

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

PARTE: **2. MATERIALES PARA ESTRUCTURAS**

TÍTULO: 02. Materiales para Concreto Hidráulico

CAPÍTULO: 035. Reactividad Potencial de los Agregados mediante el Método Químico

A. CONTENIDO

Este Manual describe el procedimiento de prueba para determinar la reactividad potencial de los agregados pétreos para concreto hidráulico mediante el método químico, a que se refiere la Norma N·CMT·2·02·002, *Calidad de Agregados Pétreos para Concreto Hidráulico*, en muestras tomadas conforme al Manual M·MMP·2·02·019, *Muestreo de Agregados Pétreos*.

B. OBJETIVO DE LA PRUEBA

Determinar la reactividad de los agregados pétreos gruesos y finos que se utilicen en la elaboración de concreto hidráulico con los álcalis del cemento Pórtland, mediante la obtención de la concentración de sílice, la cual se puede realizar ya sea por gravimetría o fotogrametría, y la reducción de la alcalinidad de una muestra de agregados pétreos triturados y cribados que ha recibido un cierto tratamiento químico. Esta prueba no es aplicable para agregados de origen calizo.

C. REFERENCIAS

Son referencias de este Manual, la Norma N·CMT·2·02·002, *Calidad de Agregados Pétreos para Concreto Hidráulico* y el Manual M·MMP·2·02·019, *Muestreo de Agregados Pétreos*.

D. 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%.

E. OBTENCIÓN DE LAS PORCIONES DE PRUEBA DE LOS AGREGADOS PÉTREOS

La prueba se puede ejecutar tanto a los agregados gruesos como a los finos, los cuales se prueban por separado. El procedimiento para la obtención de las porciones de prueba se indica a continuación.

E.1. EQUIPO Y MATERIALES

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

E.1.1. Balanza

Con capacidad de 2 000 g y aproximación de 1 g.

E.1.2. Equipo de trituración

Una trituradora de mandíbula pequeña provista de un pulverizador de disco u otro equipo adecuado capaz de triturar y moler el agregado hasta pasar por la malla N°50 (0,300 mm).

E.1.3. Juego de mallas

Fabricadas con alambre de bronce o de acero inoxidable de diversos calibres, tejidos en forma de cuadrícula, con las aberturas indicadas en la Tabla 1 de este Manual. El tejido estará sostenido mediante un bastidor circular metálico, de lámina de bronce o de latón, de 206 ± 2 mm de diámetro interior y de 68 ± 2 mm de altura, sujetando la malla, rígida y firmemente, mediante el sistema de engargolado de metales, a una distancia de 50 mm del borde superior del bastidor.

TABLA 1.- Juego de mallas

Unidades en mm

Malla		Variación permisible de la abertura promedio con respecto a la denominación de la malla	Abertura máxima permisible para no más del 5% de las aberturas de la malla	Abertura máxima individual permisible	Diámetro nominal del alambre ^[1]
Designación	Abertura Nominal				
N°4	4,75	$\pm 0,15$	5,02	5,14	1,54
N°50	0,300	$\pm 0,014$	0,337	0,363	0,215
N°100	0,150	$\pm 0,008$	0,174	0,192	0,110

[1] El diámetro promedio de los alambres que forman cualquier malla no variará de los valores nominales en 5% para mallas con aberturas mayores de 0,6 mm y 7,5% para mallas con aberturas de 0,6 mm a 0,125 mm.

E.1.4. Horno

Equipado con regulador de temperatura, capaz de mantener una temperatura de $110^{\circ} \pm 5^{\circ}$ C con capacidad suficiente para contener la muestra de material.

E.1.5. Charola

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

E.1.6. Cucharón de acero galvanizado

De 20 cm de largo, 11 cm de ancho y 10 cm de altura, formando un paralelepípedo rectangular con sólo cuatro caras, cuya cara menor lleva acoplado un mango metálico de sección circular de 13 cm de largo.

