



# **Universidad Nacional Autónoma De México**

## **Facultad De Estudios Superiores Cuautitlán**

Estudios para optimizar la oxidación del carbono orgánico del suelo con peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), en comparación con otros métodos.

### **TESIS**

Que para obtener el título de

### **Licenciado en Química Industrial**

Presenta

**Jorge Alejandro Cid Solorio**

Asesor

**Dr. Arturo Aguirre Gómez**

Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 2015.



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES**

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
ASUNTO: VOTO APROBATORIO

**M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN  
PRESENTE**

**ATN: M. EN A. ISMAEL HERNÁNDEZ MAURICIO  
Jefe del Departamento de Exámenes Profesionales  
de la FES Cuautitlán.**



Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

**Estudios para optimizar la oxidación del carbono orgánico del suelo con peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), en comparación con otros métodos.**

Que presenta el pasante: Jorge Alejandro Cid Solorio

Con número de cuenta: 409018118 para obtener el Título de la carrera: Licenciatura de Química Industrial

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

**ATENTAMENTE**

**"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"**

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 17 de Agosto de 2015.

**PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO**

	NOMBRE	FIRMA
<b>PRESIDENTE</b>	Dr. Arturo Aguirre Gómez	
<b>VOCAL</b>	Q. Celia Elena Valencia Islas	
<b>SECRETARIO</b>	Q. Ma. de las Mercedes Montemayor y García	
<b>1er. SUPLENTE</b>	Q.I. Griselda Avila Enríquez	
<b>2do. SUPLENTE</b>	Q.I. Elizabeth Cruz Ruiz	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

*Señor Uno y Trino,  
comunidad preciosa de amor infinito,  
enséñanos a contemplarte  
en la belleza del universo,  
donde todo nos habla de ti.*

***"Nada de este mundo nos resulta indiferente"***

S.S. Francisco, Encíclica Laudato si'

(24 mayo 2015).

## ***Agradecimientos***

A mis padres: Alejandro y Lupita, que me han dado todo y mucho más, quienes han sido y serán mis mejores profesores, al igual que mis hermanos Daniel y Paola, que gracias a ellos me convertí en mejor persona al paso del tiempo; y a quienes nunca podre darles tanto como se lo merecen.

A toda mi familia, que me siempre me brindo todo su apoyo y amor, Gracias por dedicarme esos minutos y horas, los consejos y enseñanzas; que a bien contribuyeron a que hoy sea yo, la persona de la cual se sientan orgullosos.

A mis amigos, con quienes he compartido largas horas que hoy parecen tan pocas. Perdón por ello, gracias por poder contar con ustedes cuando los necesito y convertirse en parte de mi familia.

Profesores, Maestros gracias por brindarme su confianza, su tiempo y su amistad, los consejos dados y observaciones notadas, que han logrado convertir una mente caótica, en una que sea solucionista y capaz de pensar fuera de los límites, incluso de aquellos que nosotros mismos nos colocamos. Gracias en especial a usted Dr. Arturo, por su dirección apoyo y amistad, por compartirme su experiencia y brindarme su conocimiento.

Por último, pero no menos importante agradezco a la Universidad que en estos últimos años me dio todo lo que necesite sin recato, que me brindo una forma diferente de ver la vida y como poder mejorarla, apoyar a quien lo necesite y a dar sin esperar nada a cambio. Que me hace creer en un futuro donde encontremos la inspiración que necesitamos.

<b>RESUMEN</b>	<b>7</b>
<b>ANTECEDENTES</b>	<b>9</b>
<b>1 INTRODUCCIÓN</b>	<b>11</b>
1.1 Objetivos	12
1.2 Hipótesis	12
1.3 Revisión de Literatura	13
1.3.1 Los conceptos de tierra y suelo	13
1.3.1.1 <i>La Tierra: Definición</i>	13
1.3.1.2 <i>El Suelo: Definición</i>	17
1.3.2 La materia orgánica en los suelos	18
1.3.2.1 <i>La clasificación de la materia orgánica en los suelos</i>	20
1.3.2.2 <i>Características del suelo afectadas por la materia orgánica</i>	21
1.3.3 La determinación de la Materia Orgánica	25
1.3.3.1 <i>Pérdida de peso por Ignición (LOI)</i>	25
1.3.3.2 <i>Oxidación con peróxido de hidrógeno y pérdida de peso (OWL)</i>	26
1.3.3.3 <i>Oxidación crómica rápida: Método de Walkley-Black (WB)</i>	26
1.3.3.4 <i>Oxidación crómica del carbono total: Método de Kurmies</i>	27
1.4 Generalidades sobre la propuesta	28
<b>2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b>	<b>29</b>
2.1 Reactivos, Materiales e Instrumentación	29
2.1.1 Reactivos y soluciones	29
2.1.2 Materiales	33
2.1.3 Equipo e Instrumental	34
2.2 Métodos gravimétricos	35
2.2.1 Pérdida de peso por ignición (LOI)	35
2.2.2 Oxidación con H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> y pérdida de peso (OWL)	36
2.3 Métodos vía húmeda	38
2.3.1 Oxidación Crómica	38
2.3.1.1 <i>Método de Walkley-Black (WB)</i>	38
2.3.1.2 <i>Método de Kurmies</i>	40
2.3.2 Oxidación con Peróxido de Hidrógeno	41
2.3.2.1 <i>Método con calentamiento de la reacción H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></i>	42
2.3.2.2 <i>Método con calentamiento en baño maría</i>	42

<b>2.4 Aplicación a Suelos</b>	<b>43</b>
2.4.1 Método con calentamiento de la reacción $H_2O_2/H_2SO_4$	43
2.4.2 Método con calentamiento en baño maría	45
<b>3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>47</b>
<b>3.1 Métodos gravimétricos</b>	<b>47</b>
3.1.1. Pérdida de peso por ignición (LOI)	47
3.1.2 Oxidación con $H_2O_2$ y pérdida de peso (OWL)	51
<b>3.2 Métodos vía húmeda</b>	<b>58</b>
3.2.1 Oxidación Crómica	58
3.2.1.1 <i>Método de Walkley-Black</i>	59
3.2.1.2 <i>Método de Kurmies</i>	62
3.2.2 Oxidación con Peróxido de hidrógeno	64
3.2.2.1 <i>Método con calentamiento de la reacción <math>H_2O_2/H_2SO_4</math></i>	65
3.2.2.2 <i>Método con calentamiento en baño maría</i>	69
<b>3.3 Aplicación de métodos a Suelos</b>	<b>73</b>
3.3.1 Método con calentamiento de la reacción $H_2O_2/H_2SO_4$	73
3.3.2 Método con calentamiento en baño maría	75
<b>3.4 Comparación de métodos: Discusión general</b>	<b>75</b>
3.4.1 Métodos gravimétricos	76
3.4.2. Métodos vía húmeda	77
<b>3.5 Procedimiento recomendado</b>	<b>78</b>
<b>4 CONCLUSIONES</b>	<b>80</b>
<b>REFERENCIAS</b>	<b>81</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>83</b>
I Fórmulas: Humedad del Suelo (W)	83
II Preparación de Estándares Químicos	83
III Preparación de Soluciones	84
IV Calibración Material volumétrico	86
V Hojas de Seguridad	88
V Normas Aplicables	99

## RESUMEN

La evaluación del contenido de la materia orgánica en los suelos es un análisis que se realiza en la mayoría de los laboratorios agroambientales, como un parámetro para determinar la condición de fertilidad de un suelo.

Existe una amplia variedad de procedimientos capaces de determinar la materia orgánica del suelo, uno de ellos, el método de Walkley-Black, si bien no es el único, sí es el de mayor divulgación y aceptación en los laboratorios de análisis de suelos en el mundo (Jackson, 1964; Hesse, 1971; Nelson & Sommers, 1996; Benton, 2001; Houba, 1989; Dijkerman, 1983; Aguilar, 1987; SEMARNAT, 2000; Castellanos, 2000), a pesar de su rapidez, el procedimiento sufre de inconvenientes, como la oxidación incompleta del carbono total, la presencia de algunas interferencias significativas, baja reproducibilidad, entre otras, además de producir gran cantidad y altas concentraciones de residuos potencialmente tóxicos y contaminantes del medio ambiente, como son el Cr(VI), el Cr(III) y el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Si bien existen otros métodos que no presentan las problemáticas inherentes a los métodos de oxidación crómica, como son: los de pérdida de peso por ignición (LOI, del inglés *Loss On Ignition*) que tiende a sobrestimar los valores de materia orgánica (MO) por interferencia de otros componentes del suelo (CaCO<sub>3</sub>, S<sup>-II</sup>, etc.); o los de combustión química con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a baja temperatura (OWL, *Oxidation Weight Loss*), que presentan menos interferencias debidas a los componentes naturales de los suelos, pero subestima los contenidos de MO debido a procesos de oxidación incompleta. Este último método, por ser el más prometedor para los fines deseados, fue seleccionado para continuar con los estudios de optimización y evaluación de interferentes, para lo cual se realizaron variaciones de la temperatura de combustión, la concentración del oxidante, los tiempos de reacción y la cantidad de materia inicial.

En el presente trabajo se exponen los estudios de optimización realizados para alcanzar los objetivos planteados, como son los de: alcanzar niveles de cuantificación de la MO equiparables con los métodos crómicos; establecer una metodología libre de las principales interferencias (CaCO<sub>3</sub>, Cl<sup>-</sup>, etc.) en la medición de la MO del suelo, y; resolver la problemática de generación de grandes cantidades de residuos tóxicos o contaminantes del medio ambiente. Para ello, se propuso el empleo de peróxido de hidrógeno como agente oxidante en dos diferentes técnicas analíticas, una vía húmeda (volumétrica), y otra vía combustión química a baja temperatura (gravimétrica). En el desarrollo de la parte experimental se incluyó el uso de estándares primarios de carbono (sacarosa, oxalato de sodio y biftalato de potasio) y muestras de suelo de referencia con la finalidad

de poder evaluar el desempeño de la metodología propuesta en comparación con otros métodos.

Los resultados obtenidos fueron poco satisfactorios para los procedimientos volumétricos vía húmeda, ya que la oxidación de los estándares primarios de oxalato y biftalato fue incompleta o nula con respecto a los métodos crómicos. Sin embargo, la oxidación vía combustión química a baja temperatura de dichos estándares fue superior a la determinación vía húmeda y comparable con la obtenida vía los métodos crómicos.

La combustión química a baja temperatura optimizada fue aplicada a cinco muestras de suelo de referencia, encontrándose una semejanza superior al 95% con respecto a los valores reportados de materia orgánica para estos suelos.

## ANTECEDENTES

El presente trabajo surge de la necesidad de generar un método para la determinación de materia orgánica (MO), que sea sostenible con el medio ambiente, debido a que muchos procedimientos utilizan reactivos tóxicos y/o generan una serie de residuos contaminantes en altas concentraciones y cantidades, haciéndolos de difícil manejo y disposición, como en el caso de la determinación de materia orgánica vía húmeda en suelos, que se realiza mediante la oxidación crómica en medio ácido, la cual genera residuos de Cr (VI), Cr (III) y  $H_2SO_4$  en altas concentraciones y cantidades.

Los métodos basados en la oxidación crómica, son ampliamente usados en la mayoría de laboratorios de análisis de suelos en el mundo (Jackson, 1964; Hesse, 1971; Nelson & Sommers, 1996; Benton, 2001; Houba, 1989; Aguilar, 1987; SEMARNAT, 2000; Castellanos, 2000). Sin embargo, esta determinación presenta además de los inconvenientes arriba descritos, algunas interferencias por la presencia de cantidades variables de otras sustancias reductoras, como son los cloruros ( $Cl^-$ ), los sulfuros ( $S^{II}$ ) y los iones de ( $Fe^{2+}$ ), entre otros, mismos que contribuyen a incrementar los valores de la así llamada Demanda Química de Oxígeno, interfiriendo con la determinación del carbono oxidable ( $C_{ox}$ ) de los suelos. Asimismo, estos métodos producen en muchas ocasiones oxidaciones incompletas, además de la formación de intermediarios de reacción inconvenientes como el cloruro de cromilo,  $CrO_2Cl_2$  (Aguirre, 2001), formado por las altas temperaturas generadas de la reacción del  $H_2SO_4$  y el  $H_2O$  con los compuestos de cromo que permite la interferencia positiva de los cloruros. Algunos procedimientos han resuelto parcialmente estos problemas (Walkley-Black, 1934; Jackson, 1956; Aguirre 2001) mediante el uso de agentes complejantes (Hg, Ag), control de temperatura y/o variaciones en el manejo de tiempos de digestión, en los tipos, cantidades y concentraciones de diversos oxidantes ( $KIO_3/H^+$ ,  $KMnO_4/H^+$ ,  $H_2O_2/H^+$ ), y en la cantidad usada de ácido sulfúrico, entre otras (Aguirre, 2001).

Con base en lo anterior, se planteó llevar a cabo un estudio que intentará resolver esta problemática y permitiera optimizar la determinación de  $C_{ox}$ , con la idea de hacerla más simple, libre de interferencias y sin la generación de residuos contaminantes. De inicio se eligió experimentar con el peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ), tanto por vía húmeda (digestión-titulación), como por métodos gravimétricos (adición-combustión), dado que posee ciertas ventajas con respecto a otros oxidantes, como la de ser un oxidante más fuerte; ser un reactivo que no genera residuos tóxicos tras su uso y; ser un reactivo que no introduce interferentes al medio de reacción. Sin embargo el uso del  $H_2O_2$  presenta aun algunas problemáticas a vencer, motivo central de nuestro estudio, como son: su

inestabilidad química en vía húmeda a altas temperaturas de digestión, lo cual podría comprometer su eficacia en cuanto a la oxidación completa del carbono orgánico de los suelos y su inestabilidad fisicoquímica en los procedimientos de valoración con agentes reductores, entre otros.

# 1 INTRODUCCIÓN

En general, la determinación del carbono orgánico ( $C_{org}$ ) de los suelos presente en las diferentes fracciones de la Materia Orgánica (MO) se realiza por un método muy recurrido en la mayoría de los laboratorios del mundo, implementado inicialmente por Walkley-Black (Walkley & Black, 1934). Este método, utilizado como procedimiento común de medición, ha sido ligeramente modificado y publicado en la norma oficial mexicana NOM-021-SEMARNAT (SEMARNAT, 2001) como un método de referencia nacional, aun cuando este procedimiento presenta incertidumbres significativas respecto a la oxidación del carbono oxidable contenido en la MO, debidas a la presencia de iones de  $Cl^-$  y  $Fe^{2+}$ , así como moléculas de  $S^{II}$ , tal y como lo reportan Aguilar (1987), Castellanos (2000), Aguirre (2001) y Douglas (2010).

Además de lo mencionado, la generación de residuos ácidos de Cr (VI) y Cr (III) por parte de los métodos de oxidación crómica, en uso para determinar el carbono orgánico de los suelos, promueven el evitar la utilización de estos métodos de digestión vía húmeda, ya que actualmente, el medio ambiente es una de las preocupaciones más importantes en diversos ámbitos de la ciencia.

Otros métodos alternativos, dentro de los que se encuentra la combustión en seco del carbono oxidable ( $C_{ox}$ ), aunque resuelven la problemática tanto de la generación de excesivas cantidades de agentes contaminantes como el Cr, como de la generación de residuos de ácido sulfúrico en altas concentraciones, presentan problemáticas diferentes. A modo de ejemplo, en la determinación del  $C_{ox}$  por combustión en seco, donde se mide la pérdida de peso por ignición, LOI (del inglés Loss on Ignition; Davies, 1974), aunque no se generan directamente residuos químicos de riesgo, consume grandes cantidades de energía eléctrica, y es propenso a una serie de interferencias ( $CaCO_3$ ,  $NaCl$ , etc., los cuales son comunes en algunos suelos) que hacen que el método sufra de importantes desventajas (Konen *et. al.*, 2002; DeLapp & LeBoeuf, 2004; Bellamy *et. al.*, 2005).

En busca de una propuesta ecológicamente más amigable, se hizo una revisión de la literatura para investigar a otros oxidantes fuertes que resultaran inocuos, una vez concluido el procedimiento práctico. Un oxidante prometedor es el peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ), ya que es un agente oxidante fuerte que ha mostrado ciertas capacidades para este uso, pero que no sufrió procesos de optimización adecuados en el pasado (Robinson, 1927; Jackson, 1956), por lo que bien manejado, es muy factible que evite las sobreestimaciones de los contenidos  $C_{ox}$ . Además, en caso de generarse residuos tras la determinación, estos serían inocuos, y por ende, amigables con el ambiente, dado que los residuos del agente oxidante, serían agua y oxígeno.

## 1.1 Objetivos

- 1 Elaborar una propuesta metodológica para la cuantificación de la materia orgánica en suelos, libre de las principales interferencias, cuyos niveles de cuantitatividad sean comparables con otras metodologías ya establecidas, y sus residuos sean de fácil manejo, y se generen en la menor cantidad producida y sean inocuos para el medio ambiente.
- 2 Llevar a cabo estudios comparativos con otros métodos de uso común con la finalidad de encontrar las condiciones óptimas que permitan establecer los parámetros de digestión pertinentes, de tiempos de reacción, de concentración de ácido, etc., que optimicen el método propuesto.
- 3 Evaluar con estándares químicos y con muestras de suelo de referencia, el desempeño del método propuesto, en contraste con los resultados obtenidos mediante la aplicación de otros métodos alternos utilizados por laboratorios, tanto nacional como internacionalmente, para la cuantificación de materia orgánica.

## 1.2 Hipótesis

*Si el peróxido de hidrógeno es capaz de oxidar el carbono orgánico de los suelos a baja temperatura y a tiempos relativamente cortos, en forma cuantitativa y reproducible, así como sin interferencias y libre de residuos tóxicos, entonces es posible obtener un procedimiento equiparable con otros métodos, útil y aplicable en los laboratorios de análisis rutinarios.*

## 1.3 Revisión de Literatura

En este capítulo se presenta la revisión de la literatura al respecto del trabajo experimental de la tesis, la cual se dividió en tres secciones: en la primera de ellas, se trataron los conceptos básicos de suelo y tierra, donde se describen de manera general las definiciones de los términos y su importancia; en la segunda sección, se delimita el concepto de materia orgánica, su definición, su clasificación e importancia en el suelo; por último se presentan los principales procedimientos utilizados para realizar la determinación de la materia orgánica en suelos.

### 1.3.1 Los conceptos de tierra y suelo

El uso impreciso entre los conceptos suelo y tierra, así como la amplia y diversa literatura, no especializada, causa que los conceptos parezcan similares y se genere la confusión de los términos. Para ello en las siguientes dos secciones se encuentran de manera precisa la definición de suelo y tierra; así como los conceptos de “calidad”, “uso” y “utilización de la tierra” que son empleados al realizar la así llamada “evaluación de tierras”, en función de sus propiedades, características y atributos.

#### 1.3.1.1 La Tierra: Definición

La tierra en términos generales se puede definir como el entorno del que se compone un determinado sitio o ecosistema, en el que convergen la hidrología, la vegetación y el ambiente físico en general, el cual incluye al clima, el relieve, el suelo, las construcciones y los caminos, entre otros. En la medida en que éstos influyen en el medio físico, se determina la utilización (agrícola, recreacional, de conservación, etc.) que se le da a la “tierra”. El así llamado “tipo de utilización de la tierra” considera los efectos causados por la actividad humana pasada y presente, sin incluir las características sociales, económicas o políticas que se dan en el contexto socioeconómico (FAO, 1976).

Existen conceptos que son reconocidos y aceptados de manera general, que han sido cuidadosamente definidos para evitar confusiones, tal es el caso del concepto de tierra el cual se publicó en *A framework for land evaluation; FAO, 1976*. El cual se retomó en la *Convención de las Naciones Unidas de lucha contra la Desertificación; UNCCD, 1994* como: “Tierra debe entenderse como el área específica de la corteza terrestre que cuenta con características particulares de atmósfera, suelo, geología, hidrología y biología; y en la que se aprecian los resultados de la actividad humana pasada y las interacciones entre todos estos elementos”.

De acuerdo con el concepto anterior, la tierra tiene atributos, características, propiedades y calidades; las cuales se pueden definir de la siguiente manera:

- Un atributo, es un término amplio y neutral para un aspecto simple o complejo de la tierra;
- Una característica es un atributo fácil de percibir y que sirve como elemento para distinguir los diferentes tipos de tierras, que puede o no tener un significado práctico (por ejemplo el color, la textura o espesor de un horizonte son características que no dan una información directa sobre la calidad de la tierra);
- Una propiedad es un atributo que da algún detalle de la información sobre el valor del tipo de la tierra;
- Una calidad es un atributo complejo de la tierra que actúa en forma distinta de las acciones de otras calidades de la tierra en su influencia sobre la capacidad de la misma para una clase específica de uso.

Definidas como tales; las calidades de uso de la tierra no son valores absolutos, sino deben ser evaluados en relación a las funciones de la tierra y al uso específico que se pretenda hacer de ella.

Por ejemplo, la fertilidad del suelo para la agricultura, es la capacidad que tiene un suelo de sostener la nutrición de un cultivo para su crecimiento, así como de proveer de nutrientes esenciales a los cultivos, brindando condiciones estructurales adecuadas vinculadas con los procesos biológicos relacionados con sus organismos. Así, la fertilidad se evalúa mediante la valoración de diferentes características de la tierra (pH, materia orgánica, retención de humedad, infiltración, etc.), capaces de determinar la aptitud de la tierra para la utilización deseada.

Las diferentes cualidades que se adscriben a la calidad de la tierra son útiles para cuando se requiere realizar comparaciones de uso y utilización de un tipo de tierra con otra. Esta calidad de la tierra, se expresa en forma negativa o positiva, dependiendo del atributo del que se trate, en relación con el uso previsto o propuesto (FAO, 1976).

Por ejemplo; al evaluar una tierra con un alto grado de variación en el suelo y en las condiciones del terreno, en cortas distancias, puede tener una calidad positiva respecto a la biodiversidad, pero presentar inconvenientes en cuanto a la producción mecanizada a gran escala. Asimismo, puede tener menos limitaciones para la diversificación de la producción por los pequeños productores. (FAO, 2001)

Así, la *evaluación de la tierra* es definida entonces como el proceso de apreciación de su comportamiento cuando la misma se destina a fines específicos, que involucra el

desarrollo e interpretación de mediciones y a los estudios de la tierra, del suelo, de la vegetación, del clima, y de otras propiedades que puedan comparar sus usos y utilizaciones, con el objetivo de hacer un uso sostenible de acuerdo con la calidad que posee. Como se muestra en la Figura 1 el proceso para evaluar una tierra es amplio, parte desde el análisis de las características hasta la determinación de la calidad.

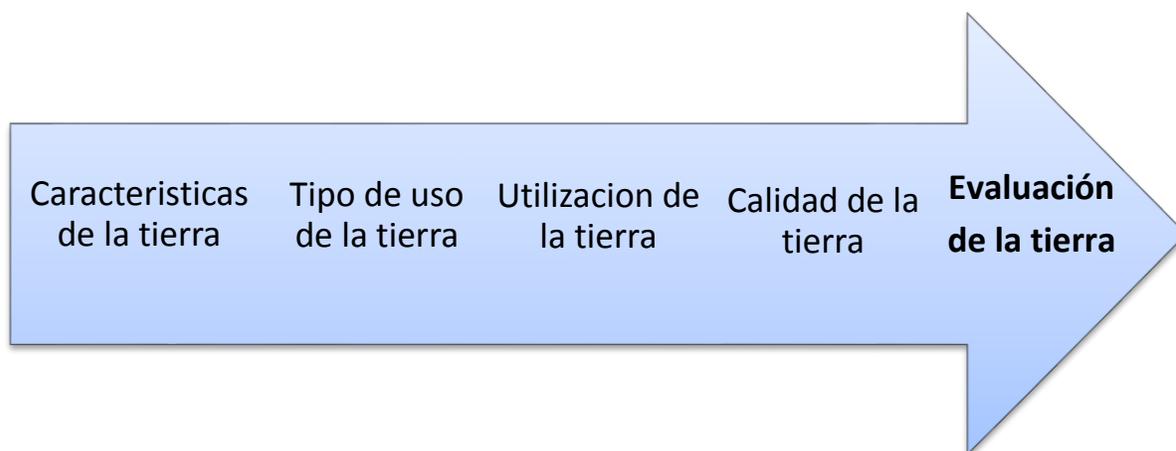


Figura 1 Serie de pasos para la evaluación de tierras

El fin último de una evaluación es poder dictaminar una correcta utilización de la tierra para cualquier uso que sea conveniente, para lo cual es necesario seguir una serie de pasos que busquen la sustentabilidad del uso de la misma, aplicada a una utilización adecuada, esto hace posible que el desarrollo de la actividad humana tenga impactos mínimos.

El así llamado "uso de la tierra" es una clasificación que considera a las características y a la calidad de la tierra (Figura 2). La "utilización de la tierra", se define como un tipo de uso de la tierra descriptivo o definido en un nivel más alto de detalle, que aquel de un tipo mayor de uso (*e.g.*, la agricultura de secano o la forestal), como una abstracción del sistema actual de uso de tierras, el cual puede ser simple, compuesto o múltiple.

