

CONTENIDO DE CEMENTO EN MEZCLAS ENDURECIDAS DE SUELO–CEMENTO

INV E – 618 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Este método se refiere a la determinación, mediante análisis químico, del contenido de cemento en mezclas de suelo–cemento endurecidas.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E–811–07.

2 IMPORTANCIA Y USO

- 2.1** Mediante este método determina el contenido de cemento en mezclas de cemento con suelo o agregados mediante un análisis químico. Se desarrolló, principalmente, para ensayar muestras con un grado importante de hidratación de cemento o de endurecimiento. El contenido de cemento de mezclas de suelo–cemento fresco se determina mediante la norma INV E–617.
- 2.2** Este método se basa en la determinación del contenido de óxido de calcio (CaO) en la muestra mediante análisis químico. El método no es aplicable a materiales de suelo–cemento que contengan suelos o agregados que produzcan cantidades significativas de óxido de calcio (CaO) disuelto bajo las condiciones del ensayo.

3 EQUIPO

- 3.1** *Balanza analítica* – Con capacidad de 200 g y con posibilidad de lectura de 0.001 g.
- 3.2** *Papeles de filtro* –Whatman No. 1, de 11 y 15 cm de diámetro; Whatman No. 41, de 15 cm de diámetro; y Whatman No. 2, de 11 o 15 cm de diámetro.
- 3.3** *Pipeta* – De 50 ml.
- 3.4** *Equipo misceláneo* – Equipos complementarios, tales como hornos eléctricos, placas de calentamiento, un pequeño cuarteador, un tamiz de 425 µm (No. 40) con recipiente de fondo y tapa, un mortero de hierro fundido con maja y, si es posible, un molino de bolas.

4 REACTIVOS

- 4.1 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.
- 4.2 Permanganato de potasio, solución normal (0.1 N)** – Se prepara una solución 0.1 N de $KMnO_4$ y se normaliza contra un patrón primario de ácido oxálico, oxalato de sodio o sulfato de hierro (II) y amonio hexahidratado (sal de Mohr).
- Nota 1: El uso de una solución normal de de $KMnO_4$ no es necesario cuando las muestras se titulan de acuerdo con el numeral 6.9 y los resultados se calculan como se indica en el numeral 7.2. Sin embargo, la concentración real del reactivo se debe determinar por titulación contra un patrón primario de ácido oxálico, oxalato de sodio o sulfato de hierro (II) y amonio hexahidratado*
- 4.3 Solución de nitrato de amonio** – Se disuelven 20 g de NH_4NO_3 en un litro de agua destilada.
- 4.4 Ácido clorhídrico (1 + 3)** – Se adicionan 200 ml de HCl (gravedad específica 1.19) a 600 ml de agua destilada.
- 4.5 Ácido clorhídrico (1 + 1)** – Se agregan 25 ml de HCl (gravedad específica 1.19) a 25 ml de agua destilada.
- 4.6 Ácido nítrico** – Ver nota 4.
- 4.7 Solución de oxalato de amonio (5%)** – 50 g de oxalato de amonio. **(Advertencia:** En adición a otras precauciones, la solución se elabora agregando el ácido lentamente al agua mientras se revuelve, para evitar alzas repentinas de temperatura que causen ebullición y salpicaduras de la solución)
- 4.8 Hidróxido de amonio** – NH_4OH (gravedad específica 0.90).
- 4.9 Ácido sulfúrico (1 + 1)** – Se agregan 500 ml de H_2SO_4 (gravedad específica 1.84) a 500 ml de agua destilada.

5 MUESTRAS

- 5.1** Para el ensayo, se deben escoger muestras de lo siguiente:
- 5.1.1** Suelo original, representativo de la fase suelo de la mezcla de suelo–cemento.
 - 5.1.2** Cemento, representativo de la fase cemento de la mezcla del suelo–cemento.
 - 5.1.3** Mezcla de suelo–cemento que se va a analizar.
- 5.2** La muestra bruta de laboratorio de cada componente deberá pesar aproximadamente 200 g. Esto se puede lograr reduciendo la muestra en volumen y, si fuere necesario, en tamaño de partículas, mediante el empleo de secado, cuarteo y pulverización.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1** Se secan 25 g de cada una de las muestras en un horno hasta masa constante, a $110 \pm 5^\circ\text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{ F}$), para remover la humedad libre. Las muestras se reducen para que pasen el tamiz de 425 μm (No. 40).
- 6.2** Se miden en la balanza analítica las siguientes cantidades de cada una de las muestras: Suelo original, 5 g; mezcla de suelo–cemento 5 g; cemento, 1 g. Se coloca cada una de las muestras pesadas en un vaso de precipitados de 250 ml. Se agregan a cada muestra 50 ml de HCl (1+1) (nota 2), se cubre y se hierve levemente durante 5 minutos sobre la placa de calentamiento.

Nota 2: En el caso de la muestra de cemento, generalmente es preferible agregar primero 25 ml de agua y agitar para obtener una mezcla completa. Se agregan luego 25 ml de HCl (densidad 1.19) y se hierve levemente durante un tiempo suficiente para obtener la descomposición del cemento. Rara vez es necesario hervir vigorosamente durante un período largo las muestras de suelo o cemento, y los resultados frecuentemente se traducen en una filtración mucho más lenta.

