

DISEÑO EXPERIMENTAL PARA LA EXTRACCIÓN DE SOLUCIÓN DEL SUELO EN RÉGIMEN DE INSATURACIÓN (≤ 600 KPA)

C.M. Regalado, A. Ritter, R.M. Rodríguez González y A.R. Socorro

Instituto Canario Inv. Agrarias (ICIA), Dep. Suelos y Riegos, Apdo. 60 La Laguna, 38200 Tenerife; cregalad@icia.es.

RESUMEN. Se han propuesto diferentes métodos para la extracción de solución del suelo, tanto en experimentos de campo, columnas o en batch: gravedad, cápsulas de succión, extractores de solución o centrifugación. Cada uno de estos métodos presenta limitaciones con respecto al grado de alteración de la muestra de suelo, grado de contaminación de la solución extraída, retención de iones por el elemento extractor, obtención de volúmenes apropiados para el análisis y sobre todo el intervalo de succión explorado. Especialmente en suelos de textura fina que presentan alta capacidad de retención de agua, la mayoría de los métodos anteriores no son efectivos. Se propone un diseño experimental de extracción de solución de suelo que combina extractores tipo Rhizon (Eijkelkamp) y ollas de presión tipo Richards, resultando un método poco destructivo, que trabaja en un intervalo de succión controlable hasta valores de 600 kPa, y que es poco contaminante. El método se aplicó con éxito en suelos microagregados de textura fina con alta retención de agua (humedad residual $> 20\%$), permitiendo la extracción de solución en régimen subsaturado.

ABSTRACT. Different methods have been proposed to extract the soil solution in field, batch and soil column experiments: zero-tension or free drainage, suction cups, Rhizon soil water samplers, or centrifugation. Limitations of the different methods vary with the degree of soil disturbance and contamination of the soil solution, ion retention by the soil sampler, sufficient extraction volumes for analysis, and more important the suction range explored. Especially in fine textured soils, with large water retention capacity, most of the above methods are inefficient. An experimental set-up is proposed to extract soil solution that combines Rhizon (Eijkelkamp) soil water samplers and Richards pressure plates, which exhibits low soil disturbance, operates in a controllable suction range up to 600 kPa, and with little contamination. The experimental set-up permitted extraction of soil solution successfully in highly micro-aggregated fine textured soils with high water retention (residual water $> 20\%$), thus confirming its applicability under unsaturated hydrostatic conditions.

1. Introducción

La determinación de la concentración de la solución del suelo en la zona no saturada del suelo resulta de interés en estudios de transporte, contaminación o en procedimientos analíticos más o menos rutinarios. Diferentes métodos han sido propuestos para extraer la solución del suelo: gravedad, muestreadores pasivos por capilaridad, cápsulas cerámicas de succión, extractores de solución tipo Rhizon y centrifugación, entre otros. En general todos estos métodos presentan ventajas e inconvenientes por lo que deben ser cuidadosamente elegidos de acuerdo con la aplicación para la que van a ser destinados. Los métodos pasivos y de gravedad o lisimétricos presentan la ventaja de que no necesitan una fuente externa que genere un gradiente de presión por lo que son de utilidad en condiciones de campo desatendidas o cuando se persigue determinar y simular condiciones de frontera de flujo libre o de cuasi-saturación en la parte inferior de un perfil (Boll et al. 1992; de Rooij y Stagnitti, 2002). En general consisten en una mecha fibrosa o un lecho de material poroso en íntimo contacto con la parte inferior del perfil del que se suspende una columna de agua que genera un gradiente pasivo de succión. Sus principales inconvenientes son la laboriosa instalación que requieren y que no permiten extraer solución retenida a potenciales superiores a 20 kPa (Ball y Hunter, 1988), siendo el intervalo usual de aplicación < 10 kPa. La extracción de solución mediante succión activa a través de materiales porosos como cápsulas de succión cerámicas, de teflón o acero inoxidable (Corwin, 2002) y extractores “radiculares” tipo Rhizon (Rhizon SMS, 2003), permite extraer solución del suelo retenida a 70-85 kPa. El volumen de solución extraído varía con el tipo (textura), propiedades hidráulicas y contenido de humedad del suelo (Rhoades y Oster, 1986), y en general es superior en el caso de las cápsulas de succión aunque así bien el grado de alteración del suelo es en este último caso mayor que con los Rhizon. Son de utilidad tanto en experimentos de campo medianamente desatendidos como en laboratorio, y su principal inconveniente es que es difícil mantener un nivel de flujo y potencial de extracción uniforme y conocido, debido entre otros motivos a la obturación y sellado de

