

MUESTREO Y CANTIDAD DE ENSAYOS DEL CEMENTO HIDRÁULICO

INV E – 301 – 13

1 OBJETO

- 1.1 Esta norma establece procedimientos para el muestreo y para la determinación de la cantidad de ensayos del cemento hidráulico luego de su fabricación, cuando está listo para la venta al público.
- 1.2 Esta norma reemplaza la norma INV E-301-07.

2 DEFINICIONES

- 2.1 *Lote (de cemento)* – Cantidad específica de cemento disponible para inspección en un instante dado. Un lote puede estar conformado por uno o más silos de almacenamiento que han sido llenados consecutivamente. También, puede ser el contenido de una o más unidades de transporte representativas del cemento extraído del mismo silo de almacenamiento.
- 2.2 *Frecuencia reducida de ensayos* – Programa de ensayos que permite evaluar un lote de cemento a partir de solo dos muestras extraídas y preparadas para una frecuencia normal de ensayo. El programa emplea factores de probabilidad y está diseñado de manera que, cuando los resultados de las dos muestras cumplen con los requisitos del programa, se puede afirmar con un grado de confiabilidad de 95 % que menos del 5 % de las muestras se encuentran por fuera de los límites establecidos.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1 Los procedimientos de muestreo descritos en esta norma tienen como fin la extracción de muestras de cemento hidráulico, después de su fabricación y cuando está listo para la venta al público. No son procedimientos de muestreo orientados hacia propósitos de control de calidad durante la fabricación. Los procedimientos de ensayo descritos establecen la cantidad de ensayos por realizar y proporcionan una guía para determinar la conformidad o no conformidad de los cementos con los requerimientos de las especificaciones de compra.

- 3.2** Esta norma se refiere al procedimiento para el muestreo de cementos ajustados a las especificaciones ASTM C 91 (cemento para albañilería), C 150 (cemento portland), C 595 (cemento hidráulico adicionado), C 845 (cemento hidráulico expansivo), C1328 (cemento plástico para estuco), C 1329 (mortero cemento) y C 1157 (cemento hidráulico basado en una especificación de comportamiento).
- 3.3** La mayoría de los códigos y especificaciones de construcción requieren que el cemento hidráulico a usar en las obras cumpla los requisitos aplicables de las especificaciones relevantes de compra, tales como las ASTM C 91, C 150, C 595, C 845, C 1328, C 1329 y C 1157. Si el código o las especificaciones requieren el muestreo del cemento manufacturado, se aplican las disposiciones mencionadas en el numeral 3.4. Es poco el cemento que se vende sobre la base de dicho muestreo y ensayo. La norma ACI 225.1R contiene un análisis de utilidad sobre el muestreo y ensayo del cemento.
- 3.4** Los procedimientos cubiertos por esta norma pueden ser realizados por o para un comprador de cemento hidráulico que emplea un código o especificación que requiere el muestreo y ensayo para establecer si las muestras cumplen la especificación aplicable. Los ensayos se realizan empleando métodos especificados para determinar si con las muestras de ensayo se obtienen resultados que cumplen la especificación y que sirvan como base para la aceptación o el rechazo del lote representado por el material muestreado.
- 3.5** Ni se intenta ni se requiere que todos los cementos sean verificados usando todos los métodos de ensayo normalizados sobre el cemento.

4 TIPOS, TAMAÑO DE LAS MUESTRAS E INDICACIÓN DE QUIÉN LAS DEBE TOMAR

- 4.1** Una muestra simple al azar es una muestra obtenida en una banda transportadora, un almacenamiento a granel o de un despacho a granel en una sola operación. También se puede llamar muestra simple al azar la obtenida durante un intervalo de diez minutos empleado un dispositivo automático que muestrea continuamente una corriente de cemento. Las muestras al azar tomadas a intervalos prescritos durante cierto tiempo se pueden combinar para formar una muestra compuesta, representativa del cemento producido durante dicho lapso.
- 4.2** Todas las muestras, simples o compuestas, deben tener una masa mínima de 5 kg (10 lb).

