

Determinación del contenido de materia orgánica oxidable en suelos por el método del permanganato potásico

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma tiene por objeto especificar el método para determinar el contenido de materia orgánica oxidable de un suelo mediante permanganato potásico. En este método se determina el porcentaje de materia orgánica de la muestra como cociente entre los centímetros cúbicos de solución de permanganato 0,1 N gastados, multiplicados por el factor de normalidad, y los gramos de muestra ensayados.

2 NORMAS PARA CONSULTA

UNE 7 050. «Cedazos y tamices de ensayo».
NLT-101/72. «Preparación de muestra para los ensayos de suelos».

3 APARATOS, MATERIAL NECESARIO Y REACTIVOS

3.1 Los aparatos y material que se necesitan son los siguientes:

- 3.1.1 Balanza analítica de 160 gramos de capacidad y 0,0001 gramos de precisión.
- 3.1.2 Estufa de desecación con temperatura regulable hasta 115 °C.
- 3.1.3 Termómetro graduado entre 0 y 100 °C con precisión de 0,5 °C.
- 3.1.4 Mortero y maza metálicas para pulverizar el suelo.
- 3.1.5 Mazo de goma.
- 3.1.6 Tamices 2,0 mm y 160 µm UNE 7 050.
- 3.1.7 Placa de calefacción.
- 3.1.8 Vidrios de reloj.
- 3.1.9 Pinzas de madera para coger los matraces.
- 3.1.10 Lana de vidrio para filtrar.
- 3.1.11 Embudo de vidrio con boca de 20 cm de diámetro.

3.1.12 Un desecador.

3.1.13 Dos matraces erlenmeyer de 500 cm³ y uno de 2.000 cm³.

3.1.14 Un matraz aforado de 1.000 cm³

3.1.15 Dos vasos de precipitado de 150 cm³

3.1.16 Dos pipetas graduadas de 10 cm³

3.1.17 Una probeta graduada de 100 cm³.

3.1.18 Una probeta graduada de 250 cm³.

3.1.19 Dos frascos con tapón, uno transparente y otro opaco, de 2 a 3 litros.

3.1.20 Dos buretas de 50 cm³, con llave, soporte y elementos de sujeción.

3.1.21 Un cronómetro.

3.2 Los reactivos a utilizar serán:

3.2.1 Acido sulfúrico concentrado para análisis (P.A.).

3.2.2 Acido nítrico concentrado. P.A.

3.2.3 Acido oxálico P.A.

3.2.4 Oxalato sódico P.A.

3.2.5 Permanganato potásico P.A. (Nota 1).

Nota 1. Ver reglamento sobre declaración de sustancias nuevas. Clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas de la C.E.E (Comunidad Económica Europea).

4 PREPARACION DE LAS SOLUCIONES Y DETERMINACION DE LOS FACTORES DE NORMALIDAD

4.1 Preparación de la solución de permanganato potásico

4.1.1 Para preparar la solución de permanganato potásico 0,1 N, tomar en balanza analítica, entre $3,25 \pm 0,05$ g de permanganato potásico, disolviéndolos en un litro de agua destilada en un matraz aforado.

4.1.2 Calentar el matraz en la placa de calefacción hasta ebullición, manteniéndolo así durante diez minutos. Después retirarlo, dejándolo enfriar. Filtrar el contenido a través de lana de vidrio colocada en un embudo y recogerlo en un frasco de vidrio de color topacio que cierre bien.

4.2 Determinación del factor de normalidad

4.2.1 Para determinar el factor de normalidad de la disolución de permanganato potásico con oxalato sódico, tomar 10 g de oxalato sódico y secarlos en estufa a 110 °C durante dos horas, después enfriarlo en un desecador con cloruro sódico. Disolver en un matraz 0,275 ± 0,025 g del oxalato ya seco en 200 cm³ de solución de ácido sulfúrico en agua en la proporción de uno a cuatro y calentar hasta 70 ± 0,5 °C. Valorar con permanganato potásico, hasta coloración persistente y anotar los centímetros cúbicos empleados. Agitar el matraz durante todo el proceso. Repetir el proceso tres veces desde la disolución en matraz de 0,275 ± 0,025 g de oxalato seco en 200 cm³ de agua destilada y calcular el valor medio de las cantidades de permanganato potásico gastadas en las tres valoraciones.