- 6.3** Se adicionan 25 ml de agua caliente a los vasos de precipitados, se agita, se deja asentar momentáneamente y en seguida se decantan los contenidos a través de un papel de filtro Whatman No. 1 (nota 3), preferiblemente de 15 cm de diámetro. El filtrado se deberá recibir en un frasco volumétrico de 250 ml. Cuando el líquido haya pasado a través del papel de filtro, el residuo se lava una vez por decantación, empleando agua caliente. El frasco volumétrico deberá ser vaciado rápidamente, transfiriendo así el material suelto al papel

de filtro. El material sobre el filtro se deberá lavar 4 veces adicionales, consistiendo cada lavada en 10 a 15 ml de agua caliente dirigida en un chorro desde la botella de lavado. Cantidades muy pequeñas de residuo pasarán ocasionalmente a través del filtro las cuales, por lo general, se pueden despreciar.

Nota 3: En el caso de las muestras de suelo y de suelo-cemento, el volumen del residuo algunas veces disminuye apreciablemente la filtración. Generalmente, no se encuentra ninguna dificultad con las muestras de cemento y, como regla general, las muestras de suelo se deben filtrar y lavar en menos de 30 minutos. Algunas mezclas de suelo-cemento requieren más tiempo pero, si este período excede 1 hora, la filtración subsiguiente en casos similares se puede hacer más rápida, sustituyendo el papel No. 41 por el papel No. 1. La filtración lenta en tales casos es causada generalmente por ebullición excesiva, produciéndose gelatinización de la sílice, la cual retarda materialmente la filtración.

- 6.4** Cuando se haya completado el lavado, se descarta el filtro y se diluye el filtrado en el frasco volumétrico de 250 ml con agua fría. La temperatura de la solución deberá estar cerca del punto de calibración del frasco. Se agita el frasco para mezclar completamente el contenido; se remueve luego una alícuota de 50 ml y se transfiere al vaso de precipitados original de 250 ml (numeral 6.2) empleando una pipeta de 50 ml. Se diluye hasta 100 ml. Se elabora la solución ligeramente amoniaca (nota 4) adicionando gota a gota el hidróxido de amonio, se hierve entre 1 y 2 minutos y se dejan asentar los hidróxidos.

Nota 4: Si las muestras contienen hierro feroso, es deseable agregar unas pocas gotas de HNO₃ antes de la precipitación de los hidróxidos. También, se puede usar papel de pH para asegurar que se ha agregado suficiente hidróxido de amonio.

- 6.5** Se filtran los hidróxidos a través del papel de filtro Whatman No. 1 de 11 cm (o No.41), recibiendo el filtrado en el vaso de precipitados de 600 ml. Se lava una vez el vaso de precipitados original de 250 ml sobre el filtro con una corriente de solución caliente de NH₄NO₃ (20 g/L), seguido por el lavado del hidróxido precipitado, una o dos veces con solución caliente de NH₄NO₃ (20 g/L). Se deja el filtrado a un lado y se coloca el vaso de precipitados original bajo el embudo. Se perfora el papel con una varilla (nota 5) y se lavan los hidróxidos dentro del vaso de precipitados original, empleando una corriente de solución de NH₄NO₃ (20 g/L) para remover la mayor parte del precipitado del papel de filtro. Se trata el papel de filtro con 20 ml de HCl (1+3) caliente, dirigiendo el ácido sobre el papel con una varilla de vidrio. Se lava varias veces el papel con agua caliente y luego se descarta. Se diluye la solución hasta 75 ml.

Nota 5: En lugar de perforar el papel de filtro, se pueden transferir el papel y el precipitado al vaso de precipitados original, disolver los hidróxidos con 20 ml de HCl (1+3) caliente y diluirlos hasta 75 ml con agua, y continuar el procedimiento como se describe en el numeral 6.6. En este caso, los hidróxidos re-precipitados y la pulpa son subsecuentemente removidos al mismo tiempo.

- 6.6** Se elabora la solución ligeramente amoniacal y se hierve durante 1 a 2 minutos. Se deja que el precipitado se asiente, se decanta luego a través de un papel Whatman No.1 como antes, recibiendo el filtrado en el vaso de precipitados de 600 ml previamente dejado al lado (numeral 6.5). Se lava y limpia el vaso en el cual tuvo lugar la precipitación y se lava finalmente el precipitado sobre el filtro, 3 o 4 veces con solución NH_4NO_3 (20 g/L). Se descarta el hidróxido precipitado. Se agregan 2 ml de NH_4OH (gravedad específica 0.90) al filtrado, el cual tendrá ahora un volumen de 250 a 350 ml. Se calienta la solución hasta la ebullición y se agregan 10 ml de solución caliente de oxalato de amonio saturada. Se mantiene la mezcla cerca de la ebullición hasta que el precipitado se vuelva granular; se coloca luego a un lado sobre una placa de calentamiento tibia, durante 30 minutos o más. Antes de filtrar el oxalato de calcio, se verifica que la precipitación sea completa (nota 6), asegurándose que esté presente un ligero exceso de NH_4OH . Se filtra la mezcla a través de un papel filtrante Whatman No. 2 de 11 o 15 cm de diámetro o, si se prefiere, un papel Whatman No. 42, verificando que todo el precipitado quede retenido. Empleando un limpiador de caucho, se limpia completamente el vaso en el cual tuvo lugar la precipitación y se transfiere el contenido al filtro, con una corriente de agua caliente. Se lava el filtro de 8 a 10 veces con agua caliente (no más de 75 ml) (nota 7), empleando una corriente de la botella de lavado.