E.1.7. Agua destilada

La necesaria.

E.2. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE LOS AGREGADOS PÉTREOS

La preparación de la muestra de agregados pétreos obtenida según se establece en el Manual M-MMP-2-02-019, *Muestreo de Agregados Pétreos*, se realiza como se indica a continuación:

E.2.1. Si la muestra contiene una mezcla de agregados finos y gruesos, estos se separan cribándolos por la malla N°4 (4,75 mm).

- E.2.2.** Cada fracción de material se coloca sobre una charola y utilizando el cucharón, se forma un cono trunco, el cual se extiende hasta lograr una capa circular de espesor uniforme.
- E.2.3.** En el caso del material retenido en la malla N°4 (4,75 mm), se divide el material en cuatro partes iguales y con el material de dos cuadrantes opuestos se obtiene una porción de material de 1 500 g aproximadamente. Si el tamaño de la muestra es grande, la operación de cuarteo se repite las veces que sea necesario hasta obtener el tamaño de la porción de material que se indica.
- E.2.4.** En el caso del material que pasa la malla N°4 (4,75 mm), se divide el material en cuatro partes iguales y con el material de dos cuadrantes opuestos se obtiene una porción de material de 300 g aproximadamente.

E.3. OBTENCIÓN DE LAS PORCIONES DE PRUEBA

- E.3.1.** La porción de material a la que se refiere el Inciso E.2.3. de este Manual, se tritura en pequeñas proporciones utilizando el equipo de trituración de manera que todo el material pase la malla N°4 (4,75 mm) y se obtiene una porción de 300 ± 5 g.
- E.3.2.** La porción de material a la que se refieren los Incisos E.2.4. y E.3.1. de este Manual, según sea el caso, se criba utilizando las mallas N°50 (0,300 mm) y N°100 (0,150 mm). El material retenido en la malla N°50 se muele en pequeñas porciones utilizando el pulverizador de disco y cribándolo nuevamente por ambas mallas. La separación de los discos del pulverizador será aproximadamente de 3 mm para la primera molienda y disminuirá progresivamente hasta que todo el material haya pasado la malla N°50.
- E.3.3.** La porción de material que se retuvo en la malla N°100 (0,150 mm) se lava con un chorro de agua destilada para eliminar todo el material más fino que esa malla. Posteriormente se seca en el horno a una temperatura de $110 \pm 5^\circ\text{C}$ durante 20 ± 4 h. Se deja enfriar a temperatura ambiente y se pasa nuevamente por la malla N°100. Del material retenido en dicha malla se obtienen 4 porciones de prueba de $25 \pm 0,5$ g, las cuales se registran de acuerdo con el número de porción de prueba, como P_1 , P_2 , P_3 y P_4 .
- E.3.4.** Si durante el proceso de lavado y secado del material se observan capas de limo o arcilla adheridas a las partículas, el proceso de lavado a que se refiere el Inciso anterior se repite hasta que ya no se observen rastros de estos y así obtener las porciones de prueba a que se refiere el Inciso anterior.