poros por partículas finas de suelo, pérdida de contacto con la superficie del suelo y caída progresiva de la presión de vacío a medida que la cámara de recogida del extractor se rellena con la solución recogida y/o entrada de aire (Hart y Lowery, 1997). Dado que distintas fracciones del suelo están retenidas a potenciales diferentes (es lo que se conoce en la literatura sobre humedad de suelo como agua libre/agua adsorbida o en el argot de experimentos de transporte como concentración de flujo/concentración residente), esto supone una limitación importante a la hora de normalizar resultados. Aunque pueden ser utilizados sobre muestra inalterada, en ocasiones es necesario aplicar en el lugar de inserción del extractor una muestra de suelo tamizada o “barrillo”, sobre todo en suelos pedregosos. Todos los métodos mencionados anteriormente basados en la aplicación de una presión negativa (pasiva/activa) están limitados desde un punto de vista físico a potenciales < 100 kPa. Para obtener solución del suelo retenida por encima de 100 kPa se recurre generalmente a la aplicación de presiones (positivas) en lugar de vacío o succiones. Uno de estos métodos es la ultracentrifugación de muestras de suelo a través de un filtro. Esta técnica permite obtener solución a una presión (fuerza centrífuga) controlada que puede llegar hasta 1500 kPa (Dao y Lavy, 1978; Elkhatab et al. 1987). Los principales inconvenientes de este método son que utiliza muestras alteradas de suelo, precisa de un número elevado de muestras dado el pequeño volumen de los viales de ultracentrifugación y en general los laboratorios de física de suelo no cuentan con ultracentrífuga, debido entre otros motivos a su elevado coste. El nivel de contaminación o alteración de la composición de la solución obtenida mediante los distintos métodos es también un criterio importante a la hora de elegir uno u otro, variando éste desde la escasa contaminación que supone la ultracentrifugación de muestras alteradas en el laboratorio (Tiensing et al. 2001), pasando por la extracción mediante materiales porosos (McGuire et al. 1992; Palacios et al. 1999), hasta los métodos de campo de extracción pasiva (Selker, 2002). El volumen explorado y la representatividad de las condiciones “naturales” de campo en las que la solución se encuentra retenida en el suelo son criterios de marcada importancia, especialmente en experimentos de transporte. Según estos criterios se puede establecer la siguiente escala: centrifugación $<$ Rhizon $<$ cápsulas succión $<$ lisímetros/métodos pasivos. En este sentido cabe destacar que los muestreadores porosos (Rhizon, cápsulas de succión), por el volumen explorado y intervalo de succión, resultan poco útiles para describir el flujo preferencial en macroporos (Shaffer et al. 1979) que exige por tanto la utilización de métodos pasivos (lisimétricos) que trabajan a mayor escala y a un intervalo de succión próximo al de flujo saturado característico del flujo preferencial (Haines et al. 1982). Resultan obvias las limitaciones que presenta la centrifugación en la caracterización de las condiciones de campo (Fig. 1). Por último, hay que señalar que los distintos métodos descritos no son sin embargo excluyentes y un estudio completo de la solución del suelo puede combinar varias de las técnicas descritas.

En esta nota técnica se presenta un diseño experimental de extracción de solución de suelo que combina extractores tipo Rhizon (Eijkelkamp, Giesbeek, Holanda) y ollas Richards de presión (Soilmoisture, Santa Bárbara, EEUU), que resulta poco destructivo, trabaja en un intervalo de succión controlable hasta valores de 500 kPa, y es poco contaminante. El método se aplicó en extracción de solución en suelos microagregados de textura fina con alta retención de agua (humedad residual $> 20\%$). Los valores de la conductividad eléctrica de la solución extraída con este método se compararon con los del extracto de pasta saturada y la conductividad aparente del suelo determinada mediante TDR (Muñoz Carpena et al. 2001) y un sensor capacitivo WET (Delta-T Devices Ltd., Burwell, Inglaterra).