4.2.2 El factor de normalidad del permanganato potásico será:

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

4.3 Preparación de la solución de ácido oxálico

4.3.1 Para preparar la solución de ácido oxálico 0,1 N, determinar en balanza analítica exactamente 6,302 g de ácido oxálico puro y disolver en un matraz aforado de 1 litro que tenga agua destilada hasta su mitad. Añadir 50 cm³ de ácido sulfúrico puro P.A., poco a poco y agitando para evitar proyecciones. Dejar enfriar a temperatura ambiente. Llenar con agua destilada hasta el enrase y agitar. Guardar la solución en un frasco limpio, seco y bien cerrado.

4.4 Determinación del factor de normalidad

4.4.1 Para determinar el factor de normalidad de la solución de ácido oxálico 0,1 N, poner 175 cm³ de agua destilada en un matraz erlenmeyer de 500 cm³. Añadir con bureta 25 cm³ de la solución de ácido oxálico 0,1 N previamente preparada y otros 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico al 9 por 100. Calentar el matraz con mechero hasta 70 ± 0,5 °C. El termómetro de control no debe tocar la pared ni el fondo del matraz.

4.4.2 Valorar con solución de permanganato 0,1 N, cuyo factor de normalidad se haya determinado en un período no mayor de quince días, hasta coloración permanente, rosáceo pálido.

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

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

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

5 METODO OPERATORIO

5.1 Pulverizar en mortero 50 ± 5 g de la fracción de suelo que pasa por el tamiz 2 mm UNE 7 050. Acto seguido pasar por el tamiz 160 μm UNE 7 050 y tomar 5 ± 0,1 g de ese material. Secar en estufa a 110 °C durante veinticuatro horas.

5.2 Enfriar en un desecador con cloruro cálcico y obtener mediante determinación en balanza analítica dos porciones de 0,25 ± 0,05 g denominadas M₁ y M₂. Colocar M₁ en un matraz erlenmeyer de 500 cm³ y añadir 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico al 9 por 100.

5.3 Calentar en un mechero hasta ebullición. Al cabo de tres minutos, y manteniendo la abullición, añadir con pipeta 1,5 cm³ de ácido nítrico concentrado. Mantener en ebullición uno o dos minutos más.

5.4 Retirar el matraz del mechero y añadir 125 cm³ de agua destilada recién hervida. Agregar 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 empleado.

5.5 Calentar hasta ebullición y mantener durante cuatro o cinco minutos; si todo el permanganato quedara decolorado, añadir nuevamente la misma cantidad repitiendo cuantas veces sea necesario hasta que no se decolore.

5.6 Interrumpir la calefacción y añadir con bureta el número de centímetros cúbicos 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 de permanganato. Enfriar el matraz en una pila con el chorro de agua de una goma, hasta llegar a los 70 °C, medidos con termómetro de precisión de ± 0,5 °C. Valorar el exceso de ácido oxálico con so-

lución de permanganato potásico 0,1 N hasta coloración permanente. Anotar los centímetros cúbicos de la solución de permanganato potásico 0,1 N, empleados en la valoración, y que denominaremos como C_1 .

5.7 Repetir todas estas operaciones con la otra porción M_2 , hasta obtener los centímetros cúbicos de la solución de permanganato potásico 0,1 N empleados, que denominaremos como C_2 .

Nota. 1 μm (1 micrómetro) = 10^{-3} mm.

6 OBTENCION Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

6.1 El contenido en materia orgánica, expresada en tanto por ciento, de cada porción de muestra ensayada, viene dada por la expresión:

$$MO_i = \frac{0,1032 \cdot C_i \cdot f}{M_i}$$

siendo:

- C_i Los centímetros cúbicos de solución de permanganato potásico (con $i = 1,2$).
- f El factor de normalidad del permanganato potásico calculado anteriormente.
- M_i Los gramos de las muestras ensayadas (con $i = 1,2$).

6.2 El contenido de materia orgánica de la muestra total de suelo ensayada expresada en tanto por ciento, es la media aritmética de las dos determinaciones anteriores.

7 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

Esta norma concuerda esencialmente con:
BS 1377. Determination of Organic Matter Content.
AASHTC T 1 9 4 - 80. Determination of Organic Matter in soils by wet combustion.