

7.1.7. El procedimiento para la determinación de materia orgánica del suelo se realizará a través del método AS-07, de Walkley y Black.

Principio y aplicación

La determinación de materia orgánica del suelo se evalúa a través del contenido de carbono orgánico con el método de Walkley y Black. Este método se basa en la oxidación del carbono orgánico del suelo por medio de una disolución de dicromato de potasio y el calor de reacción que se genera al mezclarla con ácido sulfúrico concentrado. Después de un cierto tiempo de espera la mezcla se diluye, se adiciona ácido fosfórico para evitar interferencias de Fe_{3+} y el dicromato de potasio residual es valorado con sulfato ferroso. Con este procedimiento se detecta entre un 70 y 84% del carbón orgánico total por lo que es necesario introducir un factor de corrección, el cual puede variar entre suelo y suelo. En los suelos de México se recomienda utilizar el factor 1.298 (1/0.77).

Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa.

1. Dicromato de potasio 0.166 M o 1N.- Disolver 48.82 g de $\text{K}^2\text{Cr}^2\text{O}^7$ en agua destilada aforar a 1000 ml en un matraz volumétrico.
2. Acido sulfúrico concentrado (H^2SO^4).
3. Acido fosfórico concentrado (H^3PO^4).
4. Indicador de difenilamina. Disolver 0.5 g de difenilamina en 20 ml de agua y añadir 100 ml de ácido sulfúrico concentrado.
5. Sulfato ferroso 1.0 M (aproximadamente). Disolver 278 g de $\text{FeSO}^4.7\text{H}^2\text{O}$ en agua a la que previamente se le añadieron 80 ml de H^2SO^4 concentrado, enfriar y diluir a un litro. Esta solución debe ser valorada con $\text{K}^2\text{Cr}^2\text{O}^7$ 1 N antes de realizar la determinación.

Material

Matraces Erlenmeyer de 500 ml.

Bureta para $\text{K}^2\text{Cr}^2\text{O}^7$ (50 ml).

Bureta para $\text{FeSO}^4.7\text{H}^2\text{O}$ (50 ml).

Pipeta volumétrica (10 ml).

Probeta de vidrio (25 ml).

Procedimiento

1. Pesar 0.5 g de suelo seco y pasado por un tamiz de 0.5 mm y colocarlo en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Procesar un blanco con reactivos por triplicado.
2. Adicionar exactamente 10 ml de dicromato de potasio 1 N girando el matraz cuidadosamente para que entre en contacto con todo el suelo.
3. Agregar cuidadosamente con una bureta 20 ml de H^2SO^4 concentrado a la suspensión, girar nuevamente el matraz y agitar de esa forma durante un minuto.
4. Dejar reposar durante 30 minutos sobre una lámina de asbesto o sobre una mesa de madera, evitando las mesas de acero o cemento.
5. Añadir 200 ml de agua destilada.
6. Añadir 5 ml de H^3PO^4 concentrado.
7. Adicionar de 5 a 10 gotas del indicador de difenilamina.
8. Titular con la disolución de sulfato ferroso gota a gota hasta un punto final verde claro.

Cálculos

Donde:

B = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar el blanco de reactivos (ml).

T = Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar la muestra (ml).

N = Normalidad exacta del sulfato ferroso (valorar por separado al momento de analizar las muestras).

g = Peso de la muestra empleada (g).

mcf = factor de corrección de humedad.

$$\% \text{ Materia orgánica} = \% \text{ C Orgánico} \times 1.724$$

Observaciones

Si al añadir el dicromato de potasio al suelo la solución se torna verdosa o si se gastan menos de dos ml de sulfato ferroso al titular la muestra, se debe reducir el peso de la muestra a la mitad.

El factor 0.39 resulta de multiplicar

Donde: es el peso miliequivalente del C, es un factor de corrección debido a que se supone que el método sólo oxida 77% del C, y 100 es la conversión a porcentaje. En la mayoría de los laboratorios se sigue usando el factor de Van Bemelen de 1.724 para estimar la M.O. a partir de C orgánico, el cual resulta de la suposición de que la M.O. contiene un 58% de C,

Alternativamente puede emplearse una solución de sulfato ferroso amónico 0.5N pesar 196.1 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, disolverlos en 800 ml de agua destilada con 20 ml de H_2SO_4 concentrado y diluir a 1 L.

Se ha reportado que los cloruros reaccionan con el dicromato en este método. Se ha propuesto que su efecto sea corregido mediante:

Donde:

Cc = Contenido de C orgánico en el suelo en porcentaje.

C = Contenido de C orgánico determinado por el método en porcentaje.

Cl- = Contenido de cloruros en el suelo en porcentaje alternativamente, también se ha recomendado separar los cloruros por lavado o eliminar su efecto mediante la adición de 25 g de sulfato de plata por cada litro de ácido sulfúrico concentrado.