

CONTENIDO DE CEMENTO EN MEZCLAS FRESCAS DE SUELO-CEMENTO

INV E – 617 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Este método se refiere a la determinación del contenido de cemento en mezclas frescas de suelo–cemento.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E–810–07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** Se extrae una muestra del material fresco que pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4) empleando una solución de cloruro de amonio. Después de permitir la sedimentación de la muestra, se diluye en agua una alícuota del material que sobrenada. Se ajusta el pH a 13 y se añade trietanolamina a los interferentes complejos. La muestra se titula con una solución EDTA hasta el punto final de azul del indicador de azul de hidroxinaftol. El contenido de cemento se lee en una curva de calibración preparada a partir de titulaciones de diferentes mezclas con contenidos de cemento conocidos, hechas con la misma agua y los mismos suelo y cemento que la muestra que se ensaya.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** Este método determina el contenido de cemento en mezclas con suelos o agregados mediante análisis químico. Fue desarrollado, principalmente, como un ensayo relativamente rápido para emplear en el sitio de la construcción, para verificar el cumplimiento de las especificaciones. El método sirve para materiales que se ensayan rápidamente una vez que se ha completado la mezcla. Si la mezcla presenta algún grado significativo de hidratación del cemento o de endurecimiento, se deberá emplear la norma INV E–618.

4 EQUIPO

- 4.1** *Balanza* – Con capacidad de 1000 g o más, y legible a 0.1 g.

- 4.2** *Elementos de vidrio* – Cilindros graduados de 25 ml y de 1000 ml, buretas de 25 ml, jeringas o pipetas volumétricas de 10 ml, frascos Erlenmeyer de 250 ml, gotero para drogas médicas.
- 4.3** *Elementos de plástico* – Recipientes de polietileno de 2 litros (2 cuartos de galón) con tapas de encaje a presión, embudo de plástico de 300 mm (12") de diámetro, botellas de polietileno de 20 litros (5 galones) para almacenar cloruro de amonio y agua destilada o desmineralizada.
- 4.4** *Soporte para bureta* – Para sostener una bureta de 25 ml.
- 4.5** *Agitador magnético y barra de agitación*.
- 4.6** *Varillas de agitación* – De acero inoxidable, aproximadamente de 300 mm (12") de largo.
- 4.7** *Un medidor de pH o papel indicador (rango de 10 a 14)*.

5 REACTIVOS

- 5.1** *Pureza de los reactivos* – Para todos los ensayos se deberán emplear reactivos de grado químico. A menos que se especifique de manera diferente, se entenderá que todos los reactivos deberán cumplir las especificaciones del comité para reactivos analíticos de la Sociedad Americana de Química. Se pueden emplear grados diferentes si se demuestra que el reactivo es de pureza suficientemente alta que permita su empleo sin disminuir la exactitud de la determinación.
- 5.2** *Solución de cloruro de amonio (10 %)* – Se transfieren 2000 g. de cloruro de amonio granular (NH_4Cl) a una botella plástica de 20 litros. Se completa hasta 20 litros con agua tibia destilada o desmineralizada y se mezcla bien.
- 5.3** *Solución EDTA (0.1 M)* – Se puede encontrar en muchas empresas de suministro de productos químicos como una solución previamente preparada o, también, se puede preparar de la siguiente forma: se disuelven 74.45 g de polvo de tetraacetato disódico dihidratado ($\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en aproximadamente 1 litro de agua tibia, destilada o desmineralizada, en un vaso de precipitados. Se deja enfriar a temperatura ambiente, se transfiere cuantitativamente a un frasco volumétrico de 2 litros y se diluye hasta la marca del frasco con agua destilada o desmineralizada. Se almacena en una botella de polietileno.

- 5.4** *Polvo indicador de azul de hidroxinaftol*
- 5.5** *Solución de hidróxido de sodio (50 %)* – Se encuentra como un reactivo previamente preparado, bajo en carbonatos. Para su empleo, se diluye 1+1 con agua destilada o desmineralizada. Esta solución se puede preparar así: se agregan lenta y cuidadosamente 500 g de gránulos de hidróxido de sodio (NaOH) a 600 ml de agua destilada o desmineralizada y se deja enfriar a la temperatura ambiente. Se diluye hasta 1 litro con agua destilada o desmineralizada. Se almacena en una botella plástica. Para su empleo, se diluye 1+1 con agua destilada o desmineralizada.
- 5.6** *Solución de trietanolamina (20 %)* – Se diluyen 20 ml de reactivo trietanolamina ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$ hasta completar 100 ml con agua destilada o desmineralizada.
- 5.7** *Soluciones amortiguadoras (buffer)* – De pH 7 y 12.5, empleadas para calibrar el medidor de pH.