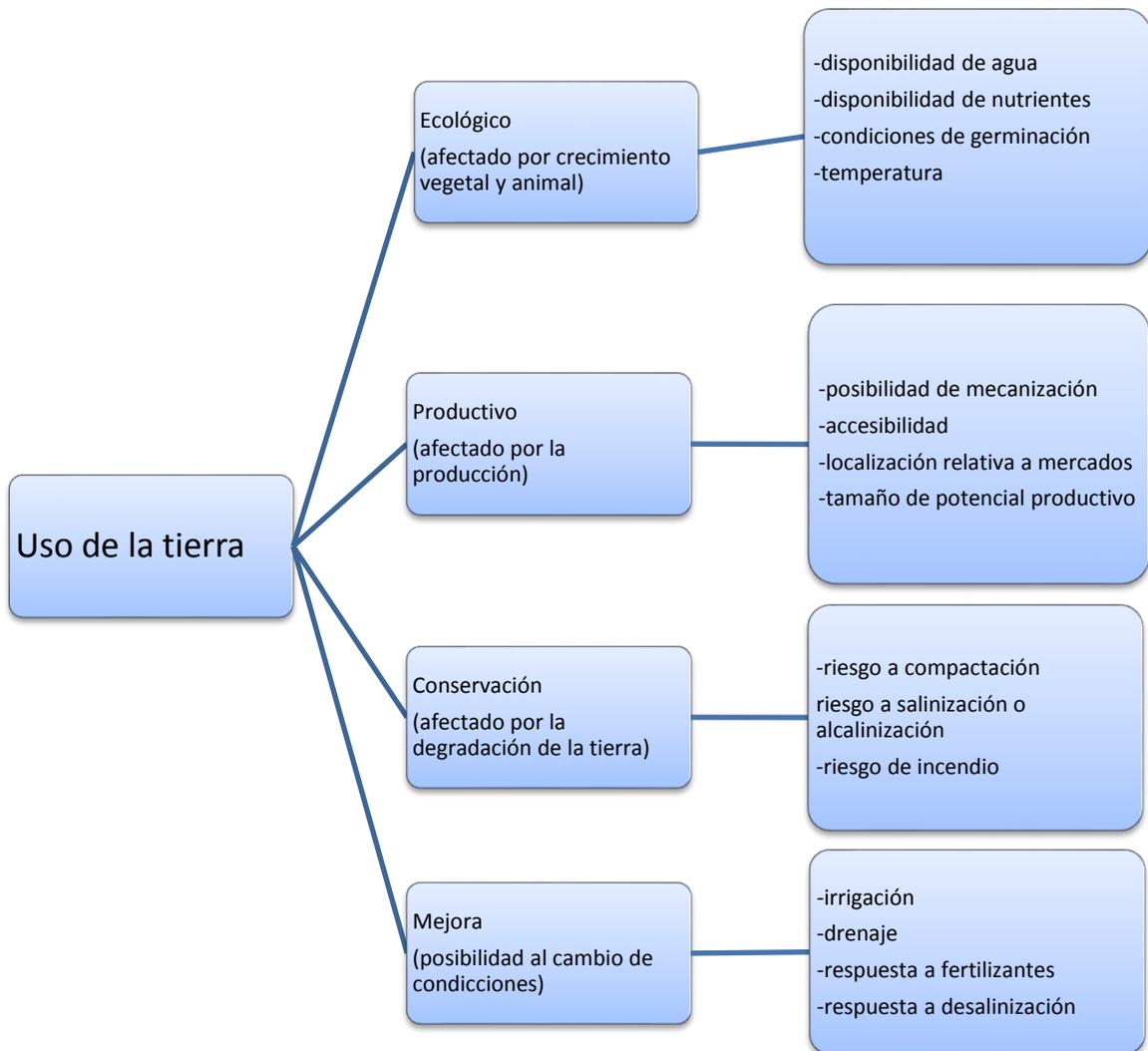


Figura 2 ejemplos de las cuatro principales utilizaciones de la tierra con respecto a la evaluación de las principales características de la tierra (Dijkerman, 1983)

Algunos ejemplos de las principales utilizaciones de la tierra para diferentes tipos de uso de la tierra se muestran en la Tabla 1, de acuerdo con la clasificación de la FAO (1976).

Tabla 1 Utilizaciones más comunes acorde con los tipos de uso de la tierra (conversación con Aguirre, 2015)

Tipo de uso de la tierra	Utilizaciones de la tierra
<b>Agricultura</b>	Agricultura de temporal
	Agricultura de riego
	Pastoreo
	Bosque de plantación
<b>Recreación</b>	Parque Nacional
	Parque Público
<b>Bosque y Conservación</b>	Bosque Natural
	Reserva de la biosfera
	Reserva de la Vida Salvaje
<b>Rural- Urbano</b>	Habitacional
	Comercial
	Ingeniería Civil
<b>Industrial</b>	Industria Extractiva
	Puerto Industrial
	Industrial

### 1.3.1.2 El Suelo: Definición

En forma simple, el suelo se define como el material mineral disgregado que yace sobre la corteza terrestre, que da soporte físico y nutricional a las plantas, y que se produce de materiales parentales no consolidados, de propiedades distintas al material rocoso subyacente, y como resultado de la acción de los organismos vivos, del tiempo, del clima y de la topografía (Duhaufour, 1975; Stevenson, 1983).



Figura 3 Ejemplificación de corte vertical de los horizontes de un suelo (ref. *licencia creative commons*)

Los suelos constituyen uno de los recursos naturales que se caracterizan por su gran heterogeneidad, lo que les posibilita para cumplir con una diversidad de funciones vitales como, servir de soporte de la biodiversidad, y ser regulador de los ecosistemas y de la vida humana. Los suelos cuentan con una colección de horizontes o capas, diferentes entre sí, que son fácilmente reconocibles, ya que posibilitan el filtrado del agua, su recarga, el crecimiento vegetal y el desarrollo de la micro- y meso-fauna, entre otros (ver Figura 3)

Existen múltiples factores del suelo que desempeñan un papel muy importante sobre la génesis, la mecánica, la capacidad hídrica, la erosión, la fertilidad y el ciclo de nutrientes, la productividad, el pH, y el intercambio iónico del suelo, entre otros, y que conjuntados en una ecuación, Jenny los definió como factores formadores del suelo (Stevenson, 1981):

$$\text{Suelo} = f(\text{tiempo}, \text{clima}, \text{vegetación}, \text{material parental}, \text{topografía}, \dots)$$

Esta ecuación, es una herramienta útil que ayuda a comprender los procesos naturales que conducen al desarrollo del suelo. Así, el *material parental* y la *topografía* determinan no solo la textura de los suelos, sino también la fijación de las sustancias húmicas, la formación de complejos órgano-minerales, y el cómo son asimilados los efectos del ambiente, donde al *clima* se le considera el factor que más impacta en la formación del suelo debido a que determina la temperatura, la humedad y la *vegetación*, que a su vez promueven el crecimiento micro y macro biológico, y la preservación de la materia orgánica. Todos estos factores que modifican y alteran los suelos de una u otra manera se ven severamente influenciados por el factor *tiempo*.

### 1.3.2 La materia orgánica en los suelos

El concepto de materia orgánica, a grandes rasgos, se puede expresar como “todos los compuestos de origen animal y vegetal del suelo, así como los productos de su descomposición”, estos últimos son la base de diversos ciclos biológicos, por ejemplo: el del carbono (C) que se recircula a la atmósfera como CO<sub>2</sub>, como se ilustra en la Figura 4; o el del nitrógeno (N), que es aprovechado por las plantas como NH<sub>4</sub><sup>+</sup> o NO<sub>3</sub><sup>-</sup> para su crecimiento.

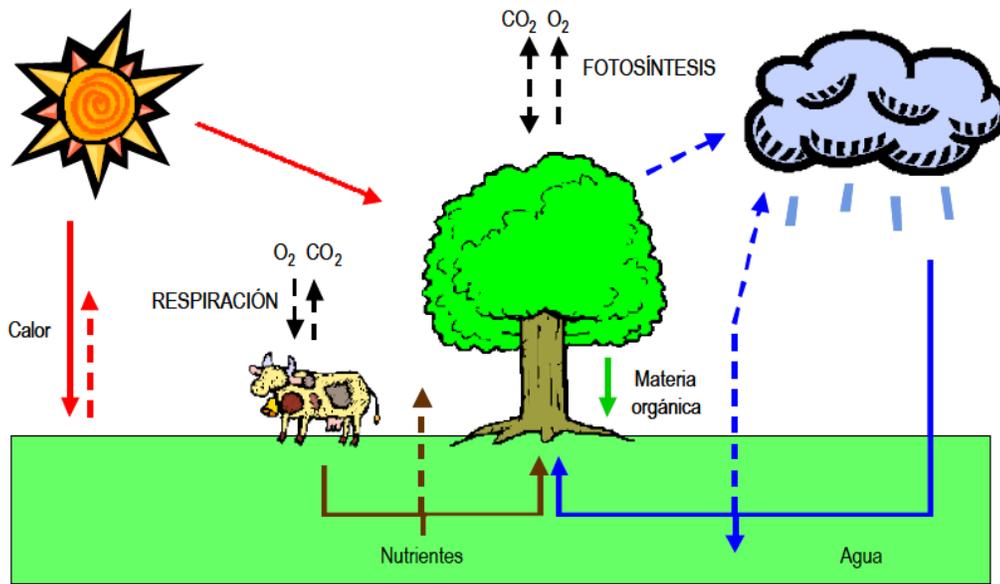


Figura 4 Ciclo del carbono (Jordán, 2005).

Los productos de descomposición comparten una base química similar, la cual se refiere al grupo de seis bioelementos químicos que se encuentran con abundancia en los seres vivos, estos tienen el acrónimo de CHONSP, Carbono, Hidrógeno, Oxígeno, Nitrógeno, Azufre y Fósforo. Estos elementos poseen la capacidad de generar moléculas que tienen actividad biológica en los seres vivos, y a las cuales se les denominan biomoléculas.

Las biomoléculas poseen a su vez la capacidad de ser simples como: el metano (CH<sub>4</sub>), el ácido fórmico (HCOOH), la glucosa (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>), el etanol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O), etc., y son unidades compactas que se pueden repetir y distribuir con gran complejidad para formar series de diferentes características como son: las cadenas proteicas, con pesos moleculares de millones de gramos-mol (Daltons); o los polímeros, como la celulosa, que pasan del nivel molecular al visible, por ejemplo.

Dentro de los productos de descomposición del suelo se encuentran los bioelementos en forma de biomoléculas, en general conformando la materia orgánica de los suelos con contenidos que varían según el tipo de suelo, en un rango que va desde un 1% en suelos arenosos, hasta un 16% en suelos de marisma.

### ***1.3.2.1 La clasificación de la materia orgánica en los suelos***

La materia orgánica puede clasificarse, según Jordan (2005), en función de la etapa de transformación sufrida por acción de los factores formadores del suelo en:

#### **A. Organismos vivos**

Organismos y seres vivos que influyen sobre las propiedades, básicamente raíces y microorganismos.

#### **B. La materia orgánica muerta**

La materia orgánica inanimada que contribuye directamente a las propiedades del suelo.

##### **1) Materia orgánica fresca**

Restos materiales de seres vivos que están en proceso de descomposición y que son reconocibles.

###### **a) Residuos de plantas**

###### **b) Restos de animales**

##### **2) Materia orgánica transformada**

La materia orgánica transformada: productos de la descomposición avanzada de los restos materiales de los seres vivos.

###### **a) Sustancias no húmicas**

Las sustancias no húmicas; son aquellas moléculas que son estables en su degradación como son los compuestos hidrocarbonados, nitrogenados e intermedios

###### **i. Compuestos hidrocarbonados**

Los compuestos hidrocarbonados son moléculas como los azúcares, almidones, celulosas, ligninas, grasas, resinas, taninos, etc.

###### **ii. Compuestos nitrogenados**

Los compuestos nitrogenados son los que contienen nitrógeno, generalmente en forma amoniacal como aminoácidos, proteínas, péptidos, amino-azúcares, etc.

###### **iii. Compuestos intermedios**

Los componentes intermedios son el resultado de la degradación de los tejidos, pero sin llegar a unidades básicas, como polímeros degradados, ácidos carboxílicos, grupos aromáticos, en general son los productos de transformación lenta

###### **b) Sustancias húmicas**

Las sustancias húmicas son moléculas resultantes de las transformaciones bioquímicas de los compuestos intermedios pero que no llegan a una degradación total. Estas sustancias son exclusivas del suelo y no están presentes nunca en los seres vivos, que son llamados humus, ácidos húmicos y fúlvicos. También nombrados "productos residuales"

La materia orgánica transformada comprende dos grupos de sustancias: las húmicas y las no húmicas; donde las primeras se refieren a las moléculas que otorgan propiedades al suelo, como son: el color, la retención del agua, la combinación con arcillas minerales, la regulación del pH, el intercambio iónico, la mineralización y la combinación con moléculas inorgánicas. Las substancia no húmicas, consisten de moléculas estables o de lenta

degradación, como son: las ligninas, las ceras, las resinas, los aceites, entre otras. En la Figura 5 se observa esta clasificación de la materia orgánica.



Figura 5 Clasificación de la materia orgánica (Jordan, 2005)

### ***1.3.2.2 Características del suelo afectadas por la materia orgánica***

Al ser el suelo una mezcla de materiales diversos, estos le confieren características variadas que impactan en su física, su química y su biología, haya la presencia o ausencia de alguno de estos materiales, provocará que se altere drásticamente su comportamiento, convirtiendo al suelo en más o menos apto para desarrollar una utilización.

Las características de la tierra (del inglés *land characteristics*) son los atributos simples o compuestos de un sitio (un ecosistema), que pueden ser medidos o estimados y se refieren a los aspectos del suelo, la atmósfera y la hidrósfera (FAO, 1976; Dijkerman, 1983), de acuerdo con lo anterior se presenta a continuación una clasificación de las características físicas, químicas y biológicas del suelo que son afectadas por la materia orgánica, haciendo mención de la importancia y el efecto producido.

## *Características físicas*

Algunas características del suelo que son clasificadas como físicas son: *color, retención de humedad, calor específico, etc.* y surten efecto de manera directa en las condiciones físicas del suelo, sobre todo en su estructura.

El deterioro de la estructura del suelo cuando es acompañada por una intensa labranza, resulta en general en la pérdida severa de los suministros de humus, lo que hace que los suelos tiendan a volverse duros, compactos y formen terrones. Al contrario, cuando el nivel de humus es adecuado, la preparación de semilleros y las actividades de labranza son en general fáciles y muy efectivas.

La aeración, la retención de humedad y la permeabilidad de los suelos, son favorablemente afectadas por la presencia de humus, y la frecuente adición de residuos de fácil degradación conduce a la obtención de compuestos orgánicos complejos (e.g., los polisacáridos) que conglomeran a las partículas de suelo dispersas formando “agregados”.

A continuación se señalan algunas de las características físicas, en donde se menciona el efecto causado por la materia orgánica:

### *Textura*

La textura es la proporción relativa de arcilla, limo y arena que tiene un suelo, y que le confiere consistencia de la parte mineral, la cual se modifica cuando entra en contacto la materia orgánica.

### *Estructura*

La estructura de los suelos se debe a la cementación de las partículas dispersas en unidades geométricas llamadas agregados, esto permite el intercambio de gases y la permeabilidad del suelo.

### *Color*

En general el color oscuro de los suelos se adscribe a la presencia de la materia orgánica, lo que promueve el calentamiento del suelo, y que con la humedad permite conservar de manera constante su temperatura.

### *Retención de humedad*

La retención de humedad es una característica del suelo, en donde las sustancias húmicas presentes se pueden hidratar hasta en una proporción de 20 veces su peso en agua, lo que retiene la humedad para que las plantas las puedan aprovechar.

## *Características químicas*

La importancia de la materia orgánica en el aspecto químico es debido a sus características como *la floculación, el intercambio catiónico, la regulación del pH, la liberación de nutrientes y su absorción, entre otras, mismas que* destacan debido al impacto que tienen sobre la fertilidad y el amortiguamiento del impacto de la actividad humana con respecto a la contaminación.

La materia orgánica ayuda tanto de manera directa como indirecta a la disponibilidad de nutrientes para el crecimiento de las plantas, lo que sirve como una fuente de nitrógeno, fósforo, azufre y potasio, provenientes de la mineralización por micro-organismos, de los residuos materiales del suelo. La influencia de la materia orgánica en los suministros de nutrientes desde otras fuentes es amplia, por ejemplo; la materia orgánica es requerida como una fuente de energía para la bacterias fijadoras de nitrógeno, en consecuencia una cantidad de nitrógeno molecular ( $N_2$ ) de la atmósfera puede ser fijado para hacerlo disponible para las plantas.

Un factor que es necesario tomar en consideración para la evaluación del humus como suministro de energía, es el registro histórico (huella de carbono), es decir, el registro de desde cuándo el suelo fue utilizado por primera vez para agricultura y sus posteriores siembras; en donde se observa cómo el contenido de humus generalmente declina, y en un periodo de 10 a 30 años consigue un equilibrio. Este equilibrio entre nutrientes liberados y la actividad microbiológica, puede ser compensado por la incorporación de cantidades similares de humus recientemente formado.

La disponibilidad de fósforo en los suelos es limitada, debido a las reacciones de fijación que convierten al mono-fosfato ( $H_2PO_4^-$ ) en varias formas insolubles, predominantemente en fosfatos de calcio que se forman en los suelos ácidos. Sin embargo en condiciones neutras o ligeramente ácidas la adsorción de las arcillas minerales puede afectar la disponibilidad. Al igual que la disponibilidad de muchos micronutrientes, afectados por las reacciones de precipitación, un ejemplo típico de esto es la baja disponibilidad de Fe y Mn en suelos calcáreos, donde ocurren reacciones de complejacion de manera natural.

### *Regulación del pH*

La materia orgánica tiene la capacidad de mantener al suelo a pH constante debido a que las moléculas orgánicas interactúan con la acidez y la alcalinidad, y hacen disponibles los nutrientes para su absorción por las plantas, reteniendo contaminantes y degradándolos en ocasiones con la ayuda de la actividad biológica (Stevenson, 1981; Castellanos, 2000).

### *Capacidad de intercambio catiónico*

De acuerdo al glosario de términos de la ciencia del suelo, la capacidad de intercambio catiónico es la suma total de cationes intercambiables que un suelo orgánico puede absorber y se debe a las sustancias húmicas coloidales y a la acidez total de las fracciones aisladas del humus, en donde la materia orgánica incrementa la capacidad natural del suelo en una proporción del 20 al 70%. Las sustancias húmicas poseen carga eléctrica con lo cual al someter a un lavado el suelo, los cationes pueden quedar inmovilizados por el intercambio catiónico, posibilitando la formación de complejos estables con  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  y otros cationes polivalentes, para generar nutrientes aprovechables para la vegetación (Stevenson, 1981).

### *Características biológicas*

El aspecto biológico de la materia orgánica en el suelo es de gran importancia, ya que considera el cómo los micro-organismos presentan su actividad biológica al utilizar la materia orgánica como *fuerza de energía, nutrición y desarrollo biológico*; por ejemplo la aparición de algunas bacterias, actinomicetos y hongos del suelo son relativas al contenido de humus en donde realizan *la mineralización*, que es la descomposición de la materia orgánica, preferentemente en  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , y  $\text{SO}_4^{2-}$ , entre otras formas, lo que hace que estén disponibles como nutrientes para el crecimiento de las plantas (Stevenson, 1981).

El papel de la fauna del suelo no está completamente definido porque no se conocen con exactitud las funciones que desempeñan los organismos (Stevenson, 1981), no obstante, se ha observado el cómo las lombrices cumplen un importante trabajo para la generación de un buen suelo, ya que producen una buena estructura, debido a que construyen extensos túneles que no solo sirven para moverse por el suelo, sino que promueven la aeración y el drenaje, además de degradar la materia orgánica.

### 1.3.3 La determinación de la Materia Orgánica

La determinación de la materia orgánica se puede realizar por varios métodos, que varían en los principios de oxidación empleados en la destrucción de la materia orgánica, como son: la ignición con determinación gravimétrica, y la oxidación química vía húmeda con determinación volumétrica.

En estos métodos, los resultados de las determinaciones de la materia orgánica de los suelos han dependido de manera parcial de la preparación de las muestras, del método seleccionado, del lugar del ensayo y del analista, por lo que todas estas variaciones pueden generar valores dispares para una misma determinación. Sin embargo, en la búsqueda de minimizar las desviaciones se han generado una serie de metodologías que promueven una medición estándar de la materia orgánica, la más difundida con esta idea es el método de Walkley-Black (Walkley & Black, 1936), que es en realidad una modificación del método de Scholleberger (Hesse, 1971). Este último es la base de los métodos de oxidación crómica vía húmeda al mezclar dicromato de potasio y ácido sulfúrico con suelo, sometiendo la mezcla a calentamiento por 2 minutos a 175°C. Sin embargo, en la actualidad las modificaciones realizadas a las metodologías y a los pasos de la experimentación (Jackson, Kurmies, Hach, etc.), han resuelto problemas específicos de la determinación; la optimización de recursos; y en la generación de equipos automáticos, y en la implementación de equipos portátiles; entre otros. No obstante todos ellos, continúan con la utilización las oxidaciones crómicas con sus desventajas y problemas de residuos en alta concentración y cantidades.

#### 1.3.3.1 Pérdida de peso por Ignición (LOI)

Uno de los métodos más conocidos para determinar la MO es el denominado método LOI del inglés "*loss on ignition*", es un método usado para la determinación de la materia orgánica en suelos, que en su principio es muy simple, ya que se basa en pesar de manera precisa una muestra de suelo, someterla a ignición para obtener la destrucción de la MO y posteriormente re-pesarla para así obtener por una diferencia de peso la cantidad de materia orgánica.

La determinación gravimétrica de la materia orgánica por ignición se realiza en una mufla a una alta temperatura por un cierto tiempo. En el proceso se pierde el contenido de materia orgánica principalmente, sin embargo, esta cantidad de peso perdida se ve frecuentemente afectada por cantidades apreciables de humedad, así como por algunos componentes sólidos como: el  $\text{CaCO}_3$  que se descompone en  $\text{CO}_2$  y  $\text{CaO}$ ; el agua cristalina, el S<sup>-II</sup> presente en las estructuras metálicas, y el NaCl que es volatilizado. La pérdida de

peso de la muestra, causada por estos fenómenos, es corregida a través de una fórmula empírica, que según Hesse (1971) es muy acertada. Además de compensar por el contenido original de humedad del suelo, no se hacen otras correcciones específicas, como la causada por la pérdida de peso producto de la descomposición de los carbonatos, por ejemplo, de la dolomita,  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , de la volatilización de sulfuros, o de la deshidratación de los óxidos de hierro. Estas implicaciones hacen que el método de LOI sea recomendable casi exclusivamente para muestras bien aireadas con bajo contenido de arcillas minerales: como es el caso de los suelos arenosos y de los suelos pantanosos (Hesse, 1971).

### ***1.3.3.2 Oxidación con peróxido de hidrógeno y pérdida de peso (OWL)***

Este método originalmente publicado en inglés como: “*Total Organic Matter by H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oxidation and weight loss*” y nombrado como “OWL” determina la materia orgánica total por oxidación con peróxido de hidrógeno y pérdida de peso. El método OWL fue introducido por Robinson en 1927 (Hesse, 1971), pero fue optimizado y reacondicionado por Jackson (1964). Se utiliza una muestra de suelo que se pesa de manera precisa, y se adiciona una cierta cantidad de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% de concentración, y se mantiene por debajo de los 110°C. Después de la oxidación, se lleva a sequedad donde es pesado nuevamente para obtener por diferencia de peso la cantidad de materia orgánica. Este procedimiento retiene a los hidroxilos, las arcillas minerales, así como a las estructuras orgánicas más resistentes, lo que hace que este procedimiento sea comparable con los métodos de oxidación crómica para determinar la materia orgánica fácilmente oxidable.

Para que este método sea comparable con otros métodos de determinación de carbono total, se le hace un tratamiento adicional, que consiste en llevar a cabo la destrucción de los carbonatos con ácido clorhídrico, previo a la oxidación. Posteriormente al proceso para determinar la materia orgánica se realiza un lavado con carbonato de amonio, lo que regenera los carbonatos destruidos, después el suelo es centrifugado y llevado a sequedad. Cuando el suelo está seco es pesado nuevamente y el sobrenadante de la centrifugación es llevado a ignición en un crisol de peso constante a una temperatura de 550°C por 5 minutos, para obtener las sales que son pesadas. Todos estos pesos obtenidos son utilizados para remover el error en el cálculo de materia orgánica de la muestra.

### ***1.3.3.3 Oxidación crómica rápida: Método de Walkley-Black (WB)***

El método de WB es ampliamente utilizado en la mayoría de los laboratorios de análisis de suelos nacionales e internacionales (NOM-021-SEMARNAT-2000); Jackson, 1964; Hesse, 1971; Aguilar, 1987; Houba, 1989; Nelson-Sommers, 1996; Castellanos, 2000; Benton,

2001). Se le considera como el método común para la determinación de materia orgánica vía húmeda por principio de oxidación química inducida por el dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) en medio ácido, sin embargo sus principales inconvenientes son, la oxidación incompleta del  $C_{ox}$ , la gran cantidad de ácido sulfúrico empleada, y los grandes volúmenes de reactivos utilizados, además de los residuos de cromo que se generan en sus diferentes estados de oxidación, Cr (III) y Cr (VI), en altas concentraciones.

Walkley y Black (1936) modificaron el método de Scholleberger, al usar el calor de dilución del ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) en la disolución de  $K_2Cr_2O_7$ , para promover la oxidación, en vez de usar una flama directa (método de Scholleberger). Esta variación en el proceso recupera en promedio el 76% del carbono total, en comparación con el de Scholleberger que recupera el 90.4%, pero con la ventaja de que al ser sometido a un calor menos intenso distingue y discrimina al carbono elemental del carbono fácilmente oxidable (Hesse, 1971).

El procedimiento de WB para la determinación de la materia orgánica en los suelos para ser evaluada como un parámetro de su fertilidad, ha sido publicado por la norma mexicana NOM-021-SEMARNAT-2000 (SEMARNAT, 2001); como un método de referencia nacional que establece “las especificaciones de estudio, muestreo y análisis de fertilidad, salinidad y clasificación de los suelos”. Esta norma fue publicada con el fin de proporcionar una forma estandarizada de medición e interpretación del contenido de materia orgánica y otras características del suelo.

#### ***1.3.3.4 Oxidación crómica del carbono total: Método de Kurmies***

Al igual que el método de WB, el método de Kurmies se basa en la utilización de  $K_2Cr_2O_7$  como agente oxidante, pero no obtiene el calor de la reacción del  $H_2SO_4$  con el  $H_2O$  de la solución oxidante, en vez de esto, utiliza un calentamiento moderado en baño maría por cierto tiempo, lo cual homogeniza la oxidación reduciendo el error experimental que se presenta en el método de WB durante la adición de ácido sulfúrico. Esta mezcla oxidante es capaz de alcanzar altas temperaturas propiciando la aparición de cloruro de cromilo, un intermediario interferente que causa la inclusión del cloruro en la determinación.

Los análisis elementales han mostrado que un 98% del carbono del suelo es oxidado por éste proceso; así, la materia orgánica contenida puede calcularse si se usa un factor de corrección, que asume que el carbono está en una proporción del 58% con respecto a la materia orgánica. Este factor de conversión es estable en principio para la mayoría de los

suelos, sin embargo debe considerarse que al existir diferentes tipos de suelos, puede variar esta relación (Houba, 1989).

Alison (1935) criticó aquellas modificaciones del método de Schollemberger, que básicamente eran oxidaciones con dicromato de potasio en medio ácido, con pequeñas variaciones en el pesado de la muestra y en los cortos tiempos de digestión, las que no demostraban una clara mejoría en la eficacia del método; sin embargo el método de WB persiste hasta ahora como el recomendado, especialmente por su simplicidad, ya que permite obtener buenos resultados, en un tiempo razonablemente corto, aunque no con muy buena precisión, siempre y cuando se tenga la suficiente destreza para la manipulación y la aplicación del método, así como para la interpretación de los resultados (Hesse, 1971).

