



**PROYECTO: CUENCA RÍO
SONORA; DERRAME DE LA
MINA BUENA VISTA DEL
COBRE, CANANEA, SONORA**

**PROCEDIMIENTOS
TÉCNICOS**

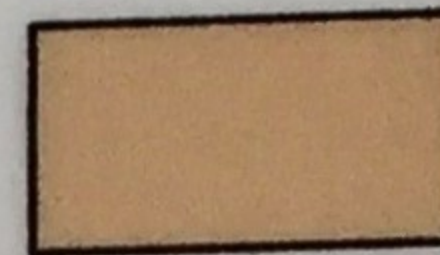


CONTENIDO SUELOS/SEDIMENTOS

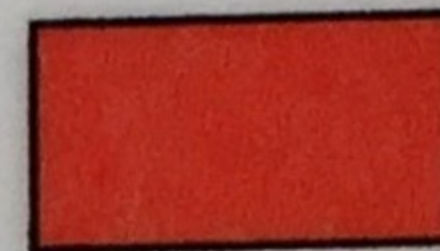
1 Procedimiento técnico de metales pesados



2 Procedimiento técnico de pH



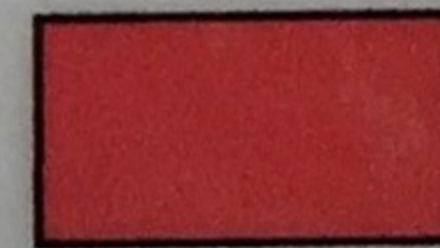
3 Procedimiento técnico de nitrógeno total



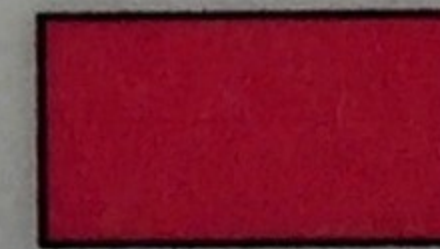
4 Procedimiento técnico fósforo disponible



5 Procedimiento técnico de Bases Intercambiables



6 Procedimiento técnico de Materia orgánica



7 Procedimiento técnico de Textura



1. INDICE

	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	3
5. Campo de aplicación y alcance	3
6. Referencias	3
7. Definiciones	4
8. Material y equipo	5
9. Reactivos	5
10. Preparación de soluciones	6
11. Control de calidad	7
12. Calibración	8
13. Procedimiento	9
14. Cálculos	10
15. Resultados	11
16. Medidas de seguridad	11
17. Manejo de residuos	11
18. Diagrama de flujo	12
19. Anexos	12



ELABORO: <i>Emmanuel Montoya Leónides</i> Emmanuel Montoya Leónides	REVISO: <i>Cinthia Díaz Sarmiento</i> Cinthia Díaz Sarmiento	AUTORIZO: <i>Armando Colón Castrejón</i> Armando Colón Castrejón
Fecha de edición: 2015-06-01	Fecha en vigor: 2015-01-05	Edición: Primera

Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2015-06-01	Primera	Todas	Emisión del documento



3. INTRODUCCIÓN:

Se consideran como metales pesados a aquellos elementos cuya densidad es igual o superior a 5 g/cm³, cuando está en forma elemental; y en la tabla periódica son aquellos que tienen densidades mayores al del hierro y su número atómico es superior a 20, excluyendo los metales alcalinos y alcalino-térreos.

Su presencia en la corteza terrestre, como componentes naturales del suelo es inferior al 0.1%, la mayoría de los elementos solo están presentes en concentraciones mínimas de toxicidad y pocos son los que se requieren para los procesos fisiológicos de plantas y animales.

Los metales pesados, son parte fundamental de las actividades antropogénicas provenientes de desechos domésticos, agrícolas e industriales, los cuales son peligrosos para la biota, el hombre y el deterioro ambiental en general.

Los metales pesados, son potencialmente contaminantes devastadores ya que contaminan el aire, el agua, el suelo y las plantas cuando se absorben en altas concentraciones o se depositan en el suelo; en conjunto esta contaminación afecta a los demás eslabones de las cadenas tróficas.

Existe una contaminación por metales pesados cuando el contenido de estos en el suelo excede considerablemente, los valores habituales. Estas anomalías geoquímicas pueden alcanzar valores que causan un grave peligro para las plantas y animales que habitan el suelo y para los consumidores de esta vegetación que se inicia en los herbívoros.

4. OBJETIVO:

Establecer el método para la extracción y cuantificación de metales pesados en muestras de suelo

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este método es aplicable para la extracción y cuantificación de metales pesados en muestras de suelos y sedimentos.

6. REFERENCIAS:

- NOM-147-SEMARNAT-SSA1-2004
- US ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY 6010, 3015 A (Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils)



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACION DE METALES PESADOS EN SUELOS POR ICP-OES

MPT/GIS/FS08

Página 4 de 12

7. DEFINICIONES:

Blanco (de calibración del instrumento): Es la solución usado como diluyente para ajustar a cero el aparato.

Blanco de reactivos: Es la solución que contiene todos los reactivos usados en los mismos volúmenes y concentraciones en el procesamiento de la muestra. Este blanco debe seguir todos los pasos indicados en la técnica; ayuda a detectar trazas de contaminación provenientes de material o reactivos usados.

Material de Referencia: Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición o para asignar valores a los materiales.

Material de Referencia Certificado (MRC): Material de referencia acompañado de un certificado, en el cuál uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

Estándar de chequeo: Es un Blanco de reactivo fortificado al punto intermedio de la curva de calibración con el MRC, preparado bajo las mismas condiciones que el lote analítico, sirve para verificar la calibración del equipo.

Muestra de control de calidad (QC): Es un blanco de muestra fortificado con el analito; o un suelo con una concentración conocida, preparado bajo las mismas condiciones que el lote, para la evaluar la recuperación del analito.

Espectroscopia: Estudio de la generación, medición e interpretación de los espectros de energía que resultan de la emisión o absorción de energía radiante.

Recuperación: Es el porcentaje del elemento de interés (analito), obtenido en la muestra analizada menos la concentración del blanco de la muestra (C_{bm}) calculado en la función de la concentración real (Cr)

$$R = (MF - C_{bm} / CA) * 100$$

Fecha de edición: 2015-06-01	Fecha en vigor: 2015-01-05	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

Validación: Confirmación del cumplimiento de los requisitos particulares para un uso intencionado propuesto por medio del examen y aporte de evidencias objetivas.

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Tamiz de acero inoxidable de 60 mallas
- Dispensador de 1-10 mL
- Micropipetas: 0.5 a 10 μ L, 10 a 100 μ L, 100 a 1000 μ L
- Puntas para micropipetas de: 0.5 a 10 μ L, 10 a 100 μ L, 100 a 1000 μ L
- Matraces aforados Clase "A" 50 mL
- Vasos de polipropileno de 200 mL.
- Papel Whatman No. 42
- Vasos de digestión para horno de microondas (teflón) con tapas de seguridad
- Embudos de cristal

8.2 EQUIPO

- Balanza de precisión con exactitud de 0.01 g para pesado de suelos y 0.001 g para pesado de reactivos.
- Espectrofotómetro de Emisión de Plasma Acoplado Inductivamente (ICP)
- Horno digestor de muestras por microondas con accesorios: Vaso de digestión, carrusel, chaquetas o fundas, membranas de seguridad, y rotor para asegurar la tapa de los vasos de digestión

9. REACTIVOS

- Agua desionizada.
- Acido Nítrico GR

9.1. ESTANDARES

- Solución patrón de Aluminio de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Cadmio de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Cobre de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Hierro de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Plomo de 1000 mg/L con certificado (MRC).

- Solución patrón de Manganeso de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Níquel de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Zinc de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Arsénico de 1000 mg/L con certificado (MRC)
- Solución patrón de Mercurio de 1000 mg/L con certificado (MRC)

10. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

La siguiente formula se utiliza para la preparación de soluciones de trabajo a partir de los estándares (MRC); para la concentración que se requiera:

$$(C1) (V1) = (C2) (V2)$$

Donde:

C1= Concentración inicial del estándar

V1= Volumen inicial tomado del estándar

C2= Concentración final

V2= Volumen final

- *Solución de trabajo de Aluminio 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Cadmio 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Cobre 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Hierro 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua d
- *Solución de trabajo de Plomo 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Manganeso 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Níquel 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.

- *Solución de trabajo de Zinc 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Arsénico 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Mercurio 50 mg L-1.* Diluir 2500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 50 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.

11. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico (10 muestras) se deberán incluir las siguientes muestras como control de calidad:

- a) Blanco de reactivos
- b) Blanco muestra
- c) Muestra Recuperación: Muestra con cierta concentración conocida del analito o blanco de muestra fortificado con el analito de interés, debe cumplir con los criterios de aceptación especificados en el cuadro 1, en lo referente a la recuperación.
- d) Estándar de chequeo QC: Muestra fortificada con el MRC al punto intermedio de la curva; en la cual se evalúan los criterios de aceptación del cuadro 1.
- e) Muestras de control de calidad: Proporcionadas mensualmente por el responsable del laboratorio para comprobar la calidad de los análisis; las cuales deben de cumplir con los criterios de aceptación del cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación

Analito	Rango analítico mg L ⁻¹	Recuperación %	Repetibilidad % C.V	Coefficiente de correlación
Aluminio	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Cadmio	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Cobre	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Hierro	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Plomo	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Manganeso	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Niquel	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Zinc	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Arsénico	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995
Mercurio	0.05 - 5.00	80-120	≤ 20	≤ 0.995

*Referencia: GUIAS TECNICAS DE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE CENAM, ABRIL 2008

12. CALIBRACIÓN

Preparar una curva de calibración de cinco niveles de concentración, a partir de las soluciones de trabajo de 50 mg L⁻¹. los cuales se describen en el Cuadro 2.

La siguiente formula se utiliza para la preparación de los puntos de la curva a partir de los estándares (MRC) y soluciones de trabajo; para la concentración que se requiera:

$$(C1) (V1) = (C2) (V2)$$

Donde:

C1= Concentración inicial del estándar

V1= Volumen inicial tomado del estándar

C2= Concentración final

V2= Volumen final

Cuadro 2. Curva de calibración de Metales a partir de la Solución de trabajo de 50 mg L⁻¹. Matraces aforados de 50 mL Clase "A".

Niveles de concentración mg L⁻¹
(*µL adicionados de solución de trabajo de 50 mg L⁻¹)

ANALITO	1 (0.05)	2 (0.1)	3 (0.25)	4 (0.50)	5 (5.0)
Aluminio	50	100	250	500	5000
Cadmio	50	100	250	500	5000
Cobre	50	100	250	500	5000
Hierro	50	100	250	500	5000
Plomo	50	100	250	500	5000
Manganeso	50	100	250	500	5000
Níquel	50	100	250	500	5000
Zinc	50	100	250	500	5000
Arsénico	50	100	250	500	5000
Mercurio	50	100	250	500	5000

- Agregar 10 mL de HNO₃ a cada matraz de la curva y aforar con agua desionizada.

La curva de calibración será evaluada con los criterios de aceptación descritos en el cuadro 3.

Cuadro 3. Criterios de aceptación para curva de calibración

Analito	Rango analítico mg L ⁻¹	% Error	Repetibilidad % C.V	Coefficiente de correlación
Al,Cd,Cu,Fe,Pb,Mn,Ni, Zn, As y Hg	0.5 1 - 5	±20 ±10	≤ 20	≤0.995

13. PROCEDIMIENTO

NOTA: Trabajar en paralelo con un blanco de reactivo, recuperación y control de calidad.

- a) Homogenizar la muestra de suelo
- b) Pesar 0.5 g (exactitud 0.01g) de muestra de suelo previamente tamizado por 60 mallas y colocarlos en los tubos de digestión para horno de microondas
- c) Adicionar con dispensador 10 ml de HNO₃
- d) Colocar los tubos en el carrusel con sus respectivas camisetas
- e) Iniciar el programa establecido en el equipo como **EPA 3051 A**

STAGE	MAXIMUM WATTAGE	POWER	RAMP TIME	TEMP	HOLD TIME
1	1600	100	5.5 MIN	175°C±5°C	4.5 MIN

- f) Una vez finalizado el programa, liberar el gas en campana extractora y filtrarlo a través de papel Whatman No.42.
- g) Trasvasar a un matraz aforado de 50 mL con ayuda de un embudo de cristal y aforar con agua desionizada.
- h) Mezclar

13.2. Condiciones preliminares

Se prepara una curva de calibración evaluando los criterios descritos en el cuadro 3.

13.3 Condiciones del equipo

- Conectar el equipo 2 horas antes de empezar el análisis
- Purgar 1 hora con gas argón
- Crear el método con las condiciones que en seguida se describen.

Tiempo de estabilización	25 seg.
Visión del plasma	Axial
Modo de calibración	Concentración
Modo de medición	Integración
Tiempo de integración máximo	30 seg.
Repetición	3
Introducción de la muestra	Automático/ manual
Longitud de onda	
Ajustes de fuente	
Veloc. de la bomba de estabilización	60 rpm
Veloc. Bomba	60 rpm
Tiempo de relajación de la bomba	25 seg.
Potencia RF	1150 W
Flujo del nebulizador	0.35 L/min
Gas auxiliar	0.5 L/min

14. CÁLCULOS

14.1 Los cálculos de las muestras analizadas lo realiza el software del equipo ICP-OES, al interpolar los valores de absorbancia en la curva de calibración, los resultados se expresan en mg/L.

La concentración de fósforo en mg L^{-1} corresponde a la absorbancia de cada muestra que puede leerse a partir de la curva de calibración e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas.

14.2 Para calcular la concentración en mg/Kg en una muestra, se debe aplicar la siguiente fórmula.

$$\text{mg kg}^{-1} (\text{metal}) \quad C_f = \frac{C_i - C_{bm}}{P_m} \times V_f$$

Donde:

C_f = Concentración en mg/Kg.

C_i = Concentración en mg/L (Lectura de la muestra en la curva de calibración)

C_{bm} = Concentración del blanco de muestra (mg/L)

P_m = Peso de la muestra (Kg)

V_f = Volumen del aforo (L)

Fecha de edición: 2015-06-01	Fecha en vigor: 2015-01-05	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

15. RESULTADOS

El analista recopila la información del lote analítico (curva de calibración y hoja de cálculo generado del ICP -OES) y captura los resultados en la Hoja de Cálculo Para método de metales pesados en suelo PMEE/GIS/102-F03, posteriormente la entrega al Gerente técnico para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en PACE/GIS.