- 4.3** El comprador puede designar un representante que supervise el muestreo, el empaque y el transporte de las muestras, cuando ello esté especificado en el contrato de compra.
- 4.4** Las muestras se deben empacar en recipientes impermeables y herméticos, numerados consecutivamente en el mismo orden en que ellas se han tomado. El contrato de compra debe establecer quién paga el muestreo, el empaque y el transporte de las muestras.

Nota 1: Se ha encontrado que los recipientes de cloruro de polivinilo (PVC) afectan ocasionalmente el potencial de inclusión de aire del cemento. Este mismo problema se puede presentar con recipientes hechos con otros plásticos.

5 REQUISITOS DE TIEMPO PARA LA CULMINACIÓN DE LOS ENSAYOS

- 5.1** Cuando los ensayos sobre el cemento hidráulico se hacen en un laboratorio diferente al laboratorio de la fábrica productora, se deben coordinar entre el comprador, el fabricante y el laboratorio que va a ensayar las muestras, el programa de muestreo, el tiempo para el transporte de las muestras y el programa de ensayo de las muestras, con el fin de que los resultados de los ensayos estén disponibles cuando se requiera.
- 5.2** El fabricante debe tener disponible el cemento para realizar la toma de muestras para ensayo con suficiente anticipación a la fecha en que se requieran los resultados, con el fin de que existan los intervalos de tiempo mínimos aplicables indicados en el numeral 5.3.
- 5.3** Cuando lo anterior se ha realizado, el laboratorio deberá suministrar los resultados de los ensayos en un lapso no mayor al número de días indicado en la Tabla 301 - 1, contado desde la toma de las muestras.

Tabla 301 - 1. Tipos de ensayo y tiempo requerido para entregar los resultados

MÉTODOS DE ENSAYO ASTM	TIEMPO ENTRE EL MUESTREO Y LA ENTREGA DE RESULTADOS, DÍAS
C109 (resultados a 1 día), C114, C115, C151, C185, C191, C202, C451, C265, C266, C563	8
C109 (resultados a 3 días)	10
C109, C186 (resultados a 7 días)	14
C227, C452 y C1012 (resultados a 14 días)	21
C109 y C186 (resultados a 28 días)	35
C157 (resultados a 34 días)	41
C227 (resultados a 56 días)	63
C227 (resultados a 91 días)	98

6 TOMA DE MUESTRAS

6.1 Las muestras se extraerán por alguno de los métodos aplicables que se describen en esta Sección.

6.1.1 *De la banda transportadora que alimenta los silos de material a granel*

– Se debe tomar una muestra de ensayo simple, de no menos de 5 kg (10 lb), a intervalos aproximados de 6 horas.

6.1.2 *Muestreo en operaciones de transferencia* – Se toma la muestra de cemento almacenado cuando éste está siendo transferido de un silo a otro. En este caso, se debe tomar una muestra simple de la corriente de transferencia por cada 360 Mg de cemento, o fracción, pero no se deben tomar menos de dos muestras simples para combinarlas en una compuesta.

6.1.3 *Otros métodos de muestreo* – Cuando no es aplicable ninguno de los métodos anteriores, se pueden obtener muestras empleando alguno de los siguientes métodos, si lo autoriza el comprador:

6.1.3.1 *De los silos de material a granel, en sus puntos de descarga* – Se extrae el cemento del orificio de descarga cuando se encuentre en un estado de flujo continuo, hasta obtener la totalidad de la muestra. Se estima la cantidad de cemento a retirar de un orificio de descarga, en Mg, como $0.055d^3 \times 0.2$, donde d es la profundidad, en metros, del cemento por encima del orificio de descarga. Si el silo de donde se toma la muestra de cemento es alto y circular, las muestras se deben tomar de un solo orificio. Si se trata de depósitos rectangulares de baja altura que contengan una cantidad de cemento superior a 1100 Mg, el número de orificios de donde se tomarán las muestras será tal, que para ningún orificio el número de muestras tomadas a través suyo, representará más de la mitad del contenido del depósito, ni más de 1800 Mg. Durante el muestreo en los puntos de descarga, mientras fluye el cemento por las aberturas de descarga, las muestras se deben tomar a intervalos tales, que se obtengan por lo menos dos muestras simples por cada 360 Mg de cemento almacenado en el silo.