## 1.4 Generalidades sobre la propuesta

La propuesta de estudio planteada en el presente trabajo se basó en el principio de combustión química del carbono orgánico de los suelos promovida por el peróxido de hidrógeno en medio ácido, debido principalmente a que el potencial electroquímico de media celda es mayor que el del ácido dicrómico en medio ácido [ $E_h (H_2O_2/H_2SO_4)=1.71V$  vs  $E_h (Cr_2O_7^{2-}/H_2SO_4)=1.33V$ ], y por ende, siendo un agente oxidante más fuerte, garantiza un ataque químico adecuado contra el  $C_{ox}$ , y la eficaz y eficiente determinación de la materia orgánica del suelo, al menos en forma teórica e hipotética.

Al hacer uso del  $H_2O_2$ , se evita el uso de reactivos tóxicos y contaminantes como el  $Cr_2O_7^{2-}$  o el  $HCrO_4^-$ , o algún otro oxidante que introduzca complicaciones al medio de reacción como el  $IO_3^-$  o el  $MnO_4^-$  (Aguirre, 2001), lo cual conlleva a investigar las condiciones óptimas de concentración, de tiempos de reacción, de temperatura de digestión y de estabilidad del reactante, entre otros, al tiempo que se evita la generación de residuos tóxicos y contaminantes. Así mismo se deberán establecer las condiciones de reacción para abatir la inestabilidad química del  $H_2O_2$  en vía húmeda a altas temperaturas, y la inestabilidad físico-química en los procedimientos de valoración con agentes reductores.

## 2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Toda la experimentación realizada se llevó a cabo en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Campus 4; en los Laboratorios L-302 de Química de Suelos y Nutrición Vegetal y el L-15 de Investigación y Análisis en Química Agrícola y Ambiental (LAIQAA) de la Unidad de Investigación Multidisciplinaria. A continuación en este capítulo se describen los reactivos, materiales e instrumentación, así como: los métodos gravimétricos y métodos vía húmeda, utilizados en el estudio.

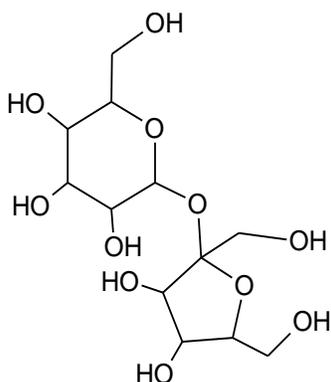
### 2.1 Reactivos, Materiales e Instrumentación

En esta sección se muestran los reactivos, los materiales y la instrumentación utilizada para el desarrollo de los procedimientos, en los diferentes métodos.

#### 2.1.1 Reactivos y soluciones

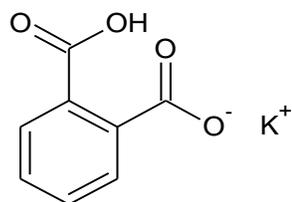
Todos los reactivos utilizados fueron de grado analítico, y la preparación de las soluciones utilizadas en los diferentes procedimientos puede encontrarlas en el anexo III. Se enlistan a continuación los reactivos utilizados y algunas de sus características.

*Sacarosa, usada como estándar de carbono*



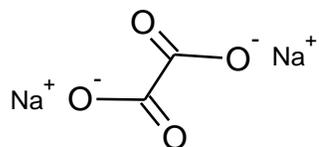
Fórmula Química	$C_{12}H_{22}O_{11}$
Peso Molecular	342 g/mol
Estado de Oxidación del Carbono	0
mol <sub>c</sub> /mol	48

*Biftalato de Potasio, usado como estándar de carbono*



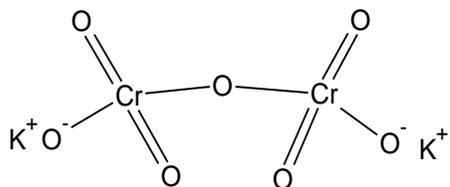
Fórmula Química	HOCOC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> COOK
Peso Molecular	204.22 g/mol
Estado de Oxidación del Carbono	0.25 <sup>+</sup>
mol <sub>c</sub> /mol	30

*Oxalato de Sodio, usado como estándar de carbono*



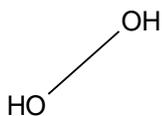
Fórmula Química	(COONa) <sub>2</sub>
Peso Molecular	134 g/mol
Estado de Oxidación del Carbono	+3
mol <sub>c</sub> /mol	2

*Dicromato de Potasio, usado como agente oxidante*



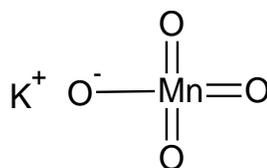
Fórmula Química	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
Peso Molecular	294.18 g/mol
Estado de Oxidación del Cromo	VI
mol <sub>c</sub> /mol	6

*Peróxido de Hidrógeno, usado como agente oxidante*



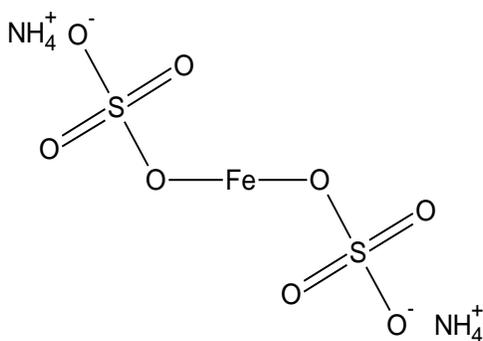
Fórmula Química	$\text{H}_2\text{O}_2$
Peso Molecular	34.01 g/mol
Estado de Oxidación del Oxígeno	1 <sup>-</sup>
mol <sub>c</sub> /mol	2

*Permanganato de Potasio, usado como agente oxidante en titulación*



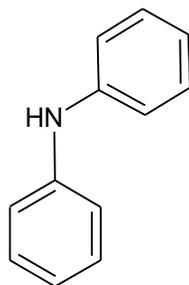
Fórmula Química	$\text{KMnO}_4$
Peso Molecular	158.03 g/mol
Estado de Oxidación	7 <sup>+</sup>
mol <sub>c</sub> /mol	2

*Sulfato de Hierro (II) Amoniacal, usado como agente reductor en titulación*



Fórmula Química	$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Peso Molecular	392.14 g/mol
mol <sub>c</sub> /mol	1

*Difenilamina, usada como indicador visual*

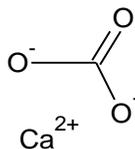


Fórmula Química  $(C_6H_6)_2NH$   
Peso Molecular 169.22 g/mol

*Cloruro de Sodio, usado como agente interferente*

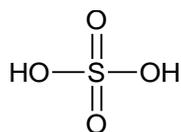
Fórmula Química NaCl  
Peso Molecular 58.44 g/mol

*Carbonato de Calcio, usado como agente interferente*



Fórmula Química  $CaCO_3$   
Peso Molecular 100.08 g/mol

*Ácido Sulfúrico, usado como catalizador*



Fórmula Química  $H_2SO_4$   
Peso Molecular 98.08 g/mol  
Pureza 98%  
Densidad 1.84 g/mL

## 2.1.2 Materiales

A continuación se describen los materiales utilizados en la experimentación, los cuales están subdivididos en: suelos, en donde se describen características pertinentes al origen de los suelos de referencia; material de vidrio y otros, en donde se enlistan algunos materiales de importancia que son útiles para el desarrollo experimental.

### Suelos

Los suelos utilizados para el desarrollo experimental son propiedad del LAIQAA y provienen de los programas de intercambio de muestras, uno internacional: *Wageningen Evaluating Programs for Analytical Laboratories*; con certificación ISE de la Wageningen Agricultural University, y otro nacional: *Programa de Calidad e Intercomparación de Análisis de Suelos y Plantas (ISP)* de Laboratorio de Fertilidad de Suelos IRENAT-CP/ Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo, A.C. (Tabla 2).

El suelo estandarizado por el Programa ISP nacional, proviene de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán de la UNAM, Campus 4 por lo cual es nombrado como suelo-FESC.

Tabla 2 Datos de las características para los suelos de referencia ISE y suelo-FESC. Se muestra el código de referencia, el programa de intercambio, el país de origen, el tipo de suelo, el pH, la conductividad eléctrica (CE), el contenido de carbonato de calcio (%), las partículas menores a 2 micro metros (%), el porcentaje de MO por LOI (%), el contenido en porcentaje de Carbono (C) por WB, por dicromato reflujado abierto (DCr) por cromato ácido (Cr);[%], Aguirre et al., 2001.

Referencia	Programa	País	Tipo de suelo	pH (H <sub>2</sub> O 1:2)	CE (1:5 dS -1)	CaCO <sub>3</sub> (%)	p < 2 µm (%)	MO (LOI) [%]	C (WB) [%]	C (DCr) [%]	C (Cr) [%]
912	ISE	Suiza	Loess	5.62	11.30	0.30	40.50	11.80	2.5	3.4	3.5
933	ISE	Alemania	Franco	6.90	19.30	0.00	13.60	4.70	1.3	1.6	1.6
934	ISE	Holanda	Loess Encalado	7.80	19.50	6.20	17.80	4.70	1.2	1.2	1.3
946	ISE	Holanda	de Marisma	7.72	8.20	14.30	33.20	16.50	3	3.5	3.7
956	ISE	Grecia	Arcillo- arenoso	8.10	15.90	17.20	21.00	3.50	0.6	0.5	0.7
959	ISE	Mali	Arenoso	6.11	3.30	0.10	8.00	1.30	0.3	0.2	0.2
975	ISE	Alemania	Pardo Ácido	4.40	3.72	0.00	23.00	3.60	0.3	0.4	0.4
981	ISE	Holanda	Arenoso	6.58	17.00	0.20	3.90	4.20	1.6	1.7	1.6
Suelo- FESC	ISP	México	Vertisol	6.31	0.38	-----	-----	-----	2.63	-----	----

### ***Material de vidrio y otros***

En todo momento se utilizó material volumétrico Pyrex clase A, así como material graduado diverso Pyrex, a menos que se diga lo contrario, entre los que destacan:

Buretas graduadas: 10 mL y 50 mL

Matraces volumétricos: 25, 50, 100, 250 y 500 mL

Pipetas volumétricas: 2, 3, 5 y 10 mL

Pipeta automática Finnpipette de 1 a 5 mL

Tubos de digestión altos de 70 mL

Crisoles de porcelana con tapa de 50 mL

Capsulas de porcelana de 50 mL

También se utilizó un material cerámico (tabique refractario común) con orificios para asegurar la verticalidad de los tubos de digestión en el baño maría, usados para las digestiones, y el material general de laboratorio (gradillas, pinzas, vasos de precipitados, varillas de vidrio, etc.).

### **2.1.3 Equipo e Instrumental**

Se enlista en la Tabla 3 el equipo e instrumental utilizados, donde se detalla para cada uno su marca y modelo.

Tabla 3 Lista de Equipos e instrumental utilizados. Se incluyen marca y modelo.

<b>Equipo e instrumental</b>		
<b><i>Equipo e instrumental</i></b>	<b><i>Marca</i></b>	<b><i>Modelo</i></b>
Potenciómetro	Orion Research	Microprocessor ion analyzer /901
pH metro	Corning	Model 10
Electrodo de Platino	Fisher Scientific	
Electrodo de Vidrio	Fisher Scientific	In gold
Estufa	Blue M	Single Wall transite oven
Baño María	PolyScience	2.0 TM
Balanza Analítica	Sauter (precisión)	D 7470
Parrilla de Calentamiento	Thermolyne	Cimarec 3
Agitador Magnético con magnetos	Thermolyne	S-7805
Agitador Vortex para tubos	Thermolyne	37600
Mufla	Thermolyne (100-900°C)	
Termómetro de mercurio	Brannan (-10 a 300°C)	
Reloj temporizador		
Campana de Extracción		

## 2.2 Métodos gravimétricos

Dentro de esta sección se describen los métodos correspondientes a la pérdida de peso por ignición, LOI (del inglés *loss on ignition*) y a la oxidación con peróxido de hidrógeno con pérdida de peso, OWL (del inglés *Total Organic Matter by H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oxidation and weight loss*). En ambos procedimientos la determinación de la MO se desarrolló por diferencia en peso de las muestras, antes y después de la combustión.

### 2.2.1 Pérdida de peso por ignición (LOI)

El método LOI posee una sencillez experimental singular, basta en pesar de manera precisa una muestra de suelo, someterla a ignición para obtener la destrucción de la MO y posteriormente repesarla para así obtener una diferencia de peso, que representa a la cantidad de la materia orgánica. El procedimiento está referido en Houba (1989) y constó de los siguientes pasos:

Peso constante

1. Se puso el crisol a peso constante, se calentó el crisol con tapa de porcelana durante 1.5 horas a 250 °C en la mufla.
2. Se dejó enfriar la mufla a 150 °C, para pasar el crisol a un desecador hasta que alcanzó una temperatura ambiente.
3. Para determinar la MO, se pesaron el crisol y su tapa, en la balanza analítica, y se registró el peso (Peso 1).
4. Se pesaron y se adicionaron 10 g de muestra de suelo al interior del crisol, y se pesó de manera precisa (Peso 2).
5. Se puso el crisol en la mufla y se calentó tapado durante 2.5 horas a 850 °C.
6. Se dejó enfriar hasta la temperatura de 150 °C, para pasarlo al desecador hasta que alcanzó una temperatura ambiente.
7. Se pesó junto con la tapa en la balanza y se obtuvo el peso de la muestra (peso 3).

Cálculos

$$\% MO = \left( \frac{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right) - (peso\ 3 - peso\ 1)}{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right)} \right) (100) \\ - (0.44)(\% CaCO_3) - (0.09)(\% lutum) - (0.55)(\% NaCl)$$

Dónde:

*Lutum*: Son las partículas menores a 2 micrómetros. ( $2 \mu m$ )

W: es la humedad del suelo expresada en porcentaje, para mayor detalle de como se calcula refiérase al *Anexo I*

$$W = \left( \frac{PI - PF}{PF} \right) (100)$$

- W: Humedad del suelo, expresado en porcentaje  
PI: Peso inicial de la muestra de suelo  
PF: Peso final de la muestra de suelo después del secado.

En este método se variará la temperatura de ignición, la masa del suelo y el tiempo de ignición de la siguiente manera:

- Temperatura de Ignición: 350, 550, 750 grados Celsius
- Suelo: 5, 25 y 40 gramos de material para ignición
- Tiempo de Ignición: 1, 2, 4 y 6 horas

### 2.2.2 Oxidación con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y pérdida de peso (OWL)

Aunque el método OWL se encuentra referido en Jackson (1964), el procedimiento aquí descrito contiene algunas modificaciones que se consideraron pertinentes para un óptimo desarrollo del procedimiento. Se modificó la determinación aquí descrita en el paso 4, que se refiere a la adición del peróxido, la cual en este trabajo se realizó en volúmenes parciales y no en una sola adición como se propone en Jackson (1964) según lo que se observó en experimentos aquí no reportados.

El método se basó en pesar una cantidad de suelo y adicionarle peróxido de hidrógeno concentrado al 30%, calentarla por debajo de los 110 °C, y después de ser oxidada la materia orgánica, la muestra se llevó a sequedad, para repesarla, y así obtener el contenido de C<sub>ox</sub> por diferencia de peso.

*Nota: Durante este procedimiento se mantuvo una revisión constante del volumen de digestión de la muestra, así como de la coloración del suelo, dado que como indica Dijkerman (1983), las sustancias húmicas son las responsables del aclaramiento del suelo y en éste proceso la destrucción del color oscuro sirve de indicativo del avance de la oxidación.*

## Reactivos

- Agua Oxigenada 30%

## Procedimiento

- 1 Se registró el peso de un vaso de precipitados previamente rotulado y secado en estufa a 105 °C por 3 horas (peso 1).
- 2 Se pesó 1.0000 g de muestra de cada suelo (con <10 % MO) en vasos de precipitados previamente rotulado (peso 2), ó 1 g de cada estándar de carbono, y se incluyeron tres blancos.
- 3 Se agregaron 5 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% al vaso de precipitados, y se colocó en baño maría a 90 °C
- 4 Cuando la muestra llegó aproximadamente a la mitad del volumen inicial adicionado de 5mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, se re-adicionaron otros 5 mL repitiendo este paso hasta llegar a un volumen total agregado de 15 mL de peróxido.
- 5 Se dejó el vaso de precipitados en el baño maría hasta que se secó la muestra y se pasó a la estufa hasta llegar a sequedad completa, a una temperatura de 105 °C por 18 horas.
- 6 Finalmente se pesó el vaso de precipitados (peso 3) y se determinó la pérdida de peso.

## Cálculos

$$\% MO = \left( \frac{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right) - (peso\ 3 - peso\ 1)}{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right)} \right) (100)$$

Donde

W: es la humedad del suelo expresada en porcentaje.

Para la metodología de OWL fue necesario variar los siguientes parámetros: la cantidad de suelo para digestión y la cantidad de peróxido adicionado, de la siguiente manera:

- Suelo: 0.2500, 0.5000, 1.0000 y 2.0000 gramos de material para digestión
- Cantidad de peróxido adicionado: 5, 10, 15 y 20 mL

Para realizar los ensayos y los cálculos de las interferencias, se utilizó el mismo procedimiento descrito para la evaluación del método OWL, con la sola diferencia de que se usaron muestras sólidas de NaCl y CaCO<sub>3</sub>, en un intervalo de 0.050–0.500 gramos.

## 2.3 Métodos vía húmeda

Los procedimientos aquí mencionados se encuentran ordenados de acuerdo con el tipo de oxidación empleada; oxidación crómica u oxidación con peróxido de hidrógeno. A continuación en las siguientes secciones se describen ambos tipos de oxidaciones y los procedimientos empleados.

### 2.3.1 Oxidación Crómica

En las oxidaciones crómicas, el cromo es el elemento de importancia redox, dado que tiene la capacidad de aceptar electrones, pasando del estado de oxidación (VI) a (III), oxidando al carbono de manera principal.

La diferencia fundamental entre los procedimientos presentados a continuación es la manera en que se suministra el calentamiento para catalizar la reacción, ya sea por efecto de la exotermia de la reacción, como es el caso del método de WB, o en calentamiento constante y controlado para el procedimiento de Kurmies.

En las muestras empleadas se realizó una titulación potenciométrica y visual simultánea, con el fin de observar de una manera clara y precisa el punto de equivalencia, y así mismo verificar el tono de vire del indicador.

#### 2.3.1.1 Método de Walkley-Black (WB)

En principio, el método de Walkley-Black se basa en pesar una muestra de suelo, adicionarle una solución de dicromato de potasio y agregar ácido sulfúrico concentrado, lo que cataliza la reacción de oxidación mediante la generación de calor, para luego titular el exceso de dicromato con sulfato de hierro, para así obtener por retroceso los milimoles carga remanentes y la cantidad de carbono fácilmente oxidable.

Un punto determinante en el desarrollo del método es la preparación de la mezcla crómica, la cual se elabora *in situ* en la muestra, por lo que el vertido del ácido sulfúrico debe hacerse lentamente y resbalado por la pared del vaso para minimizar lo violento de la reacción. Para la preparación del sulfato de hierro (II) revítese el anexo III, Preparación de soluciones. Éste método está referido en Aguilar (1987) y Houba (1989).

## Reactivos y Soluciones

Dicromato de potasio  $K_2Cr_2O_7$  0.1667 M o 1N-redox

Ácido sulfúrico concentrado  $H_2SO_4$  (98%,  $1.84 \text{ g mL}^{-1}$ )

Soluciones sintéticas de carbono 1N-redox a partir de oxalato de sodio; sacarosa; y biftalato de potasio

Indicador de difenilamina

Sulfato de hierro (II) amoniacal 0.5 N o 1 M

## Procedimiento

1. Se pesaron 0.125 g de suelo seco, o se vertieron 1.25 mL de muestra sintética de carbono 1N-redox en un tubo de ensayo.
2. Se adicionaron exactamente 2.5 mL de  $K_2Cr_2O_7$  oscilando el tubo cuidadosamente para que entre en contacto con el suelo.
3. Se agregaron cuidadosamente 5 mL de  $H_2SO_4$  concentrado a la suspensión, agitándola durante 30 segundos.
4. Se dejó reposar el tubo de ensayo con la muestra durante 30 min sobre una superficie aislante (madera).
5. Se añadieron 50 mL de agua destilada para terminar la reacción.
6. Se adicionaron 2 gotas de indicador difenilamina.
7. Se valoró la muestra con la disolución de sulfato ferroso\* hasta el verde claro del indicador.
8. Se realizó un blanco de muestra, usando los pasos del 2 al 7, con el cual se compararon las muestras.

\*Titulaciones potenciométricas

Se realizó la titulación vertiendo la muestra en un vaso de precipitados, con el potenciómetro en modo mV, usando el electrodo de platino como indicador, y el de electrodo de vidrio como el de referencia, hasta el punto de equivalencia indicado por un salto brusco en el potencial.

## Cálculos

$$\%MO = \left( \frac{v_1 - v_2}{g} \right) (N)(0.39)(f)(1.724)$$

Donde; N es normalidad del dicromato de potasio;  $v_1$ : el volumen usado para los blancos (mL);  $v_2$ : el volumen usado para las muestras (mL); g: el peso de la muestra de suelo secada al aire (g); "f" es el factor de humedad; 1.724, es conocido como el factor de van

Bemmelen, derivado de la conversión de carbono orgánico a materia orgánica proveniente de considerar que la materia orgánica contiene un 58% de carbono en su composición; el factor 0.39 es de la eficiencia del método y la conversión de carbono del suelo en milimoles carga.

La eficiencia del método para oxidar el carbono orgánico es de 77%, por lo cual para corregir el contenido de carbono se usa el factor  $1/0.77$  y el peso de carbono orgánico del suelo sobre  $1 \text{ mmol}_{\text{carga}}$

$$\left(\frac{12g \text{ Carbono}}{1 \text{ mol}}\right) \left(\frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}_{\text{carga}}}\right) \left(\frac{1 \text{ mmol carga}}{4 \text{ g Carbono}}\right) = \left(\frac{12}{4000}\right)$$

$$\left(\frac{1}{0.77}\right) \left(\frac{12}{4000}\right) = 0.39$$

### 2.3.1.2 Método de Kormies

En principio el método consiste en pesar una muestra de suelo, adicionarle una solución de dicromato de potasio, sumergirla en baño de hielo y agregar ácido sulfúrico concentrado. Agitar y colocar en baño maría a una temperatura constante por debajo de la ebullición durante dos horas. Después de ello titular el exceso de dicromato con sulfato de hierro (II) para obtener por diferencia de milimoles carga, la cantidad de carbono contenida en el suelo.

En el método de Kormies al igual que el de WB, un punto determinante en el desarrollo es la mezcla crómica, la cual se elabora *a priori* al análisis sumergiendo un matraz con una cantidad de dicromato de potasio en un baño de hielo y verter el ácido sulfúrico por la pared de manera lenta y constante para minimizar la reacción hasta completar la adición total del ácido. Para la preparación del sulfato de hierro (II) revítese el anexo III, preparación de soluciones. Éste método está referido en su mayoría en Houba (1989).

#### Reactivos y Soluciones

Dicromato de potasio  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , 0.1667 M ó 1N

Ácido Sulfúrico concentrado  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%,  $1.84 \text{ g mL}^{-1}$ )

Solución Sintética de Carbono 1N-redox a partir de Oxalato de sodio, Sacarosa y Biftalato de potasio.

Indicador de Difenilamina

Sulfato de hierro amoniacal 0.5 N-redox o 1 M

## Procedimiento

1. Se pesaron 0.125 g de suelo seco, ó se midieron 1.25 mL de muestra sintética de carbono 1N-redox, en un tubo de digestión.
2. Se adicionaron exactamente 2.5 mL de  $K_2Cr_2O_7$  meciendo el tubo cuidadosamente para que entre en contacto con el suelo.
3. Se agregaron cuidadosamente 5 mL de  $H_2SO_4$  concentrado a la suspensión, durante un minuto en baño de hielo.
4. Se colocó el tubo de digestión en baño María a  $90^\circ C$  durante 2 horas.
5. Se añadieron 50 mL de agua destilada.
6. Se dejó enfriar el tubo de digestión durante 30 min sobre una superficie aislante (madera).
7. Se adicionaron 2 gotas de indicador difenilamina.
8. Se valoró la muestra con la disolución de sulfato ferroso<sup>+</sup> hasta el verde claro del indicador.
9. Se realizó un blanco de muestra, usando los pasos del 2 al 8, contra los cuales se compararon las muestras.

<sup>+</sup>Titulaciones potenciométricas

Se vertió la muestra en un vaso de precipitados y se colocó el potenciómetro, en modo mV con el electrodo de platino como indicador, y el de electrodo de vidrio como el de referencia, se realizó la titulación.

## Cálculos

$$\%MO = \left( \frac{v_1 - v_2}{g} \right) (N)(0.3)(f)(1.724)$$

Donde; N es la normalidad del dicromato de potasio;  $v_1$ : el volumen usado para los blancos (mL);  $v_2$ : el volumen usado para las muestras (mL); g: el peso de la muestra de suelo secada al aire (g); "f" es el factor de humedad; 1.724 es conocido como el factor de van Bemmelen, factor derivado de conversión de carbono orgánico a materia orgánica proveniente de considerar que la materia orgánica solo contiene un 58% de carbono en su composición; el factor 0.3 es la conversión del carbono orgánico.

### 2.3.2 Oxidación con Peróxido de Hidrógeno

En las oxidaciones con peróxido, el agente oxidante es el peróxido de hidrógeno, donde el elemento redox es el oxígeno, pasando del estado de oxidación (-I) a (-II), oxidando al carbono de manera principal.

En principio la sustitución de agentes oxidantes químicos es suficiente para realizar la oxidación del carbono en los suelos, sin embargo la naturaleza de la sustancia genera un comportamiento diferente al dicromato, con lo cual se realizan variaciones en el procedimiento a fin de acertar las condiciones óptimas para desempeñar un correcto proceso de oxidación para determinar el carbono orgánico de los suelos.

En las muestras se realizó una titulación simultánea potenciométrica/visual con el fin de observar de una manera clara y precisa el punto de equivalencia así mismo verificar el tono de vire del indicador.

