

COMPARACIÓN EN LA DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA POR OXIDACIÓN PARCIAL Y COMPLETA EN DIVERSOS SUELOS DE LA VII REGIÓN ¹

Comparison in the determination of soil organic matter by partial and complete oxidation in different soils of the VII Region

Francisco J. Matus B.², Víctor Hermosilla A.², Christian R. Maire G.³ y Samuel Ortega F.²

SUMMARY

In this study, two methods of soil organic matter (SOM) determination were compared: Walkley and Black (1934) (WB) and Nelson and Sommers (1982) with two heating periods; 30 or 120 minutes ((NS₃₀ y NS₁₂₀). Furthermore, it was investigated if the percentage of clay and silt fraction of soils (which determine the degree of soil aggregation), affect SOM determination. Walkley and Black method recovered 56% of SOM obtained by NS₁₂₀. Therefore, a correction factor of 1.79 (100/56) can be used to compare the results between WB and NS₁₂₀. Nelson and Sommers with heating for 30 minutes recovered 21% less SOM than the extensive heating with NS₁₂₀. Thus, if a quantitation is needed, NS₁₂₀ is recommended. In general, the statistical error and its variation, decreased as the amount of organic matter increased. This was also true for the coefficients of variation of each determination. These results suggest that the number of replicates should be taken in account for soils with SOM < 2%. On the other hand, clay and silt content of the soils did not affect the recovery of SOM, after extensive heating for 120 minutes was applied, since no differences were established between soils dispersed with ultrasound and non-treated soils.

Key words: Soil organic matter, dichromate organic carbon oxidation, clay and silt content of the soils.

INTRODUCCIÓN

En la mayoría de los laboratorios de análisis de suelo del país, la materia orgánica (MO) del suelo, se mide por el método de Walkley y Black (1934) (WB), el cual consiste en una oxidación parcial del carbono (C) orgánico por la adición de una mezcla ácida de dicromato de potasio, sin la aplicación externa de calor. Este procedimiento es simple, rápido, ampliamente usado y requiere mínimo equipamiento. Sin embargo, los resultados de WB no pueden ser considerados cuantitativos. Los métodos con dicromato que usan mínimo calentamiento no dan una completa oxidación del C-orgánico del suelo. La técnica de Nelson y Sommers (1982) (NS) que involucra calentamiento extensivo, es cuantitativa y representa una oxidación completa,

ya que sus resultados pueden ser comparados con el C-orgánico obtenido por combustión húmeda o seca.

Walkley y Black (1934) encontraron, en 20 suelos analizados, que un 76% del C-orgánico fue oxidado, y ellos propusieron un factor multiplicativo de 1,32 (= 100/76) para que sus resultados puedan ser comparados con aquellos de combustión húmeda. Sin embargo, el porcentaje de recuperación varió entre 60 y 86%. Otros autores como Peech *et al.*, citado por Allison (1966) han sugerido un factor de 1,33, similar al de WB y Nelson y Sommers (1982) de 1,74. Allison (1960) mostró la enorme variabilidad de recuperación por el procedimiento de WB e indicó la importancia de determinar este valor para el grupo de suelos locales con el cual se trabaja. Por lo tanto, la oxidación parcial puede ser considerada como una aproximación o una estimación semi-cuantitativa del C-orgánico del suelo. Dado que la recuperación de C-orgánico está estrechamente vinculada al período de calentamiento de las muestras, Bremner y Jenkinson (1960a), usando el método de Tinsley (1950), determinaron que la recuperación fue máxima después de 120 minutos a 150 °C;

¹Recepción de originales: 27 de agosto de 1997.

Trabajo financiado por Laboratorio de Suelos de la Facultad de Ciencias Agrarias de la Universidad de Talca.

²Departamento de Producción Agrícola, Facultad de Ciencias Agrarias, Universidad de Talca, Casilla 747, Talca, Chile.

