



# **MÉTODO PASO A PASO PARA DETERMINACIÓN DE CARBONO ORGÁNICO EN ABONOS ORGÁNICOS**

**MÉTODO DE COMBUSTIÓN HÚMEDA (WALKLEY Y BLACK MODIFICADO)**

**Isabel Elena Arrieche L.**

I Congreso Venezolano de Compostaje

V Taller sobre normalización para la evaluación de abonos orgánicos y mejoradores de suelo

**San Cristóbal, 23 al 25 de octubre de 2014**

## ALCANCE DEL MÉTODO

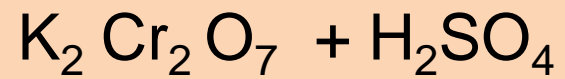
Se aplica a:

- Materia prima para compostaje
- Sustrato
- Suelos

# PRINCIPIO DEL MÉTODO



Material orgánico o  
suelo



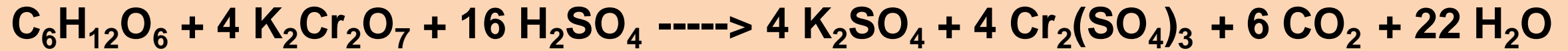
(Calor de dilución 110-130 °C)



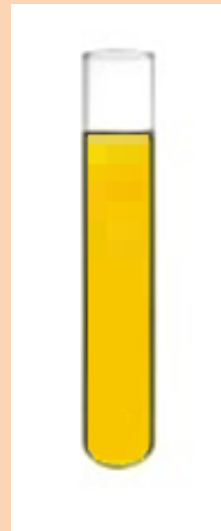
iones  $\text{Cr}^{+3}$

## PRINCIPIO DEL MÉTODO (Cont.)

- ✓ Los iones  $\text{Cr}^{+3} \approx \text{CO}$  orgánico de acuerdo a la reacción siguiente:



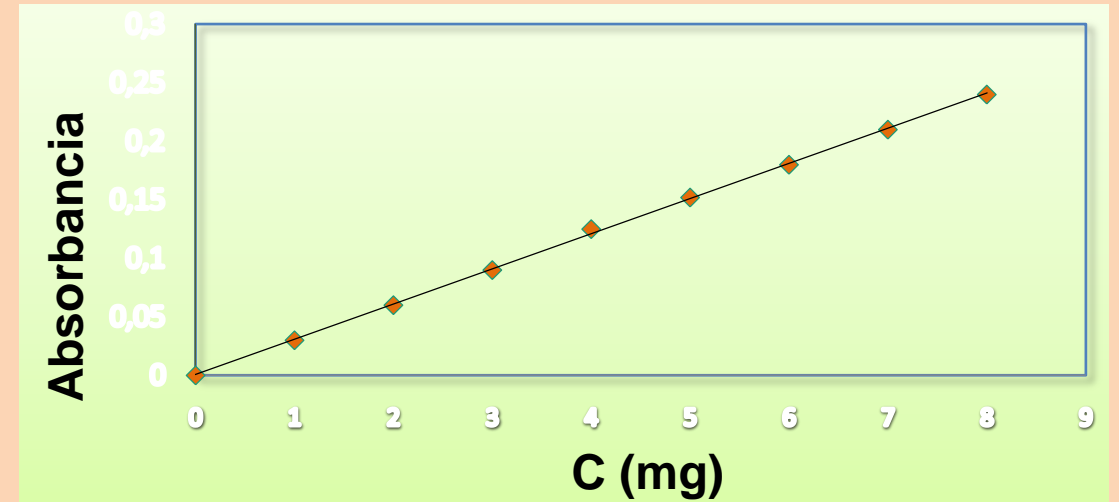
- ✓ La intensidad del color es cuantificada por espectrofotometría a  $\lambda$  590 nm.