F. PREPARACIÓN Y OBTENCIÓN DE LA SOLUCIÓN DE PRUEBA

F.1. EQUIPO Y MATERIALES

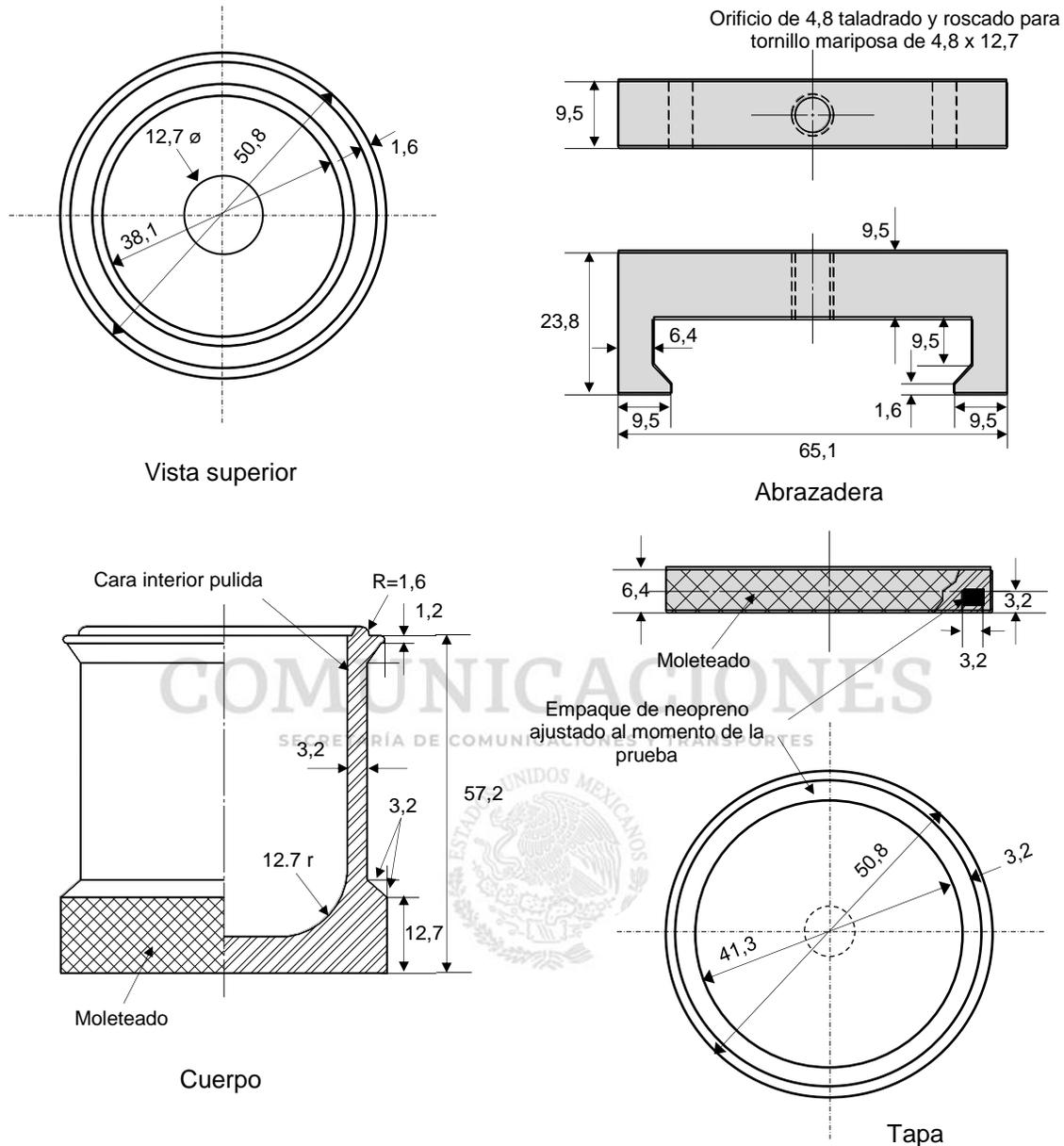
El equipo para la preparación de la solución de prueba, estará en condiciones de operación, calibrado, limpio y completo en todas sus partes.

F.1.1. Recipientes de reacción

4, de acero inoxidable o cualquier otro material metálico resistente a la corrosión, de 50 a 75 mL de capacidad, con tapa metálica hermética del mismo material y empaque de neopreno que se ajuste al recipiente, con las dimensiones mostradas en la Figura 1 de este Manual.

F.1.2. Baño de vapor

De gas o eléctrico equipado con un sistema de calentamiento que permita alcanzar una temperatura constante y uniforme de 100°C al menos.



