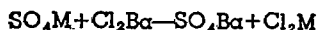


**Determinación cuantitativa de sulfatos solubles
en los suelos**

NLT-120/59

1. OBJETO

- 1.1. En esta Norma se describe el método a seguir para determinar la proporción de sulfatos solubles pasándolos a disolución mediante la digestión en agua y precipitando luego los sulfatos disueltos con solución de cloruro bórico según la reacción siguiente:



2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Mortero con su pistilo.
- 2.2. Mechero.
- 2.3. Crisol de porcelana con triángulo y trípode soporte.
- 2.4. Dos vasos de 600 cc. con varilla de vidrio y vidrio de reloj que pueda taparles.
- 2.5. Pipeta de 10 cc..
- 2.6. Balanza que aprecie 0,001 gr.
- 2.7. Estufa de desecación regulable a 105-110° C.
- 2.8. Embudo de vidrio.
- 2.9. Papel de filtro de poro fino y de cenizas conocidas. (Papel de filtro «Albet» núm. 242 o similar).
- 2.10. Acido clorhídrico N/20 (a 4 cc. de ácido clorhídrico concentrado añadir agua destilada hasta completar un volumen de un litro).
- 2.11 Solución de cloruro bórico al 5 % (5 gr. de $\text{Cl}_2 \text{Ba} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 de agua).
- 2.12. Solución de nitrato de plata (1,7 gr. en 100 cc. de agua).
- 2.13. Agua destilada.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1. Preparación de la muestra.

De una muestra representativa del material que se quiere analizar, tomar unos 10 gr., pulverizarlos en el mortero, secar en estufa y pesar con precisión de 0,01 gr.

3.2. Disolución de los sulfatos.

- 3.2.1. Introducir la muestra en el frasco o recipiente de agitación y añadir 500 cc. de agua destilada exactamente medidos en un matraz aforado.
- 3.2.2. Colocar el frasco en el agitador y agitar durante 45 minutos.
- 3.2.3. Dejar decantar la suspensión de suelo contenido en el frasco. Si no se clarifica el líquido, añadir dos gotas de ácido clorhídrico concentrado.
- 3.2.4. Extraer el líquido clarificado, mediante sifón o con la pipeta de 100 cc. para no perturbar, pasándolo a un vaso y desde éste pasarlo al filtro hasta obtener 250 cc. de líquido filtrado exactamente medido con el matraz aforado.
- 3.2.5. Pasar los 250 cc. del líquido filtrado al vaso de 600 cc., donde se ha de hacer la precipitación y añadir 20 cc. de ácido clorhídrico. N/20.

3.3. Precipitación, filtración y calcinación.

- 3.3.1. Calentar a ebullición el líquido filtrado y precipitar añadiéndole disolución de cloruro bórico hasta que no se produzca más precipitado. Durante una hora, mantener en reposo y a temperatura por debajo y próxima al punto de ebullición (un baño maría resulta muy apropiado).
- 3.3.2. Al final de la hora, el precipitado se habrá depositado en el fondo y el líquido quedará claro. Añadir entonces unas gotas de la disolución de cloruro bórico para comprobar que la precipitación fue completa.
- 3.3.3. Después de dejar en reposo durante doce horas, filtrar empleando un filtro de cenizas conocidas. Pasar primero el líquido claro y después arrastrar el precipitado al filtro y lavar sobre él con agua destilada y caliente hasta que el agua de lavado, después de pasar por el filtro, no dé precipitado con la solución de nitrato de plata.
- 3.3.4. Colocar el papel de filtro húmedo con el precipitado en un crisol de porcelana previamente tarado. Calentar primero con poca llama, para secar el papel lentamente y continuar hasta carbonizar el papel sin que llegue a arder en ningún momento. Una vez carbonizado el papel, se aumenta la llama para incinerar y, una vez blanco el precipitado, se calienta hasta el rojo durante diez minutos.
- 3.3.5. Dejar enfriar el crisol primero al aire, y cuando haya perdido temperatura, terminar el enfriamiento en un desecador. Finalmente, pesar con precisión de 0,001 gr.

4. RESULTADOS

- 4.1. Restando la tara del crisol más las cenizas del papel, del peso del crisol con el precipitado después de la calcinación, se obtiene el peso del precipitado de $\text{SO}_4 \text{Ba}$.

- 4.2. El resultado se puede expresar en % de SO_3 respecto a la muestra original seca mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{SO}_3 = \frac{(P_p \times 0,34299)}{P_m} \times 100$$

Siendo:

P_p = Peso del precipitado de SO_4Ba .
 P_m = Peso de la muestra ensayada seca.

- 4.3. Si se quiere expresar el resultado en % de yeso ($\text{SO}_4 \text{ Ca } 2\text{H}_2\text{O}$) basta multiplicar el valor obtenido en el apartado anterior por 2.1505.
Téngase en cuenta, sin embargo, que puede suceder que sólo una parte del sulfato esté formando yeso.

5. OBSERVACIONES

- 5.1. Apartado 3.1. La cantidad de muestra debe variarse según que contenga mucha o poca proporción de sulfatos.