- ✓ El CO se expresa en MO, asumiendo:
  1. Factor de Van Bemmelen: 1,724 (El método extrae el 58% de CO)
  2. Factor de 1,3333 (La oxidación promedio del CO es del 75%)

# PROCEDIMIENTO

**1. Preparación de la curva de calibración**



**2. Medición en muestras**

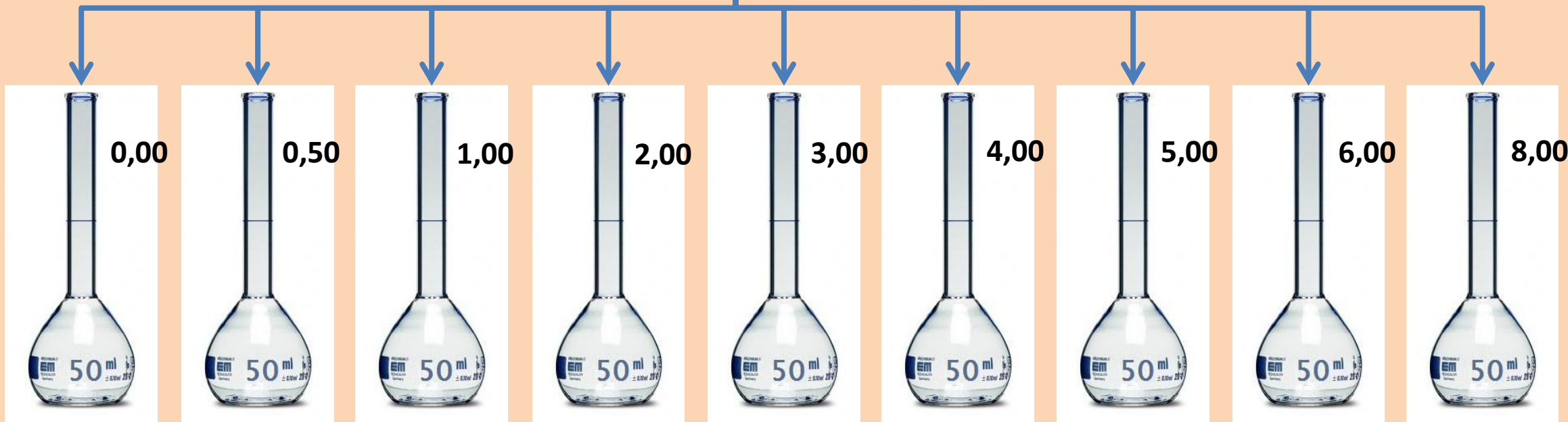


# CURVA DE CALIBRACIÓN

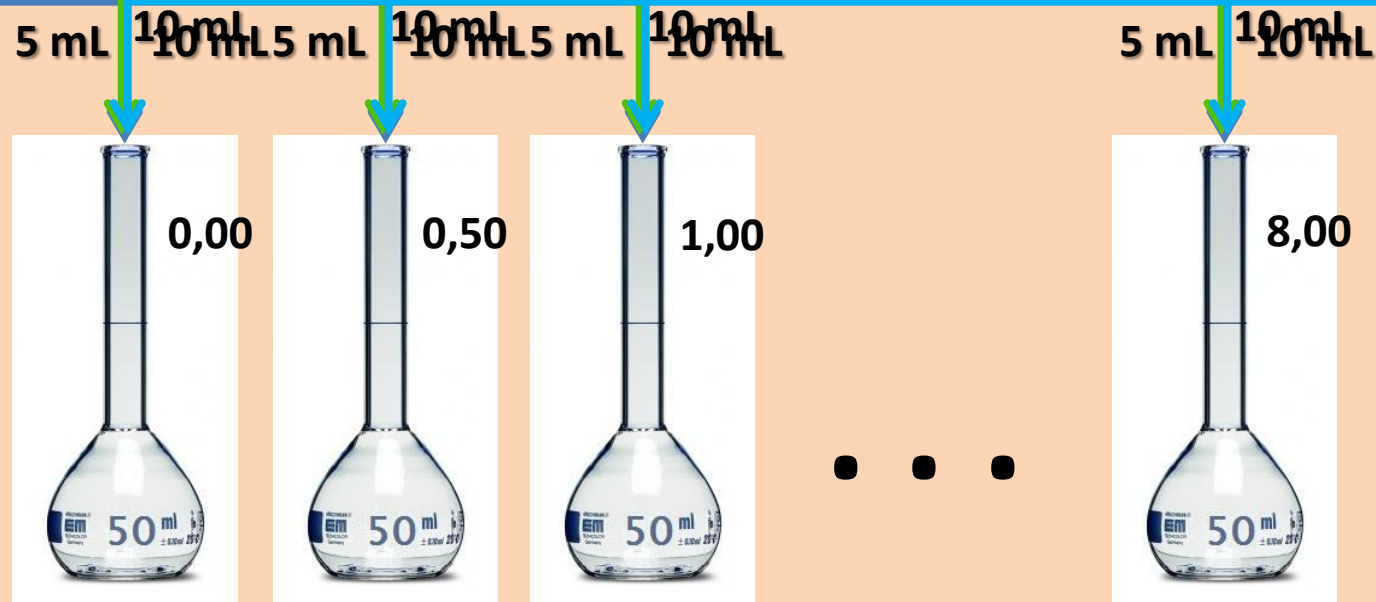
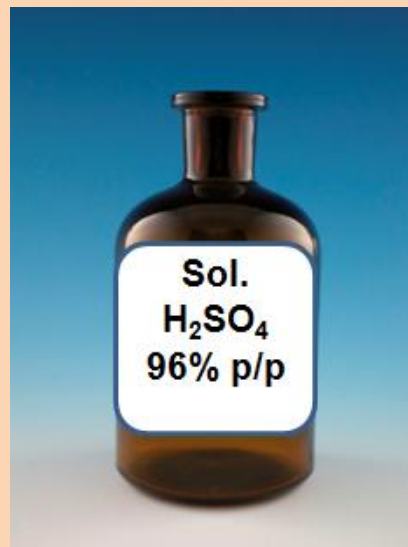