6 MUESTREO

- 6.1** Se toman muestras representativas de la mezcla de suelo-cemento en el instante de completar la mezcla. Las muestras se ensayan inmediatamente o se colocan en recipientes plásticos cubiertos y se ensayan dentro de los 30 minutos siguientes a la conclusión de la mezcla. Dependiendo de la cantidad de material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se siguen los numerales 6.1.1 o 6.1.2.
- 6.1.1** Para mezclas de suelo-cemento en las cuales 100 % pasa tamiz de 4.75 mm (No. 4), se pesa una porción de 300 g. y se titula como se describe en la Sección 8.
- 6.1.2** Para mezclas de suelo-cemento con material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se pesa una muestra de 700 g. Se tamiza completamente la muestra sobre el tamiz de 4.75 mm (No. 4) hasta que el material retenido quede libre de partículas adheridas de menor tamaño. Se determina la masa del material total que pasa el tamiz y se registra como M_{fcw} . Se mezcla el material que pasa el tamiz, se pesa una porción de 300 g. y se titula como se describe en la Sección 8.

Nota 1: Si se debe efectuar alguna corrección por variaciones en el contenido de agua, se determina ésta, w' , empleando una porción separada del material que pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4). En la nota 6 se presentan los cálculos para la corrección.

7 PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

- 7.1 Con los materiales que se van a emplear en la construcción, se preparan tres series de muestras por duplicado con la humedad de diseño y con los siguientes contenidos de cemento: Serie 1, dos muestras con el 75 % del contenido de cemento de diseño; Serie 2, dos muestras con el 100 % del contenido de cemento de diseño; Serie 3, dos muestras con el 125 % del contenido de cemento de diseño. Las cantidades de suelo, cemento y agua para cada muestra se calculan así:

$$M_s = \frac{S}{\left(1 + \frac{w}{100}\right) \left(1 + \frac{C}{100}\right)} \quad [617.1]$$

$$M_r = \left(\frac{R}{100}\right) \times M_s \quad [617.2]$$

$$M_f = M_s - M_r \quad [617.3]$$

$$M_c = \left(\frac{C}{100}\right) \times M_s \quad [617.4]$$

$$V_w = \left(\frac{w}{100}\right) \times (M_s + M_c) \quad [617.5]$$

Donde: w: Humedad de diseño, % respecto de la masa seca de suelo y cemento;

C: Contenido de cemento, % respecto de la masa seca del suelo;

R: % del material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4);

S: Tamaño de la muestra: 300.0 g cuando el 100 % del suelo pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4), 700.0 g cuando parte del suelo queda retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), g;

M_s : Masa total de suelo seco al horno, g

M_r : Masa del material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), g;

M_f : Masa del material que pasa tamiz de 4.75 mm (No. 4), g;

M_c : Masa de cemento, g;

V_w : Volumen de agua, ml.

- 7.1.1** Para cada muestra, se mezclan perfectamente el cemento y el suelo hasta obtener un color uniforme. Se agrega el agua y se mezcla completamente.

Nota 2: Si es necesario, se pueden establecer más puntos de calibración, para cubrir un rango más amplio de contenidos de cemento.

Nota 3: El contenido de humedad del suelo seco al aire tendrá un ligero efecto sobre la exactitud de los resultados de la calibración. Esto se puede corregir empleando cantidades de suelo y agua calculadas en la siguiente forma:

$$M_f' = \left(1 + \frac{w_s}{100}\right) \times M_f \quad [617.6]$$

$$V_w' = V_w - (M_f' - M_f) \quad [617.7]$$

Donde: w_s : Contenido de humedad del suelo seco al aire que pasa tamiz de 4.75 mm (No. 4).

- 7.2** Dependiendo de si la muestra contiene o no material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se debe seguir lo indicado en los numerales 7.2.1 o 7.2.2:

- 7.2.1** Para suelos en los cuales el 100 % pasa tamiz de 4.75 mm (No. 4), se titula cada muestra de 300 g como se describe en la Sección 8. Despues de titular las seis muestras, se construye un gráfico que represente los mililitros de solución EDTA contra el % de cemento en masa, empleando los valores promedio de las Series 1, 2 y 3.

- 7.2.2** Para suelos con material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se tamiza completamente cada fracción de 700 g de muestra sobre el tamiz hasta que todo el material retenido se halle libre de partículas más pequeñas. Se mezcla el material que pasa el tamiz, se pesa una porción de 300 g y se titula como se describe en la Sección 8. Despues de titular las seis muestras, se dibuja un gráfico que muestre los mililitros de solución EDTA empleando las cifras promedias de las Series 1, 2 y 3, contra los gramos de cemento, M_{c300} , en una muestra de 300 g. calculados así:

$$M_{c300} = \left[\frac{300}{(700 - M_r)} \right] \times 100 \quad [617.8]$$

- 7.3** Las curvas de calibración son diferentes para cada tipo de suelo y pueden ser no lineales.
- 7.4** Se debe volver a calibrar la curva cada vez que se introduzca un nuevo despacho de reactivos químicos.
- 7.5** Se producen imprecisiones cuando el contenido de calcio de las muestras de ensayo difiere del de las muestras de calibración. Los ensayos de calibración se deberán volver a efectuar siempre que las muestras varíen significativamente en su contenido de calcio, medido mediante ensayos de titulación sobre los suelos sin tratar (Sección 8). Las imprecisiones se pueden presentar, también, si la fuente de agua utilizada para la calibración es diferente de la empleada con las muestras de ensayo.

