

Metodo XIII.2

Determinazione della capacità di scambio cationico con bario cloruro e trietanolammina

XIII.2.1. Principio

Il campione di suolo viene monosaturato con bario per ripetuti trattamenti con soluzione di bario cloruro a pH 8,2. Successivamente, al campione Ba-saturato viene aggiunta più volte una quantità definita di una soluzione a titolo noto di magnesio solfato. La reazione porta alla formazione di bario solfato insolubile e, quindi, allo scambio completo Ba/Mg. L'eccesso di magnesio in soluzione viene determinato per titolazione complessometrica. Calcolata la quantità di magnesio adsorbito, che corrisponde alla quantità di bario scambiato, si accerta il valore della capacità di scambio cationico.

XIII.2.2. Reagenti

Soluzione di ammonio idrossido [(30%) (p = 0,892)].

Soluzione (1 mole • L⁻¹) acido cloridrico

Aggiungere con cautela, in matraccio tarato da 1000 mL, contenente circa 400 mL di H₂O, 83 mL di acido cloridrico (HCl) [37% (p = 1,186)]. Mescolare e, dopo raffreddamento, portare a volume con H₂O.

Soluzione di bario cloruro a pH 8,2

Trasferire in bicchiere da 1000 mL, contenente circa 800 mL di H₂O, 100 g di bario cloruro (BaCl₂ • 2 H₂O) e 22,5 mL di trietanolammina [N(CH₂OHCH₂)₃] [98% (p = 1,124)]. Agitare fino a completa solubilizzazione del sale e portare il valore di pH a 8,2 per aggiunta della soluzione (1 mole • L⁻¹) di acido cloridrico. Trasferire la soluzione in matraccio tarato da 1000 mL e portare a volume con H₂O.

Soluzione (5 cmoli • L⁻¹) di magnesio solfato

Sciogliere in H₂O, in matraccio tarato da 1000 mL, 12,324 g di magnesio solfato (MgSO₄ • 7 H₂O). Portare a volume con H₂O.

Soluzione (2,5 cmoli • L⁻¹) di sale bisodico dell'acido etilendiamminotetracetico (EDTA)

Sciogliere in H₂O, in matraccio tarato da 1000 mL, 9,305 g di sale bisodico dell'acido etilendiamminotetracetico (EDTA). Portare a volume con H₂O.

Soluzione tampone a pH 10

Sciogliere in matraccio tarato da 1000 mL, contenente circa 500 mL di H₂O, 54 g di ammonio cloruro. Aggiungere 350 mL di soluzione di ammonio idrossido [(30%) (p = 0,892)]. Portare a volume con H₂O.

Indicatore

Omogeneizzare, in mortaio di porcellana, 20 g di sodio cloruro e 0,2g di nero eriocromo T (C₂₀H₁₂N₃NaO₇S).

XIII.2.3. Apparecchiatura

Attrezzatura da laboratorio di uso comune. In particolare:

- Agitatore rotante a 40 giri • minuto⁻¹ o agitatore oscillante 120-140 cicli – minuto⁻¹.
- Centrifuga.
- Tubi da centrifuga da 50 mL con tappo a vite.

XIII.2.4. Procedimento

Trasferire in tubo da centrifuga da 50 mL con tappo a vite 2 g del campione di terra fine. Rilevare la massa del tubo + il campione (A). Nel caso di suoli molto argillosi utilizzare 1 g del campione di terra fine.

Aggiungere 25 mL della soluzione di bario cloruro (BaCl₂ • 2 H₂O) a pH 8,2. Chiudere il tubo. Tenere in agitazione per 1 ora.

Centrifugare a 3000 giri • minuto⁻¹ e decantare la soluzione limpida in un matraccio tarato da 100 mL. Ripetere il trattamento altre due volte trasferendo le soluzioni limpide nello stesso matraccio da 100 mL. Portare a volume con la soluzione di bario cloruro (BaCl₂ • 2 H₂O) a pH 8,2. Utilizzare questa soluzione (I) per la determinazione dell'acidità totale (Metodo XIII.3).

