

## **Esercitazione 5: DETERMINAZIONE DEL CALCARE ATTIVO IN UN TERRENO (TITOLAZIONE REDOX)**

### **Introduzione:**

Il calcare attivo rappresenta l'aliquota di calcare dotata di maggiore reattività, in relazione alla dimensione dei cristalli ed alla loro struttura; esso influenza la disponibilità di fosforo e ferro formando con essi dei composti fortemente insolubili e non assimilabili dalla pianta.

E' convenzionalmente dosato a freddo con ammonio ossalato in eccesso.

E' necessario che la vetreria impiegata durante l'analisi sia esente da calcare. Per ottemperare a tale esigenza si consiglia di lavare il materiale con soluzioni di acidi diluiti e successivamente risciacquare con acqua distillata.

### **Reattivi:**

250 mL di soluzione  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  0.2 N (14.212g/L),  $\text{KMnO}_4$  0.1N,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1+4, soluzione 1 M di KCl

**Vetreria:** una buretta da 50 mL, una beuta da 250 mL, una spruzzetta di acqua deionizzata, un imbuto

**Strumentazione:** piastra riscaldante, pipetta automatica, bilancia analitica, pH-metro

## Procedura

- Trasferire in una beuta da 250 ml 4 g di terra fine setacciata a 2 mm (accuratezza  $\pm 0.001\text{g}$ ). Annotare la massa.
- Aggiungere, esattamente misurati (buretta), 100 ml di  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  0.2N.
- Agitare su agitatore rotativo per 2 ore. (per esigenze didattiche limitare l'agitazione a 45 minuti).
- Filtrare la sospensione su filtro a pieghe raccogliendo almeno 40-50 ml di soluzione.
- Prelevare, esattamente misurati, (pipetta) 10 ml di filtrato e trasferirli in un becher da 400 ml.
- Aggiungere 10 ml (cilindro) di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1+4 e 70 ml (cilindro) di acqua distillata.
- Riempire una buretta con la soluzione di  $\text{KMnO}_4$  0.1N
- Scaldare su piastra elettrica a  $60^\circ\text{C} - 70^\circ\text{C}$  (servirsi di un termometro).
- Titolare l'eccesso di  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  fino a colore debolmente rosa e persistente. (All'inizio la reazione prosegue lentamente, per cui con i primi ml di  $\text{KMnO}_4$  si ha la colorazione della soluzione; si noterà comunque che non è persistente per cui non va confusa con il punto di equivalenza stechiometrica della titolazione).
- Ripetere la titolazione altre due volte
- Verificare il pH del terreno: Trasferire 10 g di terreno in una provetta da 50mL, aggiungere una soluzione 1 M di KCl fino al volume di 25 ml, centrifugare, misurare il pH del liquido surnatante.

## Controllo del “bianco”

- Prelevare, esattamente misurati, 10 ml di  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  0.2N e trasferirli in un becher tarato da 400 ml.
- Aggiungere 10 ml (cilindro) di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1+4 e 70 ml (cilindro) di acqua distillata.
- Riempire una buretta con la soluzione di  $\text{KMnO}_4$  0.1N
- Scaldare su piastra elettrica a  $60^\circ\text{C} - 70^\circ\text{C}$  (servirsi di un termometro).
- Titolare fino a colore debolmente rosa e persistente.
- Annotare il volume di  $\text{KMnO}_4$  0.1N impiegato nella titolazione. Si ritiene che operando con adeguata precisione si possa considerare come accettabile un risultato che non differisca dal valore vero (20 ml), desunto dalle concentrazioni dei reattivi impiegati, per  $\pm 1$  ml. In caso contrario ripetere la titolazione e se necessario ripetere tutta l'analisi.

## Stesura della relazione di lavoro:

Il contenuto di calcare attivo è espresso in g CaCO<sub>3</sub>/100 g di terreno.

$$C = ((A - B)/1000) \cdot N/2 \cdot MM \text{ CaCO}_3 \cdot (V1/V2) \cdot (100/M)$$

dove

C = contenuto di *calcare attivo*, espresso in g CaCO<sub>3</sub>/100 g di terreno

A = volume della soluzione di KMnO<sub>4</sub> utilizzato per la titolazione della prova in bianco, espresso in millilitri

B = volume della soluzione di KMnO<sub>4</sub> utilizzati per la titolazione della prova con il suolo, espresso in millilitri

N = normalità della soluzione di KMnO<sub>4</sub>

V1 = volume iniziale della soluzione di ammonio ossalato

V2 = volume della soluzione del campione utilizzato per la titolazione con KMnO<sub>4</sub>

M = massa del campione di terra fine utilizzato per l'analisi, espressa in grammi.

Giudizio	Calcare attivo %
scarso	<0,5
medio	0,5-2
buono	2-5
ricco	5-10
molto ricco	10-15
molto elevato	>15

Tabella 5.3 - Classi di terreno in base al contenuto % di calcare attivo secondo lo schema interpretativo ARPAV