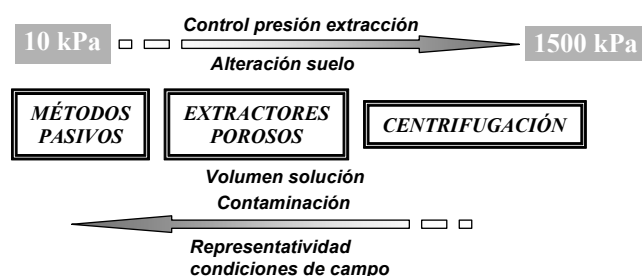


Fig. 1. Esquema de las diferentes ventajas e inconvenientes de los métodos de extracción de solución de suelo.

2. Materiales y métodos

2.1. Suelos

Para el estudio se utilizaron dos suelos volcánicos forestales del Norte de Tenerife (referidos en lo que sigue como Lajas y Aves) altamente microagregados, que presentan elevada retención de agua a succiones altas. Los suelos se secaron al aire, se tamizaron (< 2 mm) y se empaquetaron por capas a la densidad de campo en cilindros de PVC ($\varnothing_i=0.106$ m, $h=0.22$ m). Se prepararon 30 columnas de suelo resultantes de la combinación de cinco contenidos de humedad θ proporcionales a la porosidad, η ($\theta=0.5\eta$, 0.6η , 0.7η , 0.8η , 0.9η) y 6 niveles de conductividad de la solución del suelo (σ_w) correspondientes a distintas concentraciones de KBr (Fig. 2). Para el suelo de las Aves las humedades correspondientes a 0.8η y 0.9η dieron lugar a la formación de un sobrenadante que no se mezclaba de forma homogénea con el suelo, por lo que se rechazaron estas muestras y se preparó una de humedad inferior adicional $\theta=0.4\eta$.

2.2. Propiedades físicas: curva de succión

La Fig. 3 presenta los datos de retención de humedad determinados a partir de anillos de muestra inalterada de 96 cm^3 en células Tempe de presión desde saturación hasta 90 kPa y en ollas tipo Richards para las presiones de 100, 500 y 1500 kPa. Las curvas características y de conductividad hidráulica (K_{rel}) teóricas (Fig. 3) se obtuvieron ajustando los

datos de retención de humedad al modelo Mualem-van Genuchten con el programa SHYPPFIT (Durner, 1995).

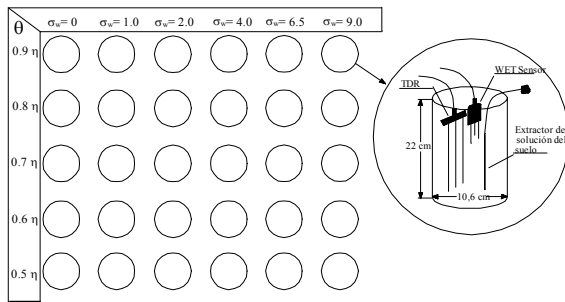


Fig. 2. Esquema del diseño experimental para la preparación de muestras e instrumentación para medida de conductividad (Modificado a partir de Fig. 2 en Muñoz Carpena et al. 2001).