6.1.3.2 *De los silos de material a granel y de los depósitos de transporte a granel por medio un tubo tomamuestras ranurado* – Si la altura del cemento contenido en el depósito no sobrepasa 2.1 m (7 pies) las muestras se podrán extraer por medio de un sacamuestras

ranurado, similar al que se muestra en la Figura 301 - 1. Esta herramienta deberá tener una longitud comprendida entre 1.5 y 1.8 m (5 y 6 pies), un diámetro exterior de unos 35 mm (1 3/8"), y estará formada por dos tubos telescópicos de bronce pulido, con ranuras de registro que se abren o cierran al girar el tubo interior con respecto al exterior, el cual debe terminar en una punta aguda para facilitar su penetración. Con el fin de que las muestras sean representativas del cemento bajo consideración, se deberán obtener eligiendo puntos bien distribuidos y a diferentes profundidades de la masa de cemento.

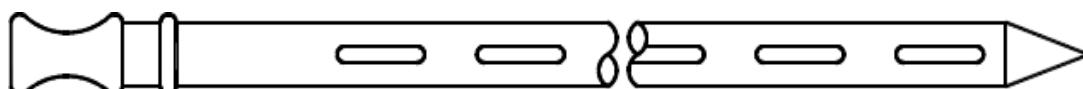


Figura 301 - 1. Tomamuestras ranurado para cemento a granel

6.1.3.3 De cemento empacado, por medio de un tubo muestreador –
 El tubo muestreador mostrado en la Figura 301 - 2 se inserta diagonalmente por la válvula de llenado del saco, teniendo la precaución de tapar con el dedo pulgar el orificio de ventilación del tubo al realizar esta operación. Luego se extrae el sacamuestras. Se debe extraer una muestra de un saco por cada 4.5 Mg o fracción.

