya; Martín Sandoval (2018) Calibración del método de pérdida de peso por ignición para la estimación del carbono orgánico en Inceptisoles del NE de Entre Ríos. Rev. Fac. Agron. Vol 117 (1): 157-162.

El método de calcinación o muflado consiste en la estimación de la materia orgánica (MO) del suelo por pérdida de peso por ignición (LOI) o calcinación. Este método es simple y de bajo costo y puede ser apropiado para estimar el carbono orgánico total (COT) si se calibra correctamente con metodologías de medición estandarizadas. El objetivo fue realizar la calibración adecuada de la metodología LOI y de su pretratamiento, para la estimación de COT en Inceptisoles de Entre Ríos. Se tomaron muestras (0-20 cm de profundidad) provenientes de 32 sitios de pastizales o plantaciones de *Eucalyptus grandis*, las cuales fueron analizadas por combustión seca con analizador automático y dos procedimientos de LOI: (1) pretratamiento: 120°C durante 2 h, ignición 2 h a 500 °C (LOI₁₂₀₋₅₀₀); y (2) pretratamiento: 105 °C durante 8 h, ignición 16 h a 350 °C (LOI₁₀₅₋₃₅₀). Se realizaron regresiones lineales simples entre COT (por combustión seca) y MO (según LOI₁₂₀₋₅₀₀ y LOI₁₀₅₋₃₅₀). Se compararon las ordenadas al origen y pendientes de las regresiones. Se evaluó el ajuste de los modelos comparando la varianza residual por prueba de F. Se halló una estrecha relación entre COT y MO en ambos procedimientos (LOI₁₂₀₋₅₀₀: COT=0,351MO+0,056 R²=0,84; LOI₁₀₅₋₃₅₀: COT=0,564MO-0,125 R²=0,91). Sin embargo, LOI₁₀₅₋₃₅₀ presentó un ajuste significativamente mayor. El factor de conversión de MO a COT (1,773) calculado a partir de este modelo, no se diferencia del factor ampliamente utilizado. El tratamiento de LOI₁₀₅₋₃₅₀ estima de manera certera al COT en Inceptisoles de Entre Ríos y podría evaluarse su aplicabilidad en otros suelos.

Palabras clave: materia orgánica del suelo, condiciones de calcinación, factor de conversión de MO a COT

Dabadie, Mariana; Carolina Pérez; Marcelo Arturi; Juan Goya; Martín Sandoval (2018) Calibration of the weight loss by ignition method for total organic carbon estimation in Inceptisols of northeast Entre Ríos. Rev. Fac. Agron. Vol 117 (1): 157-162.

The calcination or muffling method consists in estimating soil organic matter (MO) by weight loss by ignition (LOI) or calcination. This is a simple and inexpensive method and may be appropriate for estimating total organic carbon (COT) if calibrated correctly with standardized measurement methodologies. The objective was to calibrate LOI for COT estimation in Inceptisols of Entre Ríos. Samples (0-20 cm depth) were obtained from 32 grassland sites or *Eucalyptus grandis* plantations, which were analyzed by dry combustion with automatic analyzer and two LOI treatments: (1) pretreatment 120°C for 2 h, ignition from 2 h to 500 °C (LOI₁₂₀₋₅₀₀); and (2) pretreatment 105 °C for 8 h, ignition 16 h at 350 °C (LOI₁₀₅₋₃₅₀). Simple linear regressions were performed between COT (by dry combustion) and MO (according to LOI₁₂₀₋₅₀₀ and LOI₁₀₅₋₃₅₀). Regression intercepts and slopes were compared. The models were compared on the basis of their residual variance using an F test. A close relationship between COT and MO was found in both LOI treatments (LOI₁₂₀₋₅₀₀: COT=0.351MO+0.056 R²=0.84; LOI₁₀₅₋₃₅₀: COT=0.564MO-0.125 R²=0.91). However, LOI₁₀₅₋₃₅₀ presented a significantly higher fit. The MO to COT conversion factor (1.773) calculated from this model does not differ from the widely used factor. The treatment LOI₁₀₅₋₃₅₀ estimates in an accurate way the COT in Inceptisols of Entre Ríos and its applicability in other soils could be evaluated.