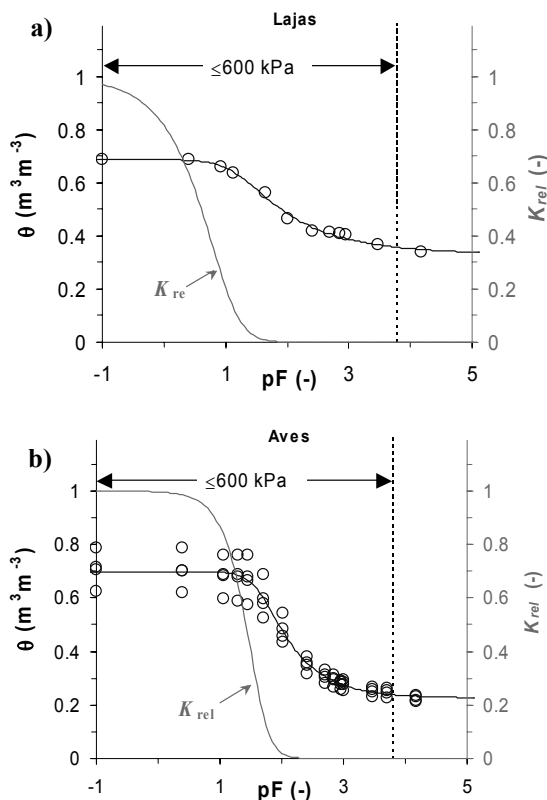


Fig. 3. Datos medidos de retención de humedad junto con curvas características y de conductividad hidráulica (K_{rel}) teóricas para los suelos estudiados.

2.3. Extracción de solución

Para la extracción de solución se utilizaron extractores de solución Rhizon (Eijkelkamp, Giesbeek, Holanda). El extractor (Fig. 4a) está formado por un tubo de un polímero orgánico hidrófilo y poroso, de 10 cm de longitud ($\varnothing_{ext}$ 2.5 mm; $\varnothing_{int}$ 1.5 mm; volumen remanente 0.5 ml) sellado en un extremo y abierto al exterior en el otro mediante un conector roscado. El material poroso del extractor tiene un diámetro de poro medio de 0.1 μm (máx. 0.2 μm), lo que equivale a una presión de burbujeo de aproximadamente

1500 kPa. En el interior del tubo una guía de acero (fibra de carbono, titanio o nylon) de 15 cm confiere cierta rigidez al extractor permitiendo así su inserción en el suelo.

La solución del suelo se extrae generalmente aplicando vacío sobre el extremo roscado bien con una jeringa o mediante una bomba de vacío manual o automática. En nuestro caso en lugar de aplicar vacío, los cilindros de suelo se introdujeron en ollas de presión Richards. El extremo roscado del extractor Rhizon se conectó entonces a la salida de la olla, el conjunto se cerró herméticamente y se conectó a un sistema de aire comprimido controlado mediante un regulador de presión (Fig. 4b y 4c). El diseño permite la inserción de varios extractores unidos entre sí mediante conectores en "Y" o directamente a las múltiples salidas de la olla, con lo que se aumenta así la superficie de suelo explorada y por tanto el volumen de solución extraída.

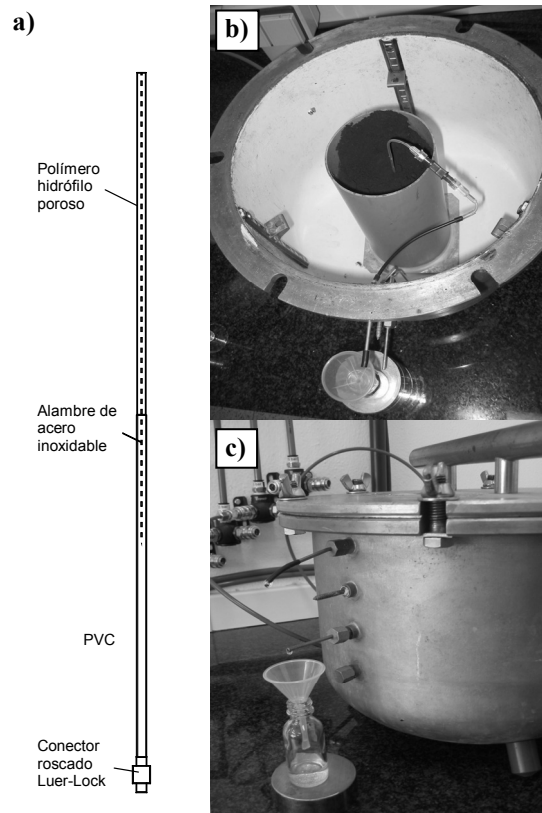


Fig. 4. Diseño experimental en el que se observa el extractor Rhizon (a) insertado en un cilindro de suelo conectado a una olla Richards (b), a la que se aplica una presión controlada para extracción de solución (c).

2.4. Medida de la conductividad eléctrica de la solución extraída

La conductividad eléctrica de la solución del suelo (σ_w) se determinó con un conductímetro de laboratorio Crison 525 (Crison Instruments SA, Barcelona, España). Estos valores se compararon con la conductividad del extracto de la pasta saturada (σ_{pasta}).