**PATRÓN**  
Sacarosa o Glucosa  
(2,1752 mg C/mL)

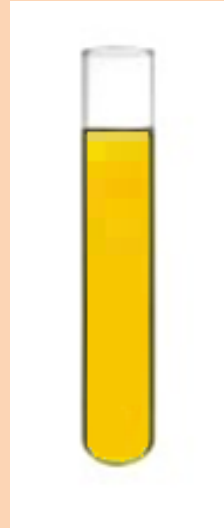
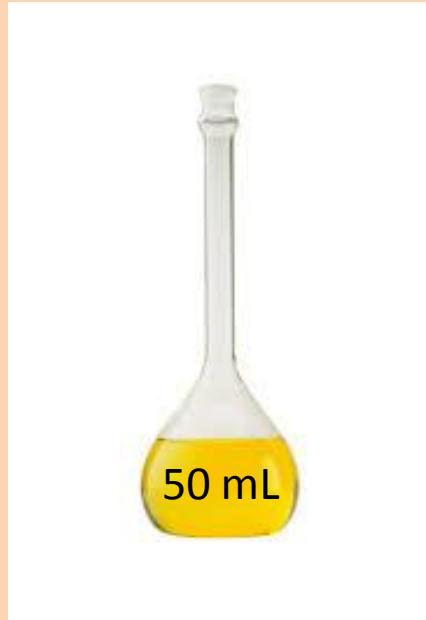
**A L I C U O T A S (mL)**



# CURVA DE CALIBRACIÓN



# CURVA DE CALIBRACIÓN



Medir la absorbancia de cada patrón en un espectrofotómetro UV visible a 590 nm, utilizando como referencia de calibración el patrón 0 mg de C