Acotaciones en milímetros

FIGURA 1.- Recipiente de reacción

F.1.3. Bomba de vacío

Capaz de mantener una presión de al menos 51 kPa (0,52 kg/cm²), equipada con manguera o tubo flexible que permita su ensamble con el matraz de filtración.

F.1.4. Balanza

Análítica, con capacidad de 200 g y aproximación de 0,01 g.

F.1.5. Matraz Erlenmeyer

Con tapón de hule, graduado, con capacidad de 250 mL.

F.1.6. Matraces aforados

4, de vidrio, con capacidad de 250 mL.

F.1.7. Matraz de filtración

De vidrio, con un tubo o vástago lateral que permita la conexión a través de mangueras o tubos flexibles con la bomba de vacío, con capacidad de al menos 250 mL.

F.1.8. Frasco de polietileno

Con tapa y capacidad de al menos 150 mL.

F.1.9. Etiquetas

Autoadheribles, de uso comercial.

F.1.10. Probetas

4, con capacidad de al menos 50 mL y graduación con aproximación de 1 mL.

F.1.11. Crisol de Gooch

De porcelana, vidrio o cualquier otro material, con fondo poroso que permita su uso para el proceso de filtrado, de al menos 30 mL de capacidad con adaptador de hule.

F.1.12. Embudo Büchner

De porcelana, vidrio o cualquier material que permita el filtrado de la solución de prueba, de tamaño tal, que un crisol de Gooch de al menos 30 mL y un adaptador de hule se puedan ensamblar en su interior y crear un sello sin fugas.

F.1.13. Tubos de ensaye

4, de vidrio, con capacidad de 50 mL.

F.1.14. Pipeta volumétrica

De vidrio, con capacidad de al menos 10 mL, con aproximación de 0,1 mL.

F.1.15. Discos de papel de filtro

4, de grado analítico y filtración rápida.

F.1.16. Espátula

De acero, de hoja angosta.

F.1.17. 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.

F.1.18. Barra magnética

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

F.1.19. Cronómetro o reloj

Con aproximación de 1 s.

F.1.20. Agua destilada

La necesaria.

F.1.21. Agua desmineralizada

La necesaria.

F.1.22. Hidróxido de sodio (NaOH)

De grado reactivo, con la hoja de seguridad del fabricante que indique las precauciones para su manejo, transporte y almacenamiento.

F.2. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN ESTANDARIZADA DE HIDRÓXIDO DE SODIO (NaOH)

Previo al inicio de la prueba, se prepara la solución estandarizada de hidróxido de sodio (NaOH), como se indica a continuación:

F.2.1. En un matraz Erlenmeyer, se agregan 0,4 g de hidróxido de sodio (NaOH) y con 100 mL de agua destilada, 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.

F.2.2. Se vierte la solución estandarizada de hidróxido de sodio en un frasco de polietileno con tapa. Se lava el matraz y la pipeta con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. El frasco de polietileno contará con una etiqueta adherida que identifiquen el nombre de la solución, los datos de reactividad que informen acerca de los riesgos de su manipulación, así como las fechas de elaboración y de caducidad.

F.3. OBTENCIÓN DE LAS SOLUCIONES DE PRUEBA

De cada porción de prueba se obtiene una solución de prueba como se indica a continuación:

F.3.1. En cada recipiente de reacción, se colocan las porciones de prueba P_1 , P_2 , P_3 y P_4 a las que se refiere el Inciso E.3.3. de este Manual junto con 25 mL de la solución estandarizada de hidróxido de sodio (NaOH). Se cierran los cuatro recipientes suavemente hasta expulsar el aire atrapado, evitando fugas del material o de la solución. El recipiente de reacción con la porción de prueba P_4 será utilizado posteriormente como testigo durante la determinación de la reducción de la alcalinidad.

F.3.2. Todos los recipientes de reacción se colocan inmediatamente dentro del baño de vapor a una temperatura de $80 \pm 1^\circ\text{C}$ durante $24 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$.