2.5. Medida de la conductividad eléctrica aparente

La conductividad eléctrica aparente del suelo, σ , se determinó mediante el análisis de la onda de reflexión (3 GHz) con un equipo TDR Trase System (Soilmoisture, Santa Bárbara, EEUU) como se describe en Muñoz Carpena et al. (2001). Además σ se determinó con un sensor capacitivo WET-1 (Delta-T Devices Ltd., Burwell, Inglaterra) (Fig. 2). Mientras que la técnica TDR determina la conductividad aparente del suelo basándose en variaciones de la amplitud de una onda electromagnética, consecuencia de la atenuación de la misma por efecto de la salinidad, el sensor WET discrimina entre la parte real (ϵ') e imaginaria (ϵ'') de la permitividad ($\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$) tal que:

$$\epsilon'' = \frac{\sigma_w}{2\pi f \epsilon_0} \quad (1)$$

siendo f la frecuencia (20 MHz) de la onda electromagnética y $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ F m}^{-1}$ la permitividad del vacío. La conductividad eléctrica aparente del suelo, σ , se relaciona con σ_w mediante (Delta-T Devices Ltd., 2002):

$$\sigma = \frac{(\epsilon' - \epsilon'_{\sigma=0})}{\epsilon'_w} \sigma_w \quad (2)$$

donde ϵ'_w es la constante dieléctrica del agua (80.3 a 20°C) y $\epsilon'_{\sigma=0}$ es un parámetro específico del suelo que toma por defecto el valor de 4.1.