³Tesista de Pregrado.

sin embargo, 30 minutos fueron suficientes para oxidar casi la totalidad de C-orgánico del suelo. Actualmente, uno de los métodos cuantitativos más usados es el de NS, ellos propusieron que la mezcla ácida de dicromato y suelo puede ser calentada, bajo reflujo, en tubos de digestión sobre una placa calefactora. El tiempo y la temperatura recomendada fueron 30 minutos y 150 °C, respectivamente.

Por otra parte, es conocido que el procedimiento clásico con H_2O_2 para determinar la MO de los suelos, no es capaz de oxidar la totalidad del C orgánico (Broadbent, 1960). Es posible que la oxidación esté afectada por el contenido de arcilla y limo de los suelos. Las arcillas minerales junto a la MO del suelo, forman los micro-agregados (< 50 μm) del suelo. Estas estructuras ejercen una protección física de la MO contra la descomposición (Tisdall y Oades, 1982). Del mismo modo los micro-agregados del suelo podrían provocar una protección física contra la oxidación del C-orgánico, especialmente en suelos arcillosos.

Considerando que se desconoce para los suelos de nuestro país la efectividad de los distintos métodos, los objetivos de la presente investigación fueron: 1) comparar los resultados de MO por WB con los de NS con dos períodos de calentamiento, 30 minutos (NS_{30}) y 120 minutos (NS_{120}) y 2) determinar el efecto del contenido de arcilla y limo de los suelos, sobre la recuperación de MO en un rango de suelos de la VII Región.

MATERIALES Y MÉTODOS

Suelos: quince suelos provenientes de la Región del Maule fueron muestreados (20 cm de profundidad). Los suelos fueron seleccionados sobre la base de sus contenidos de MO, arcilla y limo (ver Cuadro 1).

Oxidación parcial: se pesaron 0,25 g de suelo (seco a 45 °C, tamizado por 0,0005 m), en duplicado. Cada muestra se depositó en el fondo de matraces Erlenmeyer y se agregaron 10 ml de dicromato de potasio 1 N y 20 ml de ácido sulfúrico concentrado (96%). La mezcla y el suelo se dejaron reposar durante 30 minutos. Después, a cada muestra se le agregó 200 ml de agua desionizada y 5 gotas de indicador (ortofenantrolina monohidratada y sulfato ferroso). El C-orgánico fue obtenido por titulación con sulfato ferroso hasta el viraje de color. Como el C-orgánico es el 58% de la MO del suelo, la MO se obtuvo como C-orgánico/0,58 (Walkley y Black, 1934).

Oxidación completa: se siguió igual procedimiento que en la oxidación parcial, pero las muestras fueron

depositadas en el fondo de tubos de digestión Kjeldahl de 300 ml y calentadas a 150 °C por 30 minutos (Nelson y Sommers, 1982) ó 120 minutos (Bremner y Jenkinson, 1960a).

Carbono inorgánico: el C-inorgánico de las muestras se determinó con HCl y titulación (Sadzawka, 1990). En general, en todos los suelos, la concentración de C-inorgánico fue escasa (< 0,15%) o no se detectó.

Dispersión de los suelos con ultrasonido: Quince gramos de suelo (seco a 45 °C, tamizado por 0,0005 m) fueron suspendidos en 75 ml de agua desmineralizada durante 8 horas. La suspensión fue tratada con ultrasonido por 30 minutos con una punta de tipo desintegrador en una unidad generadora Branson, Sonifer II. La energía usada fue 130 W y la máxima dispersión se logró a 2.300 J ml^{-1} con 30 minutos de operación (Matus *et al.*, 1996). El aumento de temperatura en la suspensión de suelo fue controlado con baños de agua y hielo exterior. El suelo dispersado fue floculado por adición de 500 $ml l^{-1}$ de una solución de $CaCl_2$ 0,1 M.

Análisis granulométrico: la distribución de partículas primarias como arcilla (< 2 μm) y limo (2-50 μm) se determinó por el método del hidrómetro (Saavedra, 1975).