#### *2.3.2.1 Método con calentamiento de la reacción $H_2O_2/H_2SO_4$*

El método con calentamiento de la reacción  $H_2O_2/H_2SO_4$ , consta de pesar una muestra de suelo, adicionarle una solución de peróxido, y agregar ácido sulfúrico concentrado. Lo cual cataliza la reacción de oxidación por la generación de calor y se titula el exceso de peróxido con un agente valorante para obtener por diferencia de milimoles carga, la cantidad de carbono oxidado.

Se siguió el procedimiento de Walkley-Black referido en el punto 2.5.1.1 con los cambios que se describen:

- Desempeño del oxidante

Se evaluó el desempeño del oxidante a fin de observar si al usar peróxido de hidrógeno en sustitución del cromo, este logra realizar la determinación de materia orgánica;

- Titulación

Una de las razones de verificar este apartado fue que durante la experimentación se hace necesario el uso de un potenciómetro para realizar la titulación dado que la reacción  $Fe^{2+}$  vs  $H_2O_2$  es incolora, además de haber presentado inconvenientes durante la valoración (estados de cuasi equilibrio, interferencias), con lo cual se mantiene el uso del peróxido, pero utilizando permanganato de potasio como agente valorante.

#### *2.3.2.2 Método con calentamiento en baño maría*

El método con calentamiento en baño maría ( $H_2O_2/BM$ ) se fundamenta, en pesar una muestra de suelo, adicionarle una solución de peróxido, sumergirla en baño de hielo y agregar ácido sulfúrico concentrado. Posterior se agita y se coloca en baño maría a una temperatura constante durante cierto tiempo, después de ello se titula el exceso de peróxido con un agente valorante para obtener por diferencia de milimoles carga, la cantidad de carbono contenida en el suelo.

Se siguió el procedimiento de Kurmies referido en el punto 2.5.1.2, utilizando como agente oxidante al  $\text{H}_2\text{O}_2$  y realizando la valoración con  $\text{KMnO}_4$  con los cambios que se describen;

- Variación en el poder oxidante: Se utilizaron soluciones de  $\text{H}_2\text{O}_2$  en diferentes concentraciones (0.5, 1, 2, 3, 4 y 5 N-redox).
- Efecto de la temperatura: Se colocaron las muestras a digestión en diferentes temperaturas (50°, 70°, 90°).
- Tiempo de reacción: Se controló el tiempo de reacción a 30, 60, 120, 180 min.

## 2.4 Aplicación a Suelos

El principio de la oxidación vía húmeda es la reacción del peróxido de hidrógeno con el carbono contenido en el suelo, esto en un medio ácido, que sirve de catalizador, después de la oxidación, el exceso de peróxido, es valorado con permanganato de potasio, para obtener la cantidad de milimoles carga de peróxido que reaccionaron con el carbono del suelo.

Se aplican los métodos de oxidación con peróxido de hidrógeno a las muestras estándares de suelos ISE, con la finalidad de comprobar su desempeño, con lo cual se utilizan las técnicas modificadas finales de  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{BM}$  que a continuación se describen.

### 2.4.1 Método con calentamiento de la reacción $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$

En ésta sección se describe la versión optimizada para el procedimiento de  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$ , el cual consistió en la aplicación de las condiciones óptimas de desempeño, con base en la experimentación realizada.

#### Reactivos y Soluciones

Peróxido de Hidrógeno  $\text{H}_2\text{O}_2$  3N-redox

Ácido Sulfúrico concentrado  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Permanganato de Potasio  $\text{KMnO}_4$  0.2 N-redox

## Procedimiento

1. Se pesaron 0.200 g de suelo seco en un tubo de digestión.
2. Se adicionaron exactamente 5.0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3N-redox girando el tubo de digestión cuidadosamente para que entre en contacto con el suelo.
3. Se agregaron cuidadosamente 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado a la suspensión, evitando la disolución agresiva.
4. Se mezcló durante 30 segundos en agitador vortex.
5. Se reposó el tubo de digestión con muestra durante 30 min sobre una superficie térmica (madera).
6. Se añadieron 30 mL de agua destilada.
7. Se tituló con la disolución de permanganato hasta que el color violeta permaneció constante (cualquier tonalidad del permanganato).
8. Se realizó un blanco de muestra, usando los pasos del 2 al 7, con el cual compararon las muestras.

## Cálculos

$$\%MO = \left( \frac{v_1 - v_2}{g(f)} \right) (N)(0.3)(1.724)$$

Donde:

N: Normalidad del peróxido de hidrógeno

v<sub>1</sub>: volumen usado para los blancos (mL)

v<sub>2</sub>: volumen usado para las muestras (mL)

g: peso de la muestra de suelo secada al aire (g)

f: Factor de Humedad

0.3 Peso de Carbono orgánico sobre mmol<sub>carga</sub>

- Peso de Carbono orgánico en 1 mmol<sub>carga</sub>

$$\left( \frac{12g \text{ Carbono}}{1 \text{ mol}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}_{\text{carga}}} \right) \left( \frac{1 \text{ mmol}_{\text{carga}}}{4 \text{ g Carbono}} \right) = \left( \frac{12}{4000} \right) = 0.3$$

1.724 Factor de conversión de Carbono Orgánico a Materia Orgánica

- Se considera que la materia orgánica solo tiene un 58% de Carbono en su composición con lo cual para que el valor sea considerado como materia orgánica se utiliza el factor de van Bemmelen

$$\left( \frac{1}{0.58} \right) = 1.724$$

### 2.4.2 Método con calentamiento en baño maría

En esta sección se encuentran las condiciones óptimas para desarrollar el método con calentamiento en baño maría ( $\text{H}_2\text{O}_2/\text{BM}$ ), el cual consiste en una oxidación del carbono por el peróxido de hidrógeno, catalizada por el medio ácido y el calentamiento en baño maría. Debido a ello, es importante la preparación de la mezcla oxidante, se recomienda consultar la preparación de las soluciones en el anexo III, preparación de soluciones.

#### Reactivos y Soluciones

Peróxido de Hidrógeno  $\text{H}_2\text{O}_2$  3N-redox

Ácido Sulfúrico concentrado  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Solución oxidante; Se prepara en baño de hielo al mezclar:  $\text{H}_2\text{O}_2$  3N con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado a razón 1:1 en un volumen suficiente para realizar las oxidaciones

Permanganato de Potasio  $\text{KMnO}_4$  0.2 N-redox

#### Procedimiento

1. Se pesaron 0.250 g de suelo seco en un tubo digestor.
2. Se adicionaron exactamente 10 mL de mezcla previa, meciendo el tubo de digestión cuidadosamente para que entre en contacto con el suelo.
3. Se agitó durante 30 segundos en el vortex, se aseguró que la mezcla no suba por las paredes.
4. Se colocó el tubo de digestión en baño maría a  $90^\circ\text{C}$  durante 2 horas.
5. Se añadieron 30 mL de agua destilada.
6. Se dejó enfriar el tubo de digestión durante 30 min sobre una superficie aislante.
7. Se tituló con la disolución de permanganato hasta que el violeta permaneció constante (cualquier tonalidad del permanganato).
8. Se realizó un blanco de muestra, usando los pasos del 2 al 8, con el cual compararon las muestras.

\*Titulaciones potenciométricas

Se vertió la muestra en un vaso de precipitados y se colocó el potenciómetro, en modo mV con el electrodo de platino como indicador, y el de electrodo de vidrio como el de referencia, se realizó la titulación.

#### Cálculos

$$\%MO = \left( \frac{v_1 - v_2}{g} \right) (N)(0.3)(f)(1.724)$$

Dónde:

N: Normalidad del peróxido de hidrógeno

$v_1$ : volumen usado para los blancos (mL)

$v_2$ : volumen usado para las muestras (mL)

g: peso de la muestra de suelo secada al aire (g)

f: Factor de Humedad

Factor de conversión de Carbono Orgánico a Materia Orgánica de 1.724

- Se considera que la materia orgánica solo tiene un 58% de Carbono en su composición con lo cual para que el valor sea considerado como materia orgánica se utiliza el factor de van Bemmelen

$$\left( \frac{1}{0.58} \right) = 1.724$$

0.3    Peso de Carbono en  $\text{mmol}_{\text{carga}}$

- Peso de Carbono orgánico sobre  $\text{mmol}_{\text{carga}}$

$$\left( \frac{12g \text{ Carbono}}{1 \text{ mol}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}_{\text{carga}}} \right) \left( \frac{1 \text{ mmol}_{\text{carga}}}{4 \text{ mg Carbono}} \right) = 0.3$$

## 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo, se presentan los resultados obtenidos para la oxidación del carbono orgánico de los suelos, tanto por los métodos gravimétricos, como por los métodos vía húmeda descritos en el capítulo anterior. Asimismo, se presentan los resultados de la comparación y desempeño de la aplicación de los métodos seleccionados y optimizados a los diversos tipos de suelos mencionados en la sección 2.1.

### 3.1 Métodos gravimétricos

En esta sección se presentan los resultados de haber aplicado: a) el método de LOI a un suelo estándar (suelo FESC) en el que se evaluó el efecto de la variación de temperatura, tiempos de ignición y la cantidad inicial de carbono a ser digerido y; b) el método de OWL tanto al mismo suelo FESC variando la cantidad de material y la cantidad agregada de oxidante, como a las muestras sintéticas estándares de contenido conocido de carbono (sacarosa, oxalato y biftalato), con la finalidad de evaluar el desempeño del método, en el que se evaluó el efecto de la variación de la temperatura y del tiempo de reacción.

Así mismo se aplicó el método de OWL a una serie de muestras estándares ISE (912, 934, 956, 975, 981) que sirvieron para realizar los comparativos de los diferentes procedimientos. Los resultados de la aplicación del método se encuentran recuperados en la sección 3.4.

#### 3.1.1. Pérdida de peso por ignición (LOI)

En la Tabla 4 y en la Figura 6 se presentan los resultados del contenido de MO tras la aplicación del procedimiento de LOI a la muestra de suelo-FESC (Vertisol). Asimismo pueden observarse los resultados del tratamiento estadístico, los efectos de la variación de la temperatura, la masa inicial y el tiempo de ignición, además de los datos, para obtener las diferencias mínimas significativas, para la muestra tratada.

Tabla 4 Porcentaje de materia orgánica obtenida por LOI para el suelo FESC, en función de la temperatura, de la masa de suelo y del tiempo de ignición, mostrando la desviación estándar (DESVEST) y coeficiente de variación (CV).

T (°C)	Masa (g)	Tiempo (horas)	%MO (LOI)	DESVEST	CV
T(350)	5	1	7.4	0.8	10.5
		2	9.1	0.1	1.5
		4	9.3	0.1	1.1
		6	9.7	0.5	5.1
	25	1	8.1	1.9	23.7
		2	8.4	0.3	3.5
		4	9.0	0.2	2.7
		6	10.4	0.6	5.5
	40	1	7.8	0.1	1.1
		2	7.9	0.3	3.6
		4	9.3	0.6	5.9
		6	10.6	0.4	4.1
T(550)	5	1	12.4	0.3	2.5
		2	12.3	0.7	5.3
		4	13.0	0.4	3.2
		6	14.0	0.4	2.8
	25	1	10.4	0.2	2.6
		2	11.9	0.3	3.0
		4	13.2	0.5	3.6
		6	13.9	0.3	1.9
	40	1	10.6	0.3	2.9
		2	11.5	0.4	3.1
		4	12.5	0.2	1.2
		6	14.1	0.1	0.7
T(750)	5	1	14.7	0.3	2.3
		2	15.2	0.1	0.9
	25	1	14.0	0.5	3.7
		2	14.1	0.2	1.5
	40	1	12.9	0.2	1.7
		2	14.7	0.7	4.8

En la tabla 4, las observaciones generales muestran que a mayor temperatura mayores los valores de MO medidas, el cambio de masas no exhibe un patrón definido en los valores de contenido de MO, por lo que a mayor tiempo de ignición mayores fueron los contenidos de MO. En mayor detalle se observa que bajo a la ignición de 750°C, los valores de MO oscilaron entre los 12.9-15.2% con media en 14.26. Lo mismo se observa sólo en los valores de 6 horas en la temperatura de 550°C; para el resto de los valores de esta la temperatura, el valor se encuentra en torno al 12%, que se asemejan a los valores

de 6 horas para las masas de 25 y 40 gramos bajo la temperatura de 350°C; para el resto de valores de la temperatura de 350°C se aprecian dos rangos de valores: los cercanos a 9% que se distribuyen en los tiempos de 2-6 horas para la masa de 5g, y en los tiempos de 4 horas para las masas de 25 y 40g; el segundo rango de valores es de aproximadamente 8%, que obtuvieron en los tiempos de 1 y 2 horas, excepto para la de 5g. Además los resultados de las muestras de 4 y 6 horas en la temperatura de 750°C no se reportan ya que sufrieron la cristalización del suelo.

Según la literatura, las condiciones más usadas para aplicar el método de LOI, son las de 850°C y las de 1.5 horas de digestión, según lo refieren Jackson (1964), Ball (1964), Hesse (1971) y Houba (1987). Sin embargo, es de considerarse que bajo estas condiciones se presentan serias incertidumbres causadas por un gran número de posibles interferentes las: del así llamado *lutum* (partículas menores a 16 micrómetros); del carbonato presente; de las sales volatilizables como el NaCl y; del agua cristalina; entre otros. En el presente estudio se encontró que a las temperaturas recomendadas por los autores arriba mencionados, aparecieron signos de cristalización del suelo, así como derrames de las muestras de los crisoles, por lo que se decidió experimentar con temperaturas más bajas. Así el presente estudio abarcó un rango de temperaturas que oscilaron entre las de 350°C y las de 750°C como máximo. Esta propuesta está de acuerdo con otros autores que han reportado el uso de temperaturas ignición menores (350–400°C) para evitar las pérdidas de peso debidas a ciertas características del suelo, por ejemplo, la pérdida de peso atribuida principalmente al agua estructural (Jackson, 1964 y Castellano, 2000). Asimismo, con respecto al tiempo de digestión, se han reportado pérdidas de carbonato de calcio del 90% a una temperatura de  $375\pm 5^\circ\text{C}$  cuando se expusieron a 16 horas de ignición (Hesse, 1971). Por este motivo y en congruencia con los resultados obtenidos en el estudio, es que la recomendación emanada de lo reportado por Hesse (1971) es la del uso de tiempos cortos de digestión, lo que es congruente con lo observado en nuestros experimentos. Por tal motivo, como conclusión de los estudios de LOI realizados con la muestra FESC los resultados apuntan a recomendar tiempos cortos (<2h) y temperaturas de 750 C ( $T < 850^\circ\text{C}$ ) para por un lado favorecer los tiempos de determinación, y disminuye los riesgos de cristalización de las muestras y la pérdida de materiales volatilizables ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  cristalina, NaCl, etc.).

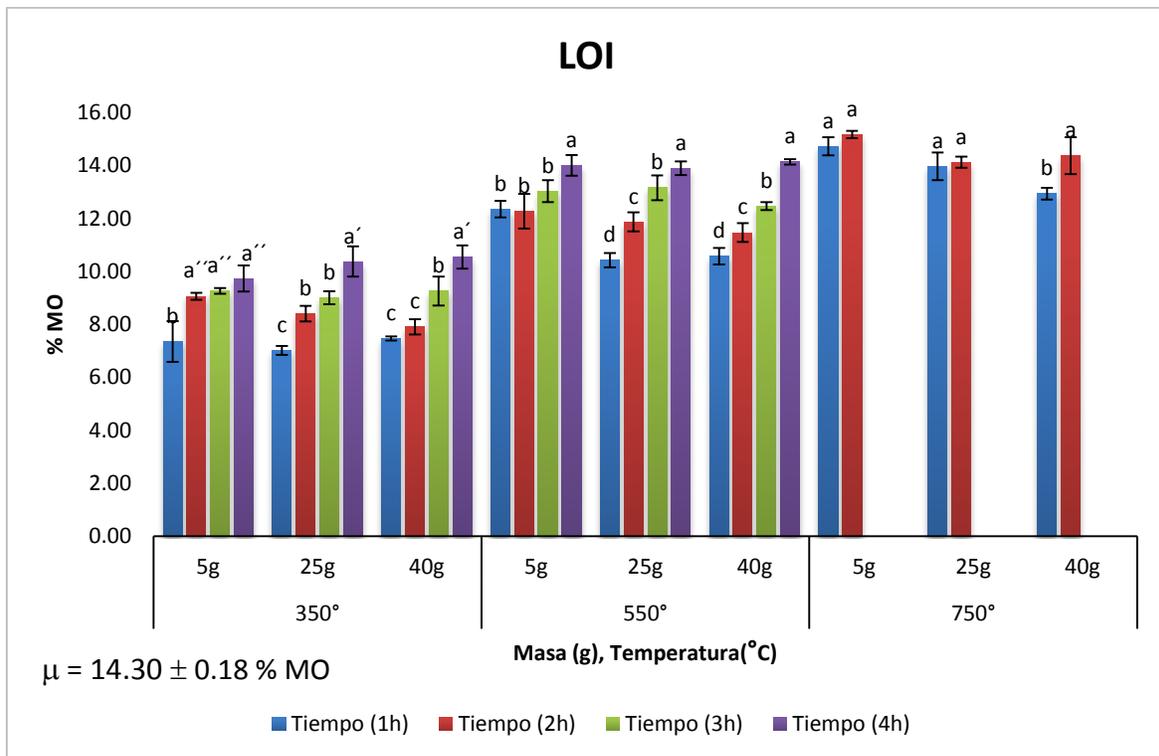


Figura 6 En los histogramas se muestra el %MO en función del tiempo de ignición, de las masas y de las temperaturas para el suelo FESC.

Como se aprecia en la Figura 6, al realizar el tratamiento estadístico de los datos se observa que en los histogramas de 350°C y 5 g, no hubo una diferencia mínima significativa (DMS) entre los valores de 2 – 4 horas de ignición, no así en las subsiguientes masas de esta temperatura, además entre los valores -a- del conjunto en la temperatura de 350°C, no existe DMS. En el conjunto de masas a 550°C no hubo DMS cuando el tiempo de ignición fue de 6 horas, en los valores menores a este tiempo la DMS es notable cuando las masas fueron de 25 y 40g, bajo la temperatura de 750°C cuando las masas fueron iguales, a excepción de 40g con una hora de ignición la cual no alcanzo el valor promedio, debido a la gran cantidad de masa inicial, comparada con los otros sistemas. Los valores -a- del experimento fueron comparados estadísticamente para obtener un valor de %MO en la muestra el cual se determinó en  $14.30 \pm 0.18 \%$ .

Estas observaciones coinciden con lo publicado por Jackson (1964) y Houba (1987), que comentan que las temperaturas inferiores a 800°C son insuficientes para la evolución total del carbono. Sin embargo cuando las muestras se expusieron a 6 horas de ignición bajo la temperatura de 550°C se obtuvieron valores muy próximos, equiparables con los valores obtenidos bajo la T de 750°C (barras -a- en la Figura 6). De esta manera, es posible recomendar que con las condiciones de 5-40 g de masa inicial, 6 horas tiempo y 550°C de

temperatura se logra una mejor y óptima ignición, equiparable con la obtenida a una temperatura de 750°C por 2 de ignición; esta recomendación se hace a fin de evitar en lo mayor posible las sobrestimaciones de los resultados por la interferencia de la evolución de carbonatos, la desintegración de las micas presentes por la extracción de agua estructural y la volatilización de componentes como el NaCl, lo que coincide con lo dicho por Hesse (1971). Así mismo se evitan las inconveniencias de las muestras derramadas dentro de la mufla o la cristalización del suelo con el crisol.

### 3.1.2 Oxidación con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y pérdida de peso (OWL)

Este método de OWL es comparable con los métodos de oxidación crómica (Kurmies, WB, etc.), para la estimación de la materia orgánica, dado que no reacciona con ciertas especies en las condiciones químicas de trabajo, de acuerdo con lo que reportan Jackson (1964) y Hesse (1971), sin embargo asumen diferentes opiniones en el cómo realizar las adiciones de peróxido de hidrógeno a la muestra. Después de analizar estas desciones se realizó el siguiente ensayo, en donde se variaron las masas de la muestra a digerir y la cantidad de peróxido a adicionar en volúmenes parciales de 5 mL, como se presenta en la Tabla 5.

Tabla 5 Porcentaje de materia orgánica determinada por OWL para el suelo FESC, en función de las masas iniciales de muestra y el volumen de peróxido de hidrógeno adicionado.

Masa (g)	% Materia Orgánica				Media	DESVEST	CV
	<i>Peróxido de hidrógeno adicionado</i>						
	5mL	10mL	15mL	20 mL			
0.25	4.8	8.0	8.9	9.9	7.9	2.2	0.3
0.5	4.4	6.7	8.4	9.4	7.2	2.2	0.3
1	3.9	6.8	8.9	9.4	7.3	2.5	0.3
2	3.0	3.8	8.9	9.2	6.2	3.3	0.5
Media	4.0	6.3	8.8	9.5	--	--	--
DESVEST	0.8	1.8	0.3	0.3	--	--	--
CV	0.2	0.3	0.0	0.0	--	--	--

En la Tabla 5 se observa que cuando la adición de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> fue de 15 o 20 mL los contenidos de MO determinados no sólo fueron los mayores sino que además el porcentaje medido alcanzó valores relativamente constantes. En el caso contrario, cuando la adición de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> fue de 5 y 10 mL, se encontraron valores de MO menores y con una mucha mayor variabilidad.

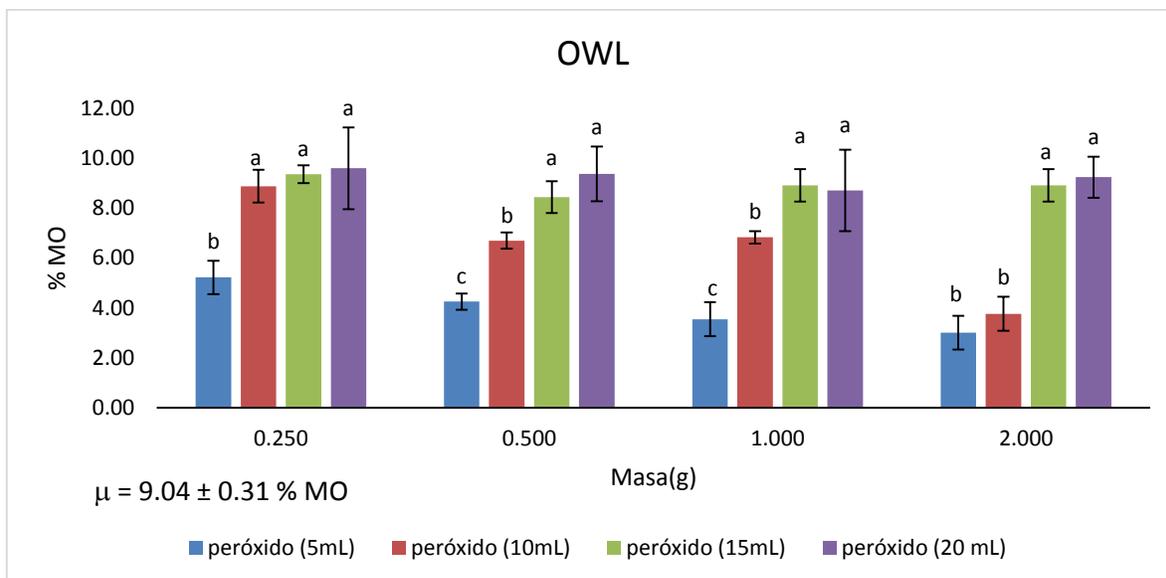


Figura 7. Histogramas mostrando el %MO por el procedimiento OWL en función de la cantidad de peróxido adicionado y la masa inicial para digestión del suelo FESC.

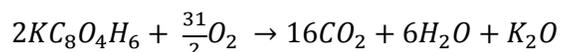
En la Figura 7, se observa que los valores de %MO cuando el volumen de las adiciones fue de 15 a 20 mL permaneció estable entre las masas, es decir que no presentaron diferencias mínimas significativas, no así cuando se varió el volumen a una sola masa. De estos resultados se recomienda que el proceso se realice con una masa inicial de 1-2g y un volumen de 15 a 20 mL de peróxido en adiciones parciales.

Durante la aplicación del proceso la adición de todo el agente oxidante tal y como lo reporta Jackson (1964), no fue la mejor opción ya que rápidamente el peróxido puede degradarse por el calor, generando pérdidas en el poder oxidante (Hesse, 1971). Sin embargo, cuando el oxidante se adicionó en una dosificación controlada, la oxidación fue más exhaustiva, esto debido a que mantiene el poder oxidante constante durante todo el tiempo de la digestión, logrando una oxidación más consistente y homogénea comparable con las oxidaciones crómicas vía húmeda. A continuación se muestran las reacciones de oxidación de los estándares de carbono bajo este método OWL:



Sacarosa

Oxalato de sodio



Biftalato de potasio

Una vez definido el proceso de OWL, en cuanto a la cantidad de masa inicial de suelo y el volumen a emplear de peróxido de hidrógeno, se aplicó a las muestras de suelos ISE al

igual que a los estándares de carbono, obteniendo los resultados mostrados en las Tablas 6 y 7.

Tabla 6 Porcentaje de pérdida de peso para estándares de carbono y blancos, % R de MO qué es el porcentaje de recuperación de la materia orgánica, % MO Teórico qué es porcentaje de oxidación esperado, % MO Experimental qué es el porcentaje de MO determinado por la metodología de OWL, mostrando la valencia del carbono, la desviación estándar (DESVEST) y el coeficiente de variación (CV)

Material	Valencia del C	%MO Teórico	% MO Experimental	% R de MO	DESVEST	CV
Sacarosa	0	100	84.1	84.1	0.1	0.1
Biftalato de K	0.25	68.3	55.7	81.6	4.9	8.8
Oxalato de Na	3	70.1	61.8	88.1	2.7	4.4
Blanco	----	----	0	----	0	0

Con respecto a los estándares de carbono que siempre se utilizaron en vía seca, se observa que la recuperación (%R) de estos no llegó al 100% siendo la más alta la de la sacarosa y la más baja la de biftalato, lo cual es concordante con la explicado por Jackson (1964) quien establece que el peróxido no ataca de manera adecuada a las estructuras parafinadas o aromáticas. Los valores de recuperación, son relativamente elevados lo que implica que con algunas modificaciones al procedimiento es posible lograr los valores de 100% de recuperación.

Tabla 7 porcentaje de MO para las muestras de suelos y blanco por la metodología WB referidos en la literatura y por la metodología OWL donde se muestra la media, la desviación estándar DESVEST y coeficiente de variación CV obtenidos de forma experimental.