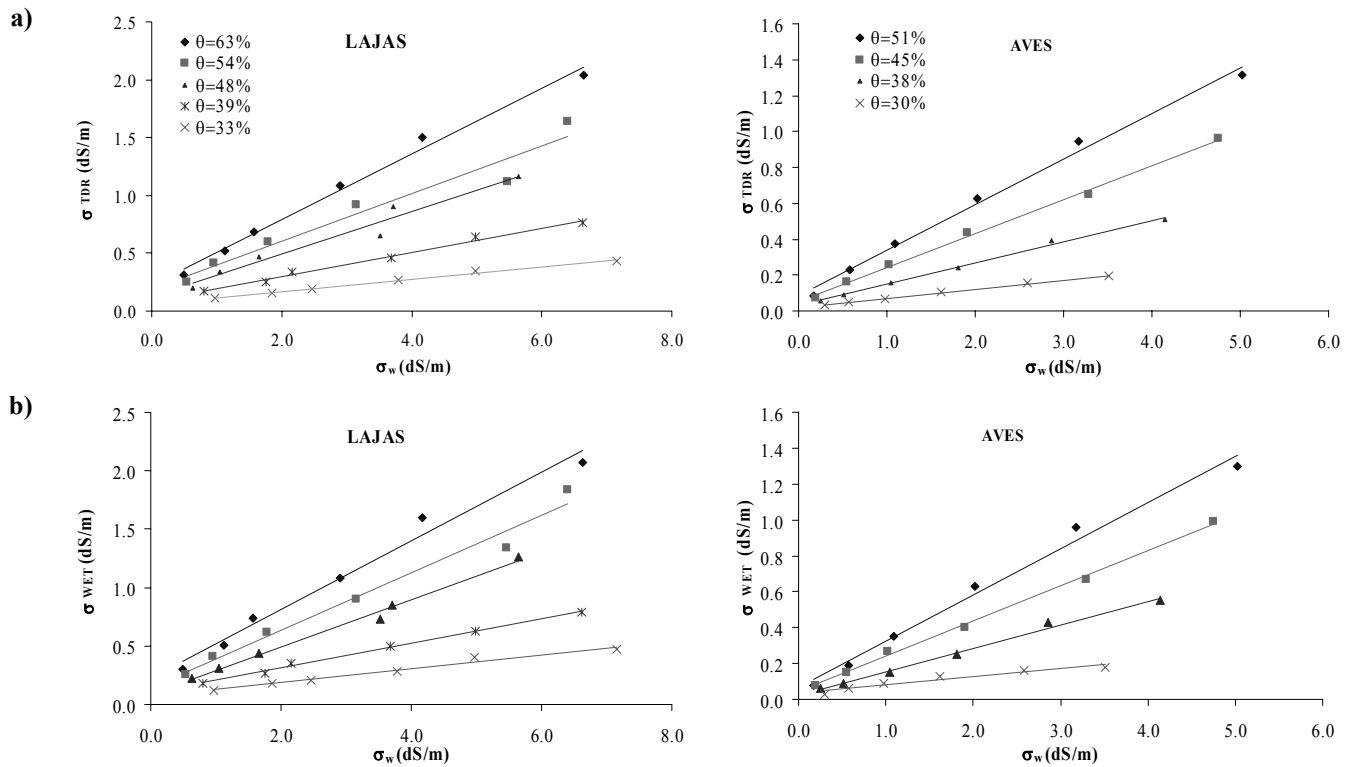


Fig. 5. Comparación de los valores de conductividad eléctrica de la solución extraída mediante el sistema Rhizon y ollas de presión (σ_w), con la aparente del suelo obtenida con el TDR y el sensor WET (σ_{TDR} y σ_{WET} , respectivamente), a distintos intervalos de humedad en dos suelos diferentes (Lajas y Aves).

3. Resultados y discusión

3.1. Rendimiento del diseño experimental para extracción de solución de suelo

El sistema experimental permitió extraer solución hasta un máximo de 500-600 kPa. Aunque estos valores están por debajo de la presión de burbujeo del polímero poroso del extractor Rhizon (1500 kPa), presiones mayores a 600 kPa produjeron el colapso y rotura del tubo. El fabricante refiere a un rendimiento del Rhizon de 1 ml/min para una presión

diferencial de 100 kPa, o de 7 ml en 1-16 h según tipo de suelo (Rhizon SMS, 2003). Sin embargo, el flujo de extracción de solución varía con el contenido de humedad (y conductividad hidráulica) del suelo, siendo en nuestro caso para las muestras más secas ($\theta = 0.5\eta \approx 30\%$) del orden de 5 ml/48 h.

3.2. Conductividad eléctrica

Los valores de conductividad eléctrica de la solución extraída (σ_w) con el sistema experimental descrito se compararon con los del extracto de la pasta saturada

(σ_{pasta}), y con la conductividad aparente del suelo determinada mediante TDR (σ_{TDR}) y con el sensor capacitivo WET (σ_{WET}) de acuerdo con el esquema de la Fig. 2. Los valores de conductividad eléctrica que se muestran están referidos a la misma temperatura.

La Fig. 5 muestra la dependencia típica de σ_w con la conductividad eléctrica aparente del suelo y el contenido de humedad. Se observa que se cumple la hipótesis (inicialmente propuesta por Rhoades et al., 1976) de que para un θ constante, las variaciones en σ_w se relacionan linealmente con la conductividad eléctrica aparente del suelo (σ_{TDR} y σ_{WET}). Puesto que tanto el TDR como el WET miden la conductividad eléctrica aparente del suelo, las Fig. 5a y 5b son equivalentes, siendo el error entre σ_{TDR} y σ_{WET} (expresado como la raíz del error cuadrático medio) de 0.067 dS/m para el suelo de las Lajas y 0.021 dS/m para las Aves. La comparación de σ_w medida en la solución de suelo (extraída con éxito mediante el sistema experimental descrito en este trabajo) viene descrita por modelos empíricos propuestos por varios autores (Rhoades et al. 1976; Rhoades et al. 1989; Vogeler y Clothier, 1996; Muñoz-Carpena et al. 2005).

