

ALTERNATIVA DE SUSTITUCION PARA LA ELIMINACION DEL INTERFERENTE CLORURO EN LA DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA DE SUELOS ARIDOS, SEGUN EL METODO WALKLEY Y BLACK¹

Elimination of chloride interference by a substitution alternative in the determination of organic matter in arid soils, by the Walkley-Black method

Leonardo Figueroa T.², Meiling Lau G.³, Iván Rojas V.³,
Beatriz Yong G.³ e Irma Zegarra C.³

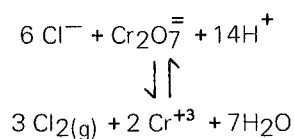
SUMMARY

The elimination of chloride interference by its transformation into HCl and NOCl fumes is proposed, as a method for the determination of organic matter in soils. The results are satisfactory, in comparison with the standar Walkley-Black method.

INTRODUCCION

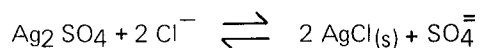
La determinación de la materia orgánica o carbono orgánico en los suelos, es realizada a través del método de Walkley y Black, como un procedimiento generalizado en la mayoría de los laboratorios. Una de sus principales y más frecuente fuentes de error está en la presencia del ión cloruro y/o de sus sales, que reaccionan con un carácter reductor, frente al agente oxidante utilizado en la cuantificación por óxido reducción del material orgánico del suelo.

Esta interferencia se verifica de acuerdo a la reacción química siguiente:



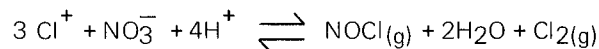
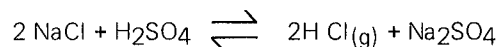
que se traduce en la obtención de un resultado mayor al verdadero. Esta interferencia es eliminada al utilizar el reactivo sulfato de plata, disuelto en ácido sulfúrico

concentrado, reaccionando con el cloruro, según la reacción química siguiente:



que forma un producto muy estable, impidiendo la reacción del cloruro con el dicromato.

Se propone como alternativa de eliminación del cloruro, un procedimiento que no utiliza el reactivo de plata y que consiste en la generación de compuestos gaseosos, que lleven en su molécula los átomos de cloro, de tal forma que son separados del suelo bajo análisis, al formar una fase gaseosa independiente de la matriz. El procedimiento propuesto se basa en las siguientes reacciones:



Siendo la segunda reacción citada por Mubarak, Howald y Woodriff (1977) y, en ambas reacciones, el calor favoreciendo la formación de los gases clorurados.

MATERIALES Y METODOS

Se tomaron 16 muestras de suelo, provenientes de diferentes sectores, las que fueron analizadas determi-

¹ Recepción de originales: 22 de abril de 1987.

El presente trabajo fue desarrollado en la asignatura de Unidades de Investigación de la Carrera Químico Laboratorista de la U. de Tarapacá.

² Departamento de Química, UTA, Campus Velásquez, Casilla 747, Arica, Chile.

³ Alumnos egresados Carrera Químico Laboratorista.

nando su contenido de cloruro, expresado como ppm en el suelo, y su contenido de m.o., según el método de Walkley y Black tradicional y con la modificación propuesta, de acuerdo al siguiente procedimiento: se pesó 1 g de muestra, se calentó a $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 8 min, se retiró la muestra del plato calefactor y se adicionó H_2SO_4 sobre el suelo caliente; se dejó reaccionar y, una vez a temperatura ambiente, se adicionó el oxidante, continuando con el procedimiento acostumbrado. Para ambos casos, el resultado se expresó como por ciento m.o.; cada muestra se analizó en duplicado.

RESULTADOS Y DISCUSION

En el Cuadro 1 se presenta los resultados de las determinaciones analíticas. Para los valores de m.o., muestran que el método propuesto, en todas las muestras, entrega resultados mayores, lo que indicaría una eficiencia menor, en la eliminación del cloruro, que el sistema aceptado de control del interferente.

Al analizar esta diferencia, se observa que para las muestras con porcentajes de m.o., (método W. Black) entre 0,12 y 0,03, la magnitud alcanza desde 20,0 hasta 66,7% sobre el valor aceptado como real, obviamente en parte debido a la muy pobre concentración del analito. En el resto de las muestras, donde el valor mínimo de m.o. aceptado como verdadero es 0,54%, el promedio por sobre el valor real es de $5,55 \pm 3,12\%$.

Desde otro punto de vista, al comparar los valores obtenidos por ambos métodos, a través de la prueba t de student, se observa que las medias son estadísticamente iguales, con una significación de 0,995 para un valor de t de 0,266. Luego, al aplicar la prueba F, se obtiene que las variancias de ambos métodos son iguales, es decir, la precisión es la misma, con una significación de 0,99, para un valor de F calculado de 1,077.

Al analizar el efecto de la concentración de cloruro sobre el por ciento de m.o. del método propuesto, considerando la medida porcentual por sobre el valor verdadero de m.o. como variable, se observa que el grado de asociación es insignificante, con un valor de $r = 0,126$, lo que refuerza la validez del método

CUADRO 1. Resultados de las determinaciones de m.o. en muestras de suelo, por el método de W. Black y por la modificación propuesta en este trabajo

TABLE 1. Results of the determination of organic matter in soil samples by the W. Black method and its proposed modification

Muestra Nº	Materia Orgánica (%/o)		ppm Cl^-
	Método W. Black	Modificación propuesta	
1	1,38	1,45	775,7
2	0,54	0,57	66,7
3	1,42	1,45	828,1
4	0,08	0,11	4954,9
5	1,49	1,59	376,6
6	0,82	0,84	388,6
7	0,10	0,12	61,6
8	0,03	0,05	431,6
9	0,91	0,96	581,5
10	1,04	1,18	756,0
11	0,12	0,17	254,5
12	0,93	0,97	750,8
13	0,96	0,98	415,2
14	0,89	0,95	519,3
15	1,27	1,37	1358,9
16	1,70	1,78	3859,6

propuesto, para un rango muy amplio de cloruros, entre 61,6 y 4.954 ppm.

Finalmente, al analizar los resultados desde el punto de vista de la interpretación del valor de m.o. en suelos, observamos que el promedio de 5,55% por sobre el valor real, no produce cambio alguno en el diagnóstico de clasificación del suelo para valores no extremos, de un rango entre 0,5 y 2,0%, así, para un valor de 1,5% de m.o., por el método propuesto llegaría probablemente a 1,58%, lo que no altera su clasificación como bajo en m.o., según Fassbender (1975).

CONCLUSIONES

El método propuesto para la eliminación del interferente cloruro en la determinación de la m.o. en suelos áridos con bajo contenido de ella, es satisfactorio y comparable, en relación con los resultados obtenidos según el método original de Walkley y Black, para un rango muy amplio de concentración de cloruros.

LITERATURA CITADA

MUBARAK, A.; HOWALD, R.; and WOODRIF. 1977. Elimination of chloride interferences with mercuric ions in the determination of nitrates by the Phenoldisulfonic Acid. Method. Anal. Chem. Vol. 49 Nº 6: 857–860.

FASSBENDER, H.W. 1975. Química de suelos con énfasis en suelos de América Latina. Turrialba, Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas de la OEA. p.: 88–110.