Material	% MO WB literatura	% MO OWL Experimental	DESVEST	CV
912	11.80	15.80	1.6	10.1
934	4.70	4.58	0.8	16.5
956	3.50	4.39	0.3	6.1
975	3.60	2.17	0.8	36.4
981	4.20	4.12	0.4	8.7
Blanco	0	0	--	--

De acuerdo con los resultados mostrados en la Tabla 7, el comportamiento del método en los suelos se considera como adecuado, ya que valores del porcentaje de MO presentan correlación con los valores reportados en la literatura por el método de WB. Sin embargo no se muestra una tendencia clara, debido a que los suelos presentaron espumación, y aunado a una proyección de gotas fuera de los vasos de precipitados. Se considera

necesario realizar un análisis de las interferencias, para estimar la afectación de las sales y los carbonatos y, de ser necesario, hacer una modificación en el procedimiento, o solo tomar medidas precautorias en su desarrollo.

### **Análisis de interferencias**

Se utilizó el mismo procedimiento descrito en la sección 2.2.2 para la evaluación de MO por el método OWL, con la diferencia al uso de muestras sólida de NaCl y CaCO<sub>3</sub> en un rango de masas de 0.0500 g a 0.5000 g (Tabla 8).

Para proveer de iones cloruro (Cl<sup>-</sup>) para el análisis de interferencia se utilizó al cloruro de sodio, por ser el interferente más común y ser la sal con el mayor porcentaje de representación en los suelos.

Tabla 8 Porcentaje de la pérdida de sal (NaCl) por el proceso OWL en un intervalo de masas de suelo para digestión de 0.0500g a 0.5000g mostrando la media, desviación estándar (DESV EST ) y coeficiente de variación (CV)

Masa (g)	Media Porcentaje de recobro (%)	DESV EST	CV
<b>0.5000</b>	93.71	0.16	2.47
<b>0.2500</b>	90.15	0.28	2.81
<b>0.1000</b>	92.79	0.50	6.95
<b>0.0500</b>	87.95	2.13	17.66

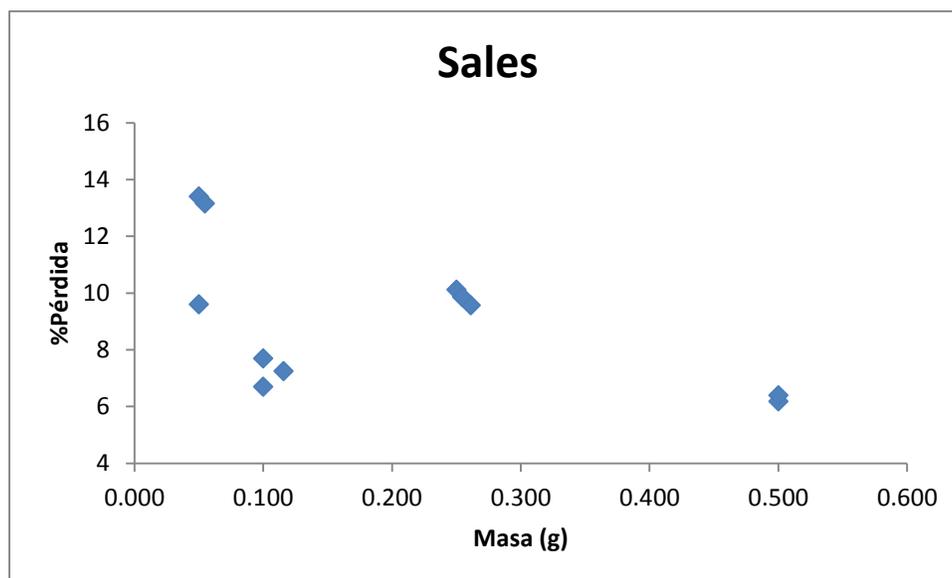


Figura 8 Porcentaje de la pérdida de sal (NaCl) por el proceso OWL en un intervalo de masas de suelo para digestión de 0.050 g a 0.500g mostrando los ensayos por triplicado.

En la Figura 8 se observa un comportamiento similar entre las masas de 0.1 a 0.5 g donde la pérdida de peso es aproximada al 8% con una variación del 2% de las sales en el suelo, lo cual es un valor aceptable dado que la homogeneidad de los resultados es alta. Sin embargo la pérdida de sales son por la proyección de gotas fuera del vaso de precipitados durante la digestión en baño maría.

Tabla 9 Porcentaje de la pérdida de carbonatos ( $\text{CaCO}_3$ ) por el proceso OWL en un intervalo de masas de 0.0500-0.5000g mostrando la media, desviación estándar (DESV EST) y coeficiente de variación (CV)

Masa (g)	Media Porcentaje de recuperación (% R)	DESV EST	CV
<b>0.5000</b>	97.04	0.43	14.28
<b>0.2500</b>	98.94	0.20	18.50
<b>0.1000</b>	97.38	0.56	21.19
<b>0.0500</b>	91.32	0.28	3.27

De igual forma que en los párrafos anteriores ( relativos a la interferencia de las sales), se realiza un experimento para saber la interferencia por parte de los carbonatos, con el mismo procedimiento de OWL (sección 2.2.2) en un intervalo de masas para digestión de 0.0500g a 0.5000g como esta descrito en Tabla 9.

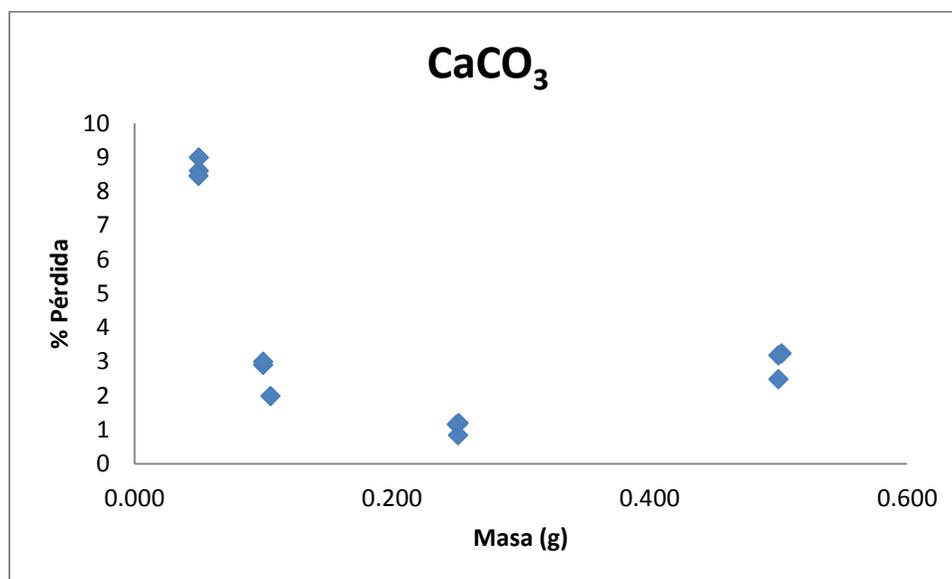


Figura 9 Porcentaje de la pérdida de carbonatos ( $\text{CaCO}_3$ ) por el proceso OWL en un intervalo de masas de 0.0500-0.5000g mostrando los ensayos por triplicado



Figura 10, muestras de cloruro de sodio, carbonato de calcio, suelo y blanco en arreglo antes de su digestión por el procedimiento OWL.

De acuerdo con el procedimiento mostrado en la Figura 9 se comprobó que las interferencias de carbonatos no generan grandes sobre-estimaciones con respecto al método de Walkley-Black.

Tanto el problema de la generación de espuma, como el de las proyecciones de las muestras afuera del vaso se pueden subsanar si se incorpora el uso de un cono de aluminio para evitar las pérdidas (Como se muestra en la Figura 10), para ello se comprobó su utilidad al realizar el mismo procedimiento descrito para OWL con la variación de la incorporación de un cono de aluminio a la vez de tapa para evitar la proyección de los materiales fuera del vaso y romper la espuma en una altura conveniente.

Tabla 10 Cuadro de comparación que muestra el porcentaje de pérdida, valor de la media, desviación estándar (DESV EST) y coeficiente de variación (CV) para las muestras de carbonato de calcio, cloruro de sodio, suelo de referencia y blanco por duplicado que se sometieron a proceso OWL con/sin la adición de peróxido de hidrógeno.

Muestra	Adición H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Pérdida de peso (%)	Media (%)	DESV EST	CV
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	Sí	1.5	1.5	0.0	0.0
		1.5			
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	No	3.5	3.6	0.1	0.0
		3.6			
<b>NaCl</b>	Si	0.0	0.0	0.1	1.4
		0.1			
<b>NaCl</b>	No	1.4	1.2	0.1	0.1
		1.1			
<b>Suelo</b>	Si	12.2	12.2	0.1	0.0
		12.3			
<b>Suelo</b>	No	3.4	3.4	0.0	0.0
		3.3			
<b>Blanco</b>	Si	0	0	0	0
		0			
<b>Blanco</b>	No	0	0	0	0
		0			

Para revisar nuevamente la afectación de las interferencias durante el desarrollo del procedimiento OWL, se generó un ensayo que evaluara la presencia del peróxido en las dos muestras de interferencias; cloruro de sodio y carbonato de calcio, que esta reportada en la Tabla 10, en ella se observa que:

En las muestras de carbonato de calcio se observa que a las que se les adicionó peróxido de hidrogeno, el porcentaje de la pérdida de peso fue menor que en las muestras sin adición, ésto debido al secado de la muestra antes y después de la oxidación, es decir: el carbonato de calcio se utilizó seco al aire, y por lo tanto se reporta una pérdida aproximada al 3.6% cuando no se adicionó peróxido, lo que puede corresponder a la humedad ambiental capturada ambiente y; de aproximadamente 1.5 % cuando la adición de peróxido se llevó a cabo, debido a que cuando la muestra se humedeció con el peróxido de hidrogeno no es secada por completo.

Con respecto a las sales, se concluyó que la pérdida de peso presentada (Tabla 10) es por la humedad retenida en la muestra, dado que la temperatura de secado empleada era mucho menor que la que se utilizaría para tratar a la muestra como un estándar primario (20 horas a 200°C; Houba, 1964) lo que da sentido a las muestras, y coincide con el caso del carbonato, y con la proposición del uso del cono de aluminio, en donde las pérdidas de peso son producidas por la proyección de gotas fuera del vaso de precipitados;

En las muestras de suelo, la pérdida de peso reportada cuando no se adicionó peróxido es atribuida a la humedad del propio suelo ~3%, mientras que en las muestras que fueron tratadas con peróxido, la pérdida fue del orden del ~12%.

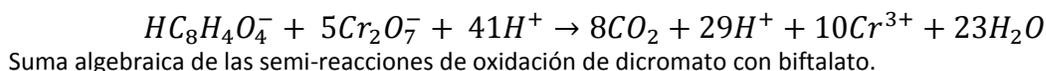
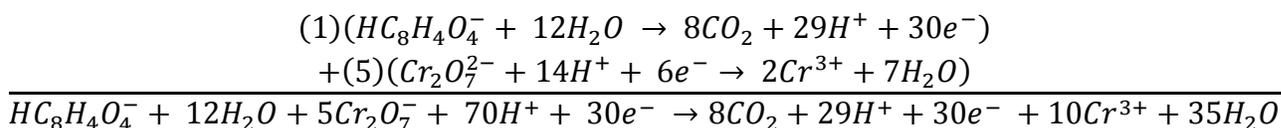
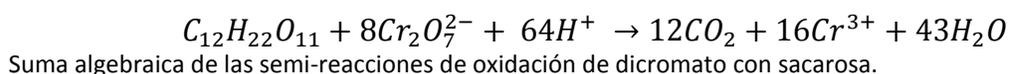
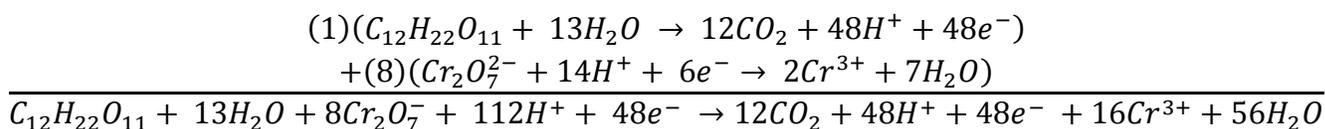
## 3.2 Métodos vía húmeda

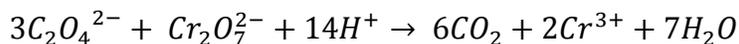
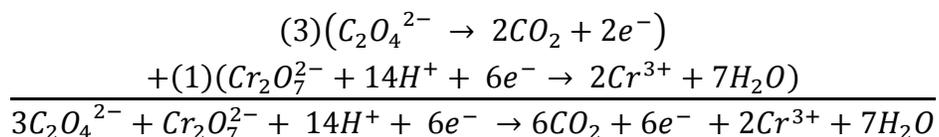
En este punto abordamos los resultados obtenidos a partir de la oxidación crómica y con peróxido para los estándares de carbono con los diferentes procedimientos, así mismo encontraremos las ventajas y desventajas de cada uno de ellos.

### 3.2.1 Oxidación Crómica

En el apartado se presentan en mayor detalle los resultados y el desempeño del cromo (VI) como agente oxidante cuando se enfrenta a los estándares de carbono.

A continuación se describen las sumas algebraicas de las semi-reacciones de oxidación para las oxidaciones de los estándares sintéticos de carbono con dicromato de potasio.



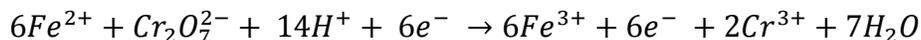
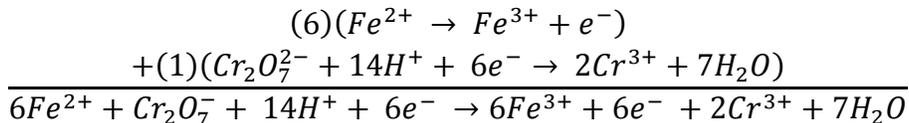


Suma algebraica de las semi-reacciones de oxidación de dicromato con oxalato.

Como se aprecia en las sumas algebraicas, un factor común en ellas es la presencia del protón ácido ( $H^+$ ), que actúa como catalizador de la reacción, por lo que para facilitar la oxidación del carbono es necesario mantener una concentración alta de ácido sulfúrico.

### 3.2.1.1 Método de Walkley-Black

El fundamento analítico de este método es una valoración volumétrica por retroceso, la cual consiste en la adición en exceso del agente oxidante que reacciona con la muestra (carbono) y es valorado, por diferencia con un sistema blanco, así obtenido la cantidad presente de carbono fácilmente oxidable en la muestra.



Suma algebraica de las semi-reacciones de valoración de dicromato con hierro.

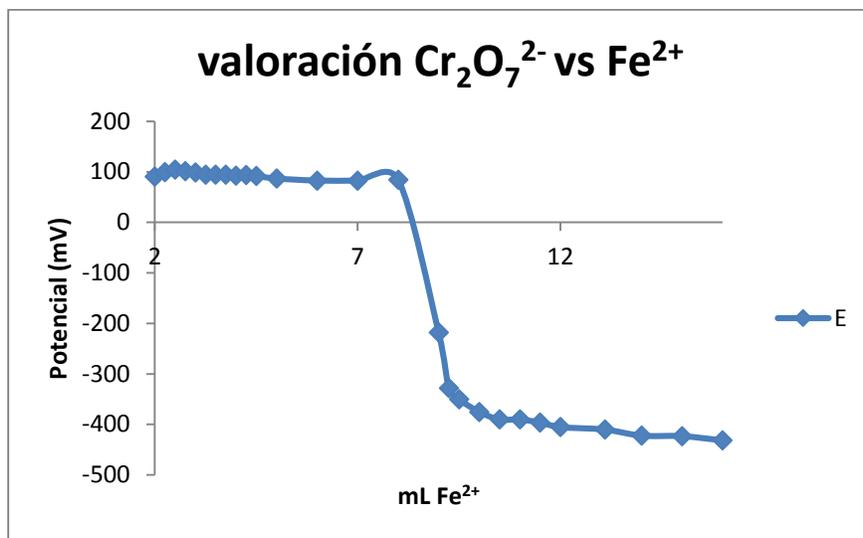


Figura 11 Potenciograma del ensayo para la muestra blanco con el método de Walkley-Black en función a los mL agregados de  $\text{Fe}^{2+}$ .

Se realizó la verificación del punto de equivalencia correspondiente a la reacción  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  vs  $\text{Fe}^{2+}$  la cual es seguida mediante una valoración potenciométrica, así mismo esta reacción es titulada visualmente hasta su punto final con ayuda de la difenilamina (Figura 11).

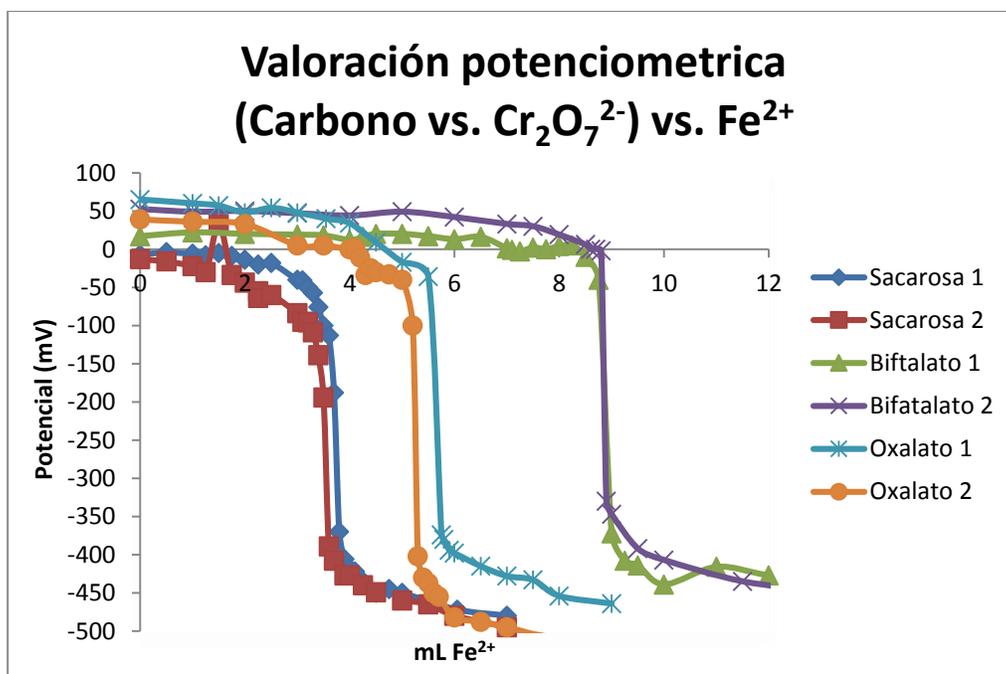


Figura 12 Potenciograma de los estándares de carbono para la técnica de WB en función a los mL agregados de  $\text{Fe}^{2+}$  0.5 N redox.

En la Tabla 11 se observa el porcentaje de recuperación del carbono, donde se observa cómo es la oxidación del carbono en estas condiciones. Más fácilmente apreciable en el gráfico de las curvas de titulación (Figura 12) donde de izquierda a derecha se presenta la sacarosa, el oxalato y el biftalato, se observan las características de la oxidación de sus estructuras químicas, y cómo es la preferencia de oxidación por el dicromato de potasio en presencia de un medio ácido.

Siendo la sacarosa la especie que más fácil se oxida de los estándares de carbono, por el dicromato de potasio, esta reacción es catalizada en gran medida por el ácido sulfúrico empleado en esta técnica, siendo la que alcanza un mayor porcentaje de recuperación entre las muestras empleadas.

En muestras del oxalato se observa una oxidación favorable que alcanza un 60% de recuperación que es un valor aceptable para una molécula altamente oxidada, donde para alcanzar la oxidación de la especie a CO<sub>2</sub> se requiere que cada átomo de carbono pierda un electrón, mismo que es cedido al cromo.

En las muestras de biftalato la recuperación fue nula, lo que es un desempeño esperado ya que una de sus características fundamentales de la oxidación crómica es la discriminación entre materia orgánica oxidable y las formas más condensadas de carbonó, como es el caso del biftalato, que es una sal aromática sustituida en posición *orto*, lo que le genera un grado de impedimento a la oxidación química, además de ser análoga a las sustancias parafínicas en la dificultad para ser oxidadas.

Muestra	Recuperación (%)	Media (%)
Sacarosa	96.2	97.6
	99.0	
Oxalato	60.6	64.4
	68.2	
Biftalato	0.0	0
	0.0	
Blanco	0.0	0
	0.0	

Tabla 11 Porcentajes de la recuperación de los estándares de carbono y sus medias por el método de Walkley-Black.

El método de Walkley-Black (WB) consiste en que a una mezcla de suelo con solución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> se le agrega H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado, donde el calentamiento producido por el ácido sulfúrico y el agua, induce la oxidación de manera suficiente de la materia orgánica contenida en el suelo (Hesse, 1971), el valor obtenido por este método son en la mayoría

de los casos considerablemente más bajos que los obtenidos por combustión seca, por lo que es necesario aplicar un factor de corrección. Sin embargo, este factor de corrección puede variar de suelo a suelo según reportan Aguilar (1987), Hesse (1971), Jackson (1964) por ello la utilización de este método puede llegar ser en ocasiones un tanto cuestionable, sobre todo por la falta de robustez en un método ampliamente utilizado, ya que entre sus puntos débiles se encuentran, la forma en que es adicionado el peróxido y el factor clima que impacta directamente en la determinación por afección de la reacción exotérmica, además algunas de las sustancias que causan interferencias notables son la aparición del cloruro de cromilo por exceso de temperatura o el cloro, los nitratos, el hierro (II), los óxidos de manganeso que compiten con la MO para reducir al dicromato. Sin embargo, algunos de ellos son neutralizados si se agrega ácido fosfórico, óxido de mercurio o plata, en el caso de hierro, solo con una correcta aireación, cómo reportan Jackson (1964), Nelson-Sommers (1996) y Aguirre (2001), sin embargo cualquier adición implica un nuevo gasto de recursos y un proceso más que cuidar la disposición o tratamiento de residuos.

### 3.2.1.2 Método de Kurmies

Una de las principales características de este método es el control que se tiene sobre la temperatura lo cual promueve una oxidación estable con respecto otros métodos crómicos donde la influencia de los agentes interferentes (los mismo que en Walkley-Black) no tiene el mismo valor de impacto (Hesse, 1971) y sobre todo que no se genere la formación de cloruro de cromilo ( $\text{CrO}_2\text{Cl}_2$ ).

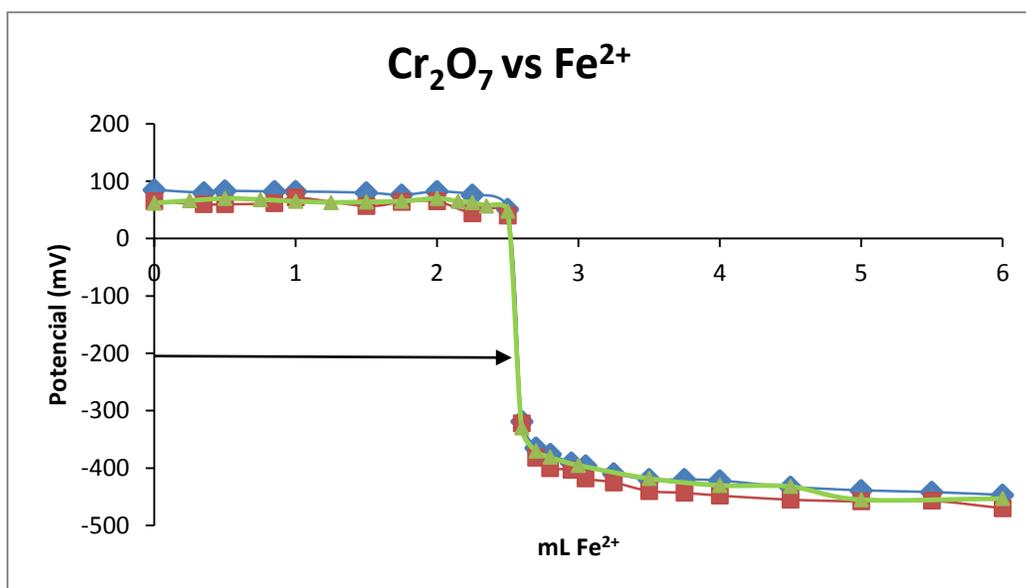


Figura 13 Potenciograma del ensaye blanco para el método de Kurmies en función a los mL agregados de Fe<sup>2+</sup>, en sus tres muestras de valoración, mostrando el punto donde indicador señala el punto de equilibrio.

Se generó nuevamente la curva de titulación mostrada en la figura 13 para  $K_2Cr_2O_7$  vs.  $Fe^{2+}$ , obteniendo el valor al punto de equivalencia, con lo cual se determinaron los resultados para las muestras sintéticas de carbono de manera visual como es mostrado en la Tabla 12.

Tabla 12 Recuperaciones de carbono para el método de Kurmies así como su media desviación estándar (DESV EST) y coeficiente de variación (CV).

Muestra	Recuperación (%)		Media (%)	DESV EST (%)	CV (%)
Blanco	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	0.0	0.0			
Sacarosa	103.9	103.9	103.9	0.0	0.0
	103.9	103.9			
Oxalato	85.9	85.9	91.8	6.8	7E-2
	97.7	97.7			
Biftalato	95.4	95.4	93.3	2.4	3E-2
	91.3	91.3			

Como se observa en la Tabla 12, en la técnica de Kurmies se obtiene una mejor recuperación de las soluciones sintéticas de carbono que las que se obtuvieron con WB, esto debido a que la oxidación lograda fue más exhaustiva al condicionarla a una temperatura y tiempo constante el cual es el gran diferenciador entre las técnicas que basan en el mismo principio la oxidación química por el ion dicromato a las especies químicas oxidables presentes.

En la sacarosa se logró obtener valores que superan al 100% lo cual lo referimos al error experimental, en oxalato y biftalato las recuperaciones obtenidas superan al 90% con lo cual llegamos a condiciones óptimas de experimentación.

El método de Kurmies es una oxidación crómica que no aprovecha el calor de reacción del  $H_2SO_4$  con el agua, es decir a una muestra de suelo se le adiciona una cantidad de  $K_2Cr_2O_7$  después se coloca en un baño de hielo y se le agrega poco a poco el  $H_2SO_4$  por las paredes a fin de que la reacción de disolución sea prácticamente nula, posteriormente se mezcla homogéneamente y se coloca en un baño maría a temperatura controlada para que se realice la digestión. El exceso de oxidante ( $K_2Cr_2O_7$ ) es reducido por una cantidad conocida de  $Fe^{2+}$ , llamada sal de Mohr y la diferencia de esta con una muestra blanco se calcula como las milimoles carga, atribuibles a carbono contenido en el suelo.

