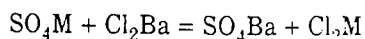


## Contenido de sulfatos solubles en los suelos

### 1 OBJETO

1.1 Esta norma describe el método a seguir para determinar la proporción de sulfatos solubles en agua, pasándolos a disolución mediante agitación con agua y precipitando luego los sulfatos disueltos con solución de cloruro bórico según la reacción siguiente:



### 2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1 Tamices 2 y 0,40 UNE (núms. 10 y 40, A.S.T.M.).
- 2.2 Mortero con su pistilo.
- 2.3 Frasco para agitación de unos 1.000 cm<sup>3</sup> de capacidad, con cierre hermético mediante tapón de goma y forma adecuada para acoplarse al aparato agitador.
- 2.4 Aparato para agitar frascos que permita mantener el suelo en suspensión durante el tiempo de agitación.
- 2.5 Un matraz aforado de 500 cm<sup>3</sup> y otro de 250 cm<sup>3</sup>.
- 2.6 Dos vasos de 600 cm<sup>3</sup> con varilla de vidrio y vidrio de reloj que pueda tapanles.
- 2.7 Frasco lavador con agua destilada caliente.
- 2.8 Pipeta de 10 cm<sup>3</sup>.
- 2.9 Embudo de vidrio.
- 2.10 Crisol de porcelana. Triángulo y trípode soporte si se calcina con mechero.
- 2.11 Horno de calcinación eléctrico o, en su defecto, mechero de gas.
- 2.12 Balanza analítica.
- 2.13 Estufa de desecación regulable a 75-80 °C.
- 2.14 Desecador.
- 2.15 Papel indicador por pH.

2.16 Papel de filtro de poro fino y de cenizas conocidas.

2.17 Acido clorhídrico N/20 (a 4 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado añadir agua destilada hasta completar un volumen de un litro).

2.18 Solución de cloruro bórico al 5 por 100 (5 g de Cl<sub>2</sub>Ba · 2H<sub>2</sub>O en 100 cm<sup>3</sup> de agua).

2.19 Solución de nitrato de plata (1,7 g en 100 cm<sup>3</sup> de agua).

2.20 Agua destilada.

### 3 PROCEDIMIENTO

#### 3.1 Preparación de la muestra

Se utiliza la fracción que pasa por el tamiz 2 UNE (núm. 10, ASTM) preparada de acuerdo con la norma NLT-10/72. Obtener unos 50 g por cuarteo de esta fracción y pulverizar en el mortero hasta que todo pase por el tamiz 0,40 UNE (núm. 40, ASTM). Secar hasta peso constante en estufa regulada entre 75 y 80 °C y pesar 10 g con precisión de 0,01 g.

#### 3.2 Disolución de los sulfatos

3.2.1 Introducir la muestra en el frasco o recipiente de agitación y añadir 500 cm<sup>3</sup> de agua destilada exactamente medidos con 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 cm<sup>3</sup> sin perturbar el sedimento, hasta obtener 250 cm<sup>3</sup> de líquido claro exactamente medido con el matraz aforado.

3.2.5 Filtrar el líquido del matraz, recogiendo el filtrado sobre el vaso de 600 cm<sup>3</sup>. Lavar el filtro dos o tres veces con agua destilada, que previamente se ha pasado por el matraz para lavarlo, y recoger el

agua de lavado sobre el mismo vaso. Añadir 20 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico N/20.

### 3.3 Precipitación, filtrado y calcinación

**3.3.1** Calentar a ebullición el líquido filtrado y precipitar añadiéndole disolución de cloruro bórico con una pipeta, poco a poco, hasta que no se produzca más precipitado. Durante una hora mantener el vaso 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. En caso de formarse precipitado, repetir las operaciones del apartado 3.3.1.

**3.3.3** Después de dejar en reposo durante doce horas, filtrar empleando un filtro de cenizas conocidas. Pasar primero el líquido claro, 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. Cuando se dispone de horno de calcinación eléctrico, colocar el crisol con el papel dentro del horno y subir la temperatura entre 800 y 900 °C, manteniéndola unos quince minutos.

Si ha de calcinarse con mechero, 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 calcina 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 g.

## 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 SO<sub>3</sub>Ba.

**4.2.** El resultado se puede expresar en tanto por ciento de SO<sub>3</sub> respecto a la muestra analizada 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<sub>4</sub>Ba

$P_m$  = Peso de la muestra analizada, o sea:

$$\frac{\text{cm}^3 \text{ sol. analizada}}{\text{cm}^3 \text{ agua en frasco}} \times \text{g de suelo en el frasco}$$

Quando la muestra contiene partículas gruesas, hay que referir el resultado a la muestra original; para ello se multiplica el resultado anterior por el tanto por ciento de suelo que pasa por el tamiz 2 UNE (núm. 10, ASTM) y se divide por 100.

**4.3** Si se quiere expresar el resultado en tanto por ciento de yeso (SO<sub>4</sub>Ca · 2H<sub>2</sub>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 la proporción de sulfatos, con objeto de asegurar su completa solubilidad, por un lado, y obtener una cantidad conveniente de sulfato de bario precipitado. Como orientación: hay que utilizar menos de 10 g de suelo en 500 cm<sup>3</sup> de agua cuando la proporción de yeso en el suelo sea superior al 5 por 100. Tomando 1 g de suelo, se tiene seguridad de la disolución total de los sulfatos, aunque la muestra fuera 100 por 100 de yeso.

Quando la muestra contiene material grueso, se supone que todos los sulfatos quedan en los finos que pasan por el tamiz 2 UNE (núm. 10, ASTM); para asegurar esto, hay que hacer una inspección visual de los gruesos; si se aprecian nódulos de yeso, hay que triturarlos en mortero hasta que pasen por el tamiz.

Para el secado se limita la temperatura a 80 °C, porque subiendo más puede perderse agua de cristalización en el yeso.