

# SELECCION DE TAMAÑO DE PARTICULA EN SUELOS Y FRACCIONES DE SUELOS. EFECTO DE LA LIOFILIZACION<sup>1</sup>

## Particle size isolation in soils and soils fractions. Freeze dried effect

Mauricio Escudey C.<sup>2</sup>, Patricia Díaz Q.<sup>2</sup>, Itilier Salazar Q.<sup>2</sup>,  
Juan Enrique Foerster M.<sup>2</sup> y Gerardo Galindo G.<sup>2</sup>

### SUMMARY

The isolation of soil particle size fractions using the sedimentation rate without chemical pretreatments, and the freeze dried effect on suspended particle size and suspension quality were studied. Soil samples from horizons A and B of Vilcún soil, its fraction free from organic matter and a synthetic aluminosilicate were used.

The procedure based on the Stokes' law was proved to be useful to isolate clay fractions from suspensions even in soils with high organic matter content. After freeze dried, particle size increases and poor suspensions were observed in soil, fraction, and synthetic samples. It is not possible to recover the original suspension characteristics even when reciprocal shaker or ultrasonic vibrator was used.

**Key words:** soil, freeze dried, particle size, sedimentation.

### INTRODUCCION

En los estudios realizados en suelos derivados de materiales volcánicos, es frecuente el empleo de la fracción arcilla de tamaño menor a dos micrómetros, en consideración a que corresponde al material más reactivo del suelo, que permite determinar con mayor claridad su comportamiento, frente a cualquier tipo de estudios químicos o físico-químicos. Las metodologías para obtener la fracción  $< 2\mu\text{m}$ , la dispersión sin empleo de agentes químicos, la distribución de tamaño de partícula y la estabilidad de las suspensiones, son estudios recurrentes en la ciencia del suelo (Churchman y Tate, 1987; Hunter y Busacca, 1989).

Comúnmente, tanto para seleccionar la fracción  $< 2\mu\text{m}$  como para estudiar la estabilidad de suspensiones de suelos (Churchman y Tate, 1987), se emplea el método de sedimentación, basado en la ley de Stokes. Dicha ley predice la velocidad de

sedimentación de un sólido en un líquido viscoso, considerando la suspensión de partículas esféricas en soluciones muy diluidas (Mysels, 1959); aún en estas condiciones, la solución al problema es sólo aproximada.

Una suspensión de suelo difiere de la situación ideal, dado que generalmente se trabaja con una alta concentración de partículas, que existen interacciones entre partículas por efecto de las cargas eléctricas, ya que se presentan formas heterogéneas que incluyen sistemas poliméricos orgánicos. Todos estos factores pueden provocar una desviación de lo establecido en la ley de Stokes, resultando suspensiones estables de tamaño de partícula diferente al deseado. En estas condiciones, es obvia la incertidumbre que existe al seleccionar un determinado tamaño de partículas desde suspensiones de suelo o al determinar los contenidos de arcilla, aplicando el método de velocidad de sedimentación. Dichos cálculos, desarrollados en base a la ley de Stokes, para partículas esféricas, sólo pueden confirmarse mediante resultados empíricos.

Por otra parte, la liofilización puede originar alteraciones en diferentes propiedades de los suelos derivados de materiales volcánicos (capacidad de intercambio catiónico, punto isoeléctrico, etc.), razón por la cual las muestras seleccionadas por tamaño, normalmente se mantienen en suspensión. La necesidad de secar las muestras para realizar diferentes ensayos, ha llevado al empleo de la

<sup>1</sup>Recepción de originales: 24 de abril de 1991.

Trabajo presentado en el IV Congreso Nacional de las Ciencias del Suelo, Temuco, Chile, 14 al 16 de noviembre de 1990.

Trabajo financiado por la Dirección de Investigaciones Científicas y Tecnológicas de la Universidad de Santiago de Chile (DICYT-USACH) y por el Fondo Nacional de Desarrollo Científico y Tecnológico (FONDECYT) mediante los proyectos 0039-1989 y 92-0104.