Análisis estadístico: los contenidos de MO fueron sometidos a análisis del error (Ortega-Farías, 1996). El error absoluto (EA) ($= |MO_{120} - MO_i| / MO_{120} \cdot 100$) (donde MO_{120} = MO por NS_{120} y MO_i = MO por WB ó NS_{30} , fue calculado para observar la dispersión y las tendencias de los resultados de cada determinación.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el Cuadro 1 se comparan los contenidos de MO de los suelos obtenidos por el método de WB, NS_{30} , NS_{120} y los contenidos de arcilla y limo. En general la recuperación de MO fluctuó entre 0,5 y 10,4% y los coeficientes de variación fueron bajos y variaron entre 0,2 y 4,2%. Sin embargo, los coeficientes de variación disminuyeron con contenidos superiores 3% de MO. En promedio, la máxima recuperación de MO se obtuvo con el método NS_{120} (5,5%) y los valores más bajos con WB (3,1%). Walkley y Black recuperó 56% de la MO determinada por NS_{120} con una variación entre 16 y 72% y un 79% de la MO obtenida por NS_{30} , con una variación entre 50 y 86%. Los respectivos factores de corrección fueron 1,79 ($= 100/56$) y 1,27 ($= 100/79$). Este último valor coincidió con el 1,3 señalado por Walkley y Black (1934), pero se alejó del 1,74 indicado por Nelson y Sommers (1982). Los métodos con dicromato que involucren

CUADRO 1. Materia orgánica de los suelos, determinada por Walkley y Black (1934) o Nelson y Sommers (1982) con calentamiento por 30 y 120 minutos y distribución granulométrica (arcilla = < 2 mm y limo = 2-50 mm)

TABLE 1. Soil organic matter determination by Walkley and Black (1934) or Nelson and Sommers (1982) by heating for 30 or 120 minutes and textural analysis

Suelo	Materia orgánica (%)						Textura (%)	
	Walkley y Black		Nelson y Sommers				Arcilla	Limo
			30 min.		120 min.			
1	0,5 ¹	(3,5)	1,0	(4,2)	3,2	(0,8)	7,2	8,0
2	1,4	(2,6)	1,7	(2,9)	3,9	(2,7)	41,8	26,0
3	1,4	(0,8)	2,3	(2,5)	3,5	(0,4)	5,2	6,0
4	1,9	(0,5)	2,8	(1,2)	3,0	(0,5)	15,9	32,0
5	2,0	(0,8)	2,8	(0,5)	4,8	(0,7)	17,2	26,0
6	2,0	(0,8)	2,8	(0,8)	2,9	(1,2)	ND	ND
7	2,2	(0,7)	2,7	(1,6)	4,3	(0,5)	13,2	20,0
8	2,3	(1,6)	2,4	(2,1)	5,1	(0,7)	5,2	10,0
9	2,3	(0,5)	7,0	(0,6)	8,1	(0,5)	5,2	16,0
10	2,6	(0,8)	3,1	(1,6)	5,3	(0,4)	29,2	36,0
11	2,6	(1,2)	3,5	(1,2)	4,9	(1,0)	7,8	12,0
12	2,6	(0,2)	5,3	(0,4)	7,4	(0,9)	5,2	16,0
13	2,6	(0,6)	5,4	(0,4)	7,2	(0,5)	13,8	22,0
14	5,6	(0,5)	6,5	(1,3)	8,3	(0,5)	17,2	38,0
15	7,5	(0,5)	8,7	(0,9)	10,4	(0,4)	ND	ND
Promedio	3,1	(2,3)	3,9	(2,9)	5,5	(0,8)		

¹Walkley y Black sin factor de corrección.

ND = no determinado.

() = coeficientes de variación.

un período de calentamiento (Anne, 1945; Mebius, 1960 y Tinsley, 1950) bajo reflujo, dan un C-orgánico equivalente a aquel obtenido por combustión húmeda o combustión seca (Nelson y Sommers, 1982). Aun cuando estos últimos autores recomendaron una oxidación con calentamiento por 30 minutos, nuestros resultados indican que este método recuperó sólo un 79% del C-orgánico obtenido con NS₁₂₀. La mayor recuperación de C-orgánico con calentamiento extensivo está también asociada a la oxidación de un carbono inerte. Bremner y Jenkinson (1960b) encontraron que el método de WB da una baja recuperación (< 36%) de C-orgánico del material carbonizado, como carbón vegetal o formas más condensadas de carbono, mientras que los métodos que aplican calentamiento extensivo dan una recuperación mucho mayor, pero más variable (55-110%). Por lo tanto, los resultados podrían ser poco confiables si el método con dicromato es usado en suelos que contienen cantidades significativas de material carbonizado.