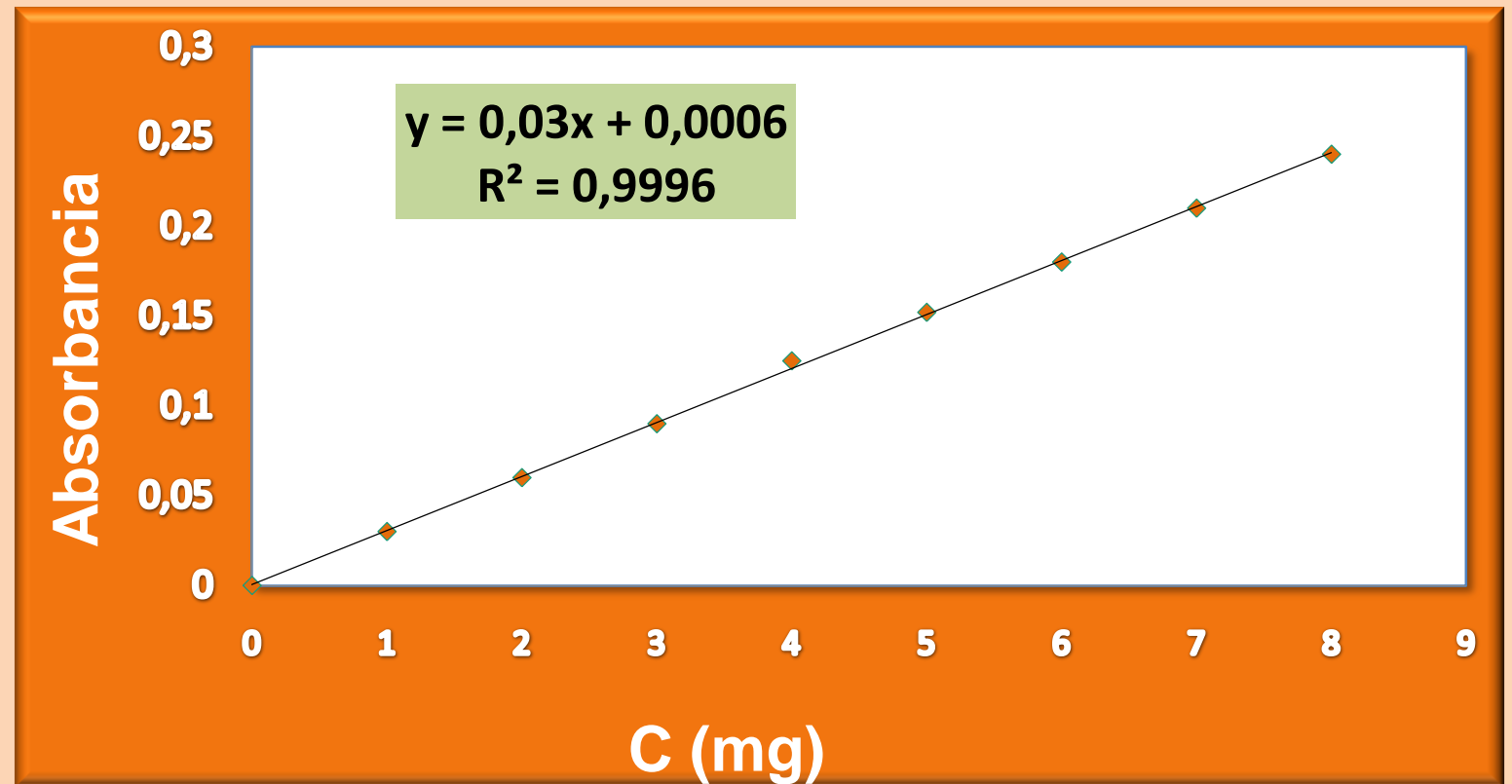
# CURVA DE CALIBRACIÓN

mg de C en los patrones



Patrón	1	2	3	4	5	6	7	8	9
mg C	1,088	2,175	4,351	6,526	8,701	10,877	10,877	13,052	17,402

Elaborar la curva de calibración absorbancia vs mg de C, a partir de las lecturas de los patrones



# MEDICIÓN EN MUESTRAS

Secado de  
muestras



El material debe secarse al  
aire (36 °C – 40 °C)