Los análisis elementales han mostrado que solo un 98% del carbono en el suelo es oxidado por esta vía, (Nelson-Sommers, 1962; Houba, 1964). La materia orgánica contenida puede

calcularse si se usa un factor que asume que el carbono está en una relación del 58% de la materia orgánica, este factor de conversión es estable en principio para la mayoría de los suelos sin embargo existen diferentes tipos de suelos con los cuales puede variar esta relación.

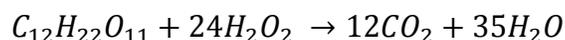
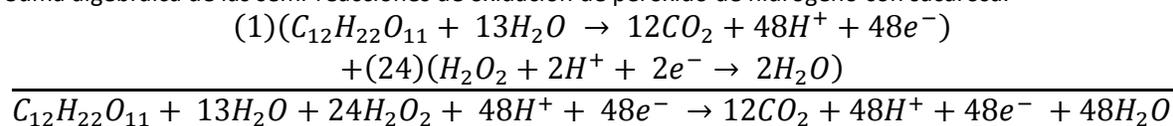
El método de Kurmies es una oxidación crómica que no aprovecha el calor de reacción del  $H_2SO_4$  con el agua, es decir a una muestra de suelo se le adiciona una cantidad de  $K_2Cr_2O_7$  después se coloca en un baño de hielo y se le agrega poco a poco el  $H_2SO_4$  por las paredes a fin de que la reacción de disolución sea prácticamente nula, posteriormente se mezcla homogéneamente y se coloca en un baño maría a temperatura controlada para que se realice la digestión. Lo que promueve una digestión exhaustiva que se ha comprobado en los análisis elementales que han mostrado que solo un 98% del carbono en el suelo es oxidado por esta vía, (Nelson-Sommers, 1962; Houba, 1964). Lo cual es bueno ya que retira la necesidad de la utilización de un factor aritmético para determinar carbono total sin embargo, la descripción que entrega no es la más recomendable ya que no se refiere a la fracción de carbono que las plantas pueden absorber o bío-disponer en un tiempo relativamente corto.

### 3.2.2 Oxidación con Peróxido de hidrógeno

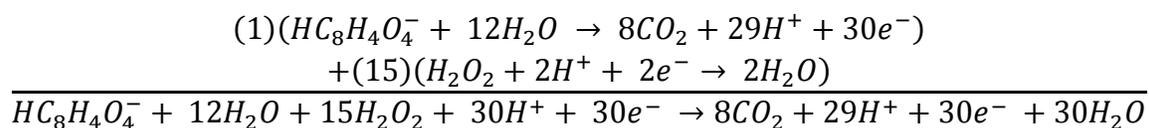
Aquí se encuentran los resultados de oxidación para las especies de carbón obtenidos a partir de las técnicas propuestas utilizando peróxido como el agente oxidante en un análisis volumétrico al igual que las desventajas y ventajas que implica su uso como sustituto del cromo.

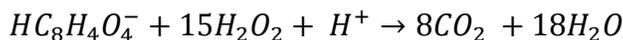
A continuación se describen las sumas algebraicas de las semi-reacciones de oxidación para las oxidaciones de los estándares sintéticos de carbono con dicromato de potasio.

Suma algebraica de las semi-reacciones de oxidación de peróxido de hidrógeno con sacarosa.

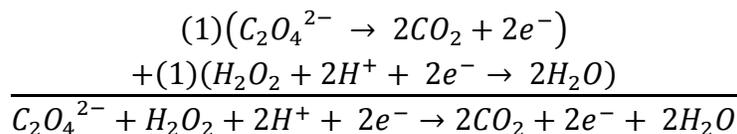


Suma algebraica de las semi-reacciones de oxidación de peróxido de hidrógeno con sacarosa.





Suma algebraica de las semi-reacciones de oxidación de peróxido de hidrógeno con biftalato.



Suma algebraica de las semi-reacciones de oxidación de peróxido de hidrógeno con oxalato.

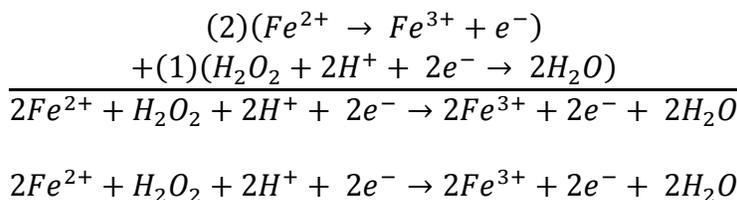
### 3.2.2.1 Método con calentamiento de la reacción $H_2O_2/H_2SO_4$

Esta oxidación (Peróxido-Suelo) se basa en la diferenciación de la parte activa químicamente del suelo, que genera la reacción de óxido reducción con el peróxido de hidrógeno, similar a la que ocurre en presencia de dicromato de potasio asumiendo una oxidación que prefiere a las especies no húmificadas, y que genera un valor de MO que es más representativo a la cantidad de carbono biodisponible, excluyendo así a las especies de carbono mineral y las formas orgánicas más complejas

La oxidación del  $H_2O_2$  no es rápida a temperatura ambiente, por ello requiere de un medio ácido, el cual es similar a las características de reacción presentes con dicromato, y esto genera un marco de partida para la realización del método, dado que el calor de la reacción es suministrado por la disolución del ácido en agua, ésta a su vez genera un calentamiento que cataliza la reacción, pero que al mismo tiempo interfiere en la cuantificación del peróxido sin reacción, por su auto-descomposición.

#### *Desempeño del oxidante*

Se presenta la reacción de valoración entre el oxidante ( $H_2O_2$ ) y valorante (Fe) para verificar la reacción.



Suma algebraica de las semi-reacciones de titulación de peróxido de hidrógeno con hierro.

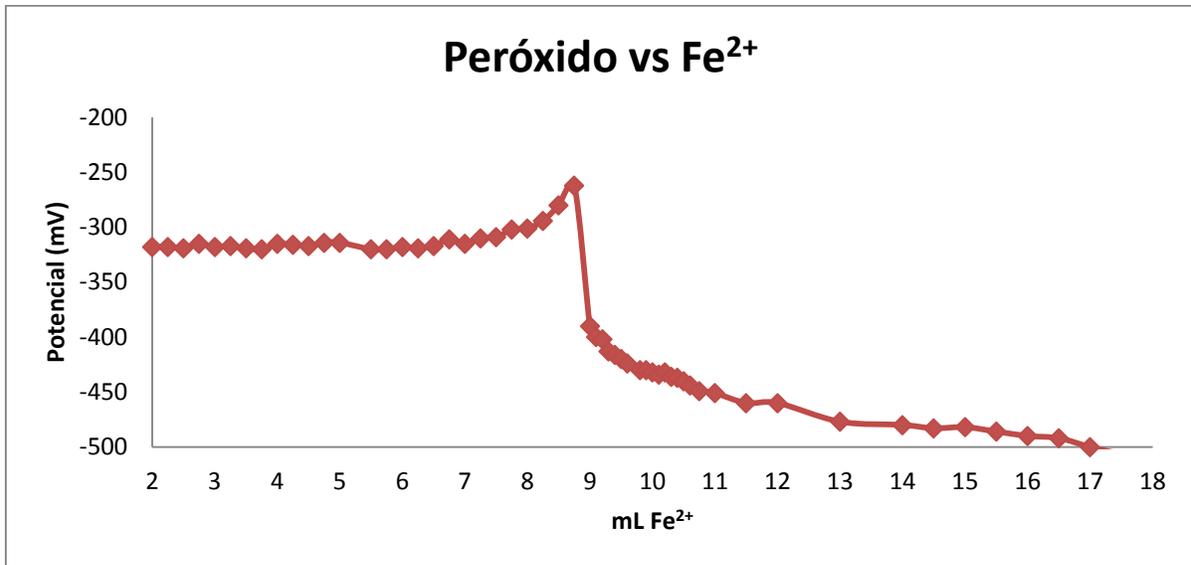


Figura 14 Curva de titulación del peróxido de hidrógeno con hierro (II) obtenida en el procedimiento de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Al igual que las técnicas crómicas, empezamos por la generación de potenciograma (Figura 14) con lo cual se obtiene una línea base diferente a lo usual, por la singularidad de la línea de estabilización, que no permanecía recta, esto nos indica que el proceso redox en la titulación está generando una reacción alterna, atribuible al peróxido con el agua que mantienen a un compuesto intermedio en concentración aparentemente constante que perturba al medio.

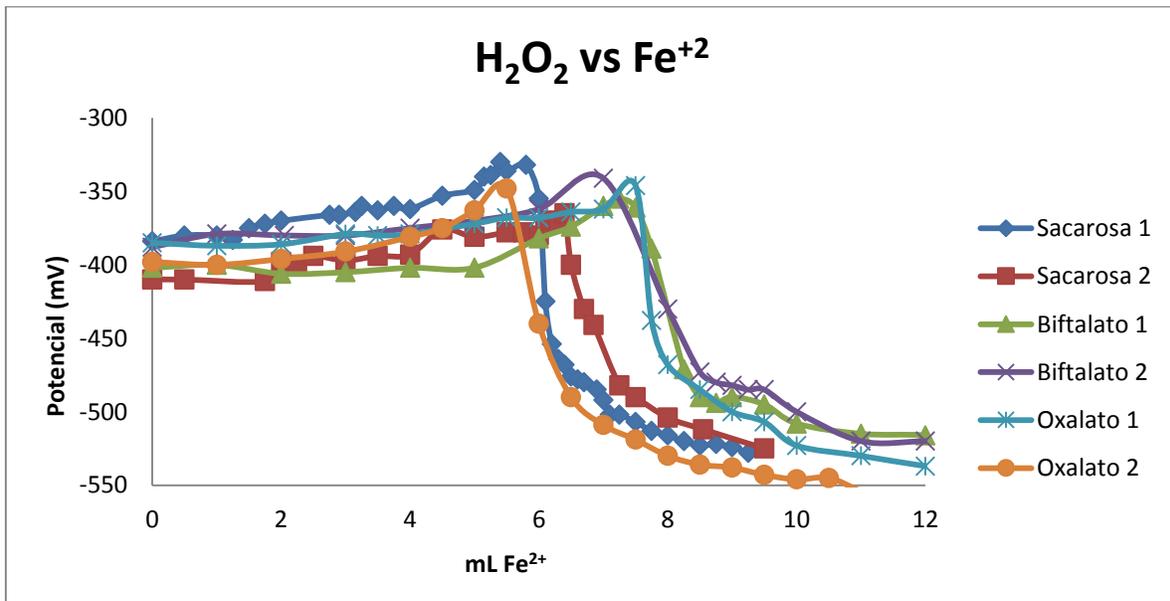


Figura 15 Curva de titulación para los estándares de carbono después de la digestión con peróxido de hidrógeno y como agente valorante hierro (II) obtenida en el procedimiento de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

En la valoraciones seguidas exclusivamente por potenciometria no se observó las gráficas clásicas de esta técnica (Figura 15), en ellas se muestra la presencia e interferencia de la reacción de valoración en todas las muestras probadas, sin embargo el movimiento de las líneas sobre el eje horizontal, nos indica que es viable el proceso de oxidación con peróxido, sin embargo no es cuantitativo en estas condiciones con lo cual en vista de una óptica empírico-experimental nos sugiere que sean verificados los parámetros que se están utilizando para esta técnica .

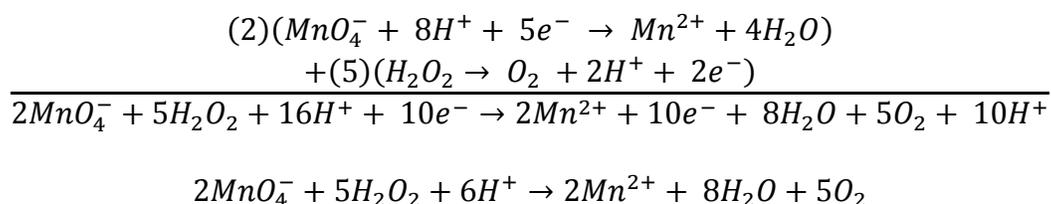
Siendo primordial como realizamos la cuantificación por la interferencia presente en la reacción.

### *Desempeño de la titulación*

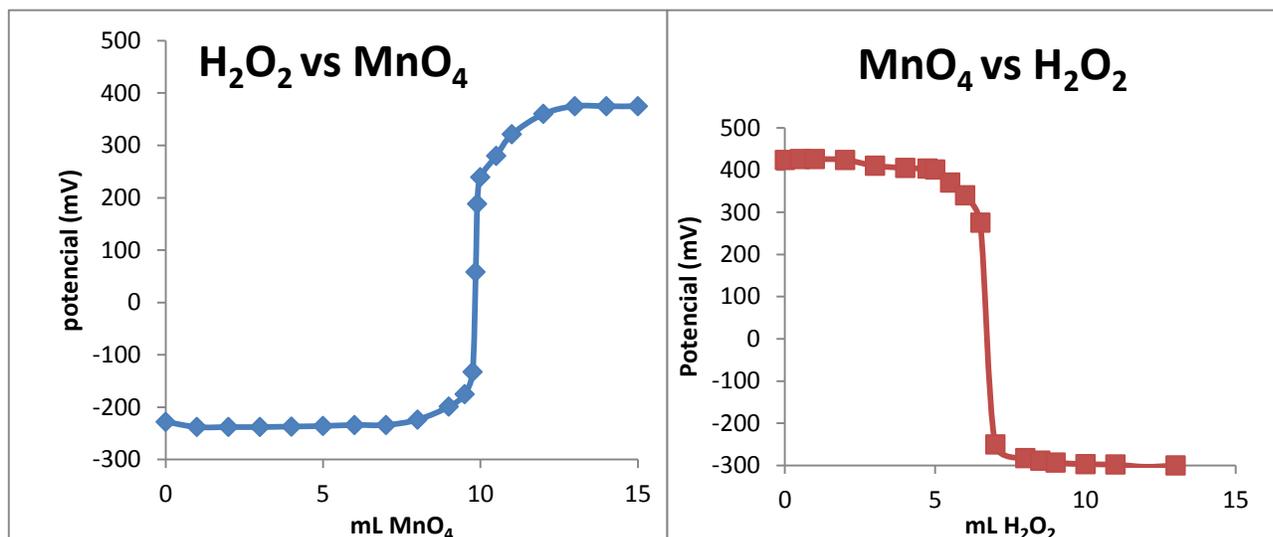
En la revisión experimental de la técnica se identificaron cuáles eran las principales limitaciones durante la cuantificación del peróxido donde entraban la utilización de un potenciómetro para determinar punto final de reacción, material y equipo requerido por una técnica volumétrica, la exactitud del método, disponibilidad de compuestos químicos así como el tiempo necesario para realizar el análisis.

Al realizarlo se buscó una técnica que cumpliera los requisitos de la mejor manera además de que siguiera la idea de la implementación de un método limpio, con lo cual los residuos del método sean inocuos en lo mayor cantidad posible.

La técnica por la cual se optó para la cuantificación del peróxido de hidrógeno fue la permanganometria, la cual es una técnica visual con proceso redox, rápida, exacta y donde la disponibilidad del producto en solución para valorar lo encontramos en ampollas o en cristales, que son la manera usual de disponibilidad del producto.



Suma algebraica de las semi-reacciones de titulación de peróxido de hidrógeno con permanganato.



Figuras 16 y 17 Curvas de titulación de Peróxido con permanganato de potasio y su inversa obtenidas por el procedimiento de  $H_2O_2/H_2SO_4$ .

La viabilidad del permanganato como agente valorante se evaluó antes de realizar una prueba experimental donde se verificó que la adición del medio ácido no implicó mayor conflicto con respecto a la reacción de valoración pertinente de acuerdo a las figuras 16 y 17.

Tabla 13 El porcentaje de recuperación para los estándares de carbono y blanco así como su media desviación estándar (DESVEST) y coeficiente de variación (CV) con el procedimiento de  $H_2O_2/H_2SO_4$ .

Muestra	Recuperación (%)		Media (%)	DESVEST (%)	CV (%)
Blanco	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	0.0	0.0			
Sacarosa	115.0	115.0	113.9	1.19	1.0
	112.9	112.9			
Oxalato	11.3	11.6	9.0	3.1	11.2
	6.8	6.8			
Biftalato	73.2	71.3	72.4	1.0	1.4
	71.4	73.2			

La oxidación de las muestras de carbono bajo el proceso a las condiciones descritas es de, 70 % para el oxalato, 110 % para sacarosa y 10% Biftalato, como es mostrado en la Tabla 13, lo cual es bueno y pero con incertidumbre porque se tiene una sobreestimación del

método dado que la sacarosa supero al 100% lo cual es muestra evidente, adicional se sabe que el biftalato no es atacado por el peróxido dado que no es capaz de oxidar sustancias orgánicas resistentes o moléculas análogas a parafinas (Jackson , 1964) lo cual coincide el porcentaje de sobre estimación presentado en la sacarosa y por ende el oxalato, esto presumiblemente es una alteración presente en el método ya que al basar la oxidación a la presencia del peróxido no es bastante efectiva si no se cataliza la reacción, que en este caso es por la adición del peróxido en una doble función; mantener un sistema suficientemente ácido propicio para desplazar el equilibrio químico a favor de la oxidación y aprovechar el calor propio de la reacción tal como ocurre en los métodos crómicos, lo cual es una variable que puede favorecer de manera considerable al método si se mantiene controlado con lo cual se da paso a la experimentación del siguiente método con peróxido.

### ***3.2.2.2 Método con calentamiento en baño maría***

El principio del método de calentamiento en baño maría ( $H_2SO_4/BM$ ) es el mismo que se presenta en las técnicas vía húmeda, una valoración por retroceso con un agente oxidante en exceso, la diferencia entre el proceso  $H_2O_2/H_2SO_4$  y este, es el cómo se controlan las condiciones de reacción, para lo cual se mezclan todos los reactantes con el cuidado de no generen calor hasta el momento donde estos, son sumergidos en baño de agua caliente lo cual activa la oxidación suelo-peróxido.

La utilización de peróxido de hidrógeno como agente oxidante es una opción adecuada si se considera que al final del análisis el único tratamiento seria neutralizar la acidez, considerando que el desempeño del método es bueno, con respecto a la oxidación esta es constante ya que en pocos minutos alcanza temperatura y se mantiene constante, la operatividad del método es compleja pero si requiere más tiempo que un ensaye WB, otro de los factores no tan importantes pero notorio es el costo del ensaye que es más reducido en cuanto a los reactantes utilizados por no tener que tratar a los residuos como peligrosos (NOM-053-SEMARNAT).

Se siguió el procedimiento de Kurmies utilizando como agente oxidante a  $H_2O_2$  y realizando la valoración con  $KMnO_4$  con los cambios que se describen;

### ***Cambio en el Poder Oxidante***

Para verificar si hay un cambio en el poder oxidante, se utilizaron soluciones de  $H_2O_2$  en diversas concentraciones, según se muestra en la Tabla 14 donde se aprecia el cómo al incrementar la concentración de agente oxidante no incrementa el porcentaje de recuperación de los estándares de carbono.

Tabla 14 Cuadro comparativo que muestra las medias de los porcentajes de recuperación de los estándares de carbono a diferentes concentraciones de peróxido de hidrógeno, así como su blanco en una metodología de oxidación con calentamiento en baño maría.

% Recuperación estándares de carbono a diferentes concentraciones de peróxido de hidrógeno					
Diferentes concentraciones de Peróxido de hidrógeno H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>					
	[0.4704]	[0.9768]	[2.608]	[3.4722]	[4.44]
<b>Oxalato (%)</b>	84.48	90.24	87.36	79.99	89.47
<b>Biftalato (%)</b>	--	--	--	--	--
<b>Sacarosa (%)</b>	23.04	28.32	58.56	43.33	43.63
<b>Blanco (%)</b>	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

La sacarosa al ser oxidada por esta vía química, funciona como un indicador del comportamiento de la oxidación, con lo cual puede obtenerse el cual es el intervalo donde se produce la mejor zona de oxidación del peróxido en medio ácido-baño maría. Para el oxalato se aprecia que la oxidación es la mayor de todas y alcanza valores próximos al 90%, los cuales son óptimos para el desarrollo del método, por lo que la concentración sugerida para el desarrollo del mismo es aproximadamente de 3 N redox. Los valores de biftalato no son reportados por no ser considerados dado que se sabe que el peróxido no atacó a las estructuras aromáticas bajo estas condiciones de digestión.

En la Figura 18 se observan los porcentajes de recuperación para los diferentes estándares de carbono en el intervalo de concentración de 1-3 N<sub>Redox</sub>, donde se aprecia que es la zona donde el peróxido de hidrogeno se mantiene con relativa estabilidad y la descomposición es mínima con respecto a otros intervalos de concentración, mostrados en la Figura 19.

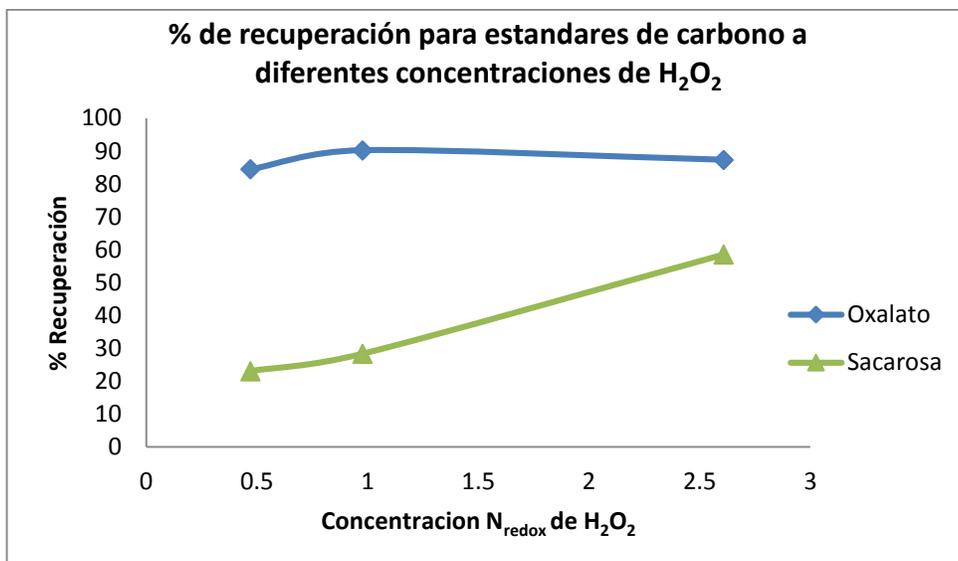


Figura 18 Porcentaje de recuperación para estándares de carbono en el intervalo de concentración óptimo del peróxido de hidrógeno en el proceso  $H_2O_2/BM$ .

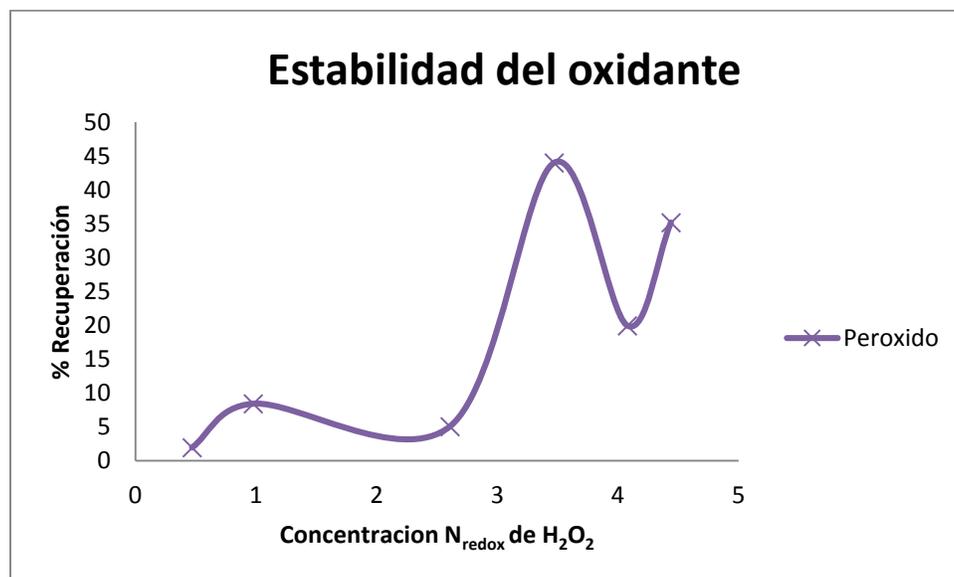


Figura 19 Grafica que muestra la estabilidad química del peróxido como agente oxidante en el proceso  $H_2O_2/BM$ , en diferentes concentraciones cuando es sujeto a calentamiento por dos horas a  $90^\circ$  y contrastado con el valor blanco de concentración.

Se evaluó en primer momento la estabilidad química del peróxido de hidrógeno cuando es procesado a  $90^\circ$  Celsius de temperatura, y por un tiempo de 2 horas, como indica el método  $H_2SO_4/BM$  (Figura 19) donde se observa cómo hasta en la concentración de 3 N redox la pérdida de peróxido por descomposición térmica no lo afectó tanto, como cuando superó a esta concentración.

## *Efecto de la Temperatura*

Para observar el efecto de la temperatura en la oxidación, se colocaron diferentes sistemas a digestión a diferentes temperaturas (20°, 60°, 90°), donde se cuidó la preparación de la mezcla oxidante, realizándola bajo baño de hielo ( $H_2O_2/H_2SO_4$ ) para minimizar la descomposición del peróxido de hidrógeno. Dado que la reacción ácido-agua es de tipo exotérmica y al adicionar el ácido en la concentración requerida para las digestiones se vuelve extremadamente violenta, el interés particular en este método fue mitigar el grado de descomposición del peróxido durante la preparación.

Tabla 15 Cuadro comparativo de las medias de recuperación para los estándares de carbono así como un blanco en el proceso  $H_2O_2/BM$  a diferentes temperaturas.

<b>Recuperación de carbono en diferentes temperaturas de digestión para el <math>H_2O_2</math></b>			
<i>Temperatura (°C)</i>	<i>20°</i>	<i>60°</i>	<i>90°</i>
<b>Oxalato (%)</b>	72.4	94.8	113.1
<b>Biftalato (%)</b>	8.1	0.1	-----
<b>Sacarosa (%)</b>	32.2	47.0	89.1
<b>Blanco (%)</b>	0	0	0

Al modificar la forma en que se mezclan el  $H_2O_2$  y el ácido sulfúrico bajo baño de hielo, el calor no es aprovechado para realizar la oxidación, por lo que la oxidación depende entonces de la temperatura provista por el baño maría durante el tiempo de reacción elegido, así las oxidaciones mejor controladas resultan en un desempeño más homogéneo en la determinación del carbono en las muestras bajo estudio.