<sup>2</sup>Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de Santiago de Chile, Casilla 302, Santiago 2, Chile.

liofilización como método apropiado, por considerar que es el que menos altera las características de las muestras, dentro de las cuales se incluye el tamaño de las partículas.

El objetivo del presente trabajo, es determinar si la aplicación de la ley de Stokes a suelos derivados de material volcánico, permite seleccionar adecuadamente las fracciones de un tamaño dado y establecer si la liofilización altera significativamente la distribución de tamaño de partículas de una muestra de suelo y de compuestos afines.

## MATERIALES Y METODOS

Se empleó el suelo Vilcún (Typic Distrandept) de la Estación Experimental Carillanca del Instituto de Investigaciones Agropecuarias (INIA).

Para seleccionar la fracción de tamaño  $< 2\mu\text{m}$ , se tomó 50 g de muestra de suelo, horizontes A (0-15 cm) y B (15-30 cm), sin fertilización, se agregó 500 ml de agua destilada y se sonicó durante 5 minutos a 300 watts; posteriormente, fueron suspendidas en probetas de un litro. Después de 24 horas, se extrajo mediante un sifón los 20 cm superiores de la suspensión; estas muestras se designaron Vi-A y Vi-B, según el horizonte correspondiente.

Una parte de la suspensión de suelo Vi-B de tamaño  $< 2\mu\text{m}$ , fue homoionizada en KCl y una en  $\text{CaCl}_2$ . Para ello, se agregó una cantidad de sal equivalente a unas 50 veces la capacidad de intercambio catiónico de la muestra. Estas fracciones fueron lavadas repetidamente hasta que no se observó cloruros en el sobrenadante después de centrifugadas; estas muestras se denominaron ViK + MO y ViCa + MO, respectivamente.

Una parte de la suspensión de suelo Vi-B sin fertilizar, de tamaño  $< 2\mu\text{m}$ , fue sometida a destrucción de materia orgánica empleando  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 30% (Kunze, 1965) y, posteriormente, homoionizada en  $\text{CaCl}_2$ , dando origen a la muestra ViCa - MO.

Como comparación, se utilizó un aluminosilicato sintetizado por co-precipitación de cloruro de aluminio y silicato de potasio (Díaz, Galindo y Escudéy, 1989), designado como Al-Si.

El Al-Si y las muestras ViCa + MO y ViCa - MO fueron secadas por liofilización previa congelación con nitrógeno líquido.

La distribución de tamaño de partícula se determinó empleando un equipo Zetasizer 3, acoplado a un computador Olivetti M240. El Zetasizer 3 mide con

mejor precisión tamaños desde 5 a 5.000 nm, empleando la espectroscopía de correlación fotónica (dispersión dinámica de la luz o dispersión cuasi-elástica de la radiación). Particularmente, determina la velocidad de fluctuación de la dispersión de la radiación proveniente de un laser de 5mW de Helio-Neón (Malvern Instruments, 1989). Cada experiencia fue realizada con 50 mg de muestra liofilizada, redispersada en 100 ml de agua destilada, empleando agitación recíproca durante 2 minutos o ultrasonido durante 20 segundos.

La composición química de las muestras se determinó por espectroscopía de absorción atómica, previa disolución en bomba de Teflón. El contenido de carbono orgánico (CO) se determinó por combustión. La superficie específica se determinó por el método BET a través de la adsorción de nitrógeno en un equipo Micromeritics modelo Flow Sorb II 2300.

## RESULTADOS Y DISCUSION

Las muestras Vi-A y Vi-B son similares en su composición química y difieren levemente en sus contenidos de CO y superficie BET (adsorción de gases en capas multimoleculares). La destrucción de la materia orgánica, empleando  $\text{H}_2\text{O}_2$ , es incompleta, produce un aumento de la superficie la cual se enriquece en Fe y Al. El compuesto sintético de comparación, presenta una mayor proporción de grupos Al-OH expuestos y una alta superficie BET (Cuadro 1).