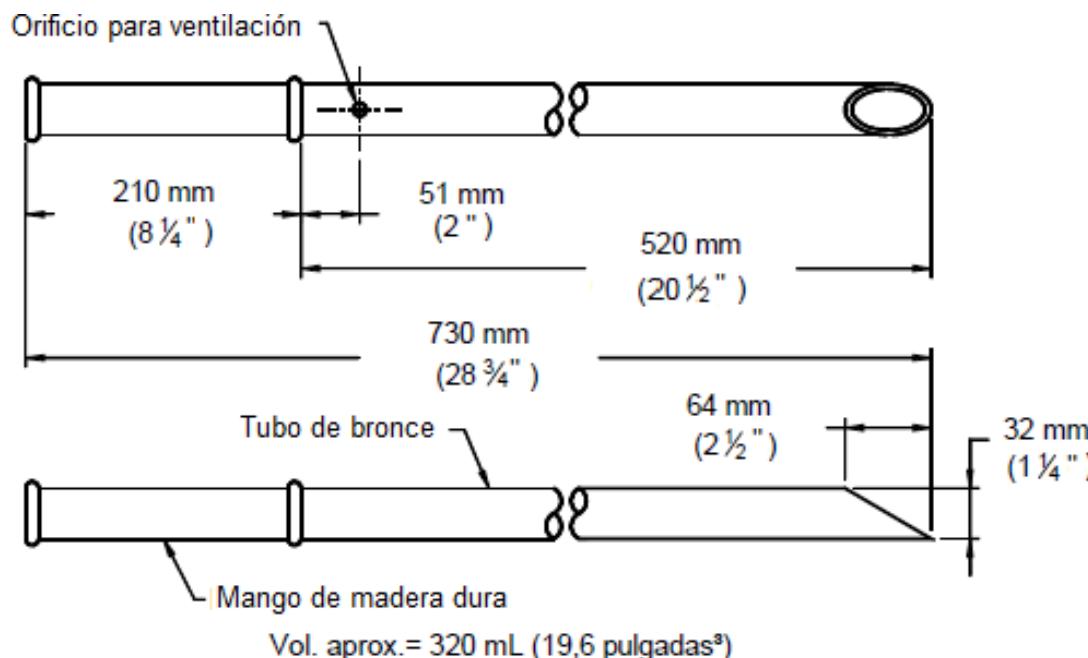


Figura 301 - 2. Tubo muestreador para cemento empacado

6.1.3.4 De vehículos de transporte de material a granel:

- a) *Despachos individuales* – Si solo se está cargando un camión y la carga es continua y de la misma procedencia, se toma una sola muestra de 5 kg (10 lb). Si, por el contrario, la muestra no es continua o la procedencia es desconocida se deben combinar cinco o más porciones de diferentes puntos de la carga formar la muestra de ensayo.
 - b) *Despachos múltiples* – Cuando el despacho esté constituido por varios vehículos de transporte cargados el mismo día con cemento de la misma procedencia, se deberá tomar una muestra por cada 90 Mg de cemento o fracción, pero no menos de dos muestras. El cemento representado por tales muestras se considera como un lote, y éstas se ensayarán de acuerdo con el procedimiento descrito en la Sección 8.
- 6.2 Protección de las muestras** – Inmediatamente después de su extracción, las muestras se deben colocar en recipientes herméticos de los cuales se pueda eliminar el exceso de aire, con el fin de evitar absorción de humedad y aireación. Si se depositan en envases de hojalata, se debe asegurar el llenado total de envase y su sellado inmediato. Si se emplean bolsas impermeables multipliego o de plástico, deberán ser suficientemente fuertes para evitar roturas y deberán poderse sellar inmediatamente después de llenarlas, de manera que se elimine el exceso de aire en la muestra y se evite la absorción de humedad y la aireación de ella. Las muestras se deberán preparar como se describe en la Sección 7.

7 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 7.1** Con el fin de mezclar la muestra, deshacer los grumos y extraer todos los materiales extraños antes del ensayo, el cemento se deberá pasar a través del tamiz de 850 µm (No. 20) u otro que tenga aproximadamente el mismo tamaño de aberturas. Se descartarán las materias extrañas y los grumos endurecidos que no se deshagan mientras se tamiza la muestra o se cepilla el tamiz. El cemento resultante se guardará en recipientes herméticos e impermeables, para evitar aireación y absorción de humedad antes del ensayo.

8 CANTIDAD DE ENSAYOS

- 8.1** *Generalidades* – Cuando sea necesario, el comprador debe especificar la cantidad de ensayos de calor de hidratación (ASTM C 186), reactividad con los álcalis (ASTM C 227) y resistencia a los sulfatos (ASTM C 1012). Se deben realizar todos los demás ensayos sobre las muestras simples o compuestas escogidas, de acuerdo como se indica en el numeral 8.4. Solo se deben realizar los ensayos exigidos por la especificación aplicable.
- 8.2** *Frecuencia normal de ensayos* – El número de muestras a ensayar se determina de acuerdo con la Tabla 301 - 2. Se debe usar la frecuencia normal de ensayos bajo las siguientes condiciones:
- 8.2.1** Antes de establecer el historial de calidad.
 - 8.2.2** Cuando no se hayan ensayado muestras del mismo molino durante más de un año.
 - 8.2.3** Cuando el historial de calidad se basa enteramente en datos de más de dos años de antigüedad.
 - 8.2.4** Cuando se considere necesario recalcular los límites críticos debido a una falla en el control mostrada en el gráfico de control del rango.

Nota 2: Las muestras simples al azar tomadas en momentos inapropiados, como inmediatamente después de la reparación o recalibración de la maquinaria de fabricación, o en sitios inadecuados, como material de la parte superior del vehículo de transporte, no reflejan correctamente las propiedades del cemento y no se deben emplear como base para la aceptación o el rechazo de un lote.

- 8.3** *Frecuencia reducida de ensayos* – Despues de establecido un historial de calidad, los ensayos se realizan con una frecuencia reducida. Si los resultados de estos ensayos están dentro del rango crítico, se deberán realizar ensayos adicionales (para un total de ensayos igual al de la frecuencia normal mostrada en la Tabla 301 - 2).

Nota 3: Cuando el historial de calidad indique que los resultados de un requisito dado están posiblemente en el rango crítico, y se produzca una demora sustancial en la terminación de los ensayos por realizar pruebas adicionales (por ejemplo, de resistencia a la compresión), puede resultar deseable realizar los ensayos a la frecuencia normal, en lugar de hacerlo con la frecuencia reducida.