Una vez obtenidos los intervalos de trabajo para el método con calentamiento en baño maría se procede a emplearlos en la muestras de los estándares de carbono, los resultados de este procedimiento se presentan en la Tabla 16.

Tabla 16 Porcentajes de recuperación, media, desviación estándar (DESVEST) y coeficiente de variación (CV) para estándares de carbono así como el blanco en una oxidación vía peróxido en el proceso H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/BM.

Muestra	Recuperación (%)		Media (%)	DESVEST (%)	CV (%)
Blanco	0	0	0	0	0
	0	0			
Sacarosa	99.1	99.1	98.6	0.7	0.7
	98.1	98.1			
Biftalato	-2.3	-2.3	-3.4	1.6	47.1
	-4.5	-4.5			
Oxalato	123.1	123.1	122.1	1.4	1.2
	121.1	121.1			

Los valores presentados en la Tabla 16 para la sacarosa son excelentes dado que alcanzan un aproximado al 100% de recuperación. Con respecto al oxalato, se presenta una sobreestimación, la cual se debe a la descomposición de peróxido que cuando se titula con permanganato de potasio. Cuando es comparado contra el blanco de concentración, los cálculos indican que hay más carbono, sin embargo al no ser posible, la única explicación plausible es que hay una pérdida de peróxido por descomposición. Para el caso del biftalato se reportan valores negativos, lo que se explica de la misma manera que para el caso del oxalato, por descomposición del peróxido y el nulo ataque al anillo aromático del biftalato.

### 3.3 Aplicación de métodos a Suelos

En esta sección se presentan los resultados del haber aplicado los procedimientos de digestión con peróxido a muestras de suelo ISE, bajo las condiciones de experimentación H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/BM expuestas en la sección 2.4.

#### 3.3.1 Método con calentamiento de la reacción H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Una vez establecidos las condiciones experimentales a partir de la sección 3.2.2.1 se procedió a tratar las muestras de suelo certificadas con el método con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y calentamiento de reacción en baño maría, de esta forma se obtuvieron los resultados de la Tabla 17.

Tabla 17 Porcentaje de materia orgánica determinada con la metodología de oxidación vía húmeda con peróxido en medio ácido (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) para las muestras de suelo ISE. Se incluyen los valores promedio (Media), la desviación estándar (DESV EST) y el coeficiente de variación (CV).

<b>muestra</b>	<b>% MO</b>	<b>Media</b>	<b>DESV EST</b>	<b>CV</b>
<b>912</b>	2.67	2.67	0.0	0.1
	2.66			
<b>933</b>	3.58	3.57	0.0	0.6
	3.55			
<b>934</b>	3.60	3.61	0.0	0.3
	3.61			
<b>942</b>	3.31	3.30	0.0	0.6
	3.29			
<b>956</b>	3.61	3.60	0.0	0.3
	3.60			
<b>959</b>	1.56	2.57	1.4	55.6
	3.58			
<b>975</b>	3.32	3.44	0.2	5.2
	3.57			
<b>981</b>	2.35	2.99	0.9	30.3
	3.63			

Las muestras de los suelos se trataron con el método de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/WB (sección 2.4.1), donde se observó la intensa generación de espuma y la liberación de gases, a diferencia de las muestras de los estándares de carbono, que no sufrieron de estos inconvenientes.

### 3.3.2 Método con calentamiento en baño maría

Se realizó la aplicación del método con calentamiento en baño maría como se describe en la sección 2.4.2 y los resultados se muestran en la Tabla 18.

Tabla 18 Porcentaje de materia orgánica determinada por el proceso H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/BM para las muestras de suelo ISE, así como la media, la desviación estándar (DESV EST) y el coeficiente de variación (CV).

muestra	% MO	Media	DESV EST	CV
912	2.25	2.26	0.0	0.4
	2.26			
933	2.58	2.60	0.0	0.7
	2.61			
934	2.57	2.58	0.0	0.5
	2.59			
942	2.38	2.38	0.0	0.0
	2.38			
956	2.80	2.80	0.0	0.0
	2.80			
959	2.85	2.85	0.0	0.1
	2.85			
975	2.82	2.83	0.0	0.0
	2.82			
981	2.58	2.59	0.0	0.0
	2.58			

En las muestras procesadas con calentamiento en baño maría, la oxidación presentó espuma, pero menos intensa que la presentada bajo el proceso con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, además el calor constante generó vapor de agua que se condensó en las paredes de los tubos de digestión, por lo que constantemente se lavó esta espuma bajando las partículas de suelo de las paredes, con lo que consiguió la oxidación de la muestra de una mejor forma, en comparación con el proceso H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, lo que se tradujo en valores de los duplicados de las muestras más homogéneos.

### 3.4 Comparación de métodos: Discusión general

La razón de utilizar suelos de referencia fue la de comparar los resultados contra valores estandarizados lo que permitió comprobar la robustez de los diferentes procedimientos aplicados, y así calificarlos. Con esta finalidad se incluyen los listados de las características

reportadas para estos suelos (Tabla 19). En lo que concierne a los valores de materia orgánica, estos se reportan bajo dos técnicas analíticas distintas a las utilizadas en estas secciones. Por lo tanto, y dado que en esta sección se comparan los procedimientos propuestos contra los métodos publicados, debe tenerse en cuenta esta diferencia.

Tabla 19 Características de los suelos ISE utilizados en el presente estudio de acuerdo con la literatura (Aguirre, 2001).

Referencia	Programa	País	Tipo de suelo	pH (H <sub>2</sub> O 1:2)	CE (1:5 dS -1)	CaCO <sub>3</sub> (%)	p < 2 µm (%)	MO (LOI) [%]	C (WB) [%]	C (DCr) [%]	C (Cr) [%]
912	ISE	Suiza	Loess	5.62	11.30	0.30	40.50	11.80	2.5	3.4	3.5
933	ISE	Alemania	Franco	6.90	19.30	0.00	13.60	4.70	1.3	1.6	1.6
934	ISE	Holanda	Loess Encalado	7.80	19.50	6.20	17.80	4.70	1.2	1.2	1.3
946	ISE	Holanda	de Marisma	7.72	8.20	14.30	33.20	16.50	3	3.5	3.7
956	ISE	Grecia	Arcillo- arenoso	8.10	15.90	17.20	21.00	3.50	0.6	0.5	0.7
959	ISE	Mali	Arenoso	6.11	3.30	0.10	8.00	1.30	0.3	0.2	0.2
975	ISE	Alemania	Pardo Ácido	4.40	3.72	0.00	23.00	3.60	0.3	0.4	0.4
981	ISE	Holanda	Arenoso	6.58	17.00	0.20	3.90	4.20	1.6	1.7	1.6
Suelo- FESC	ISP	México	Vertisol	6.31	0.38	---	----	---	2.63	---	---

### 3.4.1 Métodos gravimétricos

Para los métodos gravimétricos se utilizaron, tanto el método de LOI, como el procedimiento OWL, los cuales tienen principios de oxidación distintos, el primero basado en una oxidación térmica, y el segundo oxidación térmica-química. Debido a que el método de LOI es un procedimiento que consume grandes cantidades de energía, y que requiere de un cuidado constante de la temperatura, etc., lo hace un método menos viable que otros. Por otro lado, el método de OWL tiene una serie de ventajas que hacen que sea más recomendable que cualquier otro, dado ya que es un método rápido y tiene la capacidad de ser aplicado a un número masivo de muestras, además de tener la deseable característica motivo de esa tesis de ser un método mucho más limpio, libre de interferencias y de residuos, de fácil implementación y más económico que los métodos de oxidación crómica.

Tabla 20 cuadro comparativo de las técnicas gravimétricas LOI y OWL, para las muestras de suelos ISE donde se muestran los porcentajes de materia orgánica MO y los valores de desviación estándar DESVEST; En negritas referidos de Aguirre (2001) y el porcentaje de MO obtenido por el procedimiento de OWL.

Referencia	% MO		
	MO ( LOI)	DESVEST (%)	MO (OWL)
<b>912</b>	<b>11.8</b>	<b>3.1</b>	16.9
			14.7
<b>934</b>	<b>4.7</b>	<b>1.9</b>	4.0
			5.1
<b>956</b>	<b>3.5</b>	<b>1.2</b>	4.2
			4.6
<b>975</b>	<b>3.6</b>	<b>1.2</b>	2.7
			1.6
<b>981</b>	<b>4.2</b>	<b>2.2</b>	3.9
			4.4

En negritas datos obtenidos de la literatura (Aguirre, 2001).

En la comparación de los resultados observamos la similitud entre los valores reportados, los cuales superan a la literatura, pero que se atribuyen a la humedad presente en suelo, que se adiciona al valor de materia orgánica y que a su vez está dentro del valor del error experimental para las mediciones gravimétricas  $\pm 20\text{mg}$  (Harris, 2007), tal y como es reportado por Jackson (1964) el peróxido de hidrogeno no ataca a todo el carbono presente al igual que las estructuras parafinadas por lo cual es necesario la introducción factor de corrección.

### 3.4.2. Métodos vía húmeda

En cuanto a los métodos vía húmeda WB, Kurmies y cromato ácido ( $\text{HCrO}_4^-$ ); así como los procedimientos propuestos con calentamiento de la reacción  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$  y con calentamiento en baño maría; todos ellos de análisis volumétrico. Son una de las principales líneas de investigación del uso de peróxido de hidrógeno por su utilización como sustituto del dicromato de potasio, para ser empleado como oxidante en vía húmeda. Desafortunadamente su inestabilidad fisicoquímica a la temperatura y durante la titulación, lo convierten en una opción limpia pero no la más adecuada dentro de los estudios realizados, principalmente por su afectación con los  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{S}^{II}$ ,  $\text{MnO}_2$ , etc.

Tabla 21 cuadro comparativo de las técnicas vía húmeda: cromato ácido  $\text{HCrO}_4^-$ , Walkley-Black WB, kermies, calentamiento de la reacción  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$  Y  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{BM}$ ; para las muestras de suelos ISE donde se muestran los porcentajes de materia orgánica MO y desviación estándar DESVEST en negritas referidos de Aguirre, 2001.

Referencia	%MO				
	$(\text{HCrO}_4^-)^*$	$(\text{WB})^*$	$(\text{Kurmies})^*$	$(\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4)$	$(\text{H}_2\text{O}_2/\text{BM})$
912	3.5	2.5	3.4	2.67	2.25
				2.67	2.26
933	1.6	1.3	1.6	3.58	2.58
				3.55	2.61
934	1.3	1.2	1.2	3.60	2.57
				3.61	2.59
946	3.7	3.0	3.5	3.31	2.38
				3.29	2.38
956	0.7	0.6	0.5	3.61	2.80
				3.60	2.80
959	0.2	0.3	0.2	1.56	2.85
				3.58	2.85
975	0.4	0.3	0.4	3.32	2.82
				3.57	2.82
981	1.6	1.6	1.7	2.35	2.58
				3.63	2.58

\*En negritas datos recabados de la literatura.

Al realizar una comparación de las técnicas propuestas con los valores de la literatura, se observa él como no se presenta una correcta correlación entre los valores de todos los métodos, es decir no hay intercomparabilidad entre los métodos, lo cual hace que no se cumpla una de las propuestas presentadas, sin embargo estos procedimientos desarrollados podrán ser utilizados en otras aplicaciones como la demanda química de oxígeno (DQO), para jales mineros o muestras de suelo contaminados donde se espera que por sus características tengan un mayor desempeño.

### 3.5 Procedimiento recomendado

#### 1) Método OWL

Al realizar el procedimiento de LOI en el suelo FESC se obtuvo un promedio de 14.30 +/- 0.18 %MO; en contraste con el método de OWL, donde se obtuvo un valor de 9.04 +/- 0.31 %MO, esta diferencia entre los valores obtenidos corresponden a las interferencias del método de LOI. Así mismo se comprobó la robustez del método de OWL con respecto

a la cantidad de muestra inicial a digerir lo que resulta de gran importancia, ya que posibilita el desarrollo del mismo bajo diversas condiciones de sólido-volumen de peróxido adicionado, no siendo crítico ese paso. Al ser un método gravimétrico, se favorece la rapidez de la determinación pues es posible usar material graduado en vez de material volumétrico. Esto último permite además, realizar un gran número de muestras simultáneas.

## 2) Principio y descripción del procediendo de OWL

El método propuesto consiste en pesar una cantidad de suelo, adicionarle en etapas un volumen de peróxido de hidrógeno concentrado ( $H_2O_2$ , 30%) en porciones de 5 mL, colocarlo a digestión en baño maría a 90 °C por 2 horas, para completar la oxidación de la MO. Una vez terminado este proceso, se lleva a sequedad en estufa (18 h a 105 °C) y se obtiene el contenido de MO por diferencia de peso. El procedimiento incluye blancos, muestras de referencia y estándares de carbono, además de las muestras a evaluar.

### Reactivos

- Sacarosa
- Biftalato de potasio
- Oxalato de sodio
- Peróxido de hidrógeno al 30%

### Procedimiento

1. Se registra el peso de un vaso de precipitados previamente rotulado o identificado, secado en la estufa a 105 °C por 3 horas con su cono de aluminio (peso 1).
2. Se pesa de 1 a 2g de cada muestra en los vasos de precipitados previamente rotulados (peso 2).
3. Se incluyen muestras blancos y muestras de estándares de referencia con 1 g de cada estándar de carbono, y se incluyen dos vasos vacíos como blancos.
4. Se agregan 5 mL de  $H_2O_2$  30%, y se coloca el vaso de precipitados con muestra en baño maría a 90 °C, tapado con su cono de aluminio.
5. Cuando la muestra se evapora a aproximadamente la mitad del volumen inicial adicionado de 5mL de  $H_2O_2$  30%, se re-adicionaron otros 5 mL. Se repite este paso hasta llegar a un volumen total agregado de 20 mL de peróxido.
6. Se deja el vaso de precipitados en el baño maría hasta que la muestra se seque.
7. Se pasa a la estufa el vaso con la muestra una temperatura de 105 °C por 18 horas para llevar a sequedad completa.

8. Finalmente se pesa el vaso de precipitados (peso 3) con su cono de aluminio y se determina la pérdida de peso.

Cálculos

$$\% Ox = \left( \frac{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right) - (peso\ 3 - peso\ 1)}{(peso\ 2 - peso\ 1) \left( \frac{100 - W}{100} \right)} \right) (100)$$

$$\% MO = \% Ox \left( \frac{100}{J} \right)$$

Donde

%Ox: es el porcentaje de pérdida de peso

W: es la humedad del suelo expresada en porcentaje. Y se obtiene como se indica en el anexo I.

J: es el promedio de oxidación de los estándares de carbono. (Aproximadamente 85%)

$$J = \frac{\left( \frac{\%Ox_{sacarosa}}{100} + \frac{\%Ox_{biftalato}}{68} + \frac{\%Ox_{oxalato}}{70} \right)}{3}$$

## 4 CONCLUSIONES

En este trabajo se presentó el desarrollo experimental del estudio de optimización de la oxidación del carbono orgánico del suelo con el uso del peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), tanto por vía húmeda (digestión-titulación), como por métodos gravimétricos (adición-combustión), en donde se comprobó que, el peróxido de hidrógeno es capaz de oxidar a baja temperatura y en forma cuantitativa, el carbono orgánico de los suelos y de muestras estándares de carbono (sacarosa, oxalato de sodio y biftalato de potasio). El procedimiento fue apto para determinar la MO sólo bajo el procedimiento gravimétrico debido principalmente a que en vía húmeda el poder oxidante del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> fue insuficiente para atacar las estructuras aromáticas (muestra de biftalato). Con base en los resultados obtenidos, se elaboró una propuesta metodológica para la cuantificación de materia orgánica en suelos por oxidación química a baja temperatura (OWL), libre de la generación de residuos tóxicos, y libre de la afectación por las principales interferencias (CaCO<sub>3</sub> y Cl<sup>-</sup>), y cuyos niveles de cuantificación son comparables con métodos crómicos.

Con el método desarrollado, se realizaron las mediciones de MO en los suelos de referencia y se logró una concordancia superior al 95% con los valores de MO reportados para las muestras de suelo obtenidos bajo las diferentes metodologías de oxidación crómica generalmente utilizadas.

## REFERENCIAS

- Aguirre A; F. León; A. Aguilar. (2001). Estudios de la optimización de la oxidación crómica del carbón orgánico de los suelos, *Terra Latinoamericana* 21:21-30.
- Aguilar A., J Etchevers; J. Castellanos (1987). Análisis Químico para Evaluar la Fertilidad del Suelo, Sociedad Mexicana de la Ciencia del Suelo .Materia Orgánica pág. 85-91.
- Bellamy, P.H; Loveland, P.J; Bradley, R.I; Lark, R. M; and Kirk, G.J.D. (2005) Carbon losses from all soils across England and Wales 1978-2003. *Nature* 437: 245-248
- Benton-Jones. J. Jr. (2001). Conducting soil tests and plants analysis. CRC. Press LLC, Florida. USA. Pag. 384. Capítulo 2, Apartado Q y R.
- Boyle J. (2003) A comparison of two methods for estimating the organic matter content of sediments. *Journal of Paleolimnology* 31:125-127
- Castellanos J.Z; Uvalle BJX; Aguilar S.A; (2000). Manual de Interpretación de Análisis de Suelo y Aguas, Colección INCAPA, Guanajuato, México. 150p.
- Davies B. (1974). Loss-on-ignition as an estimate of soil organic matter. *Soil Science Society of America. Proceedings*, 38:150-151.
- DeLapp, R.C; LeBoeuf, E.J; Bell, K.D. (2004) Thermodynamic propeties of several soil and sediments natural organic material, *Chemosphere*, 54, 527-539.
- Dijkerman J.C. (1983) Land Evaluation, MSc Course in Soil Science and Water Management. Wageningen Agriculture University, Department of Soil Science and Plant Nutrition Dreijenplein 10, 6703 EC. Wageningen The Netherlands. Capítulo 1-3.
- Duchaufour, P (1975) Manual de Edafología. Ed. Toray-Masson, Barcelona, España. Cap. 1, 6.
- FAO (1976) A framework for land evaluation. *Soils Bulletin* 32, FAO, Roma. 72 pp. Also, publication 22, (R. Brinkman and A. Young (eds.), ILRI, Wageningen, The Netherlands.
- FAO (2001) Indicadores de la calidad de la tierra y uso para la agricultura sostenible y el desarrollo rural. Boletín de tierras y aguas de la FAO 5, Roma 219 pp. Roma, Italia.
- Konare H; R. Yost, M. Doumbia, G. McCarty, A. Jarju and R. Kablan (2010). Loss on ignition: Measuring soil organic carbon in soils of the Sahel, West Africa. *African Journal of Agricultural Research* 5(22):3088-3095.
- Harris D. (2007) Análisis químico cuantitativo, 3ra ed., 6th ed. Original, Reverté, España. Capítulo 1
- Hesse P.R. (1972) A Text Book of Soli Chemical Analysis, First Edition Chemical Publisng Co., Inc. New York, N.Y. United States of America. Capítulo 11.
- Houba V.J; Van der Lee, I. Novozamsky and I. Walinga, (1979) Soil and Plant Analysis. Wageningen Agricultural University, Department of Soil Science and Plant Nutrition Dreijenplein 10, 6703 EC. Wageningen The Netherlands. Capítulo 3.3.
- Jackson, M. L. (1964) Soil Chemical Analysis, Traducido J. Beltrán Ediciones Omega Barcelona, España. Capítulo 9.
- Jordán López, A. (2005) Manual de Edafología, Departamento de Cristalografía, Mineralogía y Química de la Universidad de Sevilla, España Capítulo 1.

- Konen M., P.M. Jacobs, C.L. Burras, B.J. Talaga and J.A. Mason (2002). Equations for Predicting Soil Organic Carbon Using Loss-on-Ignition for North Central U.S. *Soils. Soil Sci. Soc. Am. J.*, 66: 1878-1881.
- La Manna L; C. Buduba; V. Alonso; M. Davel; C. Puentes & J. Irisarri (2007) Comparación de métodos analíticos para la determinación de materia orgánica en suelos de la región andino-patagónica: Efectos de la vegetación y el tipo de suelo. *Cienc. Suelo Argentina*, Año 25, 2:1-12.
- Miyazawa, M. M. Pavan, E. de Oliveira, M. Ionashiro and A. Silva (2000) Gravimetric Determination of Soil Organic Matter. *Braz. Arch. Biol. Technol.* Vol. 51 No. 2
- Mikutta R; M. Kleber, K. Kaiser, and R. Jahn Review: Organic Matter Removal from Soils using Hydrogen Peroxide, Sodium Hypochlorite, and Disodium Peroxodisulfate *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 69, January-February 2005
- Nelson, D. W. and L.E. Sommers (1982). Total Carbon, Organic Carbon, and Organic Matter. In *Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties* Second Edition, A.L. Page, Ed. 539-580. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc.: Madison, WI.
- Nelson, D. W. and L.E. Sommers (1996). Total Carbon, Organic Carbon, and Organic Matter. In *Methods of Soil Analysis, Part 3. D.L. Sparks, editor. Chemical Methods*, 961-1009. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc.: Madison, WI.
- Nichols, J. D. 1984. Relation of organic-carbon to soil properties and climate in the Southern Great Plains. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 48: 1382-1384.
- Ratnayake R. R., Seneviratne and Kulasooriya ;(2007) A Modified Method of Weight Loss on Ignition to Evaluate Soil Organic Matter Fractions. *Int. J. Soil. Sci.*, 2: 69-73.
- Robinson, W. O. (1927). The determination of the organic matter in soils by means of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *J. Agric. Res.* 34: 339-356.
- Romero, A., A. Santosa, T. Cordero, J. Rodríguez-Mirasol, J.M. Rosas and F. Vicente. (2011) Soil remediation by Fenton-like process: Phenol removal and soil organic matter modification *Chemical Engineering Journal* 170: 36–43.
- Stevenson, F. J. (1981) *Humus Chemistry genesis, composition, reactions* Ed. John Wiley & Sons, USA. Cap. 1.
- SEMARNAT (2001) NOM-021-SEMARNAT-2001 Especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, estudio, muestreo y análisis. Diario Oficial de la Federación. México.
- UNCCD (1994) Convención de las Naciones Unidas de lucha contra la Desertificación, firma final Paris el 14 y 15 de octubre de 1994. Páginas 66.
- Videla, L. and S., Rostagno C. M. (2008) Materia orgánica particulada: comparación de métodos para su determinación y su valor como indicador de calidad de suelos del Chubut *Cien. Suelo Argentina*. Vol. 26 No. 2.
- Walkley A; L Black (1934). An estimation of the Degtjareft method for determining of soil organic matter and a proposed modification of chromic acid titration method. *Soil Sci.* 37: 29- 38.

# ANEXOS

## I Fórmulas: Humedad del Suelo (W)

Para evaporar el agua contenida en el suelo es necesario secarlo a una temperatura por encima de 100° C, sin que sea mucho mayor dado que puede volatilizar otros elementos presentes en el suelo. Para ello se requiere que el suelo ya este pre tratado (tamizado a 2mm y seco al aire).

### Procedimiento

1. Con un pesa muestras a peso constante pesar una muestra de suelo de 5 a 10 g de manera exacta y registrar el peso ( PI )
2. Colocar la muestra en la estufa a 105° C, durante 18 horas con la tapa abierta.
3. Una vez concluido el tiempo enfriar en un desecador a temperatura ambiente.
4. Cerrar la tapa, pesar exactamente y registrar el valor ( PF )

### Cálculos

$$W = \left( \frac{PI - PF}{PF} \right) (100)$$

W	Humedad del Suelo expresado en porcentaje
PI	Peso Inicial
PF	Peso Final

## II Preparación de Estándares Químicos

Los patrones primarios son un tipo de substancia que muestran un conjunto de características especiales, que permiten su uso como referencia para obtener resultados confiables estas son usados en todos los procedimientos de laboratorio.

Las características que muestran para ser considerados patrones primarios son:

- Disponibilidad en estado puro
- Que no altere su peso y volumen
- Posea un alto masa molecular
- Fácilmente soluble
- Reacción completa e instantánea

Algunas sustancias para ser usadas deben ser secadas a una temperatura óptima para que tengan el peso justo.

Estándar primario	Formula química	Temperatura (°C)	Tiempo (h)
Carbonato de Calcio	CaCO <sub>3</sub>	105	2
Carbonato de Sodio	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	270 +/- 10	2
Cloruro de Sodio	NaCl	200	24
Oxalato de Sodio	NaOCCOONa Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	105	2
Yodato de Potasio	KI	180	2
Trióxido de arsénico	AsO	105 – 110	2
Dicromato de potasio	K <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	150 – 200	3

Tabla A Pretratamiento para sales de Patrón Primario.

### Estandarización de permanganato de potasio con oxalato de sodio.

#### Principio

La solución de permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>) es usada para titulaciones redox y se estandariza con Oxalato de sodio (Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)

#### Reactivos

Oxalato de Sodio, secado como lo indica la Tabla A

Ácido Sulfúrico, En dilución en agua 1:3 (concentración aproximada 4.5 M) la solución se prepara en baño de agua helada.

Permanganato de Potasio, (.2N) disolver 6.4 g en 1 L de agua destilada. Si presenta impurezas se remueven filtrando por papel filtro Whatman del No 42

Referencia Houba, 1964

### III Preparación de Soluciones

Todos los reactivos usados fueron grado analítico, disponible de las marcas, J.T Baker, Merck Darmstadt F.R. Germany y Reactivos Monterrey. Todas las soluciones acuosas fueron preparadas con agua destilada a excepción de que diga lo contrario u otra condición. Los reactivos y soluciones estándar fueron almacenados correctamente para evitar de foto descomposición y/o volatilización.

Soluciones de estándares de carbono.

**Sacarosa 1 N redox** fue preparada al disolver 0.7127 g de sacarosa (C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>), llevándola al aforo de 100 mL en un matraz volumétrico.

**Biftalato 1 N redox** fue preparada al disolver 0.6842 g de biftalato de potasio ( $\text{HOCOC}_6\text{H}_5\text{COOK}$ ), llevándola al aforo de 100 mL en un matraz volumétrico.

**Oxalato 1 N redox** fue preparada al disolver 6.3048 g de oxalato de sodio  $[(\text{COONa})_2]$  con la adición de 1 de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, y llevándola al aforo de 100 mL en un matraz volumétrico.

