

CONTENIDO DE CAL EN MEZCLAS NO CURADAS DE SUELO– CAL

INV E – 606 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Este método cubre la determinación del contenido de cal de mezclas de suelo – cal muestreadas en el terreno o en la mezcladora, durante la construcción de un proyecto vial
- 1.2** En suelos con contenidos muy variables de CaCO_3 (como el cáliche) se puede dificultar la obtención de una muestra representativa.
- 1.3** Esta norma reemplaza la norma INV E–803–07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** Una vez realizada la mezcla de suelo con cal en la obra, se obtiene una muestra representativa y se tamiza por el tamiz de 4.75 mm (No. 4).
- 2.2** Se toman 300 g del material pasante del tamiz de 4.75 mm (No. 4), junto con 600 ml de solución de cloruro de amonio y se realiza una mezcla vigorosa de ellos.
- 2.3** Se mezcla una alícuota de 10 ml de la solución mencionada en el numeral 2.2 con 100 ml de agua, y se añade hidróxido de sodio hasta obtener un pH entre 13.0 y 13.5.
- 2.4** Se adicionan a la solución un polvo indicador y trietanolamina y se usa EDTA (ácido etilendiaminotetraacético) para titular a un punto final de azul oscuro.
- 2.5** Los mililitros de EDTA usados se comparan con la curva de calibración, para determinar el porcentaje de cal con respecto al total de la masa seca del espécimen.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1 Este método de ensayo sirve para determinar el contenido de cal de mezclas suelo – cal sin curar.
- 3.2 Se requiere conocer el contenido de cal de las mezclas de suelo – cal tanto para efectos de pago a los constructores, como para verificar el cumplimiento de las especificaciones y la eficiencia del control de calidad aplicado.
- 3.3 También, sirve para que los productores de las mezclas de suelo – cal determinen el contenido de cal de sus mezclas, con el propósito de controlar la producción.

4 EQUIPO

- 4.1 *Balanza* – Con una capacidad de 1000 g o más y una legibilidad de 0.01 g.
- 4.2 *Elementos de cristal* – Un cilindro graduado de 25 ml, un cilindro graduado de 1000 ml, frasco de 2 litros, buretas de 25 ml, pipetas volumétricas de 10 ml, un matraz Erlenmeyer de 250 ml y goteros medicinales.
- 4.3 *Elementos plásticos* – Recipientes de polietileno de 1.9 litros (2 cuartos de galón) con tapa a presión; un embudo plástico de 300 mm (12") de diámetro; botellones de 19 litros (5 galones) de polietileno para el cloruro de amonio y para el agua.
- 4.4 *Soporte para bureta* – Para sostener buretas de 25 ml.
- 4.5 *Agitador* – Puede ser magnético o cualquier otro aparato equivalente.
- 4.6 *Varilla agitadora* – De acero inoxidable, con una longitud aproximada de 300 mm (12").
- 4.7 *Medidor de pH* – Equipado con un electrodo de referencia y un electrodo de cristal de bajo error de sodio sensible a los iones de hidrógeno (o un electrodo de combinación), y con un medidor con resolución de 0.01 unidades de pH y precisión de ± 0.2 pH, en un rango de 0 a 14.
- 4.8 *Tamiz* – De 4.75 mm (No. 4).

5 REACTIVOS

- 5.1 Pureza del agua** – Salvo que los documentos del proyecto indiquen otra cosa, cuando se mencione el agua en esta norma se debe entender que el agua es de grado reactivo del tipo II de la especificación ASTM D 1193, cuyas características relevantes se muestran en la Tabla 606 - 1:

Tabla 606 - 1. Características del agua tipo II

| FACTOR | LÍMITE |
|---|--------|
| Conductividad eléctrica, máximo, $\mu\text{s}/\text{cm}$ a 25°C | 1.0 |
| Resistividad eléctrica, mínimo, $\text{M}\Omega\text{-cm}$ a 25°C | 1.0 |
| Carbono orgánico total, máximo, $\mu\text{g}/\text{L}$ | 50 |
| Sodio, máximo, $\mu\text{g}/\text{L}$ | 5 |
| Cloruros, máximo, $\mu\text{g}/\text{L}$ | 5 |
| Sílice total, máximo, $\mu\text{g}/\text{L}$ | 3 |

- 5.2 Pureza de los reactivos químicos** – Se deben usar reactivos de grado químico en todos los ensayos. A menos que se indique lo contrario, los reactivos a utilizar deben estar de conformidad con las especificaciones del “Comité de Análisis de Reactivos de la Sociedad Química Americana”. Se permite el empleo de otros grados de reactivos, si antes se constata que presentan la suficiente pureza para que su uso no reduzca la precisión establecida.

5.2.1 Solución de cloruro de amonio, 100 g/litro – Se depositan 1893 g de cloruro de amonio granular USP (NH_4Cl) en un botellón plástico de 18.9 litros (5 galones) y se disuelven en 7.5 a 11.4 litros (2 a 3 galones) de agua. A continuación, se diluye la solución hasta 18.9 litros (5 galones) y se mezcla bien.