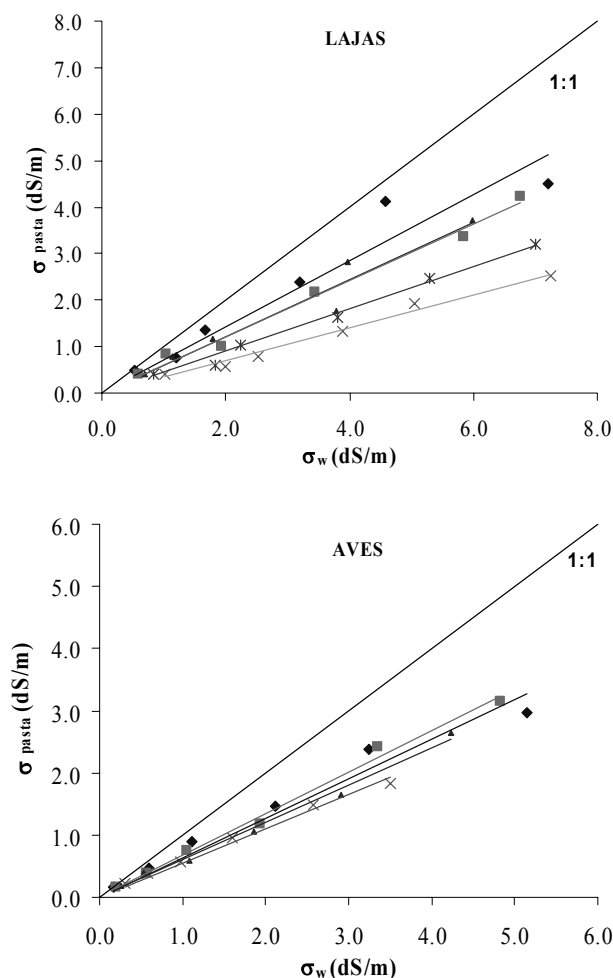


Fig. 6. Comparación de los valores de la conductividad la solución extraída mediante el sistema Rhizon y ollas de presión con la del extracto de la pasta saturada, a distintos intervalos de humedad para dos suelos.

Con respecto de la relación de σ_{pasta} con σ_w , se observa un agrupamiento por contenido de humedad (Fig. 6). Esto es consecuencia de que σ_{pasta} se mide en una muestra saturada de suelo, mientras que para σ_w no se modifican las condiciones de humedad de la muestra. La dependencia de $\sigma_{\text{pasta}}-\sigma_w$ con θ es clara en el caso de Lajas, no siendo tan evidente para el suelo Aves. En condiciones de saturación ($\theta=\eta$) ambos procedimientos (extracto saturado y obtención de solución mediante extractores Rhizon) son equivalentes, por lo que la $\sigma_{\text{pasta}}-\sigma_w$ debe aproximarse a la relación 1:1 (Fig. 6).

4. Conclusiones

Se propone un sistema experimental que permite extraer solución de suelo en condiciones de laboratorio de forma poco contaminante en un intervalo controlable de succión hasta valores de 500-600 kPa. Modificaciones en el diseño del extractor Rhizon, orientadas a reforzar la rigidez de su estructura podrían potencialmente ampliar este intervalo de extracción hasta valores de 1500 kPa. El sistema experimental propuesto en este estudio se ha validado con éxito en condiciones hidrostáticas. Trabajos en curso se centran en la adaptación del mismo para su validación en condiciones dinámicas mediante experimentos de transporte de solutos en régimen subsaturado. En condiciones dinámicas no sólo el incremento en el potencial matricial del agua retenida en el suelo es relevante, sino en mayor medida la reducción significativa de la conductividad hidráulica consecuencia de la disminución de humedad en el suelo.

Agradecimientos. Los autores agradecen la colaboración del Dr. J.M. Hernández Moreno y S. Armas Espinel (Dep. Edafología y Geología, Universidad La Laguna) en la determinación de las propiedades físico-químicas de los suelos estudiados en este trabajo.

Referencias

- Ball, B.C. y R. Hunter. 1988. The determination of water release characteristics of soil cores at low suctions. *Geoderma* 43: 195-212.
- Boll, J., T.S. Steenhuis y J.S. Selker. 1992. Fiberglass wicks for sampling water and solutes in the vadose zone. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 56: 701-707.
- Corwin, D.L. 2002. Suction cups. Sección 6.1.3.1. págs.: 1261-1266. En: Dane, J.H. y G.C. Topp (eds.), *Methods of Soils Analysis, Part 4*. SSSA Book Series: 5.
- Dao, T.H. y T.L. Lavy. 1978. Extraction of soil solution using a simple centrifugation method for pesticide adsorption-desorption studies. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 42: 375-377.
- Delta-T Devices Ltd. 2002. User manual version: WET-UM-v1.2. Cambridge, Reino Unido. Disponible en www.delta-t.co.uk/downloads/Manuals/WET-UMv1_2PrtWeb.pdf.
- de Rooij, G.H. y F. Stagnitti. 2002. Spatial and temporal distribution of solute leaching in heterogeneous soils: analysis and application to multisampler lysimeter data. *J. Contaminant Hydrol.* 54: 329-346.
- Durner, W. 1995. *SHYFIT 0.24 User's Manual*. Research Report 95.1, Department of Hydrology, University of Bayreuth, Germany.
- Elkhatib, E. A., J. L. Hern y T. E. Staley. 1987. A rapid centrifugation method for obtaining soil solution. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 51: 578-583.

