

CAPÍTULO I

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIA ORGÁNICA

Por calcinación [1].

Inmediatamente después de determinar la humedad, y en la misma cápsula, se calcina la tierra al rojo vivo hasta peso constante. Restando de esta pérdida de peso el 44 por 100 del peso de los carbonatos (determinados calcimétricamente) y el agua de constitución de la arcilla, que se cifra en el 10,5 por 100 de su peso, se obtiene aproximadamente el contenido de materia orgánica.

En los suelos no calizos, la pérdida en la calcinación da un índice del contenido coloidal de los mismos.

Por el contenido de carbono.

MÉTODOS DE COMBUSTIÓN SECA.

a) LIEBIG-ROBINSON [2, 3].

La combustión se efectúa en un horno eléctrico de múltiples elementos, provisto de un tubo de cuarzo.

Se llena la porción del tubo de cuarzo situada en el interior del último gran elemento, de amianto finamente dividido, de modo que éste quede flojo, y se calienta el horno a 900° C., haciendo pasar lentamente al mismo tiempo una corriente de oxígeno a través del tubo.

Después que el tubo y el amianto se han descarbonizado completamente se le une una de las ampollas de desecación con ácido sulfúrico concentrado; a continuación, un tubo de absorción pequeño de ácido fosfórico y, finalmente, una buena ampolla Fleming, conteniendo cal sodada y ácido fosfórico. Se emplea otra ampolla Fleming, llena como tara para pesar y se abren las llaves de ambas ampollas para que entre el aire durante un momento y también rápidamente antes de pesar. Esto es importantísimo, para evitar diferencias en la presión atmosférica. Se hace pasar lentamente una corriente de oxígeno a través del aparato durante media hora y se pesa la ampolla de absorción. Se repite la operación, haciendo los ajustes necesarios para conseguir un peso constante. Cuando la ampolla ha alcanzado un peso constante y la extremidad del amianto está todavía a 900° C., aproximadamente, se introduce de 0,1 a 5 gramos del suelo (según el contenido de materia orgánica), colocados en una navicilla de porcelana o platino que se sitúa en la parte del tubo correspondiente a la sección media del horno. Se calientan las secciones primera y media hasta que la temperatura llega a unos 900° C., haciendo pasar al mismo tiempo una corriente constante de oxígeno. Una vez que el contenido de la navicilla de combustión ha alcanzado 900°, se hace pasar suficiente oxígeno para limpiar el tubo de combustión, aproximadamente cuatro o seis veces, se separa y pesa la ampolla. Debe repetirse la anterior operación durante quince minutos, con el fin de comprobar la constancia de peso de la ampolla. Multiplicando el peso del anhídrido carbónico obtenido por 0,471 se obtiene la materia orgánica.

Si existen carbonatos, debe restarse el anhídrido carbónico correspondiente a éstos, del encontrado en la combustión. Se determinará muy exactamente el anhídrido carbónico correspondiente a los carbonatos, para lo que se opera en la forma siguiente:

Ensayo preliminar. — Se ponen unos 10 gramos del suelo en un vasito resistente al fuego, agregando agua hasta cubrirlos y dejando en reposo hasta total humedecimiento. Se agregan unos 20 c. c. de ácido clorhídrico diluido (1 a 1), se agita y se observa cualquier efer-

vescencia que pueda producirse. La falta de efervescencia no es signo seguro de la ausencia de carbonatos, debiendo calentarse el vaso y contenido el tiempo preciso para que comience a hervir. La efervescencia en estas condiciones nos indica la presencia de dolomita.

Determinación cuantitativa.— Se pesan de 0,5 a 10 gramos del suelo en el matraz de descomposición del aparato de KNORR. Se agrega ácido clorhídrico diluído (1 a 2) en exceso considerable y se hierve hasta que la descomposición y la absorción hayan sido completas. Se emplea una disolución de sulfato de plata en el tren de absorción para retener cualquier traza de ácido clorhídrico que pudiera venir. Deben tomarse precauciones para desecar los gases sobre el mismo reactivo, precisamente antes de entrar y en las ampollas de absorción del anhídrido carbónico. Para este fin ha dado los mejores resultados el ácido fosfórico.

A continuación se describe el aparato de KNORR en su forma original y su manejo.