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato PIRP/GIS/101-FFS01.

PUNTOS CRÍTICOS DE CONTROL.

Parámetro	Condición Óptima
Peso de la muestra	0.5 g ± 0.05g
Volumen final	50 mL
Estándares	Preparar para cada serie de muestras

16. MEDIDAS DE SEGURIDAD

16.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos.

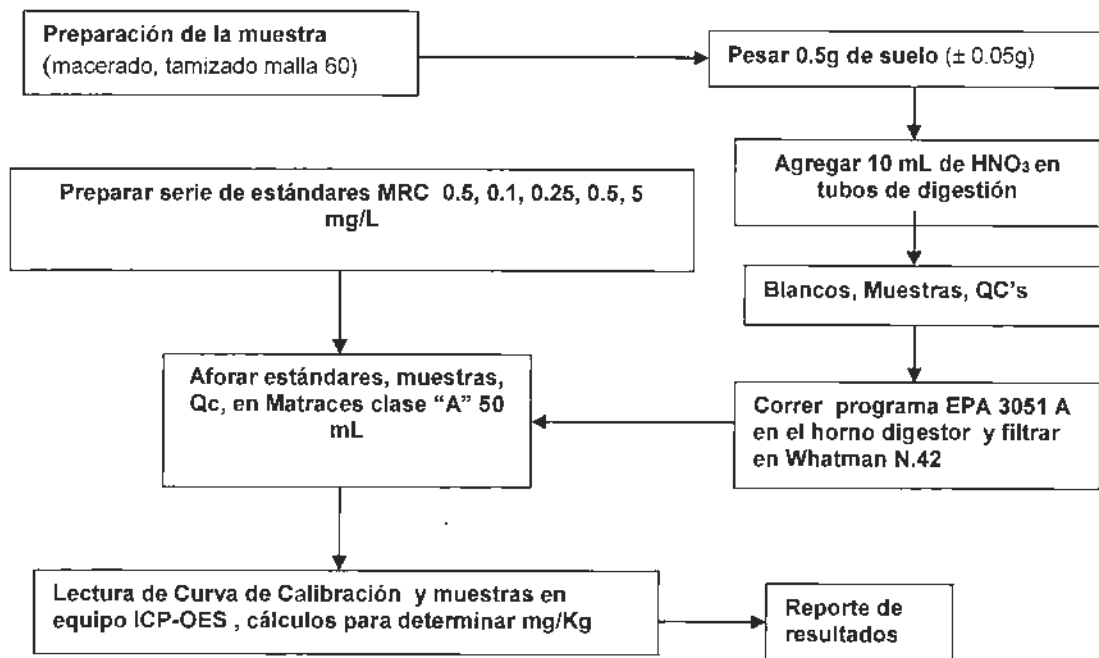
16.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

Agentes químicos	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
<i>Ácido nítrico concentrado 70%</i>	Irritación en ojos, y vías tracto respiratorias, quemaduras e irritación cutánea	Lentes de seguridad , bata , mascarilla contra gases , guantes de nitrilo

17. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos de suelos y reactivos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

18. DIAGRAMA DE FLUJO



19. ANEXOS

Hoja de trabajo PMEE/GIS/I02-F03
Informe de resultado PIRP/GIS/I01-FFS01.



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA

MPT/GIS/FS03

Página 1 de 10

1. INDICE

	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	4
5. Campo de aplicación y alcance	4
6. Referencias	4
7. Definiciones	4
8. Material y equipo	5
9. Reactivos	6
10. Control de calidad	6
11. Calibración	6
12. Procedimiento	7
13. Resultados	8
14. Medidas de seguridad	8
15. Manejo de residuos	9
16. Diagrama de flujo	9
17. Anexos	10



ELABORO: <i>Rodrigo Espinoza Angeles</i> Rodrigo Espinoza Angeles	REVISO: <i>Cynthia Díaz Samano</i> Cynthia Díaz Samano	AUTORIZO: <i>Armando Colon Castrejón</i> Armando Colon Castrejón
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2016-04-11	Primera	Todas	Emisión del documento





PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA

PT/GIS/FS03

Página 3 de 10

3. INTRODUCCIÓN:

El pH es la forma de medición que se utiliza para saber el grado de alcalinidad o acidez del suelo, que se indica en función de la concentración de iones de hidrógeno que posea. Para saber la acidez del suelo existe una escala de medición con niveles del 0 al 14, donde el "0" representa la mayor acidez y el "14" el mayor nivel de alcalinidad. El nivel medio, en el que el sustrato es neutro, es el que correspondería al 7 donde los grados de alcalinidad y acidez están completamente igualados.

El pH es una de las mediciones más comunes e importantes en los análisis químicos rutinarios del suelo, ya que controla reacciones químicas y biológicas en el suelo. La determinación del pH es afectada por varios factores tales como: el tipo y cantidad de constituyentes orgánicos e inorgánicos que contribuyen a la acidez del suelo, la concentración de sales en la solución, la relación suelo: solución, la presión parcial, bióxido de carbono y el efecto de la suspensión asociado con el potencial de unión, entre otros.

La determinación de pH en los suelos es una herramienta útil para saber la disponibilidad de nutrientes, identificar propiedades químicas y las necesidades de cal.

Los suelos que contienen más de 15% de materia orgánica pueden requerir un 1: 5 o 1:10 suelo: agua relación para la determinación de pH (Kalra, 1995).

El método potenciométrico o electroquímico para medir pH de un suelo es el más utilizado. Con este método se mide el potencial de un electrodo sensitivo a los iones H^+ (electrodo de vidrio) presentes en una solución problema; se usa como referencia un electrodo cuya solución problema no se modifica cuando cambia la concentración de los iones por medir, que es generalmente un electrodo de calomelanos o de $Ag/AgCl$. El electrodo, a través de sus paredes, desarrolla un potencial eléctrico. En la práctica se utilizan soluciones amortiguadoras, de pH conocido, para calibrar el instrumento y luego comparar, ya sea el potencial eléctrico o el pH directamente de la solución por evaluar.

La reacción del suelo se mide por la actividad de los iones hidrogeno, la cual se expresa en términos de pH. El pH es logaritmo negativo de la actividad de iones hidrogeno. El pH del suelo es uno de los parámetros más usados en los análisis de suelo por reflejar características fundamentales del suelo.

Los factores que determinan las variaciones en las medidas del pH son las siguientes.

1. La relación suelo: agua. A medida que se diluya la suspensión del suelo el pH aumenta, ese fenómeno se conoce como efecto de dilución.
2. La concentración del electrolito. Cuando la concentración de sales neutras aumenta en la suspensión del suelo, el pH disminuye.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA

PT/GIS/FS03

Página 4 de 10

4. OBJETIVO:

Este procedimiento establece el método para la determinación de pH en suelos.

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este procedimiento establece el método para la determinación de pH en suelos.

6. REFERENCIAS

Soil, plant and water reference methods for the western region 1, 2005 3 rd Edition Dr. Ray Gavlak Dr. Donald Horneck Dr. Robert O. Miller.

Kalra, Y. 1995. Determination of pH of soils by different methods: collaborative study. J. of AOAC International. 78:310-320.

Norma Oficial Mexicana NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

Guía técnica de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida en las Mediciones Analíticas que Emplean la Técnica de Medición de pH. México, abril de 2013.

7. DEFINICIONES:

Método de ensayo: Procedimiento técnico específico para desarrollar una prueba (ensayo).

Instrumento de medida: Dispositivo utilizado para realizar mediciones, solo o asociado a uno o varios dispositivos suplementarios.

Procedimiento de medición: Conjunto de operaciones, descritas específicamente, usadas en la realización de mediciones particulares de acuerdo a un método dado.

Material de Referencia Certificado (MRC): Material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

Calibración: Operación que bajo condiciones especificadas que establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida

Fecha de edición:2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con su incertidumbres de medida asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

Verificación: Confirmación y provisión de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados.

Valor de blanco: Una lectura o resultado originado por la matriz, reactivos y cualquier sesgo residual, en un proceso o instrumento de medición que contribuye al valor obtenido de una magnitud en el procedimiento de medición analítica.

Blanco de reactivos: Los reactivos usados durante el proceso analítico, se utilizan por separado con fin de ver sin contribuyen o no a la señal de medición. La señal de medición que surge del analito puede entonces ser corregida adecuadamente.

Muestra de control de calidad (QC): Es un blanco de muestra fortificado con el analito; o un suelo con una concentración conocida, preparado bajo las mismas condiciones que el lote, para evaluar la recuperación del analito.

Recuperación (Recobro): Proporción de la cantidad de analito, presente en la porción de la muestra o adicionado a esta, que es cuantificada por el método de ensayo.

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Tamiz de 2mm.
- Charola para pesado de muestra
- Espátula para muestras
- Tubos de plástico de 50 mL con tapa
- Pipeta de 10 mL

8.2 EQUIPO

- Balanza de precisión
- Agitador recíproco
- Potenciómetro



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA

PT/GIS/FS03

Página 6 de 10

9. REACTIVOS

- Agua desionizada

9.1 Estándares

- Buffer pH 4.00, 7.00 y 10.00 (Material de referencia certificado).

10. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico se debe incluir las siguientes muestras como control de calidad.

- Blanco de reactivo
- Corroborar el pH de alguno de los Buffer (MRC)
- Muestra de control de calidad
- Muestras de control de calidad: Proporcionadas mensualmente por el responsable del laboratorio para comprobar la calidad de los análisis, las cuales deben de cumplir con los criterios de aceptación del cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación

Técnica	Verificación	Pendiente** %	Recuperación %
pH	± 0.05	92-102	80-120

*Referencia: GUIAS TECNICAS DE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE CENAM, ABRIL 2008

** Criterio especificado por el proveedor

11. CALIBRACIÓN

Calibrar el potenciómetro de acuerdo a lo establecido en el Instructivo de operación y calibración del potenciómetro **IOE/GIS/FS03**.

Observaciones:

Los buffer no deben almacenarse por mucho tiempo, especialmente los pH de 9 y 10 ya que son sensibles al dióxido de carbono (CO₂) y después de un tiempo ya no son fiables.

Los puntos de calibración deben estar dentro del rango previsto del pH de las muestras o la solución que se vaya a medir.

Anotarse en la bitácora de uso del potenciómetro **BFS/GIS/UP09** en la cual se registra la información como: fecha, lotes de los buffer (MRC utilizados en la calibración), pendiente, firma o rubrica de quien utilizó el equipo, observaciones cuando sean necesarias.

Fecha de edición:2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

12. PROCEDIMIENTO

- Homogenizar la muestra de suelo
- Pesar 10 ± 0.1 gramos de muestra de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm (Ver Instructivo de preparación de muestras de suelo **PMEE/GIS/I11**)
- Colocar la muestra en tubos de polipropileno de 50 mL
- Adicionar 20 mL de agua desionizada
- Agitar durante 30 minutos
- Dejar reposar 15 minutos, para permitir que las partículas del suelo suspendidas se asienten antes de la lectura de pH.
- Sumergir el electrodo en la parte superior del sobrenadante
- Una vez que la lectura es constante durante 15 segundos
- Reportar el pH del suelo a la unidad más próxima 0,01
- Enjuague los electrodos con agua desionizada entre cada muestra
- Los valores obtenidos en las lecturas de pH se registran en la bitácora de registro de pH y conductividad **BFS/GIS/RPHC04**.

Nota: La lectura se considera estable cuando no cambia más de 0,1 unidades por cada 30 segundos (o 0,02 unidades por 5 segundos). En la estabilización del suelo calcáreo puede ser difícil de lograr debido a las condiciones.

12.1. Condiciones preliminares

- Verifique que el potenciómetro se encuentre conectado a la corriente eléctrica por lo menos 15 minutos antes de su uso.
- Verifique que el electrodo se encuentra en buenas condiciones.
- Usar Materiales de Referencia Certificados vigentes
- Verificar el nivel de la disolución del electrodo de referencia
- Eliminar las burbujas, si se presentan, en la disolución del electrodo de referencia.
- Al momento de realizar la medición, asegurarse que el orificio de llenado del electrodo de vidrio se encuentre destapado y que tenga disolución en su interior
- Enjuagar los electrodos entre una medición y otra.
- Evitar frotar el bulbo de vidrio del electrodo.
- Verifique que el electrodo se encuentra en buenas condiciones y se le ha hecho el mantenimiento de acuerdo al Instructivo de mantenimiento preventivo del potenciómetro **IME/GIS/FS03**.

12.2 Condiciones del equipo

- Compruebe la pendiente del electrodo debe ser 92-102%
- Una vez calibrado y estabilizado el equipo procedemos a leer las muestras



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA

PT/GIS/FS03

Página 8 de 10

13. RESULTADOS

Las lecturas de pH se registran en la bitácora de registro de pH y conductividad eléctrica **BFS/GIS/RPHC04**.

El analista entrega al Gerente técnico la(s) hoja(s) de cálculo **PMEE/GIS/I02-F03** para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en **PACE/GIS/I03-F01**.

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato **PIRP/GIS/I01-FFS01**.

13.1 Interpretación de resultados de pH

Clasificación del suelo en cuanto a su valor de pH (NOM-021-RECNAT-2000)
Ver cuadro 4.

Cuadro 4. Interpretación de resultados

Clasificación	pH
Fuertemente ácido	< 5.0
Moderadamente ácido	5.1 – 6.5
Neutro	6.6 – 7.3
Medianamente alcalino	7.4 - 8.5
Fuertemente alcalino	> 8.5

14. MEDIDAS DE SEGURIDAD

14.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos.