Tabla 301 - 2. Número de muestras por ensayo

TAMAÑO DEL LOTE (NÚMERO DE MUESTRAS)	NÚMERO DE ENSAYOS	
	FRECUENCIA NORMAL	FRECUENCIA REDUCIDA
2	2	2
3	3	2
4 a 10	4	2
11 a 20	6	2
Más de 20	8	2

8.4 *Selección de muestras para ensayo* – Las muestras para los ensayos de cada lote se toman por algún método aleatorio. Se sugiere el siguiente: se coloca en una bolsa un grupo de fichas numeradas consecutivamente igual al número de muestras y se revuelven. Luego, se sacan las fichas de la bolsa de una en una, hasta que el número de fichas retirado sea igual al número de muestras que se van a ensayar con frecuencia normal. Si los ensayos se van a realizar con frecuencia reducida, se revuelven las fichas que se han sacado de la bolsa y se eligen dos al azar para seleccionar los números de las muestras que se van a ensayar.

8.5 *Establecimiento del historial de calidad y de gráficos de control:*

8.5.1 *Historial de calidad* – El historial de calidad debe representar tanto al cemento de la misma procedencia como al cemento que se va a ensayar, y se debe basar en resultados de una antigüedad no mayor de dos años. Deben estar disponibles los resultados de ensayo de no menos de 40 muestras, que representen un mínimo de 7 lotes de cemento. Las muestras de ensayo deben cumplir con lo establecido en esta norma. Una pareja debe estar conformada por dos muestras de ensayo de un mismo lote, en secuencia numérica. Se pueden usar varias parejas de un mismo lote, cuando estén disponibles. El número de muestras de parejas que representan un gran lote se puede reducir así: de un grupo de muestras numeradas consecutivamente, que representan un lote completo, se selecciona un subgrupo por algún método aleatorio. Se ordena el subgrupo en secuencia numérica y luego se forman parejas en el orden de numeración. Se calcula el rango para cada pareja de resultados de ensayo (diferencia entre los resultados de ensayo de una pareja). Se totalizan los rangos y se divide esta suma por el número total de rangos usados para obtener el rango

promedio \bar{r} . Luego, se calcula \bar{r} para cada propiedad química y física establecida en las especificaciones.

- 8.5.2 Límite crítico** – Se calcula el límite crítico “C”, para cada propiedad física y química establecida por las especificaciones, así: primero se multiplica el rango promedio \bar{r} por el factor de probabilidad 2.49; este producto es un número que, por conveniencia, se llama “d”. Si el requisito tiene un límite máximo especificado, “C” se obtiene sustrayendo “d” del límite especificado y, si existe un límite mínimo, se suma “d” al límite especificado. Se deben mantener gráficos del historial de calidad.

Nota 4: Pueden resultar mejores estimativos del rango promedio \bar{r} y, consecuentemente de C, si no se redondean los resultados de los ensayo. Por ejemplo, el resultado de ensayo 21.78 % para SiO₂ es preferible que 21.8 %. Para la finura, es preferible el valor 3243 que el valor aproximado 3240.

- 8.5.3 Gráficos de control del rango** – Se mantiene un gráfico de control del rango para indicar cuándo se requiere recalcular el límite crítico. Se multiplica \bar{r} que se obtuvo en el numeral 8.5.2 por el factor de probabilidad 3.267 para obtener el límite superior de control para el rango entre cada par consecutivo de resultados de ensayo. La escala horizontal del gráfico son grupos sucesivos de pares de resultados y la escala vertical representa el rango. Donde el gráfico del rango indique una falta de control (puntos por fuera del límite superior de control), puede ser necesario recalcular el límite crítico C. Se consideran causas para recalcular el límite crítico, la ocurrencia de dos puntos consecutivos por fuera del límite superior de control de rango, o la ocurrencia de tres puntos por fuera del límite superior de control en una serie de 5 puntos consecutivos. Cuando es necesario recalcular el límite crítico, se suspende la frecuencia reducida de ensayos hasta que se establezca un nuevo historial de calidad.

Nota 5: Ejemplos del cálculo de “ \bar{r} ”, “d” y de los gráficos del historial de calidad y de control del rango, se muestran en la Tabla 301 - 3 y en las Figuras 301 - 3 y 301 - 4. Los límites especificados en estos ejemplos son hipotéticos.