5.2.2 Solución EDTA (0.1 M) – Se disuelven 74.45 g de polvo de tetra acetato dihidratado disódico (dinitrilo de etileno) de grado reactivo ($\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\cdot 2\text{H}_2\text{O}$), en cerca de 1 litro de agua tibia en un vaso de precipitados. Se enfriá a la temperatura ambiente, se transfiere a un frasco volumétrico de 2 litros, y se diluye con agua hasta 2 litros. Se almacena en una botella de polietileno.

5.2.3 Solución de hidróxido de sodio, 250 g/litro – Con agitación permanente, se añaden cuidadosamente 500 g de gránulos de hidróxido de sodio reactivo (NaOH), a 300 ml de agua, hasta su disolución y se deja enfriar a temperatura ambiente. Se diluye hasta un litro con agua. Se almacena en una botella de polietileno.

- 5.2.4** *Solución de trietanolamina, 200 g/litro* – Se disuelven 100 ml de trietanolamina de grado reactivo ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$ en 200 a 300 ml de agua en un vaso de precipitados, se diluye hasta 500 ml en un cilindro graduado, se mezcla bien y se almacena en una botella de polietileno.
- 5.2.5** *Polvo indicador azul de hidroxinaftol* – Es un indicador para la determinación del calcio por titulación con EDTA.

6 PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

- 6.1** Del suelo y de la cal utilizados en la construcción, se preparan tres series de muestras duplicadas a la humedad de diseño, que contengan las siguientes cantidades de cal:
- 6.1.1** *Serie 1*: dos muestras con el 75 % del contenido de cal de diseño.
- 6.1.2** *Serie 2*: dos muestras con el 100 % del contenido de cal de diseño.
- 6.1.3** *Serie 3*: dos muestras con el 125 % del contenido de cal de diseño.
- 6.2** Para cada muestra, se calculan las cantidades de suelo, cal y agua como sigue:

$$M_s = \frac{S}{\left(1 + \frac{W}{100}\right)} \times \left(1 + \frac{L}{100}\right) \quad [606.1]$$

$$M_r = \left(\frac{R}{100}\right) \times M_s \quad [606.2]$$

$$M_f = M_s - M_r \quad [606.3]$$

$$M_L = \left(\frac{L}{100}\right) \times M_s \quad [606.4]$$

$$V_w = \left(\frac{W}{100}\right) (M_s - M_L) \quad [606.5]$$

- Donde: M_s : Masa total del suelo seco, g;
- M_r : Masa del material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), g;
- M_f : Masa del material que pasa por el tamiz de 4.75 mm (No. 4), g;
- M_L : Masa de la cal, g;
- V_w : Volumen de agua, mL;
- W: Humedad de diseño, % de la masa seca del suelo;
- L: Contenido de cal, % en relación con la masa seca del suelo;
- R: % de suelo retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4);
- S: Tamaño de la muestra: 300 g cuando el 100 % del suelo pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4); 700 g cuando parte del suelo es retenido en dicho tamiz.

- 6.3** Se mezclan completamente el suelo y la cal, hasta obtener un color uniforme. Se añade el agua y se mezcla hasta uniformizar la humedad.
- 6.4** Para suelos con 100 % pasante por el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se titula cada muestra de 300 g, como se describe en la Sección 8. Después de tituladas las seis muestras, se dibuja un gráfico que muestre los mL de solución EDTA contra el porcentaje de cal en masa, usando los datos promedio de las series 1, 2 y 3.
- 6.5** Para suelos con material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se pesa una muestra de 700 g. Se tamiza la muestra sobre dicho tamiz, hasta que el material retenido esté libre de partículas más pequeñas adheridas. Se mezcla el material pasante y se pesa una porción de 300 g, la cual se titula como se describe en la Sección 8. Después de titular las seis muestras, se dibuja un gráfico que muestre los mL de solución EDTA, usando los datos promedio de las series 1, 2 y 3, contra los gramos de cal, M_{L300} , en una muestra de 300 g calculada así:

$$M_{L300} = \left[\frac{300}{700 - M_r} \right] \times M_L$$

[606.6]

7 ESPÉCIMEN DE ENSAYO

7.1 Durante la construcción, se toman muestras representativas de la mezcla de suelo – cal al finalizar el proceso de mezclado y se ensayan inmediatamente. Si las mezclas no se pueden ensayar de inmediato, se colocan en recipientes plásticos con tapa y se ensayan dentro de las 8 horas posteriores a la terminación de la mezcla. En este caso, la curva de calibración (Sección 6) se debe establecer usando las mezclas de suelo – cal maduradas por un tiempo similar a 1 hora de ensayo de las muestras de campo.

7.1.1 Para suelos que pasan completamente por el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se pesan porciones de 300 g y se titulan como se describe en la Sección 8.