Keywords: soil organic matter, calcination conditions, MO to COT conversion factor

Recibido: 14/11/2017

Aceptado: 15/04/2018

Disponible on line: 10/09/2018

ISSN 0041-8676 - ISSN (on line) 1669-9513, Facultad de Ciencias Agrarias y Forestales, UNLP, Argentina

INTRODUCCIÓN

El contenido de materia orgánica (MO) del suelo constituye un dato central en el análisis de la dinámica del carbono (C) y permite evaluar los efectos producidos por diversos usos del suelo (Eclesia et al., 2012; Jobbagy & Jackson, 2000; Johnson & Curtis, 2001). El C orgánico total (COT) es el componente mayoritario de la MO (Rosell et al., 2001). Dada su importancia es necesario contar con métodos precisos y rápidos para la cuantificación del COT (De Vos et al., 2005).

El método por combustión seca determina el C total. Las muestras son calcinadas a temperaturas elevadas (950°C) en una corriente de oxígeno puro. El proceso de combustión convierte cualquier forma de C en dióxido de C (CO₂). El CO₂ es medido mediante un detector infrarrojo (Chatterjee et al., 2009). En suelos libres de carbonatos, el C total puede considerarse equivalente al COT. Si bien es el método de determinación de C de referencia, requiere de personal calificado y es costoso (Chatterjee et al., 2009).

El método de calcinación o pérdida de peso por ignición (LOI), cuantifica el contenido de MO a partir de diferencias gravimétricas, luego de ser sometida la muestra a temperaturas elevadas durante un determinado tiempo (David, 1988). LOI ha demostrado ser menos costoso que la combustión seca (De Vos et al., 2005), lo que facilita su utilización para realizar monitoreos del contenido de MO del suelo en tiempo y forma. Sin embargo, las altas temperaturas pueden conducir a la volatilización de otros componentes del suelo, tales como el agua ligada a la estructura cristalina de las arcillas, grupos hidroxilo en sesquióxidos, y carbonatos, cuando éstos están presentes y las bajas temperaturas pueden resultar en una incompleta combustión de la MO (Rosell et al., 2001; Chatterjee et al., 2009; Pribyl, 2010). Otro posible sesgo puede ocurrir por el secado incompleto del suelo. El suelo seco al aire contiene humedad higroscópica que puede eliminarse mediante el secado previo de la muestra antes de la ignición (Chatterjee et al., 2009). Ambas fuentes de error pueden minimizarse con temperaturas y tiempos de exposición adecuados (Chatterjee et al., 2009; Rosell et al., 2001).

Numerosos trabajos que comparan diferentes métodos de determinación del C del suelo recomiendan el uso de LOI cuando se realiza su calibración a partir de las determinaciones realizadas con el método de combustión seca (David 1988; De Vos et al., 2005; Eyherabide et al., 2014; Konare et al., 2010; Konen et al., 2002).

En el NE de Entre Ríos gran parte de los pastizales que se desarrollaban sobre suelos arenosos han sido reemplazados por plantaciones forestales de *Eucalyptus grandis* Hill ex Maiden, generando cambios en el almacenaje de C del suelo (Sandoval et al., 2012). Es por esto que estimar de forma certera el C del suelo cobra gran relevancia, más aún utilizando una metodología simple, precisa y económica. Sin embargo, no existe una ecuación universal entre LOI y COT debido a que los suelos difieren en características que afectan los resultados de LOI, tales como su

composición mineral, contenido de agua estructural y grado de meteorización (Pribyl 2010). Por ello es necesario realizar su calibración para diferentes tipos de suelo y profundidades (Abella & Zimmer, 2007; David, 1988; De Vos et al., 2005; Konare et al., 2010; Konen et al., 2002). A su vez, las temperaturas y tiempos de exposición empleados en LOI afectan los parámetros de las ecuaciones predictivas y el ajuste de la estimación del COT (Abella & Zimmer, 2007; Konare et al., 2010; Schulte et al., 1991). En diversos trabajos se aplicó LOI con diferentes procedimientos que abarcan temperaturas de ignición entre los 300 y los 600 °C y tiempos de exposición entre 2 y 24 h, en suelos de muy diferentes características (Abella & Zimmer, 2007; David 1988; De Vos et al., 2005; Eyherabide et al., 2014; Konare et al., 2010; Konen et al., 2002, Schulte et al., 1991). Esto hace necesario establecer un tratamiento de LOI adecuado para los suelos del área de estudio.