- Haines, B.L., J.B. Waide y R.L. Todd. 1982. Soil solution nutrient concentrations sampled with tension and zero-tension lysimeters: Report of discrepancies. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 46: 658-661.
- Hart, G.L. y B. Lowery. 1997. Axial-radial influence of porous cup soil solution samplers in a sandy soil. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 61: 1765-1773.
- McGuire, P.E., B. Lowery y P.A. Helmke. 1992. Potential sampling errors: trace metal adsorption on vacuum porous cup samplers. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 56: 74-82.
- Muñoz Carpena R., C.M. Regalado, J. Álvarez Benedí, A.R. Socorro y N. Perez. 2001. Determinación simultánea mediante TDR del transporte de agua y un soluto salino en el suelo. pags.: 83-98. En: J.J. López Rodríguez y M. Quemada Sáenz-Badillos (eds.), *Temas de Investigación en Zona no saturada*, Universidad Pública de Navarra.
- Muñoz Carpena, R., C.M. Regalado, A. Ritter, J. Álvarez Benedí y A.R. Socorro. 2005. TDR estimation of saline solutes concentration in a volcanic soil. *Geoderma* 124: 399-413.
- Palacios, M.P., A. Pardo, E. Del-Nero y F. Rodríguez. 1999. Estudio comparativo de la solución extraída por pelos radiculares, cápsulas cerámicas y el extracto saturado en condiciones de laboratorio. pags.: 53-63. En: Muñoz-Carpena, R., A. Ritter Rodríguez y C. Tascón Rodríguez (eds.), *Actas de las IV Jornadas sobre Investigación de la Zona no Saturada del Suelo - ZNS'99*, Tenerife.
- Rhizon SMS. 2003. Operating instructions. Sección 19.21 Rhizon soil moisture sampler. Eijkelkamp, Agrisearch Equipment. Disponible en www.eijkelkamp.com/files/50891M2-1921e Rhizon soil moisture sampler.pdf.
- Rhoades, J.D. y J.D. Oster. 1986. Solute content. pags.: 985-1006. En: Klute, A. (ed.), *Methods of Soil Analysis: Part 1*, Physical and Mineralogical Methods, 2ª Ed. ASA-SSSA, Madison, Wisconsin.
- Rhoades, J.D., P.A.C. Raats y R.J. Prather. 1976. Effects of liquid-phase electrical conductivity, water content, and surface conductivity on bulk soil electrical conductivity. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 40: 651-655.
- Rhoades, J. D., N. A. Manteghi, P. J. Shouse, y W. J. Alves. 1989. Soil electrical conductivity and soil salinity: new formulations and calibrations. *Soil Science Society of America Journal* 53: 433-439.
- Selker, J.S. 2002. Passive capillary samplers. Sección 6.1.3.2. pags.: 1266-1269. En: Dane, J.H y G.C. Topp (eds.), *Methods of Soils Analysis, Part 4*. SSSA Book Series: 5.
- Shaffer, K.A., D.D. Fritton y D.E. Baker. 1979. Drainage water sampling in a wet, dual-pore soil system. *J. Environ. Qual.* 8: 241-246.
- Tiensing T, S. Preston, N. Strachan y G.I. Paton. 2001. Soil solution extraction techniques for microbial ecotoxicity testing: a comparative evaluation. *J. Environ. Monit.* 3: 91-96.
- Vogeler, I., y B. E. Clothier. 1996. Characterizing water and solute movement by TDR and disk permeametry. *Soil Science Society of America Journal* 60: 5-12.