14.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

Agentes químicos	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
	La Inhalación del polvo o niebla puede causar daños al sistema respiratorio y al tejido pulmonar lo cual	

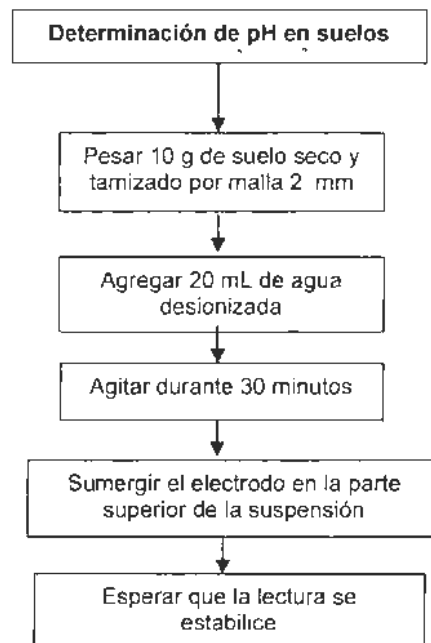
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

<p>Bicarbonato de sodio/ Carbonato de sodio/Bifalato de potasio</p>	<p>puede producir desde una irritación a las vías respiratorias superiores hasta la neumonía química. En general, las exposiciones a altas concentraciones por largo tiempo, pueden causar flujo nasal, ligero dolor de cabeza, náuseas. No se acumula en el cuerpo. El contacto prolongado causa irritación a la piel con enrojecimiento y formación de ampollas, lo cual puede agravarse en personas con lesiones previas a la piel. La severidad del ataque a la piel va en relación directa y proporcional a la concentración y tiempo del contacto.</p>	<p>Al trasvasar pequeñas cantidades con pipeta, utiliza propipetas NUNCA aspirar con la boca.</p>
---	--	--

15. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos de suelos y reactivos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

16. DIAGRAMA DE FLUJO





**PROCEDIMIENTO PARA LA
DETERMINACIÓN DE pH EN SUELOS
RELACIÓN(1:2) SUELO/AGUA**

PT/GIS/FS03

Página 10 de 10

17. ANEXOS

Formato	Clave
Informe de Resultados de Prueba	PIRP/GIS/I01-FFS01
Expediente del equipo del potenciómetro	EE/GIS/FS03
Instructivo de operación y calibración del potenciómetro	IOE/GIS/FS03
Instructivo mantenimiento preventivo del potenciómetro	IME/GIS/FS03
Bitácora de registro de pH y conductividad	BFS/GIS/RPHC04
Bitácora de uso del potenciómetro	BFS/GIS/UP09
Instructivo de la preparación de muestras de suelo	PMEE/GIS/I11



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 1 de 11

1. INDICE

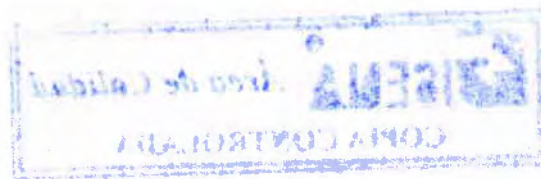
	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	3
5. Campo de aplicación y alcance	3
6. Referencias	4
7. Definiciones	4
8. Material y equipo	5
9. Reactivos	5
10. Preparación de soluciones	6
11. Control de calidad	7
12. Procedimiento	7
13. Cálculos	8
14. Resultados	9
15. Medidas de seguridad	9
16. Manejo de residuos	10
17. Diagrama de flujo	11
18. Anexos	11



ELABORO: <i>Rodrigo Espinoza Angeles</i> Rodrigo Espinoza Angeles	REVISO: <i>Cynthia Díaz Samano</i> Cynthia Díaz Samano	AUTORIZO: <i>Armando Colon Castrejon</i> Armando Colon Castrejon
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2016-04-11	Primera	Todas	Emisión del documento



Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 3 de 11

3. INTRODUCCIÓN:

El nitrógeno es un elemento indispensable para la vida, forma parte de las principales biomoléculas de todos los seres vivos. Es también uno de los elementos más abundantes de la Tierra, pues en su forma gaseosa (N_2) constituye 78% de la atmósfera. Sin embargo, la cantidad de nitrógeno presente en muchos suelos es escasa, debido a su propia dinámica y a su ciclo biogeoquímico. Dentro del suelo es aprovechado por las plantas, animales y microorganismos que lo incorporan a sus tejidos. Cuando dichos organismos se mueren, el nitrógeno reingresa al suelo completando el ciclo. Este ciclo es complejo e involucra una serie de reacciones y organismos con diferentes metabolismos. Siempre comienza con compuestos orgánicos sencillos (NH_4^+ , NO_2^- , NO_3^- , N_2 , NH_3) y termina con compuestos orgánicos complejos; que a través de la descomposición regresan a la etapa de compuestos sencillos. En los microorganismos la carencia de nitrógeno puede afectar el crecimiento, por lo que la población microbiana no tendrá un desarrollo óptimo. En contraste, demasiado nitrógeno permite el crecimiento microbiano rápido y acelera la descomposición; pero puede crear problemas de olor en condiciones anaerobias. Además, el exceso de nitrógeno puede ser liberado como amoníaco; en tanto que el nitrógeno aprovechable escapará en forma de gas. Para la mayoría de los materiales una relación C/N cercana a 10:1 mantendrá estos elementos en equilibrio aproximado. En los suelos normalmente el contenido de nitrógeno varía de 0.05 a 2% en sus diferentes formas.

La determinación de nitrógeno total por este procedimiento involucra dos pasos: la digestión de la muestra para convertir el nitrógeno a amonio y la determinación del amonio en el digestado. La digestión de la muestra es desarrollada por calentamiento de la muestra con ácido sulfúrico concentrado y sustancias como el sulfato de potasio que promueven la oxidación de la materia orgánica y la conversión del nitrógeno orgánico a amonio por incremento de la temperatura de digestión y también emplea catalizadores como el cobre y el selenio, que aumenta la velocidad de oxidación de la materia orgánica por el ácido sulfúrico. El amonio en el destilado es determinado por titulación del amonio liberado por destilación del digestado con álcali.

4. OBJETIVO:

Este procedimiento establece el método para la determinación de nitrógeno total en suelos.

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este procedimiento establece el método para la determinación de nitrógeno total en suelos.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 4 de 11

6. REFERENCIAS

Norma Oficial Mexicana NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas que emplea la técnica de titulación volumétrica. 2008

7. DEFINICIONES:

Método de ensayo: Procedimiento técnico específico para desarrollar una prueba (ensayo).

Instrumento de medida: Dispositivo utilizado para realizar mediciones, solo o asociado a uno o varios dispositivos suplementarios.

Procedimiento de medición: Conjunto de operaciones, descritas específicamente, usadas en la realización de mediciones particulares de acuerdo a un método dado.

Titulante: Solución que contiene el agente activo con el cual se lleva a cabo la reacción de titulación.

Material de Referencia Certificado (MRC): Material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

Verificación: Confirmación y provisión de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados.

Valor de blanco: Una lectura o resultado originado por la matriz, reactivos y cualquier sesgo residual, en un proceso o instrumento de medición que contribuye al valor obtenido de una magnitud en el procedimiento de medición analítica.

Blanco de reactivos: Los reactivos usados durante el proceso analítico, se utilizan por separado con fin de ver si contribuyen o no a la señal de medición. La señal de medición que surge del analito puede entonces ser corregida adecuadamente.

Muestra de control de calidad (QC): Es un blanco de muestra fortificado con el analito; o un suelo con una concentración conocida, preparado bajo las mismas condiciones que el lote, para evaluar la recuperación del analito.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 5 de 11

Recuperación (Recobro): Proporción de la cantidad de analito, presente en la porción de la muestra o adicionado a esta, que es cuantificada por el método de ensayo.

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Tamiz de 0.250 mm
- Charola para pesado de muestra
- Espátula para muestras
- Tubos de digestión
- Matraces erlenmeyer de 125 mL
- Bureta 25 mL Clase A
- Vaso de precipitado 2 L
- Matraz aforado de 100 mL
- Matraz aforado de 50 mL
- Mortero
- Pipeta de 10 mL
- Frasco Pyrex
- Desecador
- Pesafiltro
- Pipeta Pasteur
- Pro-pipeta

8.2 EQUIPO

- Balanza analítica
- Equipo de digestión
- Destilación por arrastre de vapor
- Potenciómetro
- Parrilla de calentamiento
- Mufia a 105°C

9. REACTIVOS

- Agua desionizada
- Ácido sulfúrico concentrado
- Ácido bórico
- Verde de bromocresol
- Rojo de metilo
- Alcohol etílico 95%

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 6 de 11

- Hidróxido de sodio
- Sulfato de potasio
- Sulfato de cobre pentahidratado
- Selenio metálico
- Carbonato de sodio (MRC)
- Anaranjado de metilo

9.1 Estándares

- Carbonato de sodio (Material de Referencia Certificado)

10. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

- Solución de ácido bórico con indicador: Colocar 80 gramos de ácido bórico en un frasco de 5 litros de capacidad, adicionar 3.8 litros de agua desionizada, calentar y agitar hasta la completa disolución de ácido. Enfriar la solución y agregar 80 mL de la siguiente mezcla de indicadores 0.099 gramos de verde de bromocresol y 0.066 gramos de rojo de metilo disueltos en 100 mL de alcohol etílico 95%.

Nota: El pH de la mezcla de ácido bórico + indicador debe de ser aproximadamente 5.0. Si fuese más ácido agregar cuidadosamente gotas de NaOH 0.1 N hasta que la solución adquiriera una coloración púrpura rojiza o se alcance el pH indicado. Completar a 4 litros con agua desionizada y mezclar.

- Mezcla de catalizadores- K_2SO_4 . Mezclar perfectamente 1 kg de K_2SO_4 , 100 g de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y 10 g de Selenio metálico. La mezcla debe homogeneizarse completamente para evitar agregación de las partículas de los componentes.
- Hidróxido de sodio 10 N. Colocar 4.0 Kg de NaOH en un botellón de vidrio Pyrex de pared gruesa de aproximadamente 10 litros de capacidad. Adicionar 4 litros de agua destilada y rotar el botellón hasta que el hidróxido se disuelva. Dejar que la solución se enfríe en el depósito al cual se debe proveer de una tapa para evitar la absorción de CO_2 ambiental. Dejar decantar durante la noche, o más si es necesario, y sifonar el sobrenadante a otro botellón marcado a 10 litros que contiene 1.5 litros de agua destilada libre de CO_2 (hervida). Completar al volumen indicado con agua de igual calidad y agitar vigorosamente. El hidróxido de sodio debe protegerse de CO_2 atmosférico utilizando un filtro de ascarita o cualquier otro.
- Ácido sulfúrico 0.01 N. Diluir 1 litro de ácido sulfúrico 0.05 N (1.4 ml por litro) a 5 litros con agua destilada.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-05-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

10.1 Estandarización del ácido sulfúrico 0.01 N

- Secar el carbonato de calcio MRC a 105 °C
- Pesar 0.250 gramos, disolver y aforar en un matraz de 50 ml.
- Tomar 10 mL de esta solución (3 replicas)
- Agregar 5 a 6 gotas de anaranjado de metilo

Calcular la normalidad mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Normalidad (H}_2\text{SO}_4) = (0.025 \text{ g/53}) \times (1/V \text{ H}_2\text{SO}_4)$$

Donde:

V= Volúmenes de ácido sulfúrico gastado en la titulación, expresado en litros.

11. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico se debe incluir las siguientes muestras como control de calidad.

- a) Blanco de reactivo
- b) Muestra de control de calidad

Cuadro 1. Criterios de aceptación

Técnica	Recuperación %
TITULACIÓN	80-120

*Referencia: GUIAS TECNICAS DE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE CENAM, ABRIL 2008

12. PROCEDIMIENTO

- Homogenizar la muestra de suelo
- Pesar 1 gramo de muestra de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm (Ver Instructivo de preparación de muestras de suelo **PMEE/GIS/I11**)
- Colocar la muestra en tubos de digestión
- Adicionar 1.1 gramos de la mezcla de catalizadores
- Adicionar 3 mL de ácido sulfúrico concentrado
- Calentar la(s) muestra (s) a temperatura media alta hasta que el digestado se torne claro.
- Ebulir la muestra por 1 hora a partir del momento en que se torne claro. La temperatura en esta fase debe regularse de modo que los vapores de ácido sulfúrico se condensen en el tercio inferior del cuello del tubo de digestión.

- Una vez completada esta fase, dejar enfriar el frasco y agregar suficiente agua para colocar en suspensión, mediante agitación, el digestado (15 a 20 mL son generalmente suficientes).
- Dejar decantar las partículas de sílice evitando la precipitación de cristales de sulfato de amonio.
- Transferir el contenido líquido a la cámara de destilación del aparato, lavando el matraz de digestión con pequeñas porciones de agua.
- Colocar en el tubo de salida del aparato de digestión un matraz Erlenmeyer de 125 mL adicionando 10 mL de la solución ácido bórico
- + indicadores.
- Adicionar 10 mL de hidróxido de sodio 10 N de modo que la sosa se deposite en el fondo de la cámara de destilación.
- Conectar el flujo de vapor e iniciar la destilación. Destilar hasta que el volumen alcance la marca de los 75 mL en el frasco Erlenmeyer.
- Determinar el nitrógeno amoniacal presente en el destilado titulando con el ácido sulfúrico 0.01 N. Debe de usarse una bureta de 25 mL
- En el cambio del color de la mezcla de indicadores en el punto final de la titulación, es de verde a rosado fuerte,
- Se preparan blancos siguiendo exactamente el mismo procedimiento que en las muestras.

13. CALCULOS

$$\% \text{ N total} = (V_m - V_b) \times N \times 14 / p \times 10$$

Donde:

V_m= Volumen de ácido sulfúrico empleado en titular la muestra

V_b= Volumen de ácido sulfúrico empleado en titular blanco

N= Normalidad exacta del ácido sulfúrico

14= Peso equivalente del nitrógeno

10= Factor de conversión a porcentaje

P= Peso de la muestra de suelo en gramos

Nota:

El contenido de nitrógeno total en el suelo se expresa en términos de porcentaje en peso de la muestra

Se recomienda el uso de dos cifras decimales

12.2 Condiciones del equipo

- La digestión debe realizarse en campana de extracción ya que los vapores son muy tóxicos.



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN SUELOS

MPT/GIS/FS05

Página 9 de 11

14. RESULTADOS

La actividad se registra en la bitácora del analista.

El analista entrega al Gerente técnico la(s) hoja(s) de cálculo **PMEE/GIS/I02-F03** para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en **PACE/GIS**

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato **PIRP/GIS/I01-FFS01**.