8 PROCEDIMIENTO PARA LA TITULACIÓN

- 8.1** Se coloca cada muestra de 300 g dentro de un recipiente de polietileno de 2 litros y se agregan 500 ml de solución de NH_4Cl . Se coloca una cubierta sobre el recipiente y se agita la mezcla durante 2 min \pm 2 s. Se deja asentar la mezcla durante 4 min \pm 2 s para que el material que sobrenada sea claro. Se lleva con una jeringa o una pipeta una alícuota de 10 ml de la solución que sobrenada a un vaso de precipitados de 250 ml que contenga una barra de agitación magnética y se agregan 100 ml de agua destilada o desmineralizada. Mientras se mezcla completamente con el agitador magnético, con el gotero se agregan gotas de solución de NaOH hasta que se alcance un pH entre 13.0 y 13.5, determinado con el medidor de pH o con el papel indicador. Cuando se emplee este último, se utiliza una varilla de agitación para transferir gotas de la solución al papel indicador. Después del ajuste del pH, se espera de 20 a 30 s para asegurar que el pH no cae por debajo del rango especificado. Se agregan cuatro gotas de solución de trietanolamina y alrededor de 0.2 g del polvo indicador. Se continúa agitando la solución en el agitador magnético. Se titula con solución EDTA hasta un punto final completamente azul. Se anotan los mililitros de EDTA requeridos para obtener el punto final.

Nota 4: Se puede obtener un punto final más definido agregando aproximadamente 90 % de la cantidad anticipada de solución EDTA antes de la adición de la solución de NaOH .

Nota 5: Todo el equipo se debe mantener escrupulosamente limpio enjuagándolo completamente con agua destilada o desmineralizada. Todos los reactivos se deben almacenar en recipientes de polietileno.

9 CÁLCULOS

9.1 Dependiendo de la cantidad de muestra retenida en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se sigue el numeral que corresponda entre el 9.1.1 y el 9.1.2.

9.1.1 Si el 100 % de la mezcla de suelo–cemento pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se lee el contenido de cemento mediante la masa seca del suelo (excluido el cemento) directamente de la curva de calibración que corresponda a los resultados de la titulación en mililitros de EDTA para la muestra de ensayo.

9.1.2 Si el suelo contiene material retenido en el tamiz de 4.75 mm (No. 4), se leen los gramos de cemento de la curva de calibración correspondiente a los resultados de la titulación en mililitros de EDTA para la muestra de ensayo. Se calculan A y B en la siguiente forma:

$$A = \left(\frac{M_{fcw}}{300} \right) \times M_{c300} \quad [617.9]$$

$$B = \frac{700}{\left[1 + \frac{w}{100} \right]} \quad [617.10]$$

Donde: M_{fcw} : Gramos de suelo húmedo que pasan el tamiz de 4.75 mm, descrito en el numeral 6.1.2;

M_{c300} : Gramos de cemento leídos de la curva de calibración;

w : Contenido de humedad de diseño, %;

A: Gramos de cemento en la muestra de 700 g;

B: Gramos de suelo más cemento en la muestra de 700 g.

9.1.3 Se calcula luego C, porcentaje de cemento en la masa seca de la muestra total (excluido el cemento), en la siguiente forma:

$$C = \frac{A}{B - A} \times 100 \quad [617.11]$$

Nota 6: Las variaciones del contenido de humedad tendrán un efecto ligero en la exactitud del ensayo. La corrección por variación de humedad, C', se puede calcular así:

$$C' = \frac{1 + \left(\frac{w'}{100} \right)}{1 + \left[\frac{V_w}{(M_f + M_c)} \right]} \times 100 \quad [617.12]$$

- Donde: C' : Porcentaje de cemento corregido por variación de la humedad;
- C : = Porcentaje de cemento determinado a partir de la muestra de ensayo;
- w' : Porcentaje de humedad de la muestra de ensayo determinado como se indica en la nota 1;
- V_w , M_f y M_c : Cantidadas calculadas en la Sección 7 para la calibración de la Serie 2.

10 PRECISIÓN Y SESGO

- 10.1** Durante los años de 1967 y 1968, los programas de ensayo adelantados por parte de varios laboratorios indicaron un error promedio en la determinación del contenido de cemento del 3.6 % [(error/contenido de cemento) $\times 100$], a partir del cual se estimó un coeficiente de variación del 4.5 %. Sobre especímenes duplicados empleados en el proceso de calibración, la desviación media en mililitros de EDTA fue de 2.4 % [((desviación en mililitros)/(mililitros promedio)) $\times 100$].

11 NORMAS DE REFERENCIA

- ASTM D 2901 – 99 (retirada por la ASTM en 2006)