Nota 6: A veces, la precipitación del oxalato de calcio no es completa, lo que se traduce en bajos valores de CaO. Por lo tanto, la operación de precipitación se debe llevar a cabo con minuciosidad y cuidado.

Nota 7: El filtro se puede lavar 4 veces, cada una con NH_4OH (2+98) y agua caliente, en el orden establecido.

- 6.7** Se abre cuidadosamente el papel de filtro y se lava el precipitado dentro del vaso en el cual se efectuó la precipitación. Se diluye hasta 200 ml y se agregan 10 ml de H_2SO_4 (1+1). Se calienta la solución hasta justo antes de la ebullición y se titula con la solución estándar KMnO_4 (nota 8) hasta obtener un color rosado persistente. Se agrega el papel de filtro y se machaca. Se continúa la titulación lentamente hasta que el color rosado persista por 10 segundos.

Nota 8: La temperatura de la solución estándar KMnO_4 no deberá variar de la temperatura de normalización tanto como para causar un error serio en la determinación del CaO. A temperaturas ambientales ordinarias, el volumen del agua pura cambia entre 0.01 y 0.04 % por cada grado Celsius, dependiendo de la temperatura.

- 6.8** *Blanco* – Se hace una determinación en blanco, siguiendo el mismo procedimiento y empleando las mismas cantidades de todos los reactivos.
- 6.9** *Procedimiento alterno de titulación* – Se titula como se describió en el numeral 6.7, excepto que la solución de KMnO_4 no necesita ser una solución 0.1

normal, pero la misma solución se deberá usar para la titulación de todos los componentes. Se omite la determinación en blanco descrita en el numeral 6.8.

7 CÁLCULOS

7.1 Se calcula el contenido de cemento de las mezclas de suelo-cemento en la siguiente forma:

7.1.1 Cuando la determinación se haya completado de acuerdo con los numerales 6.7 y 6.8:

7.1.1.1 Se calculan los porcentajes de CaO en el suelo, en el cemento y en la mezcla de suelo-cemento, como sigue:

$$\text{CaO, \%} = \left[\frac{(A - B)C \times 0.28}{D} \right] \times 100 \quad [618.1]$$

Donde: A: Solución de KMnO_4 requerida para la titulación de la muestra, ml;

B: Solución de KMnO_4 requerida para la titulación del blanco, ml;

C: Normalidad de la solución del KMnO_4 ;

D: Masa de muestra representada por la alícuota titulada (nota 9), g;

0.028: Equivalente CaO de 1 ml de solución 1.0 N de KMnO_4 .

7.1.1.2 Se calcula el porcentaje de cemento respecto de la masa del suelo, como sigue (nota 10):

$$\text{Cemento, \%} = \left[\frac{(G - F)}{(E - F)} \right] \times 100 \quad [618.2]$$

Donde: E: % de CaO en el cemento;

F: % de CaO en el suelo natural;

G: % de CaO en la mezcla de suelo-cemento.

Nota 9: Las alícuotas tituladas son equivalentes a 1 g de suelo o de suelo-cemento y a 0.2 g de cemento.

Nota 10: El valor del porcentaje (en masa) de cemento obtenido de acuerdo con los numerales 7.1 y 7.2 está en términos de cemento hidratado. Estos valores se pueden convertir a un valor equivalente aproximado de cemento seco, multiplicándolos por el factor 1.04.

- 7.2** Cuando la determinación se ha completado de acuerdo con el numeral 6.9, el porcentaje de cemento por masa del suelo se calcula como sigue (nota 10):

$$\text{Cemento, \%} = \left[\frac{(J - I)}{(5H - I)} \right] \times 100 \quad [618.3]$$

- Donde: H: Solución de KMnO₄ necesaria para la titulación de la muestra de cemento, ml;
- I: Solución de KMnO₄ necesaria para la titulación de la muestra de suelo natural, ml;
- J: Solución de KMnO₄ necesaria para la titulación de la muestra de suelo-cemento, ml.

8 PRECISIÓN Y SESGO

- 8.1** *Precisión* – No se presentan datos sobre precisión, debido a la naturaleza de los suelos ensayados mediante este método. No es fácil o resulta demasiado costoso en la actualidad disponer de 10 o más laboratorios para adelantar un programa sobre el particular.
- 8.2** *Sesgo* – No se puede determinar, por cuanto no hay un material de referencia aceptado para este método de ensayo.

9 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 806 – 11