

QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA INORGÁNICA QMC-613

Determinación de Materia Orgánica en Suelos y Sedimentos

Procedimiento Operativo Estándar

Lic. Luis Fernando Cáceres Choque

13/10/2013

Método de Titulométrico de Oxido Reducción



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 2 de 7

Determinación de Materia Orgánica en Suelos y Sedimentos

Tabla de contenido

1. APLICACIÓN	3
2. REFERENCIAS	3
3. RESUMEN MÉTODO	3
4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	3
5. INTERFERENCIAS.....	3
6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN	3
7. INSTRUMENTOS Y MATERIAL	4
8. REACTIVOS	4
9. TRATAMIENTOS PREVIOS	4
10. ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	5
11. ANÁLISIS DE DATOS	5
12. CONTROL DE CALIDAD	6
13. EXPRESIÓN DE RESULTADOS.....	6
14. BIBLIOGRAFÍA.....	7



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 3 de 7

1. APLICACIÓN

- 1.1. Este procedimiento permite la determinación cuantitativa de la cantidad de materia orgánica total existente en un suelo o sedimento por el método de Walkley y Black.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Ficha de seguridad de reactivos químicos

3. RESUMEN MÉTODO

- 3.1. Este procedimiento apela a la digestión vía húmeda, en la cual la materia orgánica del suelo o sedimento, se digiere con $K_2Cr_2O_7$ y H_2SO_4 . El calor liberado por la reacción al diluirse el H_2SO_4 (reacción exotérmica) ayuda al proceso de oxidación. El exceso de $K_2Cr_2O_7$ sin reducir es determinado por valoración con $FeSO_4$.

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Emplear guardapolvo en laboratorio u overol en campo, guantes de nitrilo y lentes para la manipulación de muestras y reactivos ácidos.
- 4.2. El agregado de ácidos realizarlo bajo campana de extracción de gases, con guantes apropiados y protectores de ojos o de cara.
- 4.3. El lavado de material con ácido realizarlo con guantes resistente a ácidos.

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. La presencia de altos contenidos de algunos metales o compuestos que interfieran con el adecuado viraje de color del indicador, generan interferencia.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN

- 6.1. Colectar la muestra en bolsa plástica o de papel madera. Considerar la porción entre 10-20 cm de profundidad (capa arable).



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 4 de 7

7. INSTRUMENTOS Y MATERIAL

- 7.1. Balanza analítica de precisión 1 mg.
- 7.2. Pipetas graduadas de 1, 5 y 10 mL.
- 7.3. Pipeta graduada de 10 mL.
- 7.4. Probeta graduada de 100 mL.
- 7.5. Bureta de 25 mL.
- 7.6. Matraces erlenmeyer de 250 mL.
- 7.7. Gotero
- 7.8. Propipeta

8. REACTIVOS

- 8.1. Dicromato de potasio. $K_2Cr_2O_7$ 1N. Disolver 12.26 g. de dicromato de potasio y diluir a 250ml con agua.
- 8.2. Sulfato ferroso 1N (pesar y disolver 139.015g. de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en 250ml. De agua destilada, agregar 15ml de H_2SO_4 concentrado, enfriar y aforar a 500ml.
- 8.3. Difenilamina (indicador): disolver 0.5grs. de difenilamina en 20ml de agua destilada y añadir lentamente 100ml de H_2SO_4 concentrado colocando el matraz en un recipiente con hielo.
- 8.4. Ácido sulfúrico al 96% (H_2SO_4).
- 8.5. Ácido fosfórico al 85%.
- 8.6. Fluoruro de sodio
- 8.7. Agua destilada.

9. TRATAMIENTOS PREVIOS

- 9.1. Secar la muestra de suelo o sedimento a temperatura ambiente por lo menos durante 24 h. Es posible también acelerar el secado, llevando a estufa a $80^\circ C$ por al menos 3 h.
- 9.2. Una vez seca la muestra, moler en mortero, tamizar por malla 200 y cuartear.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 5 de 7

10. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

- 10.1. Pesar 1 g de muestra seca de suelo o sedimento y transferir al matraz erlenmeyer de 250 mL.
- 10.2. Agregar 5ml de $K_2Cr_2O_7$ 1N y 10ml de H_2SO_4 concentrado (adicionar lentamente el ácido por la pared del matraz).
- 10.3. Dejar reposar por 30 minutos para que la oxidación de la materia orgánica se verifique.
- 10.4. Pasado el tiempo, agregar 100ml de agua destilada y 5ml de ácido fosfórico al 85%.
- 10.5. Agregar 0.1g de fluoruro de sodio y 0.5ml de difenilamina como indicador.
- 10.6. Agitar en giros suaves hasta que la muestra adquiera una tonalidad de color negro.
- 10.7. Titular con el sulfato ferroso (el cambio de color en la titulación empieza con un color café, el cual va cambiando a violeta y en el momento del vire cambia a azul y después a un cambio brusco a verde esmeralda con tonalidades que dependen del tipo y color del suelo).
- 10.8. Anotar los mililitros del sulfato ferroso gastados y empezar con la conversión de los datos para determinar la cantidad de materia orgánica.

Nota: Es importante preparar un blanco, el cual va a servir para calcular la cantidad de materia orgánica total en el suelo y con el fin de determinar el punto de vire final.

11. ANÁLISIS DE DATOS

- 11.1. Calcular el contenido de materia orgánica empleando la siguiente relación:

$$\%M.O. = mL FeSO_4 (Muestra - Blanco) \times F$$

$$F = \frac{1N \times 12 \times 1.72 \times 100}{4000 \times 0.77 \times m} = 0.67$$

Donde:

12/4000 = mEq de C

0.77 = Se asume que el 77% de la materia orgánica es oxidada.

1.71 = Factor de conversión de C a M.O. Un 58% de la M.O. es carbono.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 6 de 7

12. CONTROL DE CALIDAD

12.1. Control de la precisión:

Por cada 3 muestras se debe medir al menos un duplicado de muestras y determinar la precisión como la desviación estándar relativa (RSD).

La Desviación Porcentual Relativa (DPR) no debe superar el 20% cuando se analizan matrices sólidas.

13. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

13.1. Presentar los resultados según la siguiente tabla:

Identificación del suelo	$FeSO_4$ utilizado en muestra	$FeSO_4$ utilizado en blanco	% de C	% de M.O. total

Establecer las conclusiones en función de los siguientes criterios de comparación:

13.2. Clase de suelo en función del contenido de materia orgánica (Landon, 1984).

Clase	C orgánico (%)
Muy alta	>20
Alta	10 – 20
Media	4 – 10
Baja	2 – 4
Muy baja	<2

13.3. Tipo de suelo en función del contenido de materia orgánica (Velasco, 1983).

Clase	M.O. (%)
Extremadamente pobre	< 0.6
Pobre	0.6 – 1.2
Medianamente pobre	1.21 – 1.8
Medio	1.81 – 2.4
Medianamente rico	2.41 – 3.0
Rico	3.1 – 4.2
Extremadamente rico	>4.21



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POE3000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 7 de 7

14. BIBLIOGRAFÍA

- 14.1. Manual de Practicas de la Materia de Edafología. Adán Cano García. Gobierno del Estado de Chiapas, México, 2011.

QMC-613