**CUADRO 1. Composición química, contenido de carbono orgánico y área BET, para las muestras de tamaño  $< 2\mu\text{m}$  de suelo Vilcún, horizontes A y B, la fracción de horizonte B sin materia orgánica (Vi-B-MO) y aluminosilicato sintético**

**TABLE 1. Chemical composition, organic carbon content, and BET specific surface area for  $< 2\mu\text{m}$  size samples from A and B horizons of Vilcún soil, the fraction without organic matter from B horizon of Vilcún soil (Vi-B-MO), and synthetic aluminosilicate**

Muestra	Composición química, %			Carbono orgánico, %	Área BET $\text{m}^2/\text{g}$
	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$		
Vi-A	9,6	26,8	31,5	12,7	13,2
Vi-B	9,8	25,3	30,2	10,3	18,3
Vi-B-MO	14,9	33,0	34,2	2,6	77,8
Al-Si	-	46,3	39,8	-	214,8

Los resultados correspondientes al tamaño promedio de las partículas y el porcentaje de las mismas que tienen un tamaño inferior a  $2\mu\text{m}$  (Cuadro 2), representan el promedio de cuatro medidas independientes  $\pm$  una desviación estándar.

**CUADRO 2. Tamaño de partícula promedio y porcentaje del total de tamaño  $< 2\mu\text{m}$ , para muestras de suelo Vilcún y aluminosilicato sintético sometidos a diferentes tratamientos**

**TABLE 2. Mean particle size and percent of  $< 2\mu\text{m}$  particle size for samples from Vilcún soil and synthetic aluminosilicate under different treatments**

Muestras	Tamaño medio ( $\mu\text{m}$ )	Porcentaje $< 2\mu\text{m}$
Vi-A	$0,99 \pm 0,03$	$90,4 \pm 2,8$
Vi-B	$0,97 \pm 0,03$	$89,2 \pm 2,4$
ViK + MO	$1,41 \pm 0,09$	$75,1 \pm 4,3$
ViCa + MO	$1,17 \pm 0,07$	$83,1 \pm 3,3$
ViCa + MO liof. + agitación	$1,43 \pm 0,11$	$67,9 \pm 7,1$
ViCa + MO liof. + ultrasonido	$1,37 \pm 0,09$	$77,2 \pm 6,0$
ViCa-MO	$0,72 \pm 0,04$	$98,6 \pm 0,6$
ViCa-MO liof. + agitación	$1,16 \pm 0,06$	$87,2 \pm 8,2$
ViCa-MO liof. + ultrasonido	$0,95 \pm 0,05$	$90,4 \pm 3,4$
Al-Si	$0,70 \pm 0,03$	$98,0 \pm 0,0$
Al-Si liof. + agitación	$1,95 \pm 0,53$	$56,9 \pm 13,9$
Al-Si liof. + ultrasonido	$1,11 \pm 0,21$	$81,6 \pm 10,3$

En todos los casos el tamaño de las partículas se encuentra distribuido aproximadamente entre  $0,15$  y  $8\mu\text{m}$ . Se observa que en muestras de suelo no sometidas a liofilización, alrededor del 90% de las partículas están bajo los  $2\mu\text{m}$ , sin que se aprecie un efecto significativo del contenido de materia orgánica. En el proceso de homoionización se produce, en general, un aumento de tamaño promedio y, consecuentemente, un menor porcentaje dentro del tamaño coloidal. Esto se debe a la pérdida de partículas finas, durante la redispersión de la sus-

pensión con ayuda de ultrasonido, en la etapa de lavado para eliminar el exceso de sal homoionizante. Este efecto se reduce al emplear un catión divalente, por su mayor efecto floculante que, probablemente, ayuda a reducir las pérdidas de material fino, sin afectar el tamaño promedio.