- 8.5.4** Cuando el cemento hidráulico muestreado cumple la especificación ASTM C 150 (cemento portland), y el fabricante ha escogido la opción del cemento optimizado SO₃ descrita en la Tabla 1, nota al pie D de dicha especificación, el límite crítico descrito en el numeral 8.5.2 usando la especificación límite para SO₃, no es aplicable. Los numerales 8.5.2 y 8.5.3 referentes al cálculo del límite crítico, no se requieren para el SO₃ en este caso.

- 8.5.5** Cuando el cemento hidráulico muestreado cumple la especificación ASTM C 595 (cemento hidráulico adicionado), y el fabricante ha escogido la opción del cemento optimizado SO₃ descrita en la Tabla 1, nota al pie A de dicha especificación, el límite crítico descrito en el numeral 8.5.2 usando la especificación límite para SO₃, no es aplicable. Los numerales 8.5.2 y 8.5.3 referentes al cálculo del límite crítico, no serequieren para el SO₃ en este caso.
- 8.6** *Informe de los ensayos realizados a una frecuencia normal* – Cuando los ensayos se realicen a la frecuencia normal, se informa que el cemento cumple la especificación, si satisface los requisitos de ella, y se reporta que no las cumple, si no satisface cada uno de los requisitos especificados.
- 8.7** *Informe de los ensayos realizados con frecuencia reducida* – Cuando los ensayos se realizan con frecuencia reducida, se informa que el cemento cumple la especificación, si el promedio de los resultados de los ensayos está más alejado del límite especificado que del límite crítico. Si el promedio de los resultados de uno o más requisitos está entre el límite crítico y el límite especificado, se ensayan muestras adicionales (hasta igualar el número de ensayos con frecuencia normal) para dicho requisito, y si al cumplir estos ensayos adicionales, todos los resultados satisfacen los requisitos especificados, se informa que el cemento cumple la especificación. Si algún resultado de un ensayo no cumple con el requisito respectivo, se informa que el cemento no está conforme con los requisitos respectivos.
- 8.8** Cuando se informe que un cemento no cumple los requisitos de la especificación, se deben indicar en el informe el requisito que no se cumple y el límite especificado.

9 INCUMPLIMIENTOS Y REPETICIÓN DE ENSAYOS

- 9.1** Si algún resultado de ensayo no cumple un requisito especificado, el lote de cemento no se reportará como inapropiado, a menos que su incumplimiento se confirme con una prueba nueva indicada a continuación.
- 9.2** Un reensayo es una prueba adicional sobre cierta propiedad, que se hace cuando el ensayo inicial de tal propiedad produce un resultado que no cumple con el requisito de la especificación. Un reensayo puede consistir en una sola determinación o en una serie de determinaciones de réplica.

Tabla 301 - 3. Resultados de ensayo de cemento tipo I de bajo contenido de álcalis

