

Contenido de materia orgánica en suelos por el método del permanganato potásico

1 OBJETO

1.1 Esta norma describe el método para determinar el contenido de materia orgánica de un suelo mediante una solución 0,1 Normal de permanganato potásico.

En este método se oxida la materia orgánica del suelo con el permanganato potásico, y se calcula el porcentaje de materia orgánica de la muestra como cociente entre los centímetros cúbicos de solución de permanganato 0,1N gastados, multiplicados por el factor de normalidad, y los gramos de muestra ensayados.

2 APARATOS, MATERIAL NECESARIO Y PRODUCTOS QUIMICOS

2.1 Aparatos y material necesarios

- Balanza analítica de 160 gramos de capacidad de 0,0001 gramos de apreciación.
- Estufa de desecación de 105-110 °C.
- Termómetro de 0°-100° con apreciación de 0,5 °C.
- Mortero y maza metálicos para pulverizar el suelo.
- Mazo de goma.
- Tamices 2 mm y 160 µm UNE 7050.
- Mechero de gas con rejilla y distribuidor de amianto.
- Vidrios de reloj.
- Pinzas de madera para coger los matraces.
- Lana de vidrio para filtrar.
- Embudo de vidrio con boca de unos 20 cm de diámetro.
- Un desecador.
- Dos matraces erlenmeyer de 500 cm³ y uno de 2.000 cm³.
- Un matraz aforado de 1.000 cm³.
- Dos vasos de precipitado de 150 cm³.
- Dos pipetas graduadas de 10 cm³.
- Una probeta graduada de 100 cm³.
- Una probeta graduada de 250 cm³.
- Dos frascos con tapón, uno transparente y otro opaco de 2 a 3 litros.
- Dos buretas de 50 cm³, con llave, soporte y elementos de sujeción.
- Un cronómetro.

2.2 Productos químicos

- Acido sulfúrico reactivo.
- Acido nítrico reactivo.
- Acido oxálico (puro).
- Oxalato sódico.
- Permanganato potásico.

2.3 Preparación de las soluciones y determinación de los factores de normalidad.

2.3.1 Preparación de la solución de permanganato potásico 0,1 N.

Pesar en balanza analítica entre 3,2 y 3,3 g de permanganato potásico, y disolverlos en un litro de agua destilada en un matraz aforado.

Calentar el matraz con mechero de gas hasta ebullición y mantenerlo así 10 minutos.

Retirarlo, dejarlo enfriar y filtrar el contenido a través de lana de vidrio colocada en el embudo, y recogerlo en un frasco de vidrio de color topacio que cierre bien.

2.3.2 Determinación del factor de normalidad de la solución de permanganato potásico con oxalato sódico.

Tomar 10 g de oxalato sódico y secarlos en estufa a 110 °C durante dos horas. Enfriar el oxalato sódico en un desecador con cloruro sódico. Disolver en un matraz entre 0,25 y 0,3 g del oxalato ya seco, en 200 cm³ de agua destilada. Añadir 200 cm³ de solución de ácido sulfúrico en agua en la proporción de uno a cuatro y calentar hasta 70 °C ± 1 °C.

Valorar con permanganato potásico, hasta coloración persistente, y anotar los cm³ empleados. Agitar el matraz durante todo el proceso.

Repetir el proceso tres veces, y calcular el valor medio de las cantidades de permanganato potásico gastadas en las tres valoraciones.

El factor de normalidad del permanganato potásico será:

$$f = \frac{1.000 \text{ gramos de oxalato pesados}}{6,7 \text{ cm}^3 \text{ de permanganato empleados}}$$

2.3.3 Preparación de la solución de ácido oxálico 0,1 N.

Pesar en balanza analítica exactamente 6,302 g de

ácido oxálico puro, y disolverlos en un matraz aforado de 1 litro, lleno hasta la mitad de agua destilada. Añadir 50 cm³ de ácido sulfúrico puro: Llenar con agua destilada hasta el enrase y agitar. Guardar en un frasco limpio, seco y bien cerrado.

2.3.4 Determinación del factor de normalidad de la solución de ácido oxálico 0,1 N.

En un matraz erlenmeyer de 500 cm³ poner 175 cm³ de agua destilada. Añadir con bureta 25 cm³ de la solución de ácido oxálico 0,1 N previamente preparada. Añadir 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico al 9 %. Calentar el matraz con mechero hasta 70 °C (El termómetro no debe tocar la pared ni el fondo del matraz).

Valorar con permanganato potásico 0,1 N, cuyo factor de normalidad se haya determinado recientemente (no más de 15 días antes), hasta coloración permanente (rosáceo pálido).

El factor de normalidad de la solución de ácido oxálico 0,1 N será:

$$F = \frac{f \times \text{cm}^3 \text{ de permanganato potásico empleados}}{25}$$

siendo f el factor de normalidad de la solución de permanganato 0,1 N.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Se opera con la fracción de suelo que pasa por el tamiz 2 mm UNE 7050 obtenida según la norma NLT-101/72.

Pulverizar en mortero unos 50 g representativos de esta fracción de suelo, y tamizar por el tamiz 160 µm UNE 7050, tomando unos 5 g del material que pasa por él. Secar éstos en estufa a 110° durante 24 horas.

Enfriar en un desecador con cloruro cálcico y pesar en balanza analítica dos porciones entre 0,2 y 0,3 g, denominadas M₁ y M₂.

3.2 Colocar M₁ en un matraz erlenmeyer de 500 cm³ y añadir 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico al 9 %.

3.3 Calentar en un mechero hasta ebullición. Al cabo de 3 minutos y manteniendo la ebullición, añadir con pipeta 1,5 cm³ de ácido nítrico concentrado. Mantener en ebullición 1 ó 2 minutos más.

3.4 Retirar el matraz del mechero y añadir 125 cm³ de agua destilada recién hervida, caliente.

Añadir también un volumen de solución de permanganato potásico 0,1 N, igual al cociente entre 20 y el factor de normalidad de la solución de permanganato empleada.

3.5 Calentar hasta ebullición y mantener durante 4 ó 5 minutos; si todo el permanganato quedara decolorado, añadir nuevamente la misma cantidad, repitiendo cuantas veces sea necesario hasta que no se decolore.

3.6 Retirar el matraz del fuego y añadir con bureta el número de cm³ de solución de ácido oxálico 0,1 N igual al cociente entre 20 y el factor de normalidad de la solución de ácido oxálico empleado. El líquido deberá perder el color del permanganato.

3.7 Refrigerar el matraz en una pila con el chorro de agua de una goma; hasta llegar a 70 °C medidos con termómetro.

3.8 Valorar el exceso de ácido oxálico con solución de permanganato potásico 0,1 N hasta coloración permanente. Anotar los cm³ de la solución de permanganato potásico 0,1 N empleados en la valoración, denominándose c₁ a esta cantidad.

3.9 Repetir las mismas operaciones (3.2 a 3.8) con la otra porción M₂.

4 RESULTADOS

4.1 El contenido en materia orgánica de cada porción de muestra, expresado en tanto por ciento, se calculará por medio de la siguiente expresión:

$$\% \text{ mat. orgánica} = \frac{0,1032 \cdot c_i \cdot f}{M_i}$$

siendo c_i los centímetros cúbicos de solución de permanganato potásico empleados con cada porción de muestra (c₁ ó c₂), f el factor de normalidad del permanganato potásico calculado anteriormente, y M_i El contenido en materia orgánica de la muestra total de suelo ensayada, expresada en tanto por ciento, será la media aritmética de las dos determinaciones.

5 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

BS 1377.

AASHTC T 194-80.