El objetivo fue evaluar dos tratamientos de LOI que combinan diferentes temperaturas y tiempos de exposición a fin de establecer cuál de ellos es el más adecuado para la obtención de una ecuación predictiva de COT en función de MO determinada por LOI, en Inceptisoles del Departamento de Concordia, Entre Ríos.

METODOLOGÍA

Suelos

Las muestras de suelo se obtuvieron de pastizales naturales y de plantaciones de *E. grandis* de diferente edad y número de rotaciones, establecidas mediante plantación, replantación o por rebrote en el Departamento de Concordia (31°23'S 58°02'W) provincia de Entre Ríos (Figura 1). Los sitios de muestreo se ubicaron en un área de 225 km², sobre Inceptisoles denominados arenosos pardos, localmente mestizos, (Haplumbrepte Fluvéntico). Estos suelos se han desarrollado sobre materiales arcillosos lacustres, que se han mezclado con una capa franco-arenosa, más reciente, de origen fluvial. Típicamente estos suelos no presentan carbonatos (Tasi, 2009). En total se muestrearon 32 puntos, abarcando una superficie de una hectárea. En cada sitio, se extrajeron 10 submuestras de suelo (0-20 cm de profundidad) a partir de las cuales se homogeneizó el material, conformando una muestra compuesta (Cochran, 1977). Éstas se secaron al aire y se tamizaron a través de una malla de 0,5 mm de diámetro. Previamente, se corroboró cualitativamente la ausencia de CO₃Ca utilizando HCl al 30% (Schumacher, 2002). La textura del suelo fue determinada por el método del hidrómetro de Bouyoucos (Gee & Bauder 1986).

Método de combustión seca

La determinación de COT se realizó mediante el método de combustión seca utilizando un analizador elemental automático LECO CNS-2000 (Leco Corporation, St Joseph, MI). Se utilizaron 0,2 g por muestra. La exactitud se verificó analizando muestras de suelo certificadas por cada conjunto de treinta muestras.