F.3.3. Posteriormente, se sacan del baño de vapor y se enfrían durante $15 \pm 2 \text{ min}$ bajo un chorro de agua cuya temperatura sea menor de 30°C .

F.3.4. Una vez que se han enfriado, para cada uno de los recipientes de reacción, se realiza lo siguiente.

F.3.4.1. En un crisol de Gooch, se coloca un disco de papel de filtro, cortado de modo que se ajuste adecuadamente al fondo del crisol.

- F.3.4.2.** Se ensambla el crisol de Gooch en el embudo Büchner mediante el adaptador de hule.
- F.3.4.3.** Se ensambla el embudo Büchner al tubo de ensaye y este arreglo se introduce en el matraz de filtración. Antes de iniciar el proceso de vacío, se conecta la manguera o tubo de la bomba de vacío al vástago del matraz de filtración asegurándose que quede fijo y sellado para evitar fugas de presión.
- F.3.4.4.** Con la bomba de vacío en operación y sin agitar el recipiente de reacción, se vierte en el crisol del Gooch un poco de la solución que contiene, de manera que durante el proceso de filtración las partículas sólidas se adhieran en el papel filtro. La bomba de vacío se ajusta hasta lograr una velocidad de filtración aproximada de 1 gota por cada 10 s.
- F.3.4.5.** Se continúa vertiendo poco a poco toda la solución sin agitar el recipiente. Una vez que toda la solución ha sido filtrada, en ese momento se suspende el vacío. Los sólidos que pudieran haberse quedado en el fondo del recipiente de reacción se colocan con la espátula en el papel filtro y se presionan con el fondo del crisol. Se tendrá cuidado de registrar el tiempo durante el cual se aplicó el vacío, ya que será considerado como el tiempo de filtrado para los otros tres recipientes de reacción, de manera que el proceso de filtración entre uno y otro no varíe demasiado.
- F.3.4.6.** La solución filtrada de cada recipiente de reacción se coloca en una probeta individual, la cual se agita suavemente para garantizar su homogeneidad.
- F.3.4.7.** Finalmente, para obtener la solución de prueba de cada porción de prueba, con una pipeta se toman 10 mL de la solución filtrada y se vierten en un matraz aforado individual. A continuación, se agrega agua destilada hasta llegar a la marca de aforo del matraz. Se guarda la solución de prueba lejos de la luz y se identifica de acuerdo con el número de la porción de prueba de la que se obtuvo, de manera que se pueda llevar a cabo la determinación de la concentración de sílice y la reducción de la alcalinidad de dicha solución.

G. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SÍLICE EN LA MUESTRA POR EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO

G.1. EQUIPO Y MATERIALES

El equipo para la determinación de la concentración de sílice en la muestra por el método gravimétrico estará en condiciones de operación, calibrado, limpio y completo en todas sus partes.

G.1.1. Horno Mufla

Con control de temperatura, capaz de mantener una temperatura de $1\ 200 \pm 25^\circ\text{C}$.

G.1.2. Balanza

Análítica, con capacidad de 500 g y aproximación de 0,001 g.

G.1.3. Cápsulas de evaporación

4, de cerámica, con tapa y con capacidad de al menos 150 mL.

G.1.4. Crisol para calcinación

4, de platino, cerámica o cualquier otro material, capaz de resistir temperaturas de hasta 1200°C y con capacidad de 30 mL al menos.

G.1.5. Matraz Erlenmeyer

Con tapón de hule, graduado, con capacidad de 250 mL.

G.1.6. Matraces

4, de vidrio y capacidad de 250 mL.

G.1.7. Frascos con tapa

- 2, de vidrio, uno con capacidad de 250 mL y otro con capacidad de 100 mL.
- 1, de polietileno de alta densidad con capacidad de al menos 150 mL.
- 2, de polietileno, uno con capacidad de 100 mL y otro con capacidad de 250 mL.