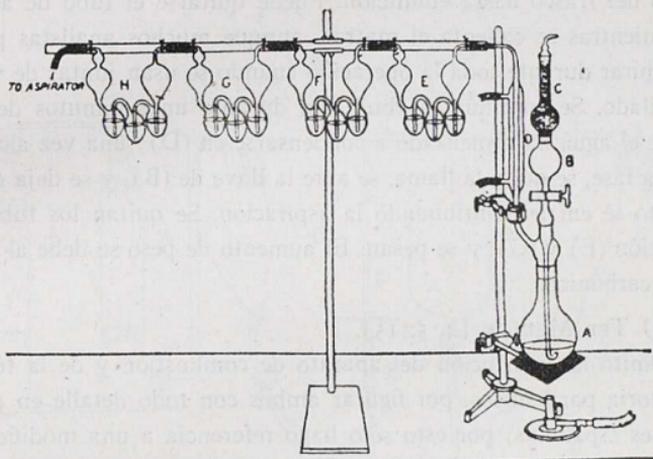
Reactivos.— a) Disolución de hidróxido de potasio. Se disuelven 25 gramos de hidróxido potásico en 50 c. c. de agua.

b) Cal sodada. Finamente granulada, habiéndose eliminado el polvo por tamizado.

c) Ácido sulfúrico concentrado.

Aparato.—Se compone de un matraz (A), unido por medio de una junta de vidrio esmerilado a un dispositivo de vidrio en cuya parte superior está situado un embudo de llave (B) y lateralmente existe un refrigerante de LIEBIG (D). La embocadura del embudo (B) se une por medio de un tapón perforado a un tubo con cal sodada (C). La extremidad superior del condensador de LIEBIG se une por medio de un tubo de goma al tubo de absorción de GEISLER (E), que contiene ácido sulfúrico concentrado para desecar el gas que pasa al próximo tubo de GEISLER (F), unido a (E) y que contiene la disolución concentrada de hidróxido potásico. El tubo (F) se conecta a un tercer tubo de GEISLER (G), que contiene ácido sulfúrico concentrado para la absorción de la humedad proveniente de (F). Por último se une

a (G) un cuarto tubo de GEISSLER (H) que contiene también ácido sulfúrico, con el fin de impedir que el tubo (G) pueda absorber humedad del aire. Se conecta (H) a un aspirador. Algunos analistas prefieren reemplazar el tubo (F) por dos tubos en U que contengan cal sodada granulada.



Aparato de Knorr para la determinación del anhídrido carbónico.

Modo de operar.—Se ponen en el matraz (A) de 0,5 a 10 gr. de la muestra (según el contenido de anhídrido carbónico), debiendo estar aquél perfectamente seco. Se cierra el matraz con el dispositivo que lleva el embudo y tubo de conexión con el aparato de absorción. Se pesan separadamente los tubos de GEISSLER (F) y (G), insertándolos en el aparato. Si se emplean dos tubos de cal sodada, se pesan separadamente y se llena nuevamente el primero cuando el segundo aumenta apreciablemente de peso. Se llena casi completamente el embudo (B) con ácido clorhídrico diluído (5 + 4) y se coloca el tubo de cal sodada (C). Se aspira aire a través de los tubos de GEISSLER a la velocidad aproximada de dos burbujas por segundo. Se abre la llave del embudo, haciendo que penetre lentamente el ácido en el ma-

traz, teniendo cuidado de que el desprendimiento del gas sea tan gradual que no aumente apreciablemente la corriente que pasa a través de los tubos de GEISSLER.

Una vez que se ha introducido todo el ácido se cierra la llave de (B), continuando la aspiración y se calienta gradualmente el contenido del frasco hasta ebullición. Puede quitarse el tubo de aspiración mientras se calienta el matraz, aunque muchos analistas prefieren aspirar durante toda la operación cuando se usan juntas de vidrio esmerilado. Se continúa la ebullición durante unos minutos después de que el agua ha comenzado a condensarse en (D); una vez alcanzada esta fase, se quita la llama, se abre la llave de (B), y se deja que el aparato se enfríe, continuando la aspiración. Se quitan los tubos de absorción (F) y (G), y se pesan. El aumento de peso se debe al anhídrido carbónico.

b) TER MEULEN [4, 5, 15].

Omito la descripción del aparato de combustión y de la técnica operatoria para suelos, por figurar ambos con todo detalle en publicaciones españolas; por esto sólo hago referencia a una modificación del horno, debida a SPITHOST. Se compone de un bloque de aluminio ($5 \times 12 \times 21$ cm.) que contiene tres tubos de combustión paralelos y que se calienta a $350-400^{\circ}$ C.

Los tubos están rodeados por anillos de latón, unidos por una tira del mismo metal y se mantienen a 100° C.

Los suelos no calizos se calcinan durante treinta minutos, y los calizos, durante unos noventa minutos.

MÉTODO DE COMBUSTIÓN HÚMEDA SEGÚN NORMAN ASHWELL CLARK Y CLYDE L. OGG [6].

Fundamento del método.—La oxidación del carbono se realiza por $K_2Cr_2O_7$ en una mezcla de H_2SO_4 y H_3PO_4 . Se aumenta la velocidad de la oxidación, agregando H_2O_2 . El CO_2 producido se mide, recogéndolo en un matraz de absorción en el que se ha hecho el vacío,