

Determinación del 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 disolución de permanganato potásico 0,1N. En este método se oxida toda la materia orgánica presente en el suelo con una disolución de permanganato potásico.

2. APARATOS, MATERIAL NECESARIO Y PRODUCTOS QUÍMICOS

2.1. Aparatos y material necesarios

- Balanza analítica de 160 g. de capacidad de 0,0001 g. de apreciación.
- Estufa de desecación de 105-110°C.
- Termómetro de 0-100°C con apreciación de 0,5°C.
- Mortero y maza metálicos para pulverizar el suelo.
- Mazo de goma.
- Tamices 2 mm y 160 µm UNE 7-050.
- Mechero de gas con rejilla y distribuidor.
- 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 2000 cm³.
- Un matraz aforado de 1000 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 disoluciones y determinación de los factores de normalidad

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

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

Calentar el matraz hasta la ebullición y mantenerla durante 10 minutos.

Transcurrido el tiempo, retirar el matraz de la fuente de calor y dejarlo enfriar. A continuación filtrar la disolución con lana de vidrio colocada en un embudo. Recoger el líquido filtrado en un frasco de vidrio de color topacio, limpio, seco y que cierre bien.

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

Secar 10 g. de oxalato sódico a 110°C durante dos horas en la estufa. Enfriarlo después en un desecador con cloruro cálcico o gel de sílice. Del oxalato ya seco y frío, pesar de 0,25 a 0,3 g. y disolverlos en un matraz con 200 cm³ de agua destilada. A esta disolución se le añadirán 200 cm³ de una disolución de ácido sulfúrico, ya preparada, en la proporción 1/4. Calentar todo hasta 70°C±1°C.

Valorar la disolución con permanganato potásico 0,1N, agitando constantemente la disolución, hasta coloración persistente y anotar los cm³ de permanganato potásico empleados.

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 de permanganato potásico será:

$$f = \frac{1,000}{6,7} \cdot \frac{\text{gramos de oxalato utilizados}}{\text{cm}^3 \text{ de permanganato potásico}}$$

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

Pesar exactamente 6,302 g. de ácido oxálico puro, en balanza analítica, y disolverlos en un matraz aforado de 1 l, 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 disolución de ácido oxálico 0,1N.

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

Valorar con permanganato potásico 0,1N, 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 disolución de ácido oxálico 0,1N será:

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

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

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Se opera con la fracción de suelo que pasa por el tamiz de 2 mm UNE 7-050 obtenida según la norma NLT-101/72.

Pulverizar en mortero unos 50 g. representativos de esa fracción de suelo, y tamizar por el tamiz 160 µm UNE 7-050, tomando 5 g. del material que pasa por él. Secar estos en estufa a 105-110°C durante 24 horas.

Enfriar en un desecador con cloruro cálcico o gel de sílice 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 disolución de ácido sulfúrico al 9%.

3.3. Calentar en un mechero hasta ebullición. Al cabo de 3 minutos y manteniendo la ebullición, añadir desde una 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 caliente recién hervida. Añadir también desde una bureta un volumen de disolución de permanganato potásico 0.1 N, igual al cociente entre 20 y el factor de normalidad de la disolución 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 desde una bureta el número de cm³ de disolución de ácido oxálico 0,1N, igual al cociente entre 20 y el factor de normalidad de la disolución de ácido oxálico empleado. El líquido deberá perder la coloración del permanganato.

3.7. Refrigerar las paredes del matraz en una pila con el chorro de agua de una goma, hasta llegar a 70°C medidos con un termómetro.

3.8. Valorar el exceso de ácido oxálico con la disolución de permanganato potásico 0,1N hasta coloración permanente. Anotar los cm³ de la disolución de permanganato potásico 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 de materia orgánica de cada porción de muestra, expresado en tanto por ciento, se calculará por medio de la siguiente expresión:

$$\% \text{ mat. orgánica} = \frac{0,1032 \cdot c_1 \cdot f}{M_i}$$

siendo c_1 los centímetros cúbicos de disolución de permanganato potásico empleados con cada porción de muestra (c_1 o c_2), f el factor de normalidad del permanganato potásico calculado anteriormente, y M_1 la porción de suelo ensayada.

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: 1990

AASHTO T 194-80