G.1.8. Pipeta volumétrica

De vidrio, con capacidad de al menos 50 mL, graduada con aproximación de 1 mL.

G.1.9. Baño de vapor o parrilla

De gas o eléctrico, equipado con un sistema de calentamiento que permita alcanzar una temperatura constante y uniforme de 100°C al menos.

G.1.10. Disco de papel de filtro

De cenizas, con textura media, de grado cuantitativo.

G.1.11. Pinzas para crisol

De acero inoxidable y con las dimensiones suficientes para sostener los crisoles de calcinación.

G.1.12. 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.

G.1.13. Barra magnética

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

G.1.14. Cronómetro o reloj

Con aproximación de 1 s.

G.1.15. Gotero

De vidrio o polietileno, con capacidad de al menos 1 mL.

G.1.16. Agua destilada

La necesaria.

G.1.17. Agua desmineralizada

La necesaria.

G.1.18. Reactivos

De grado reactivo, con la hoja de seguridad del fabricante de cada reactivo que indique las precauciones para su manejo, transporte y almacenamiento, y serán los siguientes:

G.1.18.1. Ácido clorhídrico (HCl), ($\rho=1,19$ kg/L).

G.1.18.2. Ácido fluorhídrico (HF), al 50%.

G.1.18.3. Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄), ($\rho=1,84$ kg/L).

G.2. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Antes de iniciar la ejecución para determinar la concentración de sílice por el método gravimétrico, es necesario preparar los siguientes reactivos que tendrán una etiqueta adherida al frasco que los contenga que identifique los riesgos, datos de reactividad, caducidad, así como el nombre de la sustancia que la contiene, de acuerdo con lo indicado a continuación:

G.2.1. Ácido clorhídrico (HCl)

Con una pipeta se vierten 80 mL de ácido clorhídrico (HCl), en un frasco de polietileno de alta densidad con tapa. Se lava la pipeta con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

G.2.2. Ácido fluorhídrico (HF)

Con una pipeta se vierten 80 mL de ácido fluorhídrico (HF) en un frasco de polietileno con tapa. Se lava la pipeta con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

G.2.3. Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄)

Con una pipeta se vierten 50 mL de ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄) en un frasco de vidrio con tapa. Se lava la pipeta con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

G.3. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO (HCl) 1+1

G.3.1. Debajo de la campana de extracción, se prepara la solución de ácido clorhídrico (HCl) 1+1 para lo cual, en un matraz Erlenmeyer se disuelven 100 mL de ácido clorhídrico (HCl) en 100 mL de agua destilada 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.

G.3.2. Se vierte la solución de ácido clorhídrico en un frasco de polietileno con tapa. Se lava el matraz y la pipeta que se hayan utilizado con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba. El frasco contará con una etiqueta adherida que identifiquen el nombre de la solución, los datos de reactividad que informen acerca de los riesgos de su manipulación, así como las fechas de elaboración y de caducidad.

G.4. PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

Para cada una de las 3 soluciones de prueba, con excepción de la solución que sirve de testigo, se realiza lo siguiente:

- G.4.1. En una cápsula de evaporación se vierten con la pipeta volumétrica limpia 100 mL de la solución de prueba a la que se refiere el Párrafo F.3.4.7. de este Manual.
- G.4.2. Se agregan de 5 a 10 mL de ácido clorhídrico (HCl) y se evaporan a sequedad en el baño de vapor o en la parrilla.
- G.4.3. Después de la evaporación y sin recalentar el residuo, se agregan de 10 a 20 mL de la solución de ácido clorhídrico (HCl) 1+1.
- G.4.4. Se cubren las cápsulas de evaporación y se mantienen durante 10 min más en el baño de vapor o en la parrilla.
- G.4.5. Se retiran las cápsulas de evaporación del baño de vapor o parrilla y su contenido se mezcla con 20 mL de agua destilada caliente.
- G.4.6. La solución contenida en cada cápsula de evaporación se filtra en caliente a través del papel filtro. Las cápsulas se lavan con una mezcla 1 a 99 volúmenes de ácido clorhídrico con agua caliente y nuevamente con agua caliente hasta que queden limpias. El producto de los lavados se recolecta en un matraz y se pasa por el papel filtro.
- G.4.7. Se coloca el papel filtro en el crisol para calcinación y se seca en una mufla a 110°C, para posteriormente calcinarlo, primero a baja temperatura hasta que se carbonice completamente sin inflamarse, y finalmente a una temperatura comprendida entre 1 100°C y 1 200°C hasta masa constante. Con las pinzas se extrae el crisol de la mufla y se deja enfriar hasta que tenga una temperatura que le permita su manipulación.
- G.4.8. A continuación, se humedece completamente el residuo calcinado en el crisol con unas gotas de agua destilada y se agregan 10 mL de ácido fluorhídrico (HF) y una gota de ácido sulfúrico (H₂SO₄).
- G.4.9. Se coloca el residuo humedecido en el baño de vapor o parrilla y se lleva a la sequedad lentamente.
- G.4.10. En la mufla, se calienta nuevamente el residuo secado a una temperatura comprendida entre 1 050°C y 1 100°C durante 1 ó 2 minutos y se deja enfriar en el desecador hasta temperatura ambiente.
- G.4.11. Se determina la masa del residuo seco y se registra como W_i , en g, donde i es el número de la solución de prueba.

G.5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se calcula y reporta la concentración de sílice de la muestra como se indica a continuación:

- G.5.1. Se calcula la concentración de sílice de cada una de las soluciones de prueba, excepto de la solución de prueba que sirve de testigo, mediante la siguiente expresión:

$$S_{c_i} = 3,330 W_i$$

Donde:

S_{c_i} = Concentración de sílice de la solución de prueba i , (mmol/L)

W_i = Masa del residuo seco de la solución de prueba i , (g)

i = Es el número de la solución de prueba, (adimensional)

- G.5.2.** Se calcula la concentración promedio de sílice de la muestra $S_{c_{prom}}$, como el promedio de las concentraciones de sílice S_{c_i} , determinadas en el Inciso anterior, mediante la siguiente expresión:

$$S_{c_{prom}} = \frac{\sum_1^3 S_{c_i}}{3}$$

Donde:

$S_{c_{prom}}$ = Concentración promedio de sílice de la muestra, (mmol/L)

S_{c_i} = Concentración de sílice de cada solución de prueba i , (mmol/L)

i = Es el número de la solución de prueba, (adimensional)

- G.5.3.** Para considerar válidos los resultados de la prueba, se compara la concentración promedio de sílice de la muestra $S_{c_{prom}}$ a la que se refiere el Inciso anterior con las concentraciones de sílice de cada solución de prueba S_{c_i} , considerando lo siguiente:

G.5.3.1. Si la concentración promedio de sílice de la muestra $S_{c_{prom}}$ es igual a 100 mmol/L o menor, la diferencia entre ésta y la concentración de sílice de cada solución de prueba S_{c_i} , no será mayor de 12 mmol/L.

G.5.3.2. Si la concentración promedio de sílice de la muestra $S_{c_{prom}}$ es mayor de 100 mmol/L, la diferencia entre ésta y la concentración de sílice de cada solución de prueba S_{c_i} , no será mayor de 12%.

- G.5.4.** Se reporta la concentración promedio de sílice de la muestra $S_{c_{prom}}$, en mmol/L.

H. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SÍLICE POR EL MÉTODO FOTOMÉTRICO

Este método es aplicable para determinar la concentración de sílice cristaloides (no coloide) en todas sus soluciones acuosas, detectada durante el examen petrográfico de los agregados al que se refiere la Norma N-CMT-2-02-002, *Calidad de