En la Figura 1 se muestra la relación entre el porcentaje de MO con NS₁₂₀ y el error absoluto (EA) de los resultados de WB ó NS₃₀. Como era de esperarse, el menor error absoluto se obtuvo con el método que recuperó más MO. En promedio, la oxidación por 30

minutos, tuvo un error absoluto de 32%, con una variación que fluctuó entre 4 y 68%, mientras que WB tuvo un error de 47%, con una variación entre 28 y 86%. En general, y al igual que los coeficientes de variación, la tendencia del error absoluto fue a disminuir a medida que las concentraciones de MO de los suelos aumentaron. Estas tendencias no estuvieron relacionadas a la textura del suelo, ya que ninguna correlación significativa fue establecida entre los contenidos de MO y los porcentajes de arcilla y limo de los suelos. Es posible que la oxidación del C-orgánico también esté afectada por el porcentaje de arcilla y limo de los suelos. La formación de micro-agregados (en este estudio definido como partículas < 50 µm) es el resultado de la unión de las arcillas minerales y la MO del suelo (Tisdall y Oades, 1982). Por lo general, mientras más arcilla posea un suelo, mayor será la estabilidad de sus agregados y consecuentemente su grado de agregación (Tisdall y Oades, 1982). Es sabido que el método clásico de oxidación con H₂O₂ para determinar la MO, es ineficaz para oxidar completamente el C-orgánico del suelo (Broadbent, 1960; Maire, 1997). Aun cuando, se sabe que el ácido crómico es un fuerte oxidante, nosotros estudiamos si el contenido de arcilla y limo de los suelos ejerce algún grado de protección física contra la oxidación a través de

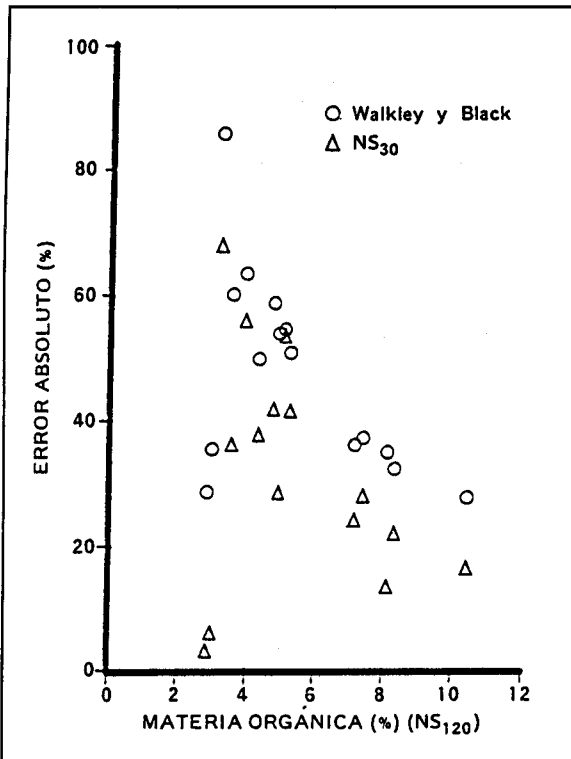


FIGURA 1. Relación entre el porcentaje de materia orgánica por Nelson y Sommers (1982) con calentamiento extensivo por 120 minutos (NS_{120}) y error absoluto de la determinación por Walkley y Black (1934) ó Nelson y Sommers con calentamiento por 30 minutos (NS_{30}).