Lote No.	Muestra No.	Álcalis %	Rango %	Resistencia a 7 días		Rango	
				Promedio de 3 especímenes	MPa	lb/pg ²	MPa
88	1	0.58		35.5	(5150)		
	13	0.61	0.03	37.0	(5358)	1.44	(208)
	17	0.57		32.2	(4675)		
	21	0.55	0.02	33.1	(4800)	0.86	(125)
91	1	0.55		32.0	(4633)		
	5	0.55	0.00	33.9	(4917)	1.95	(283)
	13	0.57		34.3	(4975)		
	21	0.54	0.03	35.2	(5108)	0.92	(133)
98	5	0.55		33.8	(4896)		
	13	0.56	0.01	34.2	(4957)	0.42	(61)
	17	0.56		35.4	(5133)		
	21	0.56	0.00	36.3	(5267)	0.92	(133)
106	5	0.42		35.6	(5158)		
	13	0.45	0.03	34.1	(4950)	1.44	(208)
	17	0.47		33.3	(4832)		
	21	0.39	0.08	32.6	(4728)	0.72	(104)
107	4	0.47		34.1	(4938)		
	8	0.46	0.01	34.8	(5042)	0.72	(104)
	12	0.40		32.3	(4683)		
	20	0.41	0.01	33.7	(4892)	1.44	(208)
111	4	0.45		36.1	(5233)		
	8	0.44	0.01	36.9	(5350)	0.80	(117)
	12	0.41		35.6	(5163)		
	20	0.40	0.01	36.2	(5246)	0.57	(83)
112	3	0.45		36.8	(5333)		
	7	0.48	0.03	34.2	(4958)	2.59	(375)
	15	0.48		34.5	(4996)		
	19	0.49	0.01	35.3	(5113)	0.80	(117)
113	2	0.49		34.0	(4937)		
	15	0.46	0.03	33.1	(4803)	0.92	(133)
	20	0.47		34.4	(4994)		
	24	0.49	0.02	34.0	(4925)	0.48	(69)
120	1	0.46		32.5	(4717)		
	6	0.46	0.00	33.2	(4814)	0.67	(98)
	11	0.46		32.2	(4675)		
	21	0.46	0.00	33.2	(4808)	0.92	(133)
123	6	0.46		36.6	(5304)		
	11	0.45	0.01	36.3	(5267)	0.26	(38)
	21	0.44		35.3	(5117)		
	26	0.44	0.00	35.8	(5196)	0.55	(79)
Total	40		0.34			19.39	2811

Cálculo del límite crítico y del límite de control

	Álcalis	Resistencia MPa	Resistencia lb/pg ²
Límite especificación	0.60	30.0	4350
r	0.017	0.969	141
$d = 2.49 \bar{r}$	0.042	2.413	350
Límite crítico	(0.60 – 0.042)	(30 + 2.4)	(4350 + 350)
	0.558	32.4	4700
$3.267 \bar{r}$	0.0555	3.17	459
Límite de control	0.056	3.2	459