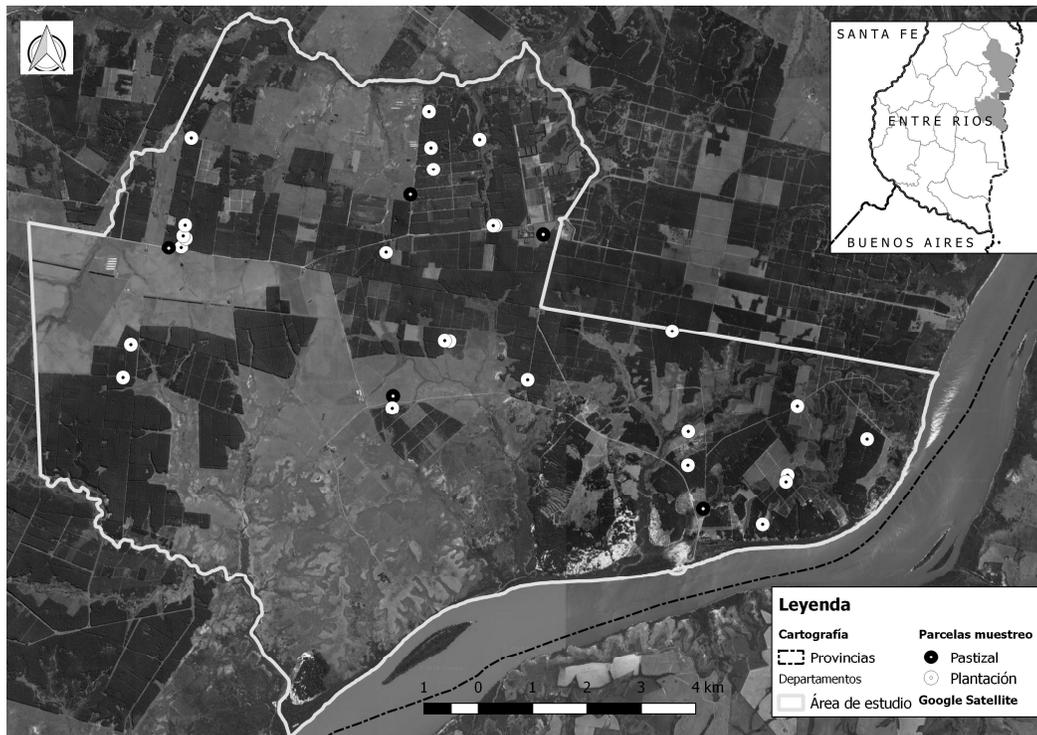


Figura 1. Distribución de los lotes muestreados de la zona de estudio.

Adicionalmente, un duplicado de cada décima muestra fue analizado para verificar la consistencia de los resultados; cuando la diferencia entre duplicados superó el 5%, el grupo de análisis fue repetido.

Método de pérdida por ignición (LOI)

Se secaron recipientes de porcelana de 40 mL de capacidad en estufa a 60 °C durante 24 h y se registró su peso (M1). Posteriormente se pesaron 5 g de muestra de suelo en balanza de precisión. Luego se procedió con dos tratamientos diferentes:

1. Las muestras se secan en estufa a 120 °C durante 2 h a fin de eliminar el agua higroscópica. Cumplido el tiempo, las muestras fueron llevadas a un desecador con silicagel donde permanecieron hasta alcanzar temperatura ambiente. Posteriormente, se pesaron con sus recipientes (M2). Luego, el material se colocó en la mufla (Termoquar, Ind. Arg.), aumentando la temperatura en los primeros 40 minutos desde 100 °C hasta los 500 °C, temperatura que se mantuvo durante 2 h (ignición). Se registró el peso (M3) una vez que las muestras alcanzaron temperatura ambiente en el desecador. Este tratamiento se denominó LOI₁₂₀₋₅₀₀.
2. Se utilizaron 105 °C durante 8 h para la eliminación del agua higroscópica de las muestras y 350 °C durante 16 h de ignición. Este tratamiento fue identificado como LOI₁₀₅₋₃₅₀.

Se aplicó la siguiente fórmula para obtener el

porcentaje de MO de la muestra:

$$MO(\%) = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100$$

Cada muestra se analizó por triplicado para evaluar la variabilidad de las determinaciones. Cuando la diferencia entre determinaciones fue superior al 5% de su valor, se repitió el análisis. Para el ajuste de los modelos se utilizó el promedio de las tres determinaciones de MO.

Análisis estadístico

Se realizaron regresiones lineales simples utilizando COT determinado por Dumas como variable dependiente, y las determinaciones de MO por LOI₁₂₀₋₅₀₀ y LOI₁₀₅₋₃₅₀ como variables independientes en cada una de las regresiones. De manera exploratoria, se incluyó el porcentaje de arcilla de cada sitio muestreado como variable independiente, con la finalidad de evaluar si esa variable descriptora de la textura contribuía a mejorar las estimaciones. Se compararon las ordenadas al origen y las pendientes de los modelos obtenidos para cada procedimiento mediante pruebas de "t" de Student, a fin de establecer si en ambos casos se obtenía la misma relación. Además, se evaluó el

ajuste de los modelos comparando entre ambos la varianza residual mediante una prueba de F.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores de MO determinada por LOI₁₂₀₋₅₀₀ y LOI₁₀₅₋₃₅₀ fueron 2,87% ± 0,29 (media ± error estándar) y 2,11% ± 0,19, respectivamente. El COT medio fue de 1,07% ± 0,11. Los suelos fueron arenosos, franco arenosos o franco arcillosos, con porcentajes de arcilla que variaron entre 3 y 32 % (Figura 2).

Los mayores valores de MO obtenidos por LOI₁₂₀₋₅₀₀ respecto de LOI₁₀₅₋₃₅₀ podrían deberse a la volatilización de componentes inorgánicos del suelo (agua ligada a la estructura cristalina de las arcillas, grupos hidroxilo en sesquióxidos), cuya ocurrencia es más probable cuando las temperaturas superan los 450 °C (De Vos et al.,

2005; Schulte et al., 1991).