FIGURE 1. Relationship between the percentage of soil organic matter determined by Nelson and Sommers (1982) with extensive heating for 120 minutes (NS_{120}) and statistical error of Walkley and Black (1934) or Nelson and Sommers with heating for 30 minutes (NS_{30}).

ultrasonido; la dispersión de suelos con ultrasonido es un método capaz de destruir los micro-agregados del suelo y exponer su MO interior (Matus *et al.*, 1996). Los resultados indican que la recuperación de MO por NS_{120} de suelos dispersados con ultrasonido fue similar a aquella de suelos no tratados (Figura 2). Apparently, the micro-aggregates of the soil did not exercise any degree of physical protection against oxidation. Unfortunately, it was not possible to apply the same treatment for WB.

CONCLUSIONES

The first objective of this investigation was to compare the recovery of OM in a range of local soils, by WB, NS_{30} or NS_{120} . The results indicated that a correction factor of 1.79 should be used to compare the results of WB with NS_{120} . The method recommended by Nelson and Sommers (extensive heating of the samples for 30 minutes, NS_{30}), recovered

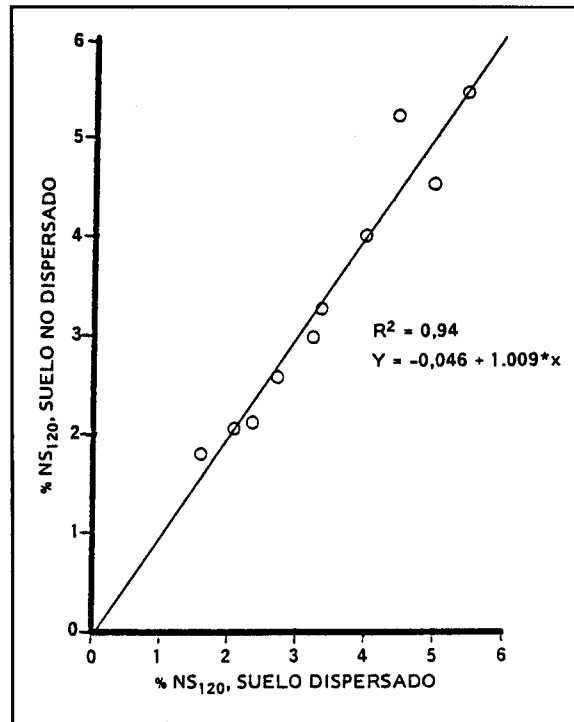


FIGURA 2. Gráfico 1:1 de la materia orgánica obtenida con Nelson y Sommers con calentamiento por 120 minutos (NS_{120}), en suelos dispersados con ultrasonido y suelos no tratados.

FIGURE 2. 1:1 plot of soil organic matter recovered by Nelson and Sommers with heating for 120 minutes (NS_{120}) in ultrasonically dispersed soils and non-treated soils.

21% menos C-orgánico que con 120 minutos. Para un estudio cuantitativo, se sugiere el método de NS_{120} . En general, el error absoluto y la variabilidad del error disminuyeron a medida que aumentaron los contenidos de MO de los suelos, mientras que los coeficientes de variación disminuyeron. Estos resultados podrían tomarse en cuenta para determinar el número de repeticiones que se deben usar, especialmente en suelos con < 3% de MO. El segundo objetivo de esta investigación fue determinar si los contenidos de arcilla y limo de los suelos, que están directamente relacionados al grado de agregación del suelo, afecta la recuperación de MO. Ninguna diferencia se estableció en la recuperación de MO, entre suelos tratados con ultrasonido, en los cuales se logró una total exposición de la MO interior de los micro-agregados, con aquella obtenida en suelos no tratados, por ello se concluye que los micro-agregados del suelo no afectan la recuperación de MO con calentamiento extensivo por 120 minutos.