14.1 Interpretación de resultados de nitrógeno total

Los resultados del análisis de nitrógeno total puede interpretarse con el siguiente cuadro: (NOM-021-RECNAT-2000) Ver cuadro 2.

Cuadro 2. Interpretación de resultados

Clasificación	%
Muy Bajo	< 0.05
Bajo	0.05 – 0.1
Medio	0.1- 0.15
Alto	0.15 – 0.25
Muy alto	> 0.25

15. MEDIDAS DE SEGURIDAD

15.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos.

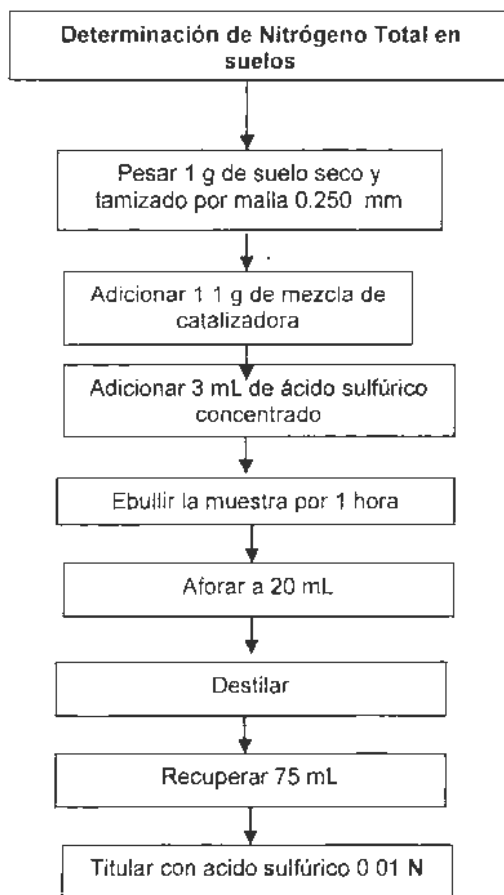
15.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

Agentes químicos	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
Ácido sulfúrico	Inhalación: Es picante, produce irritación de la garganta, ojos, nariz, insuficiencia respiratoria, edema pulmonar con posibles severas consecuencias. Ingestión: Es corrosivo, puede provocar quemaduras de la boca y traquea, perforación del esófago o estómago, erosión de los dientes, náuseas y vómito, erosión de los tejidos sanguíneos y posible muerte. Contacto con los ojos: Es altamente corrosivo, puede provocar enrojecimiento, ardor, visión borrosa y quemaduras severas que resultan en shock y colapso. Contacto con la piel: (contacto y absorción) Es corrosivo, produce enrojecimiento, ardor y quemaduras severas.	Al trasvasar pequeñas cantidades con pipeta, utiliza propipetas <u>NUNCA</u> aspirar con la boca.
Ácido bórico	La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. La sustancia puede causar efectos en el tracto gastrointestinal, hígado y riñones.	
Sulfato de cobre Anaranjado de metilo	Inhalación: Dolor abdominal. Sensación de quemazón. Diarrea. Náuseas. Shock o colapso. Vómitos.	
Rojo de metilo Verde de bromocresol	Puede ser nocivo si se inhala. Puede provocar una irritación en el tracto respiratorio. Piel Puede ser nocivo si es absorbido por la piel. Puede provocar una irritación de la piel. Ojos Puede provocar una irritación en los ojos. Ingestión Puede ser nocivo si es tragado.	
Sulfato de potasio	Puede causar irritación ligera en nariz y garganta si hay exposición al polvo.	
Hidróxido de sodio	Contacto con la piel: Tanto el NaOH sólido, como en disoluciones concentradas es altamente corrosivo a la piel. Ingestión: Causa quemaduras severas en la boca, si se traga el daño es, además, en el esófago produciendo vómito y colapso. Carcinogenicidad: Este producto está considerado como posible causante de cáncer de esófago, aún después de 12 a 42 años de su ingestión	

16. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos de suelos y reactivos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

17. DIAGRAMA DE FLUJO



18. ANEXOS

Informe de Resultados de Prueba **PIRP/GIS/I01-FFS01**.

Hojas de cálculo **PMEE/GIS/I02-F03**

Instructivo de la preparación de muestras de suelo **PMEE/GIS/I11**

Procedimiento de Aseguramiento de Calidad **PACE/GIS**



**PROCEDIMIENTO PARA LA
DETERMINACION DE FÓSFORO
SOLUBLE EN BICARBONATO DE
SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen
et al.)**

MPT/GIS/FS01

Página 1 de 13

1. INDICE

	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	3
5. Campo de aplicación y alcance	3
6. Referencias	3
7. Definiciones	3
8. Material y equipo	5
9. Reactivos	5
10. Preparación de soluciones	6
11. Control de calidad	7
12. Calibración	8
13. Procedimiento	9
14. Cálculos	10
15. Resultados	11
16. Puntos críticos de control	11
17. Medidas de seguridad	11
18. Manejo de residuos	12
19. Anexos	12
20. Diagrama de flujo	13



ELABORO: Emmanuel Montoya Leónides	REVISÓ: Cinthia Díaz Sámamo	AUTORIZO: Jorge E. López Rojas
Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera

Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.



**PROCEDIMIENTO PARA LA
DETERMINACIÓN DE FÓSFORO
SOLUBLE EN BICARBONATO DE
SODIO (Extracción de acuerdo a *Olsen*
et al.)**

MPT/GIS/FS01

Página 2 de 13

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2015-05-11	Primera	Todas	Emisión del documento

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a *Olsen et al.*)

MPT/GIS/FS01

Página 3 de 13

3. INTRODUCCIÓN:

Principio del método.

La muestra se extrae con solución de bicarbonato de sodio de pH 8.5. El Fósforo en el extracto se determina colorimétricamente por el método azul de molibdato de amonio, con ácido ascórbico como agente reductor. El pH alto de la solución extractante hace que el método sea adecuado para suelos calcáreos, alcalinos o neutros que contienen Ca-fosfatasa, porque la concentración de Ca en la solución se suprime por precipitación de CaCO_3 . Como resultado la concentración de Fosfato en la solución se incrementa.

El procedimiento puede, en principio ser aplicado a suelos ácidos ya que el alto pH del tampón de carbonato suprime la solubilidad de Al y Fe, haciendo que la concentración de fosfato aumente.

4. OBJETIVO:

Establecer el método para la determinación con técnica colorimétrica por espectrofotometría UV-VIS, de fósforo soluble en bicarbonato de sodio, extraído de suelos neutros y alcalinos.

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este método es aplicable para la extracción y determinación de fósforo en suelos neutros y alcalinos.

6. REFERENCIAS:

Olsen et al. (1954)

Olsen and Sommers, in Page et al. (1982), p. 421

Soil Laboratory Staff, Royal Tropical Institute (1984). Procedures for Soil Analysis. Sixth Edition (2002), International Soil Reference and Information Centre (ISRIC), Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO).

7. DEFINICIONES:

Blanco (de calibración del instrumento): Es la solución usado como diluyente para ajustar a cero el aparato.

Blanco de reactivos: Es la solución que contiene todos los reactivos usados en los mismos volúmenes y concentraciones en el procesamiento de la muestra. Este blanco debe seguir todos los pasos indicados en la técnica; ayuda a detectar trazas de contaminación provenientes de material o reactivos usados.

Fecha de edición:2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a *Olsen et al.*)

MPT/GIS/FS01

Página 4 de 13

Material de Referencia: Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición o para asignar valores a los materiales.

Material de Referencia Certificado: Material de referencia acompañado de un certificado, en el cuál uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad y en la que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

Estándar de chequeo: Es un Blanco de reactivo fortificado al punto intermedio de la curva de calibración con el MRC, preparado bajo las mismas condiciones que el lote analítico, sirve para verificar la calibración del equipo.

Muestra de control de calidad (QC): Es un blanco de muestra fortificado con el analito; o un suelo con una concentración conocida, preparado bajo las mismas condiciones que el lote, para la evaluar la recuperación del analito.

Espectroscopia: Estudio de la generación, medición e interpretación de los espectros de energía que resultan de la emisión o absorción de energía radiante.

Espectrofotometría: Es la medición de la cantidad de energía radiante que absorbe o transmite un sistema químico en función de la longitud de onda. El espectrofotómetro es un instrumento que permite comparar la radiación absorbida o transmitida por una solución que contiene una cantidad desconocida de soluto, y una que contiene una cantidad conocida de la misma sustancia.

Recuperación: Es el porcentaje del elemento de interés (analito), obtenido en la muestra analizada menos la concentración del blanco de la muestra (C_{bm}) calculado en la función de la concentración real (C_r)

$$R = (MF - C_{bm} / CA) * 100$$

Validación: Confirmación del cumplimiento de los requisitos particulares para un uso intencionado propuesto por medio del examen y aporte de evidencias objetivas.

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a *Olsen et al.*)

MPT/GIS/FS01

Página 5 de 13

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Tamiz malla 2 mm
- Tubos de polipropileno de 100 mL con tapa
- Dispensador de 10-50 mL
- Pipetas Pasteur
- Micropipetas: 100 a 1000 μ L, 0.5 a 5 mL, 1 a 10 mL.
- Puntas para micropipetas de: 100 a 1000 μ L, 0.5 a 5 mL, 1 a 10 mL.
- Matraces aforados Clase "A" de 25, 50, 100, y 1000 mL
- Probeta graduada de 50, 250 y 1000 mL.
- Vasos de precipitado de 100, 250, 500 y 1000 mL.
- Papel Whatman No. 42
- Embudos y vasos para filtrado. (de 50 mL aproximadamente)
- Frascos de polietileno para envasar soluciones.
- Muestras de agitación magnética.
- Tubos de ensayo de 10 mL para suelos neutros, y de 30 mL para alcalinos.

8.2 EQUIPO

- Balanza de precisión con exactitud de 0.01 g para pesado de suelos y 0.001 g para pesado de reactivos.
- Potenciómetro.
- Agitador eléctrico recíproco.
- Temporizador.
- Agitador magnético.
- Espectrofotómetro UV-VIS.
- Celdas de cuarzo de 10 mm.

9. REACTIVOS

- Agua desionizada.
- Hidróxido de sodio (NaOH).
- Bicarbonato de sodio (NaHCO₃).
- Tartrato de antimonio y potasio (C₈H₄K₂O₁₂Sb·3H₂O).
- Molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O].
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄).
- Ácido ascórbico (C₆H₇O₅OH).

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 6 de 13

9.1. ESTANDARES

- Solución patrón de Fósforo de 1000 mg/L con certificado (MRC)

10. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

La siguiente fórmula se utiliza para la preparación de soluciones de trabajo a partir de los estándares (MRC); para la concentración que se requiera:

$$(C1)(V1) = (C2)(V2)$$

Donde:

C1= Concentración inicial del estándar

V1= Volumen inicial tomado del estándar

C2= Concentración final

V2= Volumen final

- *Solución de trabajo de Fósforo 20 mg L-1.* Diluir 500 µL de la solución patrón de 1000 mg L-1 (MRC) a un matraz de 25 mL clase "A" y aforar con agua desionizada.
- *Solución de trabajo de Fósforo de 10 mg L-1.* Pipetear 12.5 mL de la solución de trabajo de 20 mg L-1 a un matraz de 25 mL clase "A" y aforar con solución extractora de Bicarbonato de sodio 0.5 M pH 8.5.
- *Hidróxido de Sodio 1M.* Disolver 4 g de NaOH y llevarlo a 100 mL con agua desionizada.
- *Bicarbonato de sodio 0.5 M pH 8.50 (Solución extractora):* Disolver 42 g de NaHCO₃ en agua desionizada y aforar a 1 L. Ajustar el pH de esta solución a 8.50 mediante la adición de NaOH 1 M, en caso de sobrepasar el pH 8.50 ajustar con NaHCO₃ 0.5 M.
- *Nota:* Guardar la solución en un recipiente de polietileno y revisar el pH antes de usarse, de requerirse, volver a ajustar a 8.50. (De preferencia preparar solo la cantidad a requerir o la solución fresca).
- *Ácido sulfúrico 4M.* Lentamente adicionar 56 mL de H₂SO₄ al 96% en un vaso de precipitado que contenga 150 mL de agua desionizada en agitación, después enfriar llevarlo a 250 mL con agua desionizada.
- *Solución de molibdato de amonio al 4%:* Disolver 4 g de (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O en agua desionizada y llevar a volumen de 100 mL. Resguardar en frasco de polietileno o pyrex.

Fecha de edición:2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 7 de 13

- *Solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.275% (1000 mg/L Sb):* Pesar y disolver 0.275 g de $C_8H_4K_2O_{12}Sb \cdot 3H_2O$ en agua desionizada y llevar a volumen de 100 mL.
- *Solución de ácido ascórbico, 1.75%.* Pesar y disolver 1.75 g de ácido ascórbico en agua desionizada y llevar a volumen de 100 mL. Esta solución se prepara justo antes de hacer la determinación.
- *Mezcla reactiva:* Añadir sucesivamente y agitando en un vaso de polietileno o pyrex:
 - 200 mL de agua desionizada.
 - 50 mL de ácido Sulfúrico 4M.
 - 15 mL de solución de Molibdato de Amonio al 4%.
 - 30 mL de solución de ácido ascórbico al 1.75%
 - 5 mL de solución de tartrato de antimonio y potasio al 0.275%

(Esta mezcla se prepara en cada determinación).

11. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico (10 muestras) se deberán incluir las siguientes muestras como control de calidad:

- a) Blanco de reactivos
- b) Blanco muestra
- c) **Muestra Recuperación:** Muestra con cierta concentración conocida del analito o blanco de muestra fortificado con el analito de interés, debe cumplir con los criterios de aceptación especificados en el cuadro 1, en lo referente a la recuperación.
- d) **Estándar de chequeo QC:** Muestra fortificada con el MRC al punto intermedio de la curva; en la cual se evalúan los criterios de aceptación del cuadro 1.
- e) **Muestras de control de calidad:** Proporcionadas mensualmente por el responsable del laboratorio para comprobar la calidad de los análisis; las cuales deben de cumplir con los criterios de aceptación del cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación

Analito	Rango analítico mg L ⁻¹	Recuperación %	Repetibilidad % C.V	Coefficiente de correlación
FÓSFORO	0.4 – 2.0	80-120	≤ 20	≤ 0.995

*Referencia: GUÍAS TÉCNICAS DE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE CENAM, ABRIL 2008

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 8 de 13

12. CALIBRACIÓN

Preparar una curva de calibración de cinco niveles de concentración, los cuales se describen en el Cuadro 2.