Soluciones de agentes oxidantes

**Dicromato de potasio 1 N redox** fue preparada disolviendo 4.9084 g de Sacarosa ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), llevándola al aforo de 100 mL en un matraz volumétrico.

**Peróxido de hidrógeno 0.5, 1, 2, 3, 4 y 5 N redox** fueron preparadas al diluir respectivamente los volúmenes de 2.70, 5.35, 10.70, 16.00, 21.30 y 26.70 mL de peróxido de hidrógeno al 30 % ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 29 %,  $\delta=1.1$  g/mL), hasta la marca de aforo en un matraz volumétrico de 100 mL.

**Peróxido de hidrógeno 30 %** ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 29 %,  $\delta=1.1$  g/mL)

Soluciones para valoraciones

**Permanganato de potasio 0.1 N redox** fue preparada al disolver una ampolleta de solución estandariza de permanganato de potasio 0.1 N redox con oxalato de potasio, en un matraz volumétrico de 1 L como lo indica el fabricante.

**Permanganato de potasio 0.2 N redox** fue preparado al disolver 6.3153 g permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ), llevándola al aforo en una matraz de 1 L.

**Sulfato de hierro, hierro (II),  $\text{Fe}^{2+}$  0.5 N redox** fue preparada al disolver 98.1131 g de sulfato de hierro amoniacal hexa hidratado  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , en agua acidulada con 15 mL de ácido sulfuro concentrado, la cual fue llevada al aforo en un matraz volumétrico de un 1L, y posteriormente fue trasvasada a un envase plástico limpio y recubierto de papel aluminio almacenado apropiadamente hasta el uso.

**Ácido sulfúrico concentrado** ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 98%,  $\delta=1.84$  g/mL)

**Difenilamina** fue preparada al disolver 0.0250 g de difenilamina en 1 mL de agua y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado.

#### IV Calibración Material volumétrico

### Tabla de Calibración para diferente instrumental.

Con intervalos de confianza 90, 95, 99.5 %

$$\mu_{\text{intervalo de confianza}} = \bar{x} \pm \frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$$

Bureta 10 mL Pyrex						
Medida (mL)	Promedio	Confianza (%)	Mayor	Menor	parámetro $\frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$	% error
0.5	0.4951415	95	498.9855	491.2974	3.8441	<b>0.7764</b>
		99	500.3183	489.9646	5.1769	<b>1.0455</b>
		99.5	502.0050	488.2779	6.8636	<b>1.3862</b>
5	4.9904	95	4.9997	4.9810	0.0098	<b>0.1973</b>
		99	5.0038	4.9769	0.0141	<b>0.2835</b>
		99.5	5.0101	4.9706	0.0208	<b>0.4171</b>
10	9.9701	95	9.9898	9.9504	0.0208	<b>0.2086</b>
		99	9.9985	9.9418	0.0299	<b>0.2997</b>
		99.5	10.0118	9.9284	0.0440	<b>0.4408</b>

Tabla B datos estadísticos para bureta de 10 mL, Los datos de la fila 0.5 mL se encuentran en microlitros.

Pipeta Automática 1-5 mL						
Medida (mL)	Promedio	Confianza (%)	Mayor	Menor	parámetro $\frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$	% error
0.5	0.4767	95	0.4822	0.4712	0.0058	<b>1.2166</b>
		99	0.4846	0.4688	0.0083	<b>1.7479</b>
		99.5	0.4883	0.4651	0.0123	<b>2.5713</b>
1	0.9710	95	0.9468	0.9952	0.0252	<b>2.5927</b>
		99	1.0054	1.0054	0.0358	<b>3.6877</b>
		99.5	1.0208	1.0208	0.0518	<b>5.3378</b>
1.5	1.5708	95	1.4934	1.4620	0.0181	<b>1.2271</b>
		99	1.5065	1.4488	0.0333	<b>2.2525</b>
		99.5	1.5414	1.4139	0.0736	<b>4.9839</b>
3	2.9952	95	3.0051	2.9853	0.0104	<b>0.3468</b>
		99	3.0093	2.9811	0.0148	<b>0.4932</b>
		99.5	3.0156	2.9748	0.0214	<b>0.7139</b>
5	4.9661	95	4.9791	4.9530	0.0137	<b>0.2768</b>
		99	4.9848	4.9473	0.0197	<b>0.3977</b>
		99.5	4.9936	4.9385	0.0291	<b>0.5850</b>

Tabla C datos estadísticos para la pipeta automática de 1-5 mL

Pipeta Automática 100 – 1000 microlitros ( .1 – 1 mL)						
Medida (mL)	Promedio	Confianza (%)	Mayor	Menor	parámetro $\frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$	% error
0.1	0.1069	95	0.0903	0.1228	0.0165	<b>15.4593</b>
		99	0.0834	0.1296	0.0235	<b>21.9885</b>
		99.5	0.0728	0.1397	0.0340	<b>31.8275</b>
0.5	0.4994	95	0.4978	0.5010	0.0017	<b>0.3319</b>
		99	0.4971	0.5017	0.0024	<b>0.4721</b>
		99.5	0.4960	0.5027	0.0034	<b>0.6834</b>
1	0.9979	95	1.0024	0.9934	0.0048	<b>0.4781</b>
		99	1.0044	0.9914	0.0069	<b>0.6869</b>
		99.5	1.0075	0.9883	0.0101	<b>1.0105</b>

Tabla D datos estadísticos para la pipeta automática de 100 a1000 microlitros

Pipeta Volumétrica 10 mL						
Medida (mL)	Promedio	Confianza (%)	Mayor	Menor	parámetro $\frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$	% error
10	9.9987	95	10.0043	9.9931	0.0059	<b>0.0587</b>
		99	10.0067	9.9907	0.0084	<b>0.0843</b>
		99.5	10.0105	9.9869	0.0124	<b>0.1240</b>

Tabla E datos estadísticos para la pipeta volumétrica de 10mL

Pipeta Volumétrica 5 mL						
Medida (mL)	Promedio	Confianza (%)	Mayor	Menor	parámetro $\frac{t(s)}{\sqrt{n-1}}$	% error
5	4.9898	95	4.9990	4.9806	0.0097	<b>0.1937</b>
		99	5.0030	4.9766	0.0139	<b>0.2783</b>
		99.5	5.0092	4.9704	0.0204	<b>0.4094</b>

Tabla F datos estadísticos para la pipeta volumétrica de 5 mL

## V Hojas de Seguridad

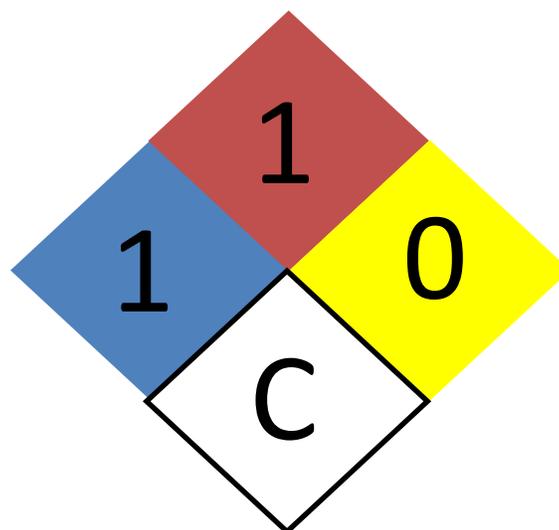
# Hoja de Datos de Seguridad

### I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	SACAROSA
Sinónimos:	azúcar
Formula molecular:	$C_{12}H_{22}O_{11}$
Peso Molecular:	342.30
Familia Química:	

### II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	57-50-1
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	C
	Bata, Gafas y Guantes



### III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales Blancos
Peso Específico:	N/A
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	160-186°C
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	N/A
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	N/A

### IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	Fuertes agentes oxidantes
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

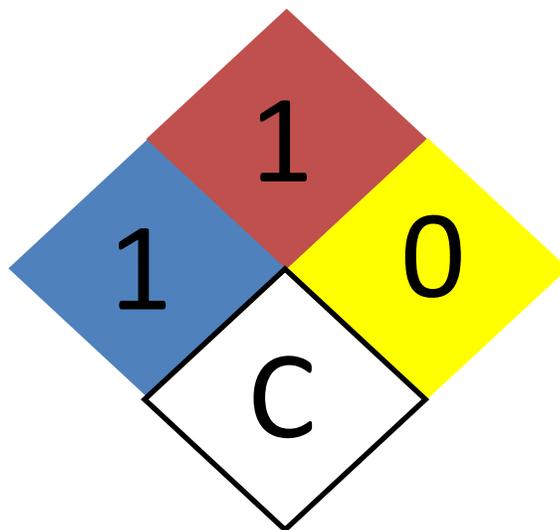
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	BIFTALATO DE POTASIO
Sinónimos:	Ftalato acido de potasio, ácido ftálico sal de potasio
Formula molecular:	HOCOC6H6COOK
Peso Molecular:	204.22
Familia Química:	

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	877-24-7
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	C Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales incoloros blancos, Sin olor
Peso Específico:	1.64
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	295° C con descomposición.
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	N/A
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	4

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

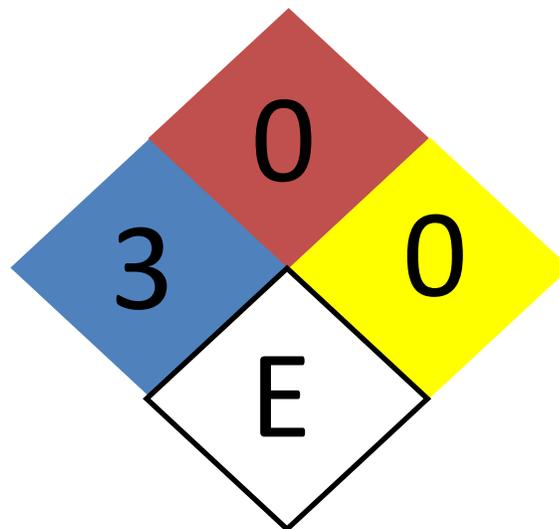
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	OXALATO DE SODIO
Sinónimos:	Ácido oxálico de sodio
Formula molecular:	(COONa) <sub>2</sub>
Peso Molecular:	134.00
Familia Química:	

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	62-76-0
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	E
	Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales blancos sin olor
Peso Específico:	2.34
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	250°C
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	N/A
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	7

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	Fuertes oxidantes y ácido fuertes
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

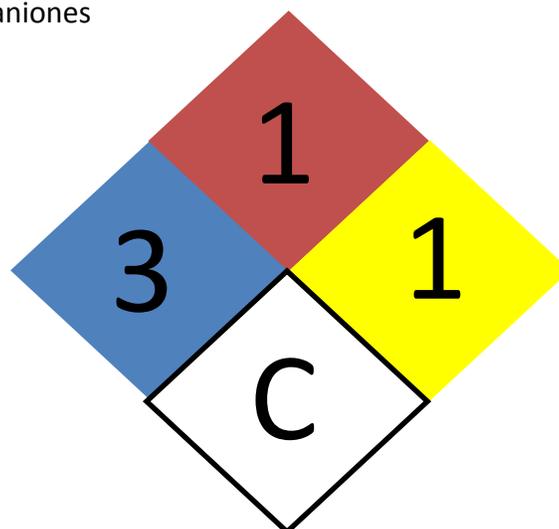
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	DICROMATO DE POTASIO
Sinónimos:	Ácido dicromático, Sal de Dipotasio, Bicromato de potasio
Formula molecular:	$K_2Cr_2O_7$
Peso Molecular:	294.18
Familia Química:	oxoaniones

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7778-50-9
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Amarillo
EPP:	C Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales rojos –anaranjados o polvo, sin Olor
Peso Específico:	2.676 a 25°C
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	398°C
Punto de ebullición:	500°C
Densidad de Vapor (aire =1):	N/A
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (sol. 1 % aq):	4

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Amarillo
Incompatibilidad:	Reductores, acetona, acido, boro, silicio, etilenglicol, hierro, hidracina, combustible, sustancias orgánicas, aluminio, plástico.
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

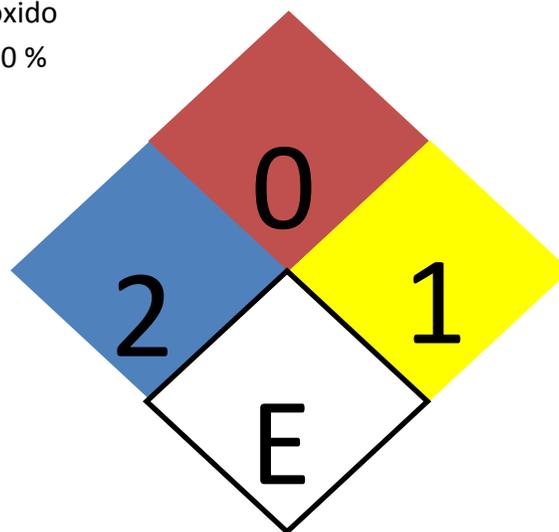
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	PERÓXIDO DE HIDRÓGENO
Sinónimos:	peróxido de hidrógeno al 30%, agua oxigenada
Formula molecular:	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
Peso Molecular:	34.01
Familia Química:	peróxido
Pureza:	28-30 %

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7722-84-1
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Amarillo
EPP:	C Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Solución incolora, clara. Ligero olor acre.
Peso Específico:	N/A
Presión de Vapor (mmHg):	25 a 30°C
Punto de fusión:	-25°C
Punto de ebullición:	108°C
Densidad de Vapor (aire =1):	1.17
pH (0.5 M):	3.3

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Amarillo
Incompatibilidad:	Calor, reductores, Materiales Orgánicos, Suciedad, Alcalis, Moho, Metales
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

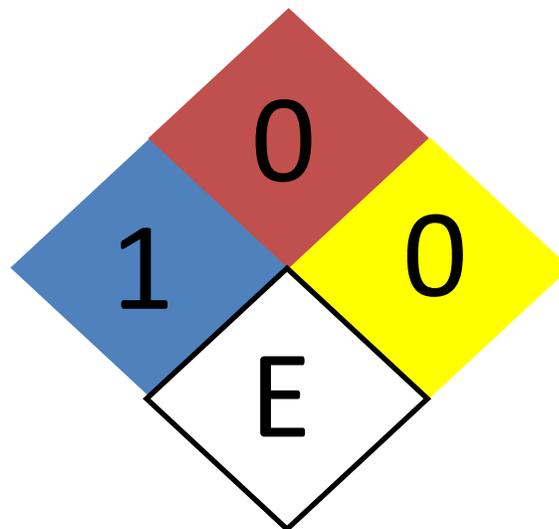
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	PERMANGANATO DE POTASIO
Sinónimos:	Ácido permanganico
Formula molecular:	KMnO <sub>4</sub>
Peso Molecular:	158.03
Familia Química:	

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7722-64-7
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Amarillo
EPP:	C
	Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales color purpura, Sin olor
Peso Específico:	N/A
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	240°C
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	5.40
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	N/A

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Amarilla
Incompatibilidad:	Metales en polvo, arsenitos, bromuros, yoduros fosforo, ácido sulfúrico, componentes orgánicos, azufre, peróxidos, sales de hierro y reductores
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

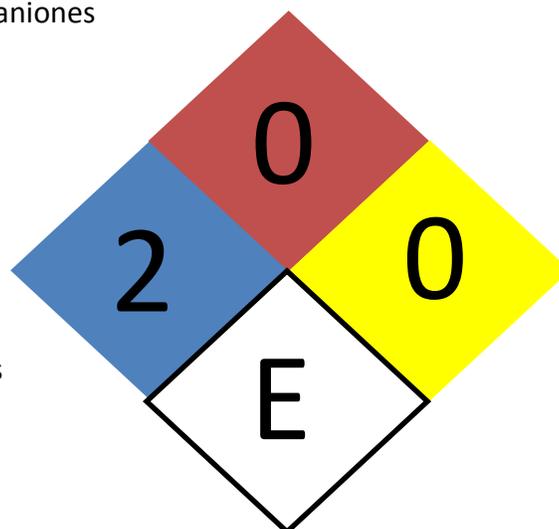
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	SULFATO DE HIERRO AMONICAL HEXAHIDRATADO
Sinónimos:	Sulfato ferroso amonio
Formula molecular:	$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Peso Molecular:	392.14
Familia Química:	Oxoaniones

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7783-85-9
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	E
	Respirador polvos, Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales verdes-azul pálido, Sin olor
Peso Específico:	1.86
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	100-110°C
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	>>1
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	N/A

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde, Se oxida con el aire
Incompatibilidad:	Ácido Sulfúrico.
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

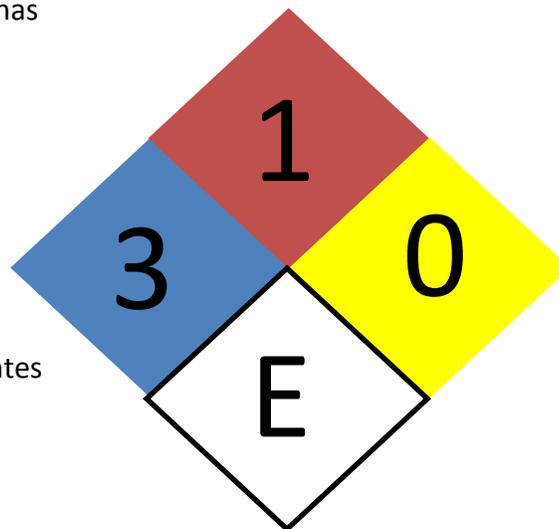
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	DIFENILAMINA
Sinónimos:	Amino difenilo 4, fenil anilina
Formula molecular:	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH
Peso Molecular:	169.22
Familia Química:	Aminas

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	122-39-4
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	E
	Respirador de polvos, Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales blancos a amarillos, Olor Floral
Peso Específico:	N/A
Presión de Vapor (mmHg):	1 a 108°C
Solubilidad en agua a 25°C	0.03 g/100 mL
Punto de fusión:	52°C
Punto de ebullición:	302°C
Densidad de Vapor (aire =1):	5.82
Temperatura de Inflamabilidad:	150°C
Temperatura de auto combustión:	634°C
pH (0.5 M):	N/A

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	Hexacloromelamina, tricloromelamina y oxidantes
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Luz, Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

# Hoja de Datos de Seguridad

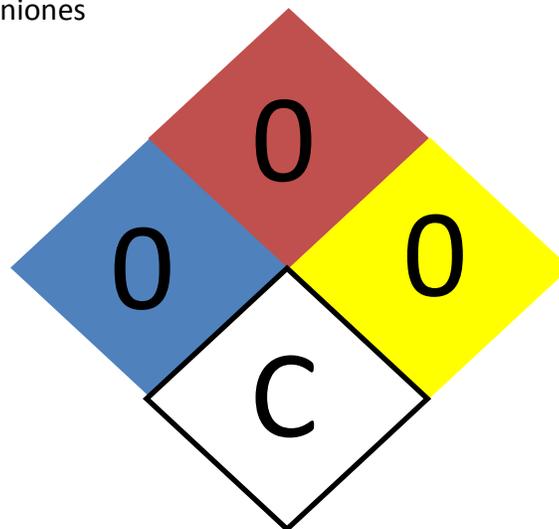
## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	CARBONATO DE CALCIO
Sinónimos:	Carbonato cálcico
Formula molecular:	CaCO <sub>3</sub>
Peso Molecular:	100.08
Familia Química:	Oxianiones

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	471-34-1
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	C

Gafas, Guantes y Respirador de Polvos



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Polvo Blanco granulado, Sin Olor
Peso Específico:	2.53
Presión de Vapor (mmHg):	N/A
Punto de fusión:	899 ° C
Punto de ebullición:	N/A
Densidad de Vapor (aire =1):	N/A
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	El, flúor, el aluminio, pentóxido de fosforo, ácido sulfúrico, zinc, litio, humedad, hidróxido de calcio.
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

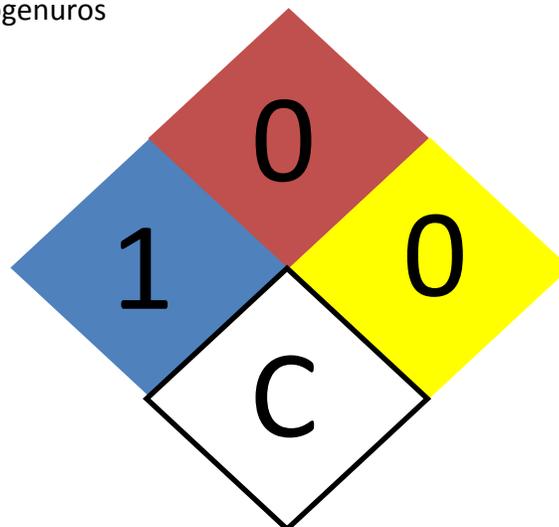
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	CLORURO DE SODIO
Sinónimos:	Sal, Sal de roca, Sal de Mesa
Formula molecular:	NaCl
Peso Molecular:	58.44
Familia Química:	Halogenuros

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7647-14-5
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Verde
EPP:	B
	Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Cristales blanco incoloros, Olor salino
Peso Específico:	2.16
Presión de Vapor (mmHg):	1 a 865°C
Punto de fusión:	801°
Punto de ebullición:	1413°
Solubilidad	Infinitamente soluble
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	7

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Verde
Incompatibilidad:	Litio, bromo
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

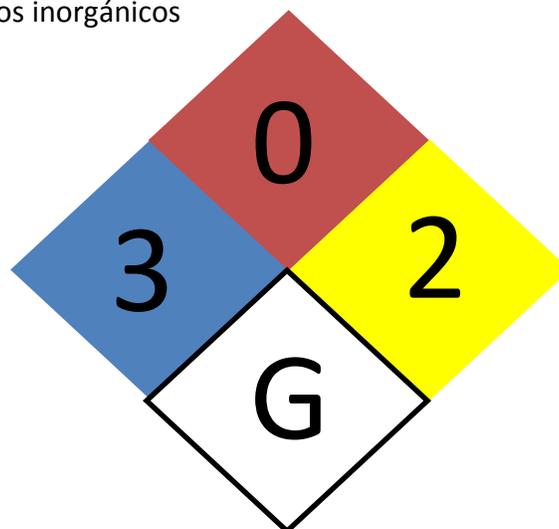
# Hoja de Datos de Seguridad

## I. Datos Substancia Química

Nombre químico del Producto:	ÁCIDO SULFURICO
Sinónimos:	aceite de vitriolo
Formula molecular:	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Peso Molecular:	98.08
Familia Química:	ácidos inorgánicos

## II. Identificación de la Substancia Química

Numero CAS:	7664-93-9
Clasificación NFPA	
Color de Almacenaje:	Blanco
EPP:	G
	Bata, Gafas y Guantes



## III. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto Físico y Color:	Líquido aceitoso transparente a amarillo, aroma picante/irritante
Peso Específico:	1.84 (98%) 140(50%)
Presión de Vapor (mmHg):	1 a 145.8°C
Punto de fusión:	3°C (100%), -32°C(93%)
Punto de ebullición:	290°C
Densidad de Vapor (aire =1):	3.4
Temperatura de Inflamabilidad:	N/A
Temperatura de auto combustión:	N/A
pH (0.5 M):	0.3

## IV. Datos de Reactividad

Estabilidad:	Blanco
Incompatibilidad:	Agua, bases, material orgánico, metales, óxidos, hidruros, gases, sustancias reactivas.
Polimerización Peligrosa:	No ocurriría
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, Humedad, Polvo e incompatibles

## V Normas Aplicables

En México existe una amplia legislación sobre el ambiente siendo esta de carácter proteccionista y remediador, que tiene como meta preservar el ambiente a la vez que las actividades económicas son realizadas, lo cual involucra a todo nivel de gobierno a fin de lograr una correcta integración entre: la población civil, el sector público y privado, con el ambiente; con base en esto se han generado una serie de instrumentos normativos que involucran la participación de instancias oficiales de diferentes órdenes y de los particulares responsables de la generación de los residuos.

A continuación enuncio algunos ejemplos de los instrumentos normativos que aplican a la gestión responsable y apoyan al desarrollo de nuevas metodologías a fin de proteger al ambiente;

Tabla 1 Algunos instrumentos normativos en materia ambiental así como sus objetos de aplicación, consultado 06/03/15 portal de SEMARNAT.

<b>Instrumento Normativo</b>	<b>Objeto</b>
<i>Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos</i>	Proporcionar derechos y obligaciones para un buen vivir en el territorio mexicano.
<i>Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (LGEEPA) Reformado el 09/01/15</i>	Proporcionar el desarrollo sostenible y establecer bases, garantizar el desarrollo en un medio ambiente adecuado de salud y bienestar, definir principios de política ambiental y los instrumentos de aplicación, preservar, restaurar y mejorar el ambiente y biodiversidad, así mismo administrar las áreas naturales protegidas, la prevención y control de la contaminación del aire, agua y suelo.
<i>Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los residuos (LGPGIR) Reformado el 22/05/15</i>	Garantizar el derecho de toda persona al medio ambiente sano y proporcionar el desarrollo sostenible a través de la prevención de la generación, la valorización y la gestión integral de los residuos peligrosos, de los residuos sólidos urbanos y de manejo especial; prevenir la contaminación de sitios con estos residuos y llevar a cabo su remediación.
<i>Reglamentos LGEEPA Reformado el 21/05/14</i>	Reglamentar la LGEEPA en diferentes materias <ul style="list-style-type: none"> <li>• Impacto Ambiental</li> <li>• Emisiones a la Atmósfera</li> <li>• Auditoría Ambiental</li> <li>• Áreas Naturales Protegidas</li> </ul>
<i>Reglamento de la LGPGIR 31/10/14</i>	Reglamentar la LGPGIR en el territorio nacional

NOM-001-SEMARNAT-1996	Establecer los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales
NOM-002-SEMARNAT-1996	Establecer los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal
NOM-003-SEMARNAT-1997	Establecer los límites máximos permisibles de contaminantes para aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público
NOM-021-SEMARNAT-2000	Dictar las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, estudio, muestreo y análisis
NOM-052-SEMARNAT-2005	Establecer las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos

Tabla G instrumentos normativos en materia de suelo que muestra su campo de aplicación.

Para ambas leyes el carácter reglamentario se los confiere La Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos, lo cual le otorga validez a nivel federal y establecen entre sus artículos; la declaratoria de responsabilidades, creación de normas de cumplimiento obligatorio (NOM'S) y de autorregulación (NMX'S), promover la investigación científica y tecnológica a fin de proteger el ambiente, clasificación de los residuos e Identificación, al igual que establecer las bases del reúso de los residuos, así como la imposición de sanciones por incumplimiento legislativo al no cumplir con los dispuesto en los diversos reglamentos.