Lavare il campione con 30 mL di H₂O, centrifugare, e, dopo avere scartato il surnatante, rilevare nuovamente la massa del tubo + il campione (B).

Prelevare con buretta di precisione e trasferire nel tubo da centrifuga 25 mL della soluzione (5 cmoli · L⁻¹) di magnesio solfato. Chiudere il tubo e agitare a mano accuratamente fino a dispersione completa del campione. Tenere in agitazione per 5 minuti e, quindi, centrifugare.

Prelevare e trasferire in matraccio conico di Erlenmeyer da 250 mL 10 mL della soluzione limpida, aggiungere 100 mL di H₂O, 10 mL della soluzione tampone a pH 10 ed una punta di spatola di indicatore.

Preparare la soluzione della prova in bianco trasferendo in matraccio conico di Erlenmeyer da 250 mL 100 mL di H₂O, 10 mL della soluzione (5 cmoli · L⁻¹) di magnesio solfato, 10 mL della soluzione tampone a pH 10 e una punta di spatola dell'indicatore.

Titolare la soluzione della prova in bianco e quella del campione con la soluzione (2,5 cmoli · L⁻¹) di EDTA fino a colorazione azzurra.

XIII.2.5. Espressione dei risultati

La capacità di scambio cationico (CSC) viene espressa in centimoli per kg di suolo (cmol · kg⁻¹) o in millequivalenti per 100 g di suolo (meq · 100 g⁻¹), con una cifra decimale. I due valori risultano numericamente uguali.

Per il calcolo viene utilizzata l'espressione:

$$\text{CSC} = \frac{(V_B - V_T) \cdot 0,25 - (25 + B + A) \cdot 2}{m}$$

che deriva da:

$$\text{CSC} = \frac{(V_B - V_A) \cdot M \cdot 1000 \cdot 25 \cdot (25 + B - A) \cdot 2}{m \cdot 1000 \cdot 10 \cdot 25}$$

dove:

CSC = capacità di scambio cationico, espressa in cmol₍₊₎ · kg⁻¹

V_A = volume della soluzione di EDTA utilizzato per la titolazione della soluzione del campione, espresso in millilitri
 V_B = volume della soluzione di EDTA utilizzato per la titolazione della soluzione della prova in bianco, espresso in millilitri
 A = massa del tubo da centrifuga + il campione, espressa in grammi
 B = massa del tubo da centrifuga + il campione dopo saturazione con soluzione di bario cloruro, centrifugazione e lavaggio con H_2O 25 mL/10 mL = rapporto volumetrico
 M = concentrazione della soluzione di EDTA, espressa in $cmoli \cdot L^{-1}$ m = massa del campione utilizzata, espressa in grammi.
 2 = fattore di conversione

XIII.2.6. Note

Nel rapporto d'analisi specificare il metodo utilizzato.

Per i suoli ricchi in gesso e per quelli ad elevato contenuto di calcare o di magnesio, bisogna far precedere allo scambio ripetuti trattamenti con una soluzione

(1 $moli \cdot L^{-1}$) di ammonio acetato a $pH = 7$.

Il metodo non è utilizzabile per suoli caratterizzati da elevato contenuto di allofane per il possibile adsorbimento preferenziale di ioni solfato e, a mezzo di questi, di ioni magnesio. Per questo tipo di suoli il valore della capacità di scambio cationico risulta molto inferiore a quello accertato con l'impiego di soluzione di ammonio acetato.

Per la sola determinazione delle basi di scambio non è necessario rilevare le masse del tubo da centrifuga + il campione. Il procedimento è concluso dopo l'ultimo trattamento con soluzione di bario cloruro.

Posizione Italiana

Metodo Ufficiale n° XIII.2
 Supplemento Ordinario G.U. n° 248
 del 21.10.1999

Posizione Internazionale

ISO 11260