# MEDICIÓN EN MUESTRAS

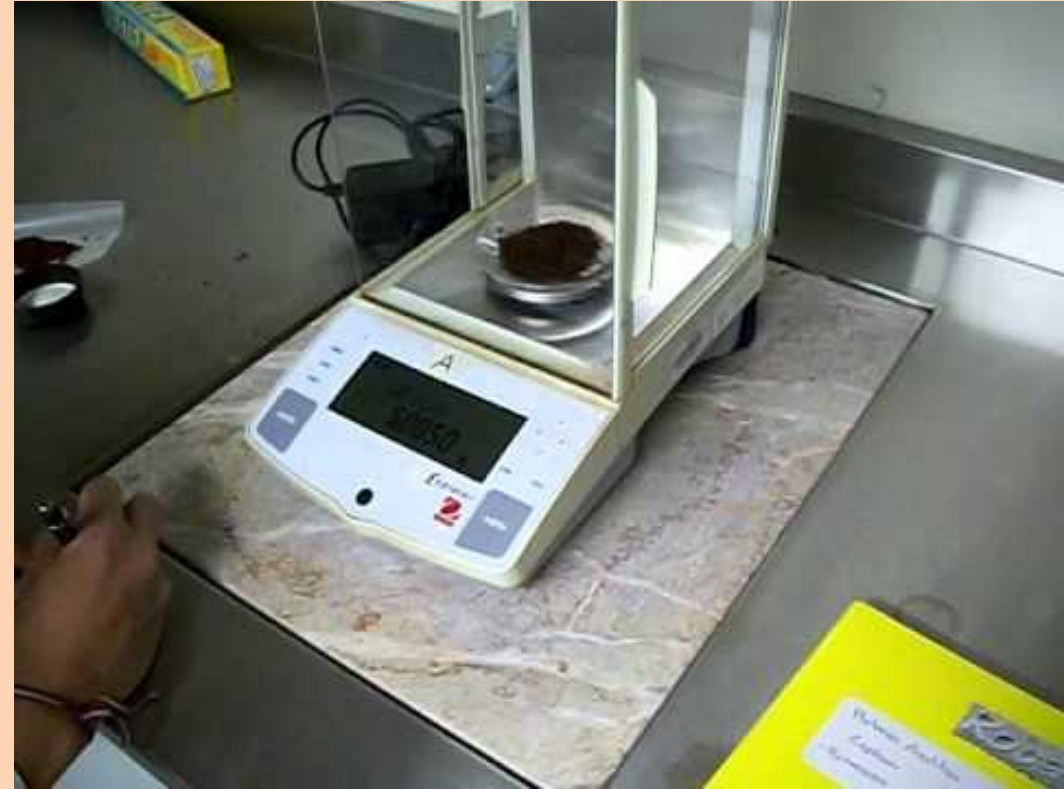
Tamizado de  
muestras



La muestra, previamente secada se pasa por un tamiz de malla 16 mm

# MEDICIÓN EN MUESTRAS

Pesado de  
las muestras



**Pesar** en balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg, **0,5000 g** de la muestra tamizada en un balón aforado de 50 ml. Preparar un blanco simultáneamente.

# MEDICIÓN EN MUESTRAS

1



5 mL



Añadir con dispensador automático 5 ml de solución de **K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 1 N**

Rotar suavemente el balón para mezclar bien antes de añadir el ácido

2



10 mL



Adicionar cuidadosamente con dispensador automático 10 ml de **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** y agitar nuevamente durante 5 a 10 seg.

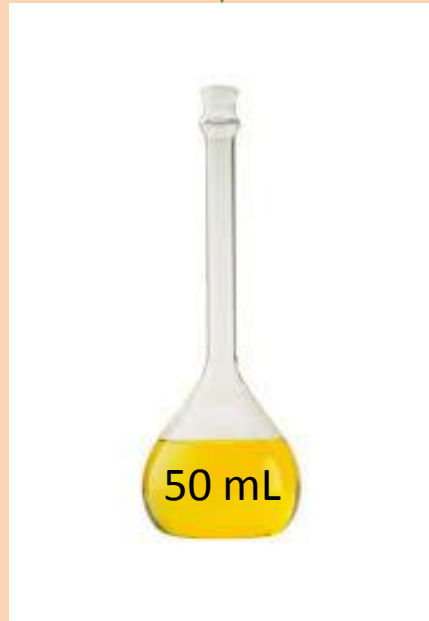


# MEDICIÓN EN MUESTRAS

3



40 a 45 mL



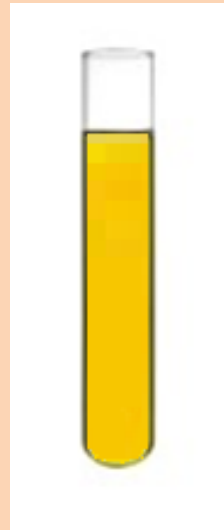
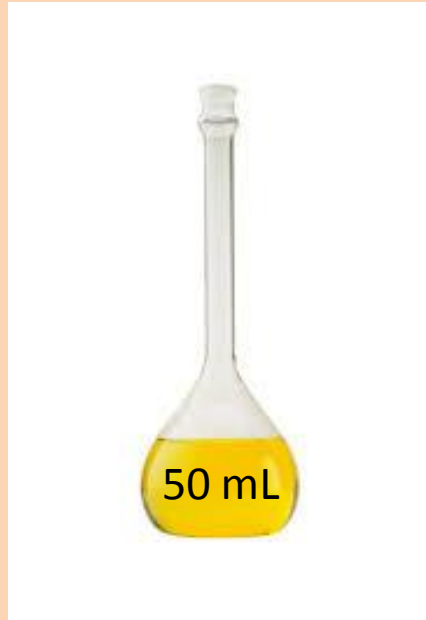
Agregar H<sub>2</sub>O destilada cercano al enrase (40 a 45 ml), en el orden que se agregó el ácido a las muestras. Dejar en reposo de 3 a 4 horas.