Las regresiones lineales obtenidas entre LOI y COT mostraron una estrecha relación, independientemente de la combinación de temperaturas empleadas (Figura 3).

El porcentaje de arcilla no contribuyó de manera significativa al ajuste de los modelos (P>0,5). La inclusión de la textura en las ecuaciones predictivas de COT en función de LOI, ha resultado en un mejor ajuste en varios estudios (Abella & Zimmer, 2007; De Vos et

al., 2005). Éstos incluían áreas geográficas extensas, con suelos de muy diferentes características. En nuestro trabajo, el porcentaje de arcilla no contribuyó al ajuste de los modelos, posiblemente porque el muestreo abarcó un área relativamente homogénea y de extensión más reducida.

En los modelos de COT en función de los valores de LOI obtenidos por los dos tratamientos realizados, la ordenada al origen no resultó significativamente distinta de cero (P>0,1) y tampoco resultaron significativamente diferentes entre tratamientos (t=1,50; P=0,13). Las pendientes resultaron significativamente diferentes (t=4,76; P<0,0001). La comparación de la varianza residual de ambos modelos mediante la prueba de F indicó que LOI₁₀₅₋₃₅₀ presentó un ajuste significativamente mayor que LOI₁₂₀₋₅₀₀ (F=24,9; P<0,0001). En el presente estudio, el mejor ajuste se obtuvo aplicando LOI con una temperatura de ignición de 350 °C, similar a la utilizada en otros trabajos para varios tipos de suelos (Eyherabide et al., 2014; Konare et al., 2010; Konen et al., 2002; Schulte et al., 1991). Abella & Zimmer (2007), en suelos forestales del norte de Arizona, Estados Unidos (Argiboroles, Eutroboralfes, Ustorthentes), aplicaron LOI con temperaturas que variaron entre los 300 y 600 °C. En dicho estudio LOI permitió explicar sólo 58 a 69% de la variación de COT, dependiendo de la profundidad, pero los mejores ajustes fueron obtenidos a 300 °C.