La siguiente fórmula se utiliza para la preparación de los puntos de la curva a partir de los estándares (MRC) y soluciones de trabajo; para la concentración que se requiera:

$$(C1) (V1) = (C2) (V2)$$

Donde:

C1= Concentración inicial del estándar

V1= Volumen inicial tomado del estándar

C2= Concentración final

V2= Volumen final

Cuadro 2. Curva de calibración de Fosforo Olsen a partir de la Solución de trabajo de 10 mg L⁻¹. Matraces aforados de 25 mL Clase "A".

Concentración mg L ⁻¹	Volumen Sol. 10 mg L ⁻¹	Volumen de Solución extractante
0.4	1 mL	24 mL
0.8	2 mL	23 mL
1.2	3 mL	22 mL
1.6	4 mL	21 mL
2.0	5 mL	20 mL

La curva de calibración será evaluada con los criterios de aceptación descritos en el cuadro 3.

Cuadro 3. Criterios de aceptación para curva de calibración

Analito	Rango analítico mg L ⁻¹	% Error	Repetibilidad % C.V	Coefficiente de correlación
FÓSFORO	0.4	±20	≤ 20	≤0.995
	0.8-2.0	±10		

Fecha de edición:2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a *Olsen et al.*)

MPT/GIS/FS01

Página 9 de 13

13. PROCEDIMIENTO

NOTA: Trabajar en paralelo con un blanco de reactivo, recuperación y control de calidad. Curva de calibración a partir del punto f)

- a) Homogenizar la muestra de suelo
- b) Pesar 2.5 g (exactitud 0.01g) de muestra de suelo previamente tamizado por malla de 2 mm y colocarlos en tubos de polipropileno de 100 mL
- c) Adicionar 50 ml de la solución extractora de NaHCO_3 0.5 M pH 8.5 y tapar.
- d) Agitar por 30 minutos.
- e) Filtrar inmediatamente con papel filtro Whatman No. 42
- f) En tubos de ensayo pipetear 3 mL de la serie de estándares, los blancos y del filtrado de las muestras
- g) Lentamente añadir 3 mL de la mezcla reactiva y agitar (Liberación de CO_2).
- h) Reposar por lo menos 1 hora para que el color azul se desarrolle al máximo. (Ver *Observaciones*).
- i) Medir la absorbancia en espectrofotómetro UV-VIS a 882 nm.
- j) En caso de rebasar la pendiente de la curva, hacer una dilución con solución extractante, tenerlo en cuenta al momento de hacer el cálculo (dilución volumen)

Observaciones: Con la solución de molibdato, el fósforo forma ácido molibdofosfórico que es reducido a azul molibdofosfórico con el ácido ascórbico dando una coloración azul. El antimonio acelera el desarrollo del color y lo estabiliza hasta por 24 horas. Con este método no se esperan interferencias de Si. Repetir el procedimiento y el lote analítico si el blanco resulta contaminado (desarrollo de color azul) o si no cumple el criterio de aceptación de los blancos.

13.2. Condiciones preliminares

Se prepara una curva de calibración evaluando los criterios descritos en el cuadro 3.

13.3 Condiciones del equipo

Calibrar el espectrofotómetro uv-vis 600 00858-GISENA de acuerdo a las instrucciones de fabricación y a los siguientes parámetros:

Parámetros de Calibración

Modo de cuantificación: **Lambda sencilla**

Longitud de onda: **882 nm**

Tiempo de integración: **5 segundos**

D2/Halógena: **Tungsteno**

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 10 de 13

Ancho de banda: **2.0**
Patrones: **6**
Replicas: **1**
Ajuste inicial: **Lineal**
Uds. Concentración: **mg/L**
Núm. Decimales Concentración: **3**
Rango de coeficiente de correlación: **Bajo 0.995 Alto 1.000**

14. CÁLCULOS

Los valores calculados para los estándares son trazados (sobre la línea, del eje de las Y) contra la concentración equivalente de Fósforo (mg L^{-1}) sobre el eje de las X.

La concentración de fósforo en mg L^{-1} corresponde a la absorbancia de cada muestra que puede leerse a partir de la curva de calibración e interpolando en la misma los valores de absorbancia de las muestras analizadas.

Con el objeto de obtener la concentración de fósforo en mg Kg^{-1} contenida en una muestra, la concentración obtenida en la curva de calibración debe multiplicarse por la dilución masa y posteriormente por la dilución volumen en caso de hacer diluciones de muestras que salgan de la curva.

$$P(\text{mg/Kg suelo}) = (a-b) \times \frac{100}{1000} \times \frac{1000}{s} \times \text{Mcf} = (a-b) \times \frac{100}{s} \times \text{mcf}$$

Donde:

a = mg L^{-1} de fósforo en la solución.

b = valor del blanco

s = peso de la muestra en gramos

Mcf = factor de corrección de humedad

Factor de conversión para reportar $\text{P}_2\text{O}_5 = 2.31 \times P$

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 11 de 13

15. RESULTADOS

El analista recopila la información del lote analítico (curva de calibración y hoja de datos crudos generado del equipo Espectrofotómetro UV-VIS 600 00858-GISENA) y captura los resultados en la Hoja de Cálculo PMEE/GIS/I02-F03, posteriormente entrega al Responsable de área o Signatario los resultados obtenidos y este revisa que los cálculos estén correctos, inmediatamente se genera el Informe de Resultados PIRP/GIS/I01-FFS01.

15.1 Interpretación de resultados de fósforo Olsen

Los resultados de los análisis pueden interpretarse de forma aproximada con el siguiente cuadro:

Cuadro 4. Interpretación de resultados según NOM-021-RECNAT-2000

Clase	mg Kg ⁻¹ de P
Bajo	< 5.5
Medio	5.5 - 11
Alto	> 11

16. PUNTOS CRÍTICOS DE CONTROL.

Parámetro	Condición Óptima
Peso de la muestra	5 g ± 0.01g
Relación extractante: muestra	20:1
Tiempo de agitación	30 min
extractante: mezcla reactiva	1:1
Tiempo de desarrollo de color	60 min
Estándares QC	Preparar en cada lote y serie de muestras
pH solución extractante	8.50 (ajustar en cada uso)

17. MEDIDAS DE SEGURIDAD

17.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos.

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO SOLUBLE EN BICARBONATO DE SODIO (Extracción de acuerdo a Olsen et al.)

MPT/GIS/FS01

Página 12 de 13

17.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

Agentes químicos	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
<i>Hidróxido de sodio</i>	Iritación en ojos, y vías tracto respiratorias, quemaduras e irritación cutánea	<p><i>Trabajar con el equipo de protección apropiado para la manipulación de los reactivos como: guantes, bata, lentes de seguridad y mascarilla con filtro adecuados.</i></p> <p><i>Al traspasar pequeñas cantidades Utilizar pipetas <u>NUNCA ASPIRAR CON LA BOCA</u></i></p>
<i>Bicarbonato de sodio</i>	Ligeramente irritante	
<i>Tartrato de antimonio y potasio</i>	Material tóxico, nocivo en caso de ingestión e inhalación, cancerígeno	
<i>Molibdato de amonio</i>	Iritación en ojos, y vía tracto respiratorio, nocivo en caso de ingestión	
<i>Ácido sulfúrico</i>	Material corrosivo, quemaduras muy graves, irritación en ojos, y vías tracto respiratorias	
<i>Ácido ascórbico</i>	Iritación en ojos, y vía tracto respiratorio	

18. MANEJO DE RESIDUOS

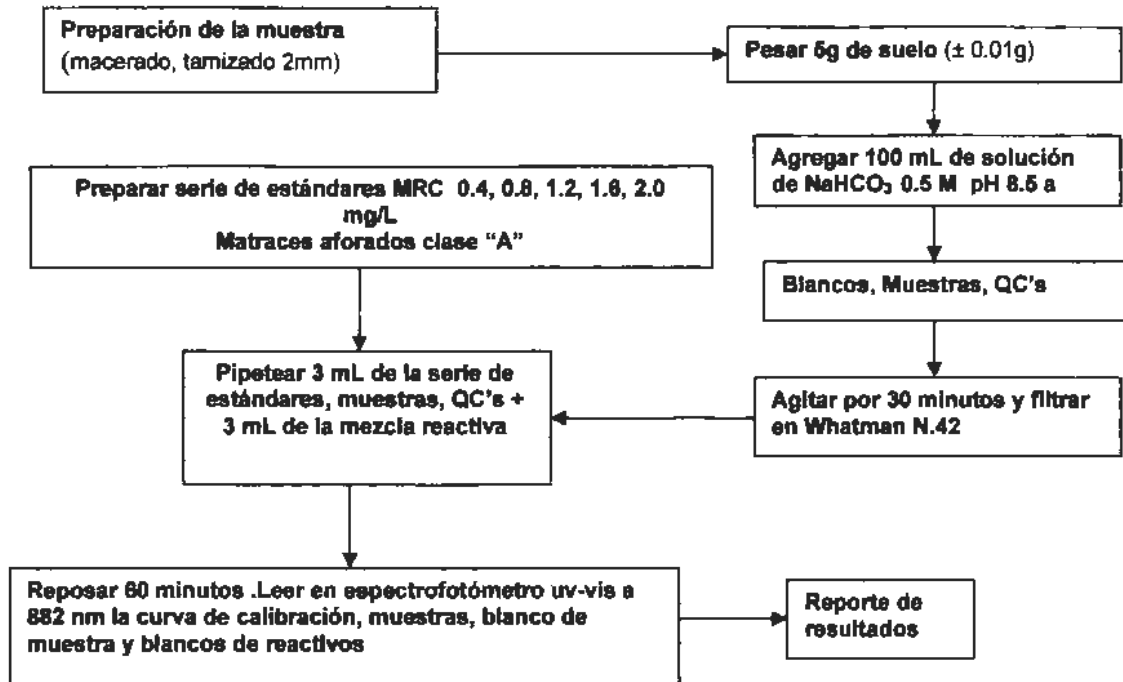
- Los residuos de suelos y reactivos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

19. ANEXOS

Formato	Clave
Hoja de cálculo	PMEE/GIS/I02-F03
Informe de Resultados de Prueba	PIRP/GIS/I01-FFS01

Fecha de edición: 2015-05-11	Fecha en vigor: 2015-05-19	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

20. DIAGRAMA DE FLUJO





PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN BASES INTERCAMBIABLES DEL SUELO CON ACETATO DE AMONIO pH 7


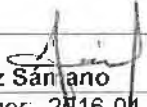

MPT/GIS/FS07

Página 1 de 10

1. INDICE

	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	3
5. Campo de aplicación y alcance	3
6. Referencias	3
7. Definiciones	3
8. Material y equipo	4
9. Reactivos	4
10. Preparación de soluciones	5
11. Control de calidad	5
12. Calibración	6
13. Procedimiento	6
14. Cálculos	8
15. Resultados	8
16. Medidas de seguridad	9
17. Manejo de residuos	10
18. Diagrama de flujo	10
19. Anexos	10



ELABORO:  Rodrigo Espinoza Angeles	REVISÓ:  Cinthia Diaz Sarrano	AUTORIZO:  Armando Colon Castrejón
Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



**PROCEDIMIENTO PARA LA
DETERMINACIÓN BASES
INTERCAMBIABLES DEL SUELO CON
ACETATO DE AMONIO pH 7**

MPT/GIS/FS07

Página 2 de 10

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2016-04-18	Primera	Todas	Emisión del documento



Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

3. INTRODUCCIÓN:

Las bases intercambiables se definen como el intercambio iónico de los procesos reversibles por los cuales las partículas sólidas del suelo adsorben iones de la fase acuosa liberando al mismo tiempo otros iones en cantidades equivalentes, estableciéndose un equilibrio entre ambas fases. Este proceso se lleva a cabo en la superficie de las partículas.

Esté método consiste en la saturación de la superficie de intercambio con el ion amonio; lavado del exceso de saturante con alcohol; desplazamiento del ion amonio con potasio y determinación de amonio mediante destilación.

Los cationes intercambiables (Ca^{+2} , Mg^{+2} , Na^{+2} y K^{+2}) se extraen con una solución de acetato de amonio 1N pH 7 y se hace la determinación por ICP-OES.

4. OBJETIVO:

Establecer un método específico para la determinación de calcio, magnesio, sodio y potasio en muestras de suelo a pH 7.0

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este método es aplicable para muestras de suelo

6. REFERENCIAS:

- NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

7. DEFINICIONES:

Blanco de calibración del instrumento: Es la solución de acetato de amonio y se utiliza para optimizar el equipo ICP-OES

Espectroscopia: estudio de la generación, medición e interpretación de los espectros de energía que resultan de la emisión o absorción de energía radiante.

Espectrometría: rama de la espectroscopia relacionada con la medición de espectros.

Recuperación: es el porcentaje del elemento de interés (analito), obtenido en la muestra analizada menos la concentración del blanco de la muestra (C_{bm}) calculado en la función de la concentración real (C_r)

Fecha de edición:2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

Validación: Confirmación del cumplimiento de los requisitos particulares para un uso intencionado propuesto por medio del examen y aporte de evidencias objetivas.

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Espátula
- Tamiz de 2 mm
- Charola de plástico
- Tubos de centrifuga de polipropileno de 50 mL con tapas
- Envases de plástico de 150 mL
- Embudos
- 2 Dispensador de 5-50 mL
- Matraz de 1000 mL
- Matraces de 100 mL
- Matraces volumétricos de 25
- Pipetas Pasteur
- Tubos de ensaye de 10 mL
- Gradilla
- Piceta
- Pipeta de 10 mL
- Puntas de 10 mL
- Papel Whatman 42
- Micropipeta de 100-1000 μ L
- Puntas de 100-1000 μ L

8.2 EQUIPO

- Balanza de precisión
- Agitador horizontal
- Agitador magnético
- Centrifuga
- Potenciómetro
- Espectrómetro de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).

9. REACTIVOS

Nota: Los reactivos deben ser de grado analítico.

- Acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$)
- Agua desionizada
- Alcohol etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- Ácido acético

Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

9.1 ESTÁNDARES

Solución patrón: Material de referencia certificado de Ca, Mg, K y Na 1000 µg/mL

Solución de trabajo de Mg, K y Na de 25 µg/mL. Diluir 625 µL de la solución patrón de 1000µg/mL en un matraz volumétrico de 25 mL y aforar con acetato de amonio 1N.

Solución de trabajo de Ca de 50 µg/mL. Diluir 2.5 mL de la solución patrón de 1000 µg/mL en un matraz volumétrico de 50 mL y aforar con acetato de amonio 1N.

10. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Acetato de amonio 1.0 N

Pesar 77 g de acetato de amonio, disolver en 900 ml de agua desionizada, ajustar el pH a 7.0 cada vez que se use y aforar a 1 L

Nota: Ajustar el pH de la solución con ácido acético (solución diluida) ó hidróxido de amonio según lo requiera)

Alcohol etílico al 80%

(En caso de que las muestras tengan una conductividad igual o mayor a 0.5 mS)

Ácido acético 50%

Medir 50 mL de ácido acético y aforar en 100 mL con agua desionizada.

Hidróxido de amonio al 50%

Medir 50 mL de hidróxido de amonio y aforar en 100 mL con agua desionizada.

10.1 Indicaciones de deterioro

Cualquier presencia de precipitado indica deterioro de las soluciones.

11. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico se debe incluir las siguientes muestras como control de calidad.

- a) Blanco de reactivo
- b) Estándar de chequeo: cada 10 muestras se leerá la recuperación para verificar que el equipo mantiene las condiciones iniciales de calibración y deberá cumplir con los criterios de aceptación.

Fecha de edición:2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

El porcentaje de recuperación debe mantenerse en el rango establecido de 80-120 todas las veces que sean empleados, así como el coeficiente de correlación de la curva de calibración. Ver criterios de aceptación en el cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación para bases intercambiables

Analito	Rango analítico mg/L	Recuperación %	Repetibilidad C.V.	Coefficiente de correlación
Ca, Mg, K y Na	1 a 8	80-120 ²	≤15%	≥ 0,995

12. CALIBRACIÓN

Preparar una curva de calibración de cinco niveles de concentración, a partir de las soluciones patrón de 25 µg/mL y 50 µg/mL los cuales se describen en los Cuadros 2 y 3, deberán cumplir con los criterios de aceptación descritos en el cuadro 1.

Cuadro 2. Curva de calibración

Analito	Niveles de concentración µg/mL				
	1	2	4	6	8
Mg, K y Na					
ml. adicionados*	1	2	4	6	8

*Solución de trabajo de 25 µg/mL ** Volumen del aforo 25 ml

Cuadro 3. Curva de calibración

Analito	Niveles de concentración µg/mL				
	4	8	12	16	20
Ca					
mL. adicionados*	2	4	6	8	10

*Solución de trabajo de 50 µg/mL ** Volumen del aforo 25 ml

13. PROCEDIMIENTO

NOTA: Trabajar en paralelo con blanco de reactivo y muestra de recuperación.

- Homogenizar la muestra
- Pesar 4 g de suelo secado al aire y tamizado por malla de 2 mm en un tubo para centrifuga de 50 ml de polipropileno

Nota: Si la muestra tiene una conductividad eléctrica igual o mayor de 0.5 mS, para lavar las sales solubles, agregar a la muestra 33 mL de alcohol etílico al 80%, agitar

Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

durante 10 minutos, centrifugar 5 minutos a 2500 rpm, desechar el sobrenadante y repetir el procedimiento 2 veces)

- Adicionar 33 mL de la solución de acetato de amonio 1N
- Agitar en posición horizontal por 10 minutos hasta completa disolución
- Centrifugar durante 5 minutos a 2500 rpm a temperatura ambiente ó hasta que el sobrenadante quede transparente.
- Decantar el líquido en un matraz de 100 mL
- Repetir la extracción otras dos veces
- Aforar con la solución de acetato de amonio
- Filtrar el extracto con papel Whatman No. 42
- Medir la concentración de Ca, Mg, K y Na por espectroscopia de emisión atómica (ICP-OES)

13.1. Condiciones preliminares

- Encender al ICP (recirculador de agua y extractor unos 5 minutos antes de iniciar el análisis)
- Secuencia para hacer la determinación: leer primero la curva de calibración, leer el blanco de muestra, después la muestra de recuperación y posteriormente las muestras problemas y cada 10 muestras un estándar de chequeo.

13.2 Condiciones del equipo

- Conectar el equipo 2 horas antes de empezar el análisis
- Purgar 1 hora con gas argón
- Crear el método con las condiciones que en seguida se describen

Tiempo de estabilización	25 seg.
Visión del plasma	Axial
Modo de calibración	Concentración
Modo de medición	Integración
Tiempo de integración máximo	30 seg.
Repetición	3
Introducción de la muestra	Automático/ manual
Longitud de onda	
Ajustes de fuente	



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN BASES INTERCAMBIABLES DEL SUELO CON ACETATO DE AMONIO pH 7

MPT/GIS/FS07

Página 8 de 10

Veloc. de la bomba de estabilización	60 rpm
Veloc. Bomba	60 rpm
Tiempo de relajación de la bomba	25 seg.
Potencia RF	1150 W
Flujo del nebulizador	0.35 L/min
Gas auxiliar	0.5 L/min

14. CÁLCULOS

Los valores calculados para los estándares son trazados (sobre la línea, del eje de las Y) contra la concentración equivalente de Ca, Mg, Na y K ($\mu\text{g/mL}$) sobre el eje de las X.

La concentración de cada analito en $\mu\text{g/mL}$ corresponde a la señal de cada muestra que puede leerse a partir de la curva de calibración.

La concentración obtenida en el espectrómetro de cada analito se divide entre el peso del suelo y se multiplica por el factor de dilución.

El equipo es capaz de realizar el cálculo y los resultados los obtendremos en mg/Kg.

Conversión de unidades

Para convertir los mg/Kg de cada Cation a (Cmol (+) Kg^{-1}) se divide entre el peso equivalente.

Calcio	200
Magnesio	120
Potasio	390
Sodio	230

15. RESULTADOS

El analista entrega al Gerente técnico la información del lote analítico (curva de calibración y hoja de cálculo **PMEE/GIS/102-F03**) para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en **PACE/GIS**.

15.1 Interpretación de resultados

Los resultados de análisis de las bases intercambiables pueden interpretarse con el cuadro 4. Según la NOM-021-RECNAT-2000.

Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

Cuadro 4. Interpretación de resultados para bases intercambiables.

CLASE	Ca	Mg	K
	.Cmol (+) Kg-1		
Muy baja	menor -2	menor -0.5	menor -0.2
Baja	2 - 5	0.5 - 1.3	0.2 - 0.3
Media	5 - 10	1.3 - 3.0	0.3 - 0.6
Alta	mayor -10	mayor -3.0	mayor -0.6

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato PIRP/GIS/101-FFS01.

16. MEDIDAS DE SEGURIDAD

16.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos

16.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

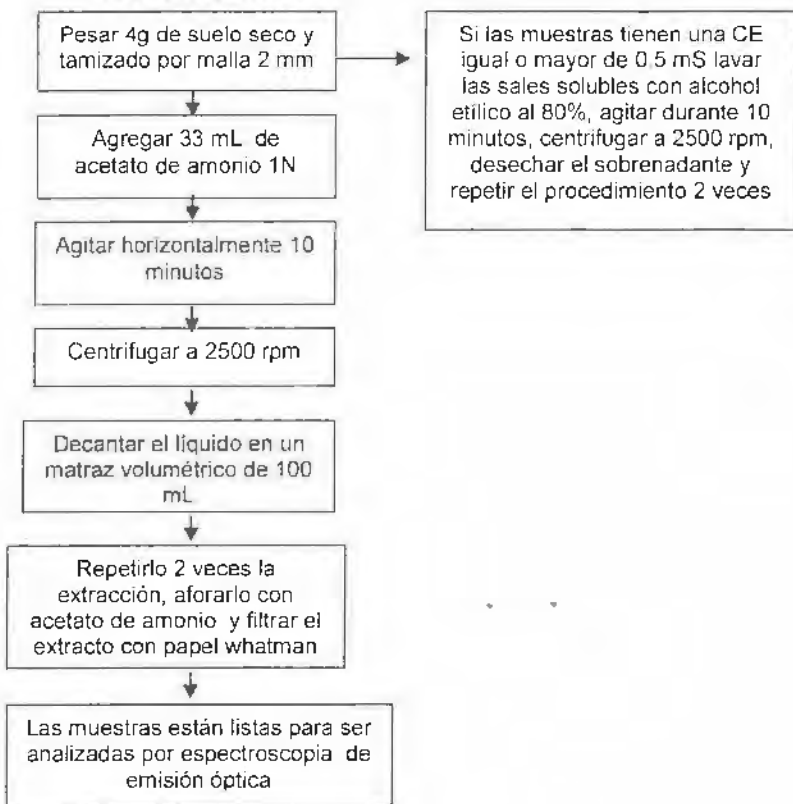
Agente químico	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
Alcohol etílico	Somnolencia, tos, dolor de cabeza, resequedad en piel, sensación de quemadura, llega a ser irritante en ojos, piel y tracto respiratorio	
Acetato de amonio	Puede causar tos y dificultad para respirar Irritación de ojos, piel, tracto respiratorio, digestivo y afecta el sistema nervioso central	Utilizar propipetas para trasvasar cantidades pequeñas NUNCA aspirar con la boca y trabajar con campana de extracción en caso necesario.
Hidróxido de amonio	Dificultad para respirar, broncoespasmos hasta causar edema agudo pulmonar, irritación severa hasta quemaduras en piel y tracto respiratorio. Ojos: puede causar ceguera	
Ácido acético	Irritación de las vías respiratorias Quemaduras en piel, aparato digestivo, perforación intestinal y del esófago Ojos: quemaduras, ceguera, lesión irreversible del nervio óptico Puede provocar paro cardiovascular	En caso de contacto con los ojos: Se debe lavar inmediatamente con abundante agua. Abrir y cerrar los parpados ocasionalmente. En caso de contacto con la piel: Lavar con abundante agua y remover la ropa contaminada.

Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

17. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

18. DIAGRAMA DE FLUJO



19. ANEXOS

Hoja de cálculo **PMEE/GIS/I02-F03**

Informe de Resultados **PIRP/GIS/I01-FFS01**

Instructivo de la preparación de las muestras de suelo **PMEE/GIS/I11**

Procedimiento de Aseguramiento de calidad **PACE/GIS**

Fecha de edición: 2016-04-18	Fecha en vigor: 2016-04-21	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

1. INDICE

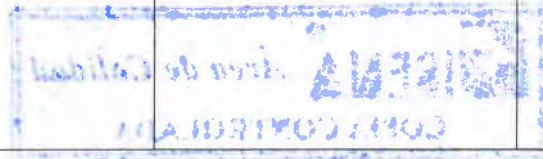
	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivos	3
5. Campo de aplicación y alcance	4
6. Referencias	4
7. Definiciones	4
8. Material y equipo	5
9. Reactivos	5
10. Control de Calidad	6
11. Calibración	7
12. Procedimiento	8
13. Cálculos	8
14. Seguridad	9
15. Manejo de residuos	9
16. Diagrama de flujo	11
17. Bibliografía	11
18. Anexos	11



Elaboró: <i>Emmanuel Montoya Leonides</i>	Revisó: <i>Cynthia Díaz Samano</i>	Autorizó: <i>Armando Colon Castrejón</i>
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2016-04-11	Primera	Todas	Emisión del documento





MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELOS

PT/GIS/FS04

Página 3 de 11

3. INTRODUCCIÓN

El contenido de materia orgánica del suelo es un buen indicador de su fertilidad, principalmente de su capacidad potencial para proporcionar nutrientes como carbono, nitrógeno, fósforo, azufre, etc., a los cultivos. Además, tal contenido indica la capacidad relativa del suelo para retener nutrientes contra pérdidas por lixiviación. La materia orgánica brinda estabilidad a la estructura del suelo y evita su susceptibilidad a la erosión; permite el movimiento del agua y la aeración, da capacidad amortiguadora al suelo para resistir las variaciones de pH o salinidad, y mejora las condiciones de laboreo y manejo del suelo.

El contenido de materia orgánica de los suelos está en función, entre otros factores, del clima, de la vegetación original del suelo, de los cultivos, del drenaje y del manejo.

El método para la determinación de carbono orgánico en suelos se fundamenta en la oxidación de la materia orgánica con una mezcla de dicromato de potasio y ácido sulfúrico (Método de Walkley y Black), el cromo residual resultante de la reacción se cuantifica ya sea por titulación o por espectrofotometría a una longitud de onda de 600 nm.

Con el objetivo de conocer la concentración de materia orgánica contenida en una muestra, la concentración obtenida de carbono orgánico debe multiplicarse posteriormente por el factor de corrección el cual es de 1.724 asumiendo que la materia orgánica tiene 58% de carbono orgánico:

Para determinar el % de materia orgánica:

$$\% \text{ M.O.} = \% \text{ C} \times 1.724$$

4. OBJETIVOS

Establecer un método específico para la determinación del contenido de materia orgánica en suelos, mediante la cuantificación de carbono orgánico obtenido por oxidación de la misma.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELOS

PT/GIS/FS04

Página 4 de 11

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE

El presente manual para la determinación de materia orgánica es aplicable a muestras de suelos.

6. REFERENCIAS

NMX-CC-ISO 9002 .Sistema de Calidad-Modelo para el aseguramiento de la calidad en producción, instalación y servicio.

NMX-EC-17025-IMNC-2006/ISO/IEC 17025:2005. Requisitos generales para la competencia de laboratorio de ensayo y calibración

NOM-021-RECNAT-2000. Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

7. DEFINICIONES

Análisis: Operación técnica que consiste en la determinación de una o varias características de un producto, proceso o servicio por medio de un procedimiento específico.

Blanco de reactivo: Es la solución que contiene todos los reactivos usados en los mismos volúmenes y concentraciones en el procesamiento de la muestra. Este blanco debe seguir los pasos de preparación de la muestra.

Espectroscopia: Estudio de la generación, medición e interpretación de los espectros de energía que resultan de la emisión o absorción de energía radiante.