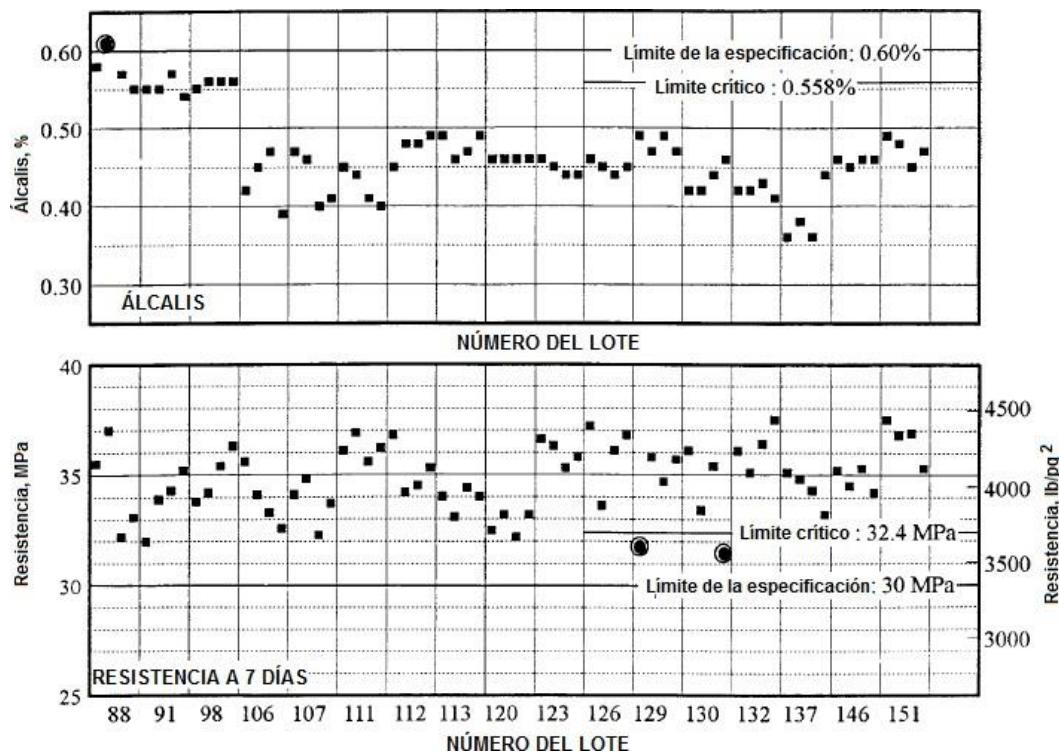


Figura 301 - 3. Gráfico del historial de calidad

- 9.3** Los reensayos se deben conducir de acuerdo con unas condiciones dadas por la especificación aplicable. Si la especificación no estipula estas condiciones, se debe seguir el siguiente procedimiento:
- 9.3.1** Se hace el reensayo sobre una porción de la misma muestra empleada en el ensayo inicial. Se deben usar métodos de arbitraje si están previstos para la determinación de la propiedad que requiere el reensayo y, en tal caso, se deberán usar solamente los resultados obtenidos por los métodos de arbitraje. El reensayo consistirá en el mismo número de determinaciones requeridas para el ensayo inicial o, si se ha dado una declaración de precisión dentro del laboratorio basada en un número especificado de réplicas (esto es, determinaciones por duplicado o triplicado), consistirá en el número de réplicas usadas como base para establecer dicha precisión. Si se requieren dos o más resultados, el valor reportado debe ser el promedio de todos los resultados que estén dentro de los límites de precisión del método para un nivel de confianza de 95 %, como lo establece la especificación aplicable o se reconoce generalmente.

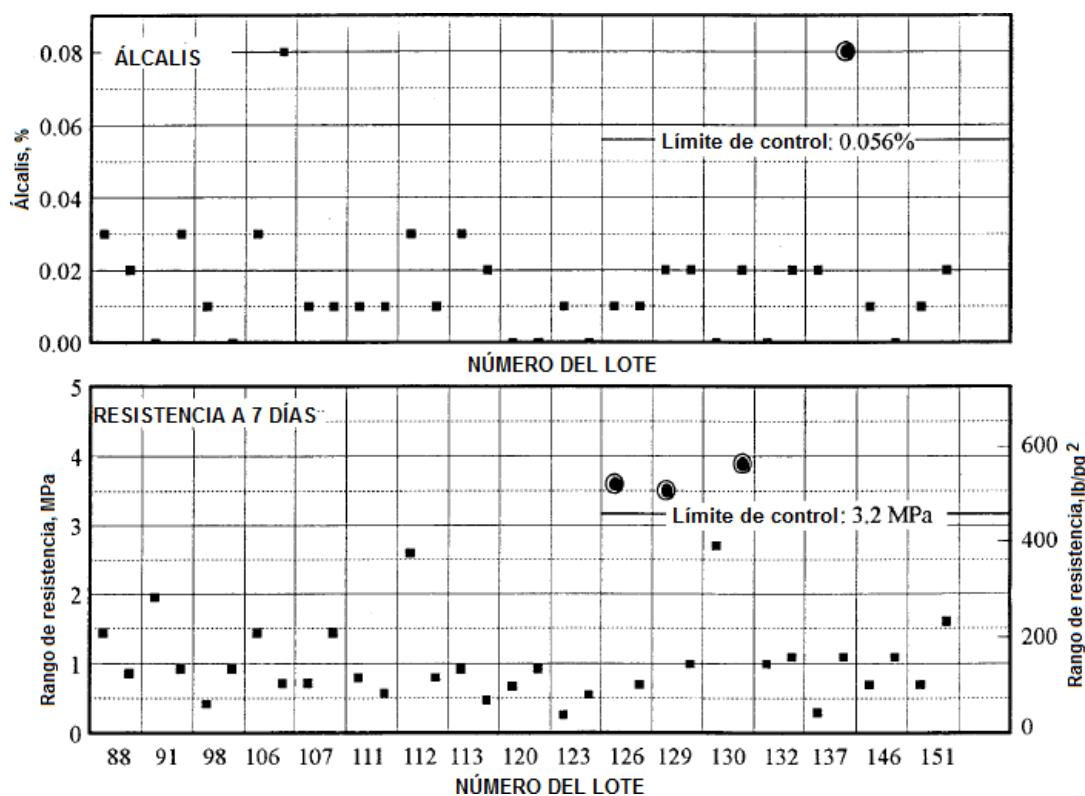


Figura 301 - 4. Gráfico del control de rango

10 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM C 183 – 08