4



completar el enrase a 50 ml, mezclar y dejar en reposo durante la noche.

# MEDICIÓN EN MUESTRAS



Al día siguiente, trasvasar el sobrenadante (debe ser transparente) a las celdas colorimétricas y leer en Espectrofotómetro UV a  $\lambda$  de 590 nm.

# CUANTIFICACIÓN

$$\% \text{ CO} = \frac{(\text{Lect.M} - \text{intercepto Curva de calibración}) * 1,3333 * 100}{\text{Pendiente de la Curva de Calibración} * P_m * 1000}$$

$$\% \text{ MO} = \frac{(\text{Lect.M} - \text{intercepto Curva de calibración}) * 1,3333 * 1,724 * 100}{\text{Pendiente de la Curva de Calibración} * P_m * 1000}$$

**Donde:**

**% CO = contenido de carbono orgánico expresado en porcentaje**

**% MO = contenido de materia orgánica en el suelo expresado en porcentaje**

**Lect.M = Lectura de la muestra en absorbancia**

**P<sub>m</sub> = Peso de muestra en g.**

**1,3333 = Factor resultante de la consideración que la oxidación promedio de CO es del 75%**

**1,7240 = Factor de conversión de Van Bemmelen, que considera que la MO del suelo contiene 58% de CO**



## INTERFERENCIAS

Suelos o materiales que contienen grandes cantidades de iones como  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Mn}^{++}$  y  $\text{Fe}^{++}$  resultan aparentemente con mayores cantidades de MO. La interferencia de  $\text{Cl}^-$  se puede eliminar con  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  1,25 % p/v en el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  usado en la digestión de la muestra. Estudios recientes establecen que contenidos de  $\text{Cl}^-$  entre 0 y 500 ppm no interfieren en la determinación del CO.

No existe un procedimiento conocido para compensar las interferencias de  $\text{Mn}^{++}$  y  $\text{Fe}^{++}$ , aunque en muestras secas al aire, deben estar en forma oxidada, no interfiriendo con la medición.

# INTERFERENCIAS

- ✓ **No moler las muestras en mortero de Fe para no introducir material reductor en la forma de Fe metálico.**
- ✓ **La presencia de  $\text{CaCO}_3$  hasta 50 % no causa interferencias**
- ✓ **Los Nitratos interfieren si se encuentran presentes en exceso de 1/20 del CO.**

## REFERENCIAS

Arrieche I.E. y Y. Pacheco. 1998. Determinación de carbono orgánico en muestras de suelo mediante dos procedimientos analíticos. *VENESUELOS* 6 (1-2): 9-13.

Arrieche I., M. Ruíz D., C. E. Carrillo de Cori, M. León R., L. M. Aular, R. Mora, L. Castillo, M. R. Tovar, A. Martínez, T. Díaz, H. Baptista, J. Cruz, A. M. Reverón, C. Silva y N. Alfonzo. 2013. Unificación de criterios para la determinación de la materia orgánica del suelo. Estudio interlaboratorio. *VENESUELOS*, 21 (1): 33-42.

Arrieche Luna, I., M. Ruiz Dager y M. León Rodríguez. 2013. Interferencia de cloruros en la determinación del carbono orgánico en suelos agrícolas. *MULTICIENCIAS* 13 (4): 381-388.

Walkley A. y I. A. Black. 1934. An examination of the Detjareff method for determining soil organic matter and proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Sci.* 37: 29-38.



**POR SU ATENCIÓN .....  
MUCHAS GRACIAS**