Espectrometría: Rama de la espectroscopia relacionada con la medición de espectros.

Muestra de control de calidad (QC): Punto medio de la curva de calibración preparado bajo las mismas condiciones que el lote analítico.

Fecha de edición:2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

Recuperación: Es el porcentaje del elemento de interés (analito), obtenido en la muestra analizada menos la concentración del blanco de reactivo (C_{bm}) calculado en la función de la concentración real (C_r)

Validación: Confirmación del cumplimiento de los requisitos particulares para un uso intencionado propuesto por medio del examen y aporte de evidencias objetivas.

8. MATERIAL Y EQUIPO

- Balanza de precisión (0.001g)
- Campana de extracción
- Espectrofotómetro con longitud de onda de 600 nm
- Horno de secado
- Tamiz de acero inoxidable malla de 2 mm
- Matraces erlenmeyer de 500 mL
- Matraces volumétricos de 100 mL
- Matraz volumétrico 1000 mL
- Embudos de Cristal
- Dispensadores de 5-50 mL
- Mascarilla para gases
- Guantes de nitrilo

9. REACTIVOS

- Agua desionizada
- Glucosa ≥ 99.5 % de pureza (Certificada por el CENAM)
- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$)

9.1 Preparación de soluciones

Solución de dicromato de potasio 1N:

- Pesar 49.032 g de $K_2Cr_2O_7$ previamente seco durante 2 horas a $103^\circ C$ en el horno de secado, agregarlos a un matraz volumétrico de 1000 mL con 500 mL de agua desionizada, mezclar y aforar.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total		



MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELOS

PT/GIS/FS04

Página 6 de 11

9.2 Precauciones de manejo

Se manipulan reactivos altamente nocivos, como lo es el dicromato de potasio; al preparar esta solución se debe usar bata de laboratorio, máscara de gases y guantes de nitrilo.

10. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico se deberán incluir los siguientes puntos como control de calidad.

- Curva de calibración (ésta se debe preparar cada mes)
- Blanco de reactivo
- Muestra de recuperación: es una muestra con concentración conocida, se leerá cada 10 muestras y debe cumplir con los criterios de aceptación.
- Control de calidad (QC): un estándar (nivel medio de la curva) para verificar que el equipo mantiene las condiciones iniciales de calibración y deberá cumplir con los criterios de aceptación.

El porcentaje de recuperación debe mantenerse en el rango establecido de 80-120% todas las veces que sean empleados, así como el coeficiente de correlación de la curva de calibración. Ver criterios de aceptación en el cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación del método.

Analito	Rango analítico %	Recuperación %	Repetibilidad C.V.	Coefficiente de correlación
Carbono orgánico	0.5-6.0	80-120 *	≤15% *	≥ 0.995

*Referencia: GUIAS TECNICAS DE TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE CENAM, ABRIL 2008

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

11. CALIBRACIÓN

Para preparar la curva de calibración de carbono, se debe pesar una cantidad conocida de glucosa, que sea equivalente en porcentaje a carbono, con el fin de obtener 5 concentraciones que se encuentren entre 0.5 a 6.0 % de carbono (**Cuadro 2**). Mientras mayor sea la concentración más oscuro será el color. (**Fig.1**) Esta curva debe ser renovada cada mes o si el procedimiento sufre algún cambio (cambio de lotes de reactivos).

Cuadro 2. Preparación de la curva de calibración de carbono

Concentración % de C	mL $K_2Cr_2O_7$ 1 N	mL de H_2SO_4 conc.	g de Glucosa
0.5	20	20	0.0125
1	20	20	0.0250
2	20	20	0.0500
4	20	20	0.1000
6	20	20	0.1500

Fig.1. Cambio de color por concentración de carbono. Ejemplo:
(De izquierda a derecha: 0%, 1%, 2%, 4%, 5.5%)



12. PROCEDIMIENTO

Nota: Junto con las muestra se debe preparar un blanco; una recuperación y un QC.

- Pesar 1g de suelo secado a temperatura ambiente; previamente tamizado en malla de 2mm.
- Agregarlo a un matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Bajo campana extractora de gases y usando un dispensador agregar 20 mL de solución de dicromato de potasio 1N y agitar por un minuto para incorporar.
- Con dispensador ; agregar lentamente 20 mL de ácido sulfúrico concentrado y agitar constantemente (**La reacción es exotérmica y se liberan gases, manipular con precaución y bajo campana extractora de gases**)
- Dejar enfriar por 30 minutos
- Agregar 40 mL de agua desionizada, agitar nuevamente y dejar enfriar por 1 hora.
- Trasvasar el contenido con ayuda de una piseta y embudo a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar.
- Agitar la muestra y sedimentar, alejado de la luz por 16 horas.
- Leer el sobrenadante en celdas de cuarzo; en el espectrofotómetro previamente calibrado a una absorbancia de 600 nm.

13. CALCULOS

Los valores calculados para los estándares son trazados (sobre la línea, del eje de las Y) contra la concentración equivalente de carbono sobre el eje de las X. La concentración de cada muestra corresponde a la señal que puede leerse a partir de la curva de calibración.

$$\frac{\text{Abs (600 nm)}-b}{m}$$

Donde **b**: Intercepto de la recta **m**: pendiente

Factor de corrección

Con el objetivo de conocer la concentración de materia orgánica contenida en una muestra, la concentración obtenida de carbono orgánico debe multiplicarse



MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELOS

PT/GIS/FS04

Página 9 de 11

posteriormente por el factor de corrección el cual es de 1.724 asumiendo que la materia orgánica tiene 58% de carbono orgánico:

Para determinar el % de materia orgánica:

$$\% \text{ M.O.} = \% \text{ C} \times 1.724$$

13.1 RESULTADOS

El analista entrega al Gerente técnico la hoja de cálculo PMEE/GIS/I02-F03 que elabora junto con el informe de resultados que genera el software, el cual incluye la curva de calibración y las muestras para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en PACE/GIS.

Los resultados de % de Materia Orgánica pueden interpretarse de la siguiente manera:

Clase	% de M.O en Suelos
Muy bajo	< 0.5
Bajo	0.6-1.5
Medio	1.6-3.5
Alto	3.6-6.0
Muy Alto	> 6.0

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato PIRP/GIS/I01-FFS01.

14. SEGURIDAD

14.1 Equipo de protección.

- Bata de laboratorio.
- Guantes de nitrilo
- Lentes de seguridad
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos.
- Campana extractora de gases.

15. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total		



MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA EN SUELOS

PT/GIS/FS04

Página 10 de 11

➤ Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

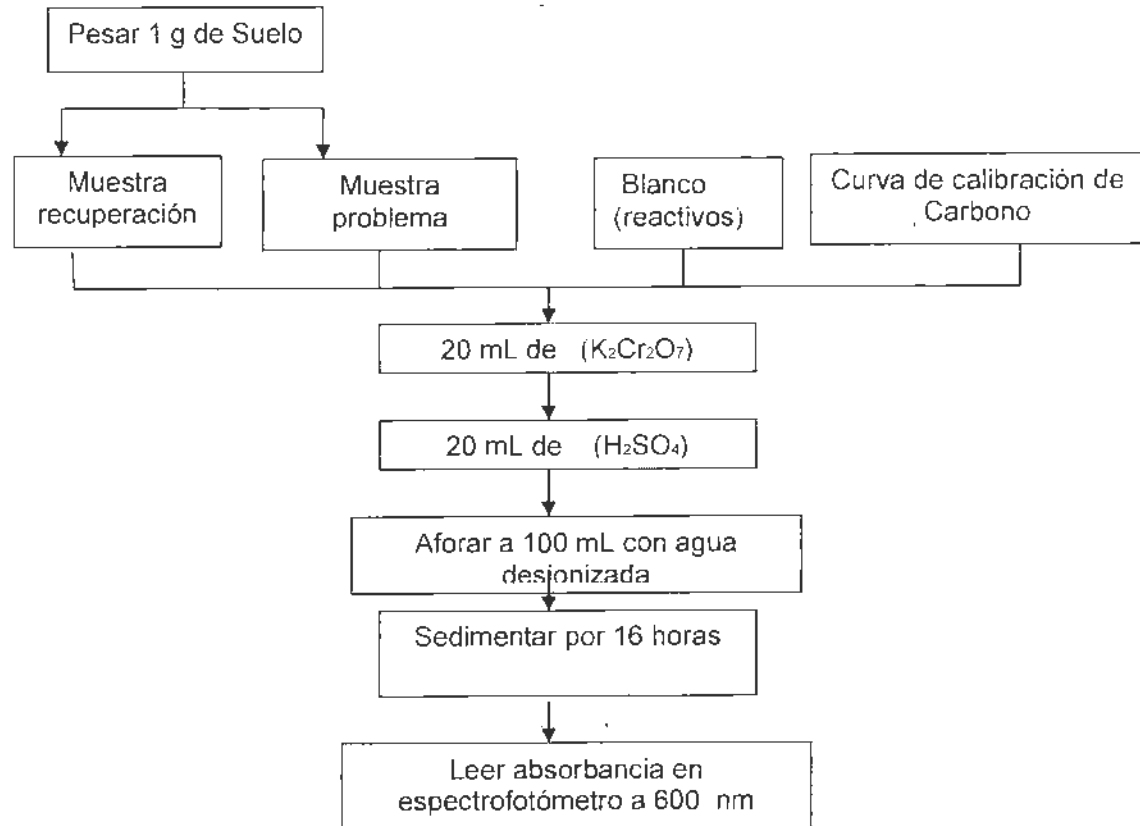
Este procedimiento produce un impacto ambiental considerable, el dicromato de potasio es considerado metal pesado, por lo cual los residuos deben ser descartados y enviados a su respectivo tratamiento a una empresa especializada

15.1 Toxicidad de reactivos químicos

AGENTE QUIMICO O SOLUCION	RIESGOS	MEDIDAS DE SEGURIDAD
Dicromato de Potasio ($K_2Cr_2O_7$)	Oxidante(puede causar incendios) Altamente tóxico LD (oral en humanos) 26 mg/Kg Contacto: Ulceraciones, dermatitis Ojos: Quemaduras serias Inhalación: Ulceración, inflamación, neumonitis química, edema pulmonar. Ingestión: (dosis altas 1.5-10 g) causa la muerte. Cancerígeno; Mutagénico	Trabajar con el equipo de protección apropiado para la manipulación de los reactivos como: guantes, bata, lentes de seguridad y mascarilla con filtro. Al trasvasar pequeñas cantidades con pipeta, utilizar propipetas NUNCA aspirar con la boca.
Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4)	Muy corrosivo Contacto: Quemaduras severas, profundas y dolorosas. Ojos: Severa irritación , puede causar ceguera Ingestión: Quemaduras de boca garganta, perforación del estómago y esófago. Efectos crónicos : Dermatitis Exposición crónica a concentraciones altas genera cáncer. (No almacenar con otras sustancias)	Trabajar con el equipo de protección apropiado para la manipulación de los reactivos como: guantes, bata, lentes de seguridad y mascarilla con filtro Al trasvasar pequeñas cantidades con pipeta, utilizar propipetas NUNCA aspirar con la boca. Manipular lentamente. NUNCA agregar agua directamente a un ácido.

Fecha de edición:2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

16. DIAGRAMA DE FLUJO



17. BIBLIOGRAFIA

- Boyd, C. 1992 Water Quality and Pond Soil Analyses for Aquaculture. Alabama Agricultural Experiment Station. Auburn University.
- Guzmán I; 1990. Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. 5ª. Edición. Instituto Geográfico Agustín Codazzi. Bogotá.

18. ANEXOS

Procedimiento Aseguramiento de Calidad	PACE/GIS
Informe de Resultados de Prueba	PIRP/GIS/I01-FFS01

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE TEXTURA EN SUELO

MPT/GIS/FS06

Página 1 de 10

1. INDICE

	PAG
1. Índice	1
2. Hoja de Control	2
3. Introducción	3
4. Objetivo	3
5. Campo de aplicación y alcance	3
6. Referencias	3
7. Definiciones	3
8. Material y equipo	4
9. Reactivos	4
10. Preparación de soluciones	5
11. Control de calidad	5
12. Procedimiento	5
13. Cálculos	6
14. Resultados	7
15. Medidas de seguridad	8
16. Manejo de residuos	9
17. Diagrama de flujo	10
18. Anexos	10



ELABORO: Rodrigo A. Espinoza Angeles	REVISÓ: Cinthia Díaz Samano	AUTORIZO: Armando Colon Castrejón
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



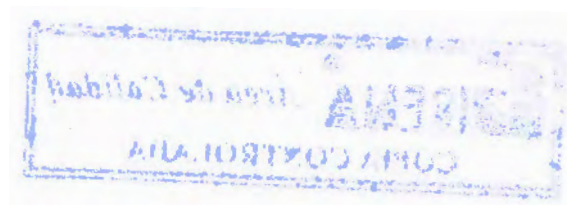
PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE TEXTURA EN SUELOS

MPT/GIS/FS06

Página 2 de 10

2. HOJA CONTROL

FECHA	EMISIÓN	SECCIÓN AFECTADA	MODIFICACIÓN REALIZADA
2016-04-11	Primera	Todas	Emisión del documento





PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE TEXTURA EN SUELOS

MPT/GIS/FS06

Página 3 de 10

3. INTRODUCCIÓN:

La textura del suelo es la proporción relativa por tamaños de partículas de arena, limo y arcilla; las cuales al combinarse permiten categorizar al suelo en una de las 12 clases texturales.

Método para la determinación de la textura del suelo por el procedimiento de Bouyoucos. La textura del suelo define como la proporción relativa de grupos dimensionales de partículas. Proporciona una idea general de las propiedades físicas del suelo. Su determinación es rápida y aproximada. En general el problema es separar los agregados y analizar sólo las partículas. En el presente método se elimina la agregación debida a materia orgánica y la floculación debida a los cationes calcio y magnesio. No se eliminan otros cementantes como carbonatos. El tiempo de lectura se ha escogido de 40 segundos para la separación de partículas mayores de 0.05 mm (arena) y de 2 horas para partículas de diámetro mayores de 0.002 mm (limo y arena). Estos límites han sido establecidos por el Departamento de Agricultura de Estados Unidos y se han usado para construir el triángulo de texturas

4. OBJETIVO:

Establecer un método específico para la determinación de calcio, magnesio, sodio y potasio en los suelos.