Considerando que la muestra Vi-B ( $< 2\mu\text{m}$ ) fue sometida a destrucción de la materia orgánica, es lógica la reducción de tamaño observada para la muestra ViCa - MO. La muestra de Al-Si se utilizó tal como fue obtenida de la síntesis y su tamaño es comparable a la muestra ViCa - MO. La reducción del tamaño promedio se ve reflejada en el aumento significativo de la superficie BET (Cuadro 1).

Como consecuencia de la liofilización, aumenta considerablemente el tamaño promedio y disminuye el porcentaje de partículas  $< 2\mu\text{m}$ . Ni la agitación ni el ultrasonido son suficientes para recuperar el tamaño original de las partículas, produciéndose una aglomeración que resulta irreversible. Aún más, en las muestras liofilizadas sometidas a agitación recíproca, aproximadamente el 95% de las partículas están sedimentadas. Este resultado mejora al emplear ultrasonido, en cuyo caso aproximadamente el 50% de las partículas están en suspensión. Esta situación contrasta con una suspensión de 100% para las mismas muestras previo a la liofilización y tiene, como consecuencia, un aumento en la incertidumbre en la determinación de tamaño de partícula.

Se concluye que la ley de Stokes se puede emplear con buenos resultados para seleccionar el tamaño de partícula de suelos derivados de material volcánico, considerando la velocidad de sedimentación de aproximadamente  $0,8 \text{ cm/hr}$  para partículas de  $1\mu\text{m}$ . Además, la liofilización de material en suspensión, produce aglomeraciones irreversibles que alteran sustancialmente la calidad de la suspensión y el tamaño de las partículas.

## RESUMEN

La metodología de selección de tamaño de partícula en suelos, empleando la velocidad de sedimentación en ausencia de dispersantes químicos y el efecto de la liofilización sobre el tamaño de las partículas suspendidas y la calidad de la suspensión, se estudian en horizontes A y B del suelo Vilcún, en sus fracciones tamaño arcilla sin materia orgánica y en un aluminosilicato sintético de características semejantes.

El uso de la Ley de Stokes permite efectivamente seleccionar en forma adecuada el tamaño de

partícula en suspensiones de suelos, aún en muestras con un alto contenido de materia orgánica. Un aumento del tamaño de partícula y una disminución de la cantidad de material suspendido, son los efectos de la liofilización sobre la muestra. Ni la agitación recíproca o el uso de ultrasonido permiten recuperar las condiciones de la suspensión previas a la liofilización, cualquiera sea el tipo de muestra empleada en el estudio.

**Palabras claves:** suelo, liofilización, tamaño de partícula, sedimentación.

## LITERATURA CITADA

- 
- CHURCHMAN, G.J. and TATE, K.R. 1987. Stability of aggregates of different size grades in allophanic soils from volcanic ash in New Zealand. *J. Soil Sci.* 38: 19-27.
- DIAZ Q., PATRICIA, GALINDO G., GERARDO y ESCUDEY C., MAURICIO. 1989. Adsorción de ácido ftálico, ácido salicílico y catecol sobre aluminosilicatos sintéticos semejantes al alofán. *Bol. Soc. Chil. Quím.* 34: 67-78.
- HUNTER, C.R. and BUSACCA, A.J. 1989. Dispersion of three Andic soils by ultrasonic vibration. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 53: 1.299-1.302.
- KUNZE, G.W. 1965. Pretreatment for mineralogical analysis. In: C.A. Black (ed.). *Methods of soil analysis. Part I.* *Agronomy* 9: 568-577.
- MALVERN INSTRUMENTS. 1989. Zetasizer 3. Instruction Manual. p.: A1-A19.
- MYSELS, K. 1959. Introduction to colloid chemistry. Interscience Publishers, Inc. p.: 35-71.