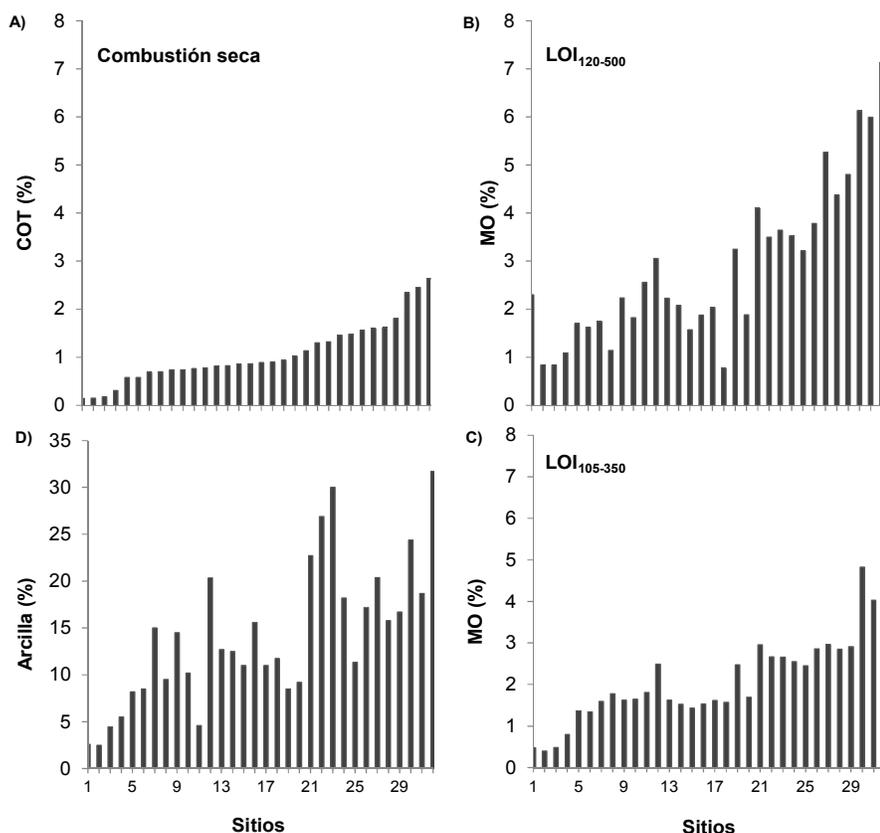


Figura 2. A) Carbono orgánico total (COT) determinado por el método de combustión seca; B) Materia orgánica (MO) determinada por el método de pérdida de peso por ignición (LOI): LOI₁₂₀₋₅₀₀: 120°C (pretratamiento) y 500°C (ignición); C) LOI₁₀₅₋₃₅₀: 105°C (pretratamiento) y 350°C (ignición); D) Porcentaje de arcilla de cada sitio muestreado en Concordia, Entre Ríos.

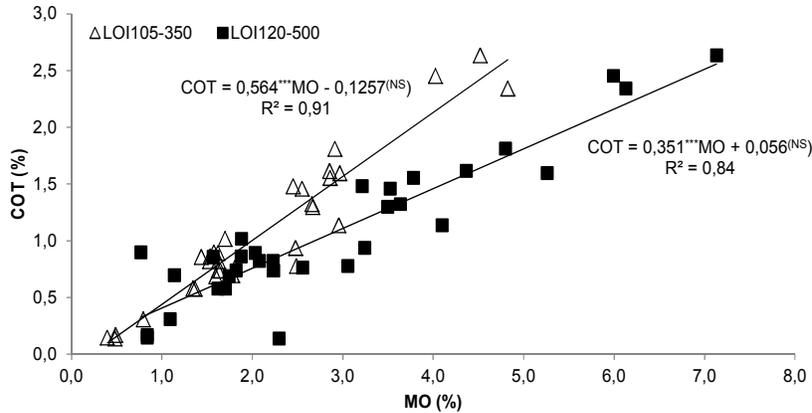


Figura 3. Ecuaciones de regresión entre el carbono orgánico total (COT) determinado por el método de combustión seca y la materia orgánica del suelo (MO) determinada por el método de pérdida de peso por ignición (LOI): LOI₁₂₀₋₅₀₀: 120°C (pretratamiento) y 500°C (ignición); y LOI₁₀₅₋₃₅₀: 105°C (pretratamiento) y 350°C (ignición). NS: no significativo; ***: $P < 0,0001$.

Konare et al. (2010), en suelos de Mali, al Oeste de África, encontraron que temperaturas de pretratamiento de 120 °C y de ignición superiores a los 350 °C disminuyeron el ajuste de las ecuaciones de regresión de COT en función de LOI.

La conversión de COT a MO se ha realizado históricamente utilizando el factor de van Bemmelen (1,724, van Bemmelen, 1890), que asume que la MO contiene 58% de C. Sin embargo, existe fuerte evidencia empírica y teórica en contra de utilizar un único valor como un factor universal de conversión debido a que la proporción de C en la MO es muy variable y, en muchos casos, más cercana al 50% (Pribyl, 2010). La inversa de la pendiente de la ecuación de regresión de COT en función de MO permite obtener el factor de conversión. En nuestro caso, empleando los valores obtenidos por LOI₁₀₅₋₃₅₀, dicho factor es 1,773, cuyos límites (1,59 a 2,01) para el 95% de confianza contiene al valor de referencia (factor de van Bemmelen).

Se concluye que LOI₁₀₅₋₃₅₀ permite estimar el COT de manera fiable en Inceptisoles de Entre Ríos, sin embargo, habría que evaluar su aplicabilidad en otros suelos.

Agradecimientos

A la empresa YBYRATY S.A., en particular al Sr. Daniel Rodríguez por su colaboración para la obtención de datos y logística y al Instituto Internacional de Dasonomía Tropical (IITF), del USDA-Forest-Service, Puerto Rico por los análisis de C por combustión seca. Agradecemos a Mercedes Eyherabide y a los revisores anónimos por sus valiosos comentarios que mejoraron en gran medida este trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

Abella, S.R. & B.W. Zimmer. 2007. Estimating organic carbon from loss-on-ignition in northern Arizona forest

soils. Soil Science Society of America Journal 71(2): 545-550.

