

LIBRO: **MMP. MÉTODOS DE MUESTREO Y PRUEBA DE MATERIALES**

PARTE: **4. MATERIALES PARA PAVIMENTOS**

TÍTULO: 02. Cal para Estabilizaciones

CAPÍTULO: 006. Contenido de Hidróxido de Calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en la Cal Hidratada

A. CONTENIDO

Este Manual describe el procedimiento de prueba para determinar el contenido de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en la cal hidratada a que se refiere la Norma N-CMT-4-03-001, *Cal para Estabilizaciones*, en muestras tomadas conforme al Manual M·MMP·4·02·001, *Muestreo de Cal para Estabilizaciones*.

B. OBJETIVO DE LA PRUEBA

Determinar el contenido de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ presente en la cal hidratada empleada en estabilizaciones, aplicando el método químico denominado "titulación", con el que se puede determinar la concentración de una sustancia en particular mediante la adición de un reactivo estandarizado cuya concentración es conocida.

C. REFERENCIAS

Este Manual se complementa con la Norma N-CMT-4-03-001, *Cal para Estabilizaciones* y el Manual M·MMP·4·02·001, *Muestreo de Cal para Estabilizaciones*.

D. INSTALACIONES, EQUIPO Y MATERIALES

El equipo para la ejecución de la prueba estará en condiciones de operación, calibrado, limpio y completo en todas sus partes. Todos los materiales por emplear serán de calidad, considerando siempre la fecha de su caducidad.

D.1. INSTALACIONES

Para la ejecución de la prueba el laboratorio contará con extintores, lavaojos, ducha de seguridad, salidas de emergencia, mantas ignífugas y campana extractora de gases con filtro. La temperatura del ambiente en el área del laboratorio donde se ejecute la prueba, de las muestras y del equipo estará entre 20 y 27,5°C, y la humedad relativa no será mayor de 50%.

D.2. EQUIPO Y MATERIALES

D.2.1. Balanza

Análítica, con capacidad de 1 000 g y aproximación de 0,001 g.

D.2.2. Matraces Erlenmeyer

Al menos 7 de vidrio, con tapón de hule, graduados con aproximación de 0,1 mL, con capacidad de 250 mL.

D.2.3. Matraz aforado

De vidrio, con capacidad de 1 000 mL y con aproximación de 0,1 mL.

D.2.4. Bureta graduada

De vidrio, con capacidad de 100 mL y con aproximación de 0,1 mL.

D.2.5. Agitador magnético

Con capacidad mínima de 2 000 g, rango de velocidad continua regulable de 350 a 700 r/min y capaz de generar una temperatura de al menos 110°C.

D.2.6. Barra magnética

Para agitación, de al menos 30 mm de longitud y recubierta con politetrafluoroetileno (PTFE).

D.2.7. Espátula

De acero, de tamaño adecuado para poder manipular el material.

D.2.8. Brocha

Con las dimensiones y cerdas adecuadas para incorporar los finos de la muestra dentro de la charola.

D.2.9. Reactivos

De grado reactivo y serán los siguientes:

D.2.9.1. Hidróxido de sodio (NaOH).

D.2.9.2. Fenolftaleína.

D.2.9.3. Ácido clorhídrico (HCL).

D.2.9.4. Carbonato de sodio (Na₂CO₃).

D.2.9.5. Rojo de metilo.

D.2.10. Sacarosa (azúcar refinada)

Granulada, de uso común.

D.2.11. Agua desmineralizada

Al menos 5 L y libre de dióxido de carbono (CO₂).

D.2.12. Charola

De lámina galvanizada, con forma rectangular que permita el cuarteo y secado de la muestra.

D.2.13. Etiquetas autoadheribles

Que permitan escribir en una de sus caras con un marcador sin que la tinta se corra o borre.

D.2.14. Marcador

Con tinta indeleble.

D.2.15. Frascos

Al menos 5, de vidrio, color ámbar con tapa hermética y con capacidad de 1 L.

D.2.16. Frascos con gotero

Al menos 2, de vidrio, color ámbar y con capacidad de 120 mL.

D.2.17. Soporte universal

Equipado con pinzas para sujetar los matraces y bureta u otro equipo de ser necesario.

D.2.18. Alcohol etílico

Absoluto al 95%.

D.2.19. Desecador

De cristal, de tamaño adecuado según las dimensiones de los recipientes que contendrán los reactivos y gel de sílice como elemento desecador.