7.1.2 Para suelos con material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se pesan porciones de 700 g. Se tamizan sobre el tamiz de 4.75 mm (No. 4), hasta que todo el material retenido esté libre de pequeñas partículas adheridas. Se determina la masa del material pasante y se registra como M_{flw} . Se mezcla todo el material que pasó el tamiz y se pesa un espécimen de 300 g y se titula como se describe en la Sección 8.

Nota 1: Si se va a realizar una corrección por variaciones en el contenido de humedad, se determina el contenido de agua 'W', de una porción separada del material pasante del tamiz de 4.75 mm (No. 4). La corrección se calcula como se indica en la Nota 4.

8 TITULACIÓN

8.1 Se coloca cada espécimen de 300 g en un recipiente de polietileno de 1.9 litros y se añaden 600 ml de solución de NH_4Cl . Se coloca la tapa y se agita el recipiente durante 2 min (± 2 s). Se deja que la mezcla se sedimente por 4 min ± 2 s. Con una pipeta, se extrae una alícuota de 10 ml de la solución de la parte superior, se deposita en un matraz de 250 ml, y se diluye con 100 ml de agua. Mientras se mezcla completamente con un agitador magnético, se añaden gotas de solución de NaOH , hasta obtener un pH entre 13.0 y 13.5, medido con el medidor de pH aprobado. Se añaden 4 gotas de solución de trietanolamina y se añaden luego alrededor de 0.2 g de polvo indicador azul de hidroxinaftol. Mientras se está agitando la solución con el agitador magnético, se titula con solución EDTA hasta un punto final de azul puro, y se anota la cantidad en mililitros.

Nota 2: A veces se puede obtener un punto final más definido adicionando previamente la mitad de la cantidad anticipada de solución de EDTA antes de la adición de la solución de NaOH.

Nota 3: Todo el equipo se debe limpiar escrupulosamente, enjuagándolo con agua. Todos los reactivos se deben guardar en recipientes de polietileno.

9 CÁLCULOS

- 9.1** Si el 100 % del suelo pasa por el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se lee el contenido de cal en masa seca directamente de la curva de calibración correspondiente a los resultados de la titulación, en mL de solución EDTA para la muestra de ensayo.
- 9.2** Si el suelo contiene material retenido sobre el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se leen los gramos de cal de la curva de calibración correspondiente a los resultados de la titulación en mL de solución EDTA para la muestra del ensayo. Se calculan los valores A y B como sigue:

$$A = \left(\frac{M_{flw}}{300} \right) \times M_{L300} \quad [606.7]$$

$$B = \frac{700}{1 + \frac{W}{100}} \quad [606.8]$$

Donde: A: Masa de cal en la muestra de 700 g, g;

B: Masa de suelo y cal en la muestra de 700 g, g;

M_{flw} : Masa de suelo que pasa el tamiz de 4.75 mm como se describe en el numeral 7.1.2, g;

M_{L300} : Masa de cal leída en la curva de calibración, g;

W: Humedad de diseño, en %..

- 9.2.1** Entonces se calcula, L, porcentaje de cal por masa seca de la muestra total, así

$$L = \frac{A}{B - A} \times 100 \quad [606.9]$$

Nota 4: Las variaciones de la humedad tendrán un ligero efecto sobre la exactitud del ensayo. Las correcciones por variaciones de la humedad, se pueden calcular de la siguiente forma:

$$L' = \frac{1 + \left(\frac{W'}{100} \right)}{1 + \left[\frac{V_w}{(M_f + M_L)} \right]} \quad [606.10]$$

Donde: L' : Porcentaje de cal corregido por variación de la humedad;

L : Porcentaje de cal determinado del ensayo de la muestra;

W' : Humedad de la muestra de ensayo determinada como se indica en la Sección 7, %;

V_w , M_f y M_L : Cantidadas calculadas de acuerdo con la Sección 6, para la Serie 2.

10 PRECISIÓN Y SESGO

10.1 Precisión – De un estudio entre laboratorios, basados en 60 resultados de ensayos obtenidos sobre 3 tipos de suelos y 4 diferentes contenidos de cal en 5 laboratorios, se establecieron las siguientes declaraciones sobre precisión:

10.1.1 Precisión para un solo operador – Debido a que solamente se desarrolló un ensayo con un solo tipo de suelo con un contenido dado de cal en un solo laboratorio, no es posible declarar la precisión para un solo operador.

10.1.2 Precisión entre laboratorios – La desviación estándar entre laboratorios se estableció en 0.23 % para el contenido de cal y de 0.34 ml de solución EDTA.

10.2 Sesgo – Cuando se han comparado los resultados experimentales con valores conocidos a partir de especímenes elaborados con exactitud, se encontró que, con 95 % de confiabilidad, el sesgo se encuentra entre – 0.02 y 0.73 % del verdadero contenido de cal.

11 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 3155 – 11