Chatterjee, A., R. Lal, L. Wielopolski, M.Z. Martin & M.H. Ebinger. 2009. Evaluation of different soil carbon determination methods. Critical Reviews in Plant Science 28: 164-178.

Cochran, W.G. 1977. Sampling techniques. 3rd ed. John Wiley & Sons, New York. 448 pp.

David, M.B. 1988. Use of loss-on-ignition to assess soil organic carbon in forest soils. Communications in Soil Science & Plant Analysis 19: 1593-1599.

De Vos, B., B. Vandecasteele, J. Deckers & B. Muys. 2005. Capability of Loss-on-Ignition as a predictor of total organic carbon in non-calcareous forest soils. Communications in Soil Science & Plant Analysis 36: 2899-2921.

Eclesia, R., E. Jobbagy, R. Jackson, F. Biganzoli & G. Piñeiro. 2012. Shifts in soil organic carbon for plantation and pasture establishment in native forests and grasslands of South America. Global Change Biology 18: 3237-3251.

Eyherabide, M., H. Sainz Rozas, P. Barbieri & H.E. Echeverría. 2014. Comparación de métodos para determinar carbono orgánico en suelo. Ciencia del suelo 32: 13-19.

Gee, G.W. & J.W. Brauder. 1986. Particle-size analysis. En: Methods of soil analysis, Part 1. Physical and mineralogical methods. Agronomy Monograph No. 9, 2nd ed. Klute A., Ed. American Society of Agronomy and Soil Science Society of America. Madison. pp. 383-411.

Jobbágy, E.G. & R.B. Jackson, 2000. The vertical distribution of soil organic carbon and its relation to climate and vegetation. Ecological Applications 10: 423-436.

Johnson, D.W. & P.S. Curtis. 2001. Effects of forest management on soil C and N storage: meta-analysis. Forest Ecology and Management 140: 227-238.

Konare, H., R.S. Yost, M. Dombia, G.W. McCarty, A. Jarju & R. Kablan. 2010. Loss on ignition: measuring

soil organic carbon in soils of the Sahel, West Africa. African Journal of Agricultural Research 5: 3088-3095.

Konen, M.E., P.M. Jacobs, C.L. Burras, B.J. Talaga & J.A. Mason. 2002. Equations for predicting soil organic carbon using loss-on-ignition for north central US soils. Soil Science Society of America Journal 66: 1878-1881.

LECO Corporation (St. Joseph, MI). 2006. LECO TruSpec CN Determinator Instruction Manual.

Pribyl, D.W. 2010. A critical review of the conventional SOC to SOM conversion factor. Geoderma, 156: 75-83.

Rosell, R.A., J.C. Gasparoni & J.A. Galantini. 2001. Soil organic matter evaluation. En: Assessment methods for soil carbon. Lal R., J.M. Kimble, R.F. Follett & A. Stewart, Eds. Lewis Publishers, Boca Raton. pp. 311-322.

Sandoval, D.M., J. Goya, M. Arturi, S. Burns & C. Pérez. 2012. Efecto de plantaciones de *Eucalyptus grandis* (Hill ex Maiden) sobre el contenido de carbono en suelos en el NE de la provincia de Entre Ríos. XV Jornadas Técnicas Forestales y Ambientales Eldorado, Misiones. pp 1-7

Schulte, E.E., C. Kaufmann & J.B. Peter. 1991. The influence of sample size and heating time on soil weight loss-on-ignition. Communications in Soil Science and Plant Analysis 22(1-2): 159-168.

Schumacher, B.A. 2002. Methods for the determination of total organic carbon (TOC) in soils and sediments. NCEA-C-1282, U.S. Environmental Protection Agency, National Exposure Research Laboratory, Washington, DC. 23 pp.

Tasi, H.A.A. 2009. Aplicación de las Cartas de Suelos de Entre Ríos, Argentina, para evaluar índices de productividad específicos para los principales cultivos agrícolas. Tesis Doctoral. Universidad de La Coruña, España. 592 pp.

Van Bemmelen, J.M. 1890. Über die bestimmung des wassers, des humus, des schwefels, der in den colloïdalen silikaten gebundenen kieselsäure, des mangans u. s. w. im ackerboden. Die Landwirthschaftlichen Versuchs-Stationen 37, 279-290.