RESUMEN

En el presente estudio se comparó la recuperación de materia orgánica en un rango de suelos locales, por el método de Walkley y Black (1934) (WB) y Nelson y Sommers (1982) con dos períodos de calentamiento, 30 y 120 minutos (NS_{30} y NS_{120}). Además se investigó si los contenidos de arcilla y limo de los suelos, los que junto a la materia orgánica determinan su grado de agregación, afectan la recuperación de MO del suelo. El método de WB recuperó un 56% de la MO obtenida por NS_{120} . Por lo tanto, para comparar ambos métodos, un factor de corrección 1,79 debe ser usado. El método recomendado por Nelson y Sommers con 30 minutos de calentamiento, recuperó 21% menos MO que con calentamiento por 120 minutos. Por ello, si se necesita una cuantificación de la MO del suelo, se recomienda Nelson y Sommers con calentamiento por 120 minutos. En general, el

error absoluto y la variabilidad del error disminuyeron al aumentar los contenidos de MO de los suelos. Del mismo modo, los coeficientes de variación para cada determinación, aun cuando fueron bajos, disminuyeron con la concentración de materia orgánica de los suelos. Los resultados señalan que es importante determinar el número de repeticiones, especialmente en suelos con contenidos < 3% de MO. Por otra parte, los contenidos de arcilla y limo no tuvieron efecto sobre la recuperación de MO de los suelos, ya que ninguna diferencia se estableció entre suelos dispersados y no tratados con ultrasonido.

Palabras claves: Materia orgánica, carbono-orgánico, oxidación con dicromato, arcilla y limo de los suelos.

LITERATURA CITADA

- ANNE, P. 1945. Organic soil carbon by reduction of CrO_3 . Soil Science, 40: 311-320.
- ALLISON, L.E. 1960. Wet combustion apparatus and procedure for organic and inorganic carbon in soil. Soil Science Society of American Proceeding, 24: 36-40.
- ALLISON, L.E. 1966. Organic carbon. In: Black, C.A., Evans, D.D., White, J.L., Esminger, L.E. and Clark, F.E. (eds.) *Methods of soil analysis*, Part 2. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin. 1367-1378.
- BREMNER, J.M. and JENKINSON, D.S. 1960a. Determination of organic carbon soil. I. Oxidation by dichromate of organic matter in soil and plant materials. Journal of Soil Science, 11: 394-402.
- BREMNER, J.M. and JENKINSON, D.S. 1960b. Determination of organic carbon soil. II. Effect of carbonized materials. Journal of Soil Science, 11: 403-408.
- BROADBENT, F.E. 1960. Organic matter. In: Black, C.A., Evans, D.D., White, J.L., Esminger, L.E. and Clark, F.E. (eds.) *Methods of soil analysis*, Part 2. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin. 1397-1400.
- MAIRE, C.R. 1997. Efecto del grado de saturación de los suelos con materia orgánica sobre las tasas potenciales de mineralización de carbono y nitrógeno. Universidad de Talca, Facultad de Ciencias Agrarias, Tesis (en preparación) para optar al título de Ingeniero. Agrónomo.
- MATUS, F.J., MAIRE, C.R. y VILLALOBOS, M.P. 1996. Saturación de las partículas de arcilla y limo con materia orgánica en suelos con distintos manejos. IV Congreso Argentino y II Internacional de Ingeniería Rural. Tomo II, 662-667.
- MEBIUS, L.J. 1960. A rapid method for determination of organic carbon in Soil. Anal. Chem. Acta, 22: 120-124.
- NELSON, D.W. and SOMMERS, L.E. 1982. Total carbon, organic carbon and organic matter. In: Page, A.L., Miller, R.H. and Keeney, D.R. (eds.) *Method of soil analysis*, Part 2. American Society of Agronomy, Madison. 539-579.
- ORTEGA-FARIAS, S., CUENCA, R.H. and ENGLISH, M. 1996. Hourly grass evapotranspiration in modified maritime environment. Journal of Irrigation and Drainage Engineering. 121, 369-373.
- SAAVEDRA, N. 1975. Manual de análisis de suelos. Universidad Católica de Chile, Facultad de Agronomía, Depto. de Suelos. Public. N° 16, 64 p.
- SADZAWKA, A. 1990. Métodos de análisis de suelo. INIA, Serie La Platina N° 16. 130 p.
- TINSLEY, J. 1950. Determination of organic carbon in soils by dichromate mixtures. Int. Congr. of Soil Science, Amsterdam, 1: 161-164.
- TISDALL, J. y OADES, J. 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. Journal of Soil Science, 33: 141-163.
- WALKLEY, A. and BLACK, A. 1934. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. Soil Science, 37: 29-38.