5. CAMPO DE APLICACIÓN Y ALCANCE:

Este método es aplicable para muestras de suelo

6. REFERENCIAS:

NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

Stokes, G.G. 1851. On the effect of lateral liquid on the motion of pendulums. Trans. Cambridge Phi. Soco 11 8-105.

7. DEFINICIONES:

Textura: La textura indica el contenido relativo de partículas de diferente tamaño, como la arena, el limo y la arcilla, en el suelo. La textura tiene que ver con la facilidad

Fecha de edición: 2016-04-11

Fecha en vigor: 2016-04-15

Edición: Primera

Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE TEXTURA EN SUELOS

MPT/GIS/FS06

Página 4 de 10

con que se puede trabajar el suelo, la cantidad de agua y aire que retiene y la velocidad con que el agua penetra en el suelo y lo atraviesa.

Limo: Todas las partículas cuyo tamaño varía de 0,002 a 0,05 mm

Arcilla: Todas las partículas de menos de 0,002 mm.

Recuperación: es el porcentaje del elemento de interés (analito), obtenido en la muestra analizada menos la concentración del blanco de la muestra (C_{bm}) calculado en la función de la concentración real (Cr)

Validación: Confirmación del cumplimiento de los requisitos particulares para un uso intencionado propuesto por medio del examen y aporte de evidencias objetivas.

8. MATERIAL Y EQUIPO

8.1 MATERIAL

- Espátula
- Tamiz de 2 mm
- Charola de plástico
- Hidrómetro de Bouyoucos con escala 0-60
- Probeta de 1000
- Cilindro de Bouyoucos
- Agitador manual
- Termómetro de -10 a 110 °C
- Vaso de precipitado de 250 y 500 mL

8.2 EQUIPO

- Balanza de precisión
- Agitador 180 oscilaciones por minuto (OPM)
- Centrífuga
- Potenciómetro
- Espectrómetro de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).

9. REACTIVOS

Nota: Los reactivos deben ser de grado analítico.

- Hexametáfosfato de sodio 1 N

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

- Agua desionizada
- Agua oxigenada al 30%
- Oxalato de sodio
- Metasilicato de sodio

10. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Oxalato de sodio saturado

Pesar 30 g de oxalato de sodio y disolver en 1000 mL de agua desionizada.

Metasilicato de sodio

Pesar 50 g de metasilicato de sodio y diluir en 1000 mL de agua destilada.

Hexametáfosfato de sodio

Pesar 50 g de hexametáfosfato de sodio y disolver en 1000 mL con agua desionizada.

10.1 Indicaciones de deterioro

Cualquier presencia de precipitado indica deterioro de las soluciones.

11. CONTROL DE CALIDAD

En cada lote analítico se debe incluir las siguientes muestras como control de calidad.

El porcentaje de recuperación debe mantenerse en el rango establecido de 80-120 todas las veces que sean empleados, así como el coeficiente de correlación de la curva de calibración. Ver criterios de aceptación en el cuadro 1.

Cuadro 1. Criterios de aceptación para bases intercambiables

Analito	Recuperación %
Textura	80-120

12. PROCEDIMIENTO

- Homogenizar la muestra
- Pesar 60 g de suelo de textura fino o 120 g de suelo de textura gruesa en un vaso de precipitados de 500 ml agregar

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		



PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE TEXTURA EN SUELOS

MPT/GIS/FS06

Página 6 de 10

Eliminar la materia orgánica

- Agregar 40 mL de agua oxigenada
- Evaporar a sequedad
- Agregar 40 mL de agua oxigenada
- Evaporar a sequedad
- Repetir hasta que no haya efervescencia al agua oxigenada.

Nota: En general dos ataques son suficientes para la mayoría de suelos

- Pesar 50 g de suelo de textura arcillosa o 100 g de suelo de textura arenosa y ponerlos en un vaso de precipitados de 250 mL
- Adicionar agua hasta cubrir la superficie con una lámina de 2 cm
- Agregar 5 mL de oxalato de sodio y 5 mL de metasilicato de sodio y dejar reposar durante 15 minutos

Nota: Si el suelo tiene mucha arcilla puede prolongarse el tiempo hasta media hora.

- Pasar las muestras de los vasos de precipitado a las copas del agitador mecánico, pasando todo el material con la ayuda de una piceta
- Al finalizar el tiempo de agitación, bajar la copa del dispersor y pasar el contenido a una probeta de 1000 ml o al cilindro de Bouyoucos enjuagando la copa con ayuda de una piceta.
- Agregar agua destilada hasta completar un litro con el hidrómetro dentro de la suspensión
- Sacar el hidrómetro y suspender el suelo con un agitador de mano operando durante un minuto.
- Tomar las lecturas del hidrómetro a los 40 segundos y después de 2 horas de terminada la dispersión con el agitador de mano
- Para hacer la lectura, colocar el hidrómetro dentro de la probeta 20 segundos antes del momento de la determinación, cuidando de alterar lo menos posible la suspensión. Después de hacer la lectura se seca el hidrómetro, se lava, se seca y se toma la temperatura. Si por alguna razón al hacer la lectura se acumula espuma alrededor del hidrómetro, agregar unas gotas de alcohol etílico.

13. CÁLCULOS

Corregir las lecturas del hidrómetro agregando 0.36 por cada grado centígrado arriba de 19.5°C restando la misma cantidad por cada grado abajo de dicha temperatura

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

(tabla de corrección por temperatura). La lectura a los 40 segundos multiplicada por 2 es igual al porcentaje de arcilla más limo. Restando de 100 se obtiene el porcentaje de arena. La lectura obtenida a 2 horas multiplicadas por 2 es igual al porcentaje de arcilla. El porcentaje de limo se obtiene por diferencia. Cuando se usan 100 g no debe multiplicarse por 2 ya que el hidrómetro está calibrado en porcentajes considerando 100 g de suelo. Con los porcentajes de limo, arena y arcilla se determina la textura correspondiente con el triángulo de texturas.

Tabla de corrección por temperatura Ver el cuadro 1

Temperatura °C	Corrección	Temperatura °C	Corrección
15.0	- 1.62	21.5	+ 0.18
15.5	- 1.44	22.0	+ 0.90
16.0	- 1.26	22.5	+ 1.08
16.5	- 1.08	23.0	+ 1.26
17.0	- 0.90	23.5	+ 1.44
17.5	- 0.72	24.0	+ 1.62
18.0	- 0.54	24.5	+ 1.80
18.5	- 0.36	25.0	+ 1.98
19.0	- 0.18	25.5	+ 2.15
19.5	0	26.0	+ 2.34
20.0	+ 0.18	26.5	+ 2.52
20.5	+ 0.36	27.0	+ 2.70
21.0	+ 0.54	27.5	+ 2.858
		28.0	+ 3.06

14. RESULTADOS

El analista entrega la información del lote analítico hoja de cálculo y la entrega al Gerente técnico para que realice la validez de los ensayos siguiendo las instrucciones descritas en PACE/GIS.

14.1 interpretación de resultados

Los resultados obtenidos en el análisis de textura se interpretan de acuerdo a la tabla 1, según la NOM-021-RECNAT-2000.

Fecha de edición:2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

Clave	Clase de textura
R	Arcillosa
RI	Arcillo limosa
Ra	Arcillo arenosa
Cr	Franco arcillosa
Cri	Franco arcillo limosa
Cra	Franco arcillo arenosa
C	Francosas
Cl	Franco limosa
L	Limosa
Ca	Franco arenosa
Ac	Areno francosa
A	Arenosa

Se procede a elaborar el informe de resultados de Prueba en el formato PIRP/GIS/I01-FFS01.

15. MEDIDAS DE SEGURIDAD

15.1 EQUIPO DE PROTECCIÓN

- Bata de laboratorio.
- Guantes para ácidos
- Lentes de seguridad
- Cubrebocas
- Mascarilla con filtros para ácidos y solventes orgánicos

15.2 Toxicidad de agentes químicos utilizados

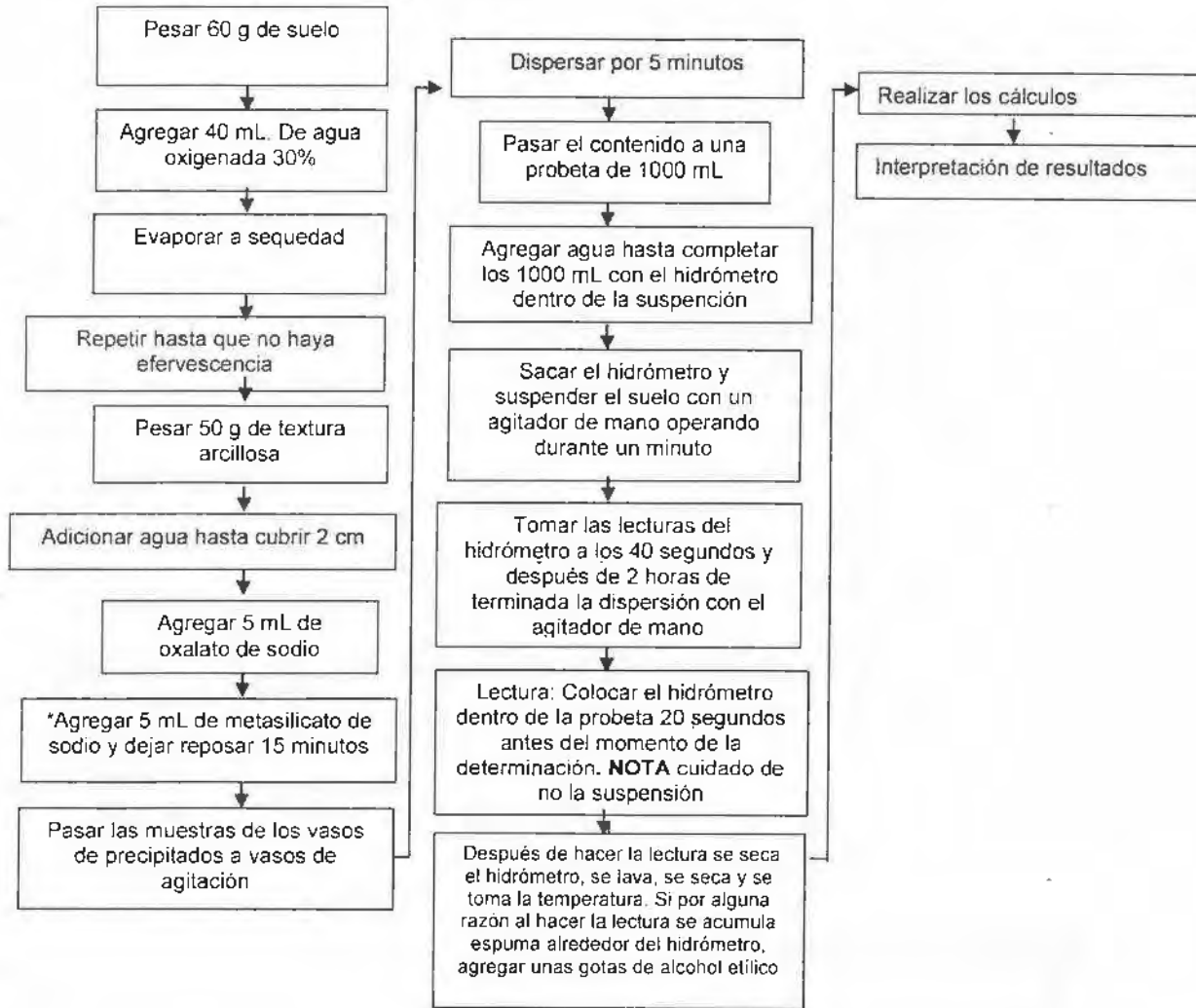
Agente químico	Riesgos	Recomendaciones de seguridad
Hexametáfosfato de sodio	Iritación en piel, ojos y vías respiratorias Efectos ambientales: No se espera que este material produzca ningún efecto ambiental adverso de importancia si se acatan las instrucciones de uso recomendadas.	Trabajar con el equipo de protección apropiado para la manipulación de los reactivos como: bata, guantes, lentes de seguridad y mascarilla con filtros para ácidos.
Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		

<p>Agua oxigenada al 30%</p>	<p>Ojos: Agudo: Corrosivo. El contacto con vapores o nieblas puede causar quemaduras graves y puede ocasionar daños a la córnea y ceguera. Crónico: No disponible. Piel: Agudo: Corrosivo. El contacto con la solución, vapores o nieblas pueden provocar desde irritación hasta ampollamientos y necrosis dependiendo de la duración del contacto y de la concentración de la solución. Crónico: No disponible. Ingestión: Agudo: Corrosivo. Puede causar desde malestar estomacal hasta severas quemaduras de boca, garganta esófago y estómago con necrosis de los tejidos, dependiendo de la duración del contacto y de la concentración de la solución. Crónico: No disponible Inhalación: Agudo: La inhalación de vapores o nieblas puede causar irritación del tracto respiratorio, mucosidad nasal y tos, dependiendo de la duración del contacto y de la concentración de la solución. Crónico: No disponible</p>	
<p>Oxalato de sodio</p>	<p>Puede causar tos y dificultad para respirar Irritación de ojos, piel, tracto respiratorio, digestivo y afecta el sistema nervioso central</p>	
<p>Metasilicato de sodio</p>	<p>Puede causar quemaduras en el tracto respiratorio, la piel, ojos y el tracto intestinal. Se pueden producir daños oculares permanentes.</p>	<p>Utilizar propipetas para trasvasar cantidades pequeñas NUNCA aspirar con la boca y trabajar con campana de extracción en caso necesario.</p>

16. MANEJO DE RESIDUOS

- Los residuos generados son almacenados en recipientes perfectamente identificados.
- Posteriormente se llevan al área de desechos donde se almacenan hasta que sean recogidos por la empresa recolectora para su confinación.

17. DIAGRAMA DE FLUJO



18. ANEXOS

Formato	Clave
Procedimiento Aseguramiento de Calidad	PACE/GIS
Informe de Resultados de Prueba	PIRP/GIS/I01-FFS01

Fecha de edición: 2016-04-11	Fecha en vigor: 2016-04-15	Edición: Primera
Este documento es propiedad de GISENA, se prohíbe su reproducción parcial o total.		