D.2.20. Crisol

Cerámico, capaz de resistir una temperatura de al menos 250°C y con capacidad de 20 mL.

D.2.21. Horno

Eléctrico, con termostato capaz de mantener una temperatura de al menos $250 \pm 5^\circ\text{C}$.

D.2.22. Pinzas para crisol

De acero inoxidable y con las dimensiones suficientes para sostener los recipientes metálicos.

E. PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES

Previo al inicio de la prueba, se preparan en matraces las siguientes soluciones como se indica a continuación, que se guardarán en frascos que contarán con etiquetas adheridas que identifiquen los nombres de las soluciones, los datos de reactividad que informen acerca de los riesgos de su manipulación, así como las fechas de elaboración y de caducidad:

E.1. SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO

En un matraz Erlenmeyer, se disuelven 0,4 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 100 mL de agua desmineralizada y se coloca sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min hasta homogenizar la solución. Se retira la barra magnética del matraz y se limpia con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. Se vierte la solución de hidróxido de sodio en un frasco con tapa y gotero.

E.2. SOLUCIÓN INDICADORA DE FENOLFTALEÍNA

En un matraz Erlenmeyer, se disuelven 4 g de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico y se coloca sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min hasta homogenizar la solución. Una vez homogeneizada la mezcla, se agregan 2 gotas de la solución de hidróxido de sodio referida en la Fracción anterior

y se vuelve a agitar. Se retira la barra magnética del matraz y se limpia con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. Se vierte la solución indicadora de fenolftaleína en un frasco con tapa y gotero.

E.3. SOLUCIÓN DE SACAROSA

En un matraz Erlenmeyer, se disuelven 40 g de sacarosa en 100 mL de agua desmineralizada y se coloca sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min hasta homogenizar la solución. Una vez terminada la preparación, se retira la barra magnética del matraz y se limpia con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. La solución de sacarosa se vierte en un frasco ámbar con tapa.

E.4. SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO

Debajo de la campana de extracción, en un matraz aforado con 1,0 L de agua desmineralizada, se disuelven 83 mL de ácido clorhídrico (HCL) y se coloca sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min hasta homogenizar la solución. Una vez preparada la solución, se retira la barra magnética del matraz y se limpia con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. Se vierte la solución en un frasco con tapa.

E.5. SOLUCIÓN INDICADORA DE ROJO DE METILO

En un matraz Erlenmeyer, se disuelve 1 g de rojo de metilo en 100 mL de alcohol etílico y se coloca sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min hasta homogenizar la solución. Una vez terminada la preparación, se retira la barra magnética del matraz y se limpia con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. La solución indicadora se vierte en un frasco con tapa y gotero.

F. CÁLCULO DE LA NORMALIDAD DEL ÁCIDO CLORHÍDRICO

- F.1. En el crisol cerámico se colocan 20 g aproximadamente de carbonato de sodio (Na_2CO_3) y se introduce en el horno a una temperatura de $250 \pm 5^\circ\text{C}$ durante 4 horas. Transcurrido ese tiempo, se coloca en el desecador, se deja enfriar hasta temperatura ambiente y se verifica que se encuentre completamente seco.
- F.2. Se toma una porción de 4,4 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) seco y se coloca en un matraz Erlenmeyer, se agregan 50 mL de agua desmineralizada y se agita manualmente hasta disolver el carbonato de sodio. Posteriormente se agregan dos gotas de la solución indicadora de rojo de metilo a la que se refiere la Fracción E.5. de este Manual y se registra el volumen de la solución de carbonato de sodio, como B , en mL.
- F.3. Se inicia la titulación agregando con la bureta la solución de ácido clorhídrico a la que se refiere la Fracción E.4., hasta que se observe la aparición de un color rojo intenso en la solución contenida en el matraz referido en la Fracción F.2 de este Manual. Se registra el volumen de solución del ácido clorhídrico agregado, como C_1 , en mL. A continuación, se hierve la solución cuidadosamente hasta que su color rojo sea un poco más tenue que el inicial y se deja enfriar hasta temperatura ambiente.
- F.4. Se continúa la titulación repitiendo cíclicamente los pasos descritos en la Fracción anterior hasta que la tonalidad de la solución contenida en el matraz apenas presente un tenue color rojo. Se registra el volumen de la solución del ácido clorhídrico agregada en cada ciclo, como C_i , en mL, donde i es el número del ciclo consecutivo realizado. Se calcula y registra el volumen total de la solución de ácido clorhídrico agregado, como C_t , en mL, mediante la siguiente expresión.

$$C_t = \sum_{i=1}^n C_i$$

Donde:

- C_t = Volumen total de la solución de ácido clorhídrico utilizada, (mL)
- C_i = Volumen de la solución del ácido clorhídrico agregada en el ciclo i , (mL)
- i = Número de ciclo consecutivo realizado
- n = Número de ciclos realizados

F.5. Se calcula la normalidad de la solución de ácido clorhídrico, N , mediante la siguiente expresión:

$$N = \frac{18,87 \times B}{C_t}$$

Donde:

- N = Normalidad de la solución de ácido clorhídrico, (g/mL)
- B = Volumen de la solución de carbonato de sodio a la que se refiere la Fracción F.2. de este Manual, (mL)
- C_t = Volumen total de la solución de ácido clorhídrico utilizada, (mL)

G. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

De la muestra de cal que se recibe en laboratorio obtenida según lo establecido en el Manual M-MMP-4-02-001, *Muestreo de Cal para Estabilizaciones*, se obtiene una porción de aproximadamente 50 g que se reduce mediante cuarteo hasta obtener una porción de material de 20 a 30 g, para lo cual, sobre una superficie limpia o una charola y utilizando la espátula se coloca el material formando un cono truncado, que se extiende hasta lograr una capa circular de espesor uniforme y se cuarteo dividiéndolo en cuatro partes iguales. Se mezcla el material de dos cuadrantes opuestos y se vuelve a cuarteo, repitiendo la operación hasta obtener la porción de 20 a 30 g. Se tendrá cuidado de distribuir y de no perder material en cada operación de cuarteo, para lo cual se podrá utilizar una brocha.

H. PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

- H.1.** De la porción de material a la que se refiere la Cláusula anterior, se obtiene una porción de prueba cuya masa sea exactamente 2,804 g, la cual se registra como W , en g, y se introduce en un matraz Erlenmeyer junto con 90 mL de agua desmineralizada y 100 mL de la solución de sacarosa a que se refiere la Fracción E.3. de este Manual.
- H.2.** Se coloca el matraz Erlenmeyer sobre el agitador magnético, se introduce la barra magnética y se aplica una agitación a una velocidad de 350 a 700 r/min durante 15 min o hasta que se observe que la solución cambie de color transparente a color rosa. A continuación, se agregan de 4 a 5 gotas de la solución de indicador de fenolftaleína a que se refiere la Fracción E.2. de este Manual.
- H.3.** Se comienza la titulación agregando la solución de ácido clorhídrico a que se refiere la Fracción E.4. de este Manual, hasta que la solución cambie de color de rosa a un color transparente semejante al del color original de la solución de sacarosa. El volumen agregado de la solución de ácido clorhídrico se registra como V , en mL.

I. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se calcula y reporta el contenido de hidróxido de calcio Ca(OH)_2 mediante la siguiente expresión:

$$\text{Ca(OH)}_2 = 1,321 \times N \times V \times 100$$

Donde:

Ca(OH)_2 = Contenido de hidróxido de calcio, (%)

N = Normalidad de la solución de ácido clorhídrico, (g/mL)

V = Volumen agregado de la solución de ácido clorhídrico, (mL)

J. PRECAUCIONES PARA EVITAR ERRORES

Para evitar errores durante la ejecución de la prueba, se observarán las siguientes precauciones:

- J.1.** Que la prueba se realice en un lugar cerrado, con temperatura y humedad controlada, ventilación indirecta, limpio y libre de corrientes de aire que puedan provocar la contaminación de las muestras y que además cuente con los dispositivos de seguridad indicados en la Fracción D.1. de este Manual.
- J.2.** Que en todo momento el personal utilice el equipo de protección, considerando que los reactivos utilizados durante la prueba requieren de un manejo cuidadoso.
- J.3.** Que la balanza se encuentre debidamente calibrada y se coloque sobre una superficie perfectamente horizontal y sin vibraciones al momento de realizar la prueba.
- J.4.** Que los reactivos y las soluciones estén debidamente identificados, colocados en un sitio seguro que evite posibles derrames durante su uso o almacenamiento y, de ser posible, que los recipientes que los contengan estén cerrados mientras no sean utilizados.
- J.5.** Que se cuente con la hoja de seguridad del fabricante de cada reactivo, que indique las precauciones para su manejo, transporte y almacenamiento.
- J.6.** Verificar que la solución de sacarosa no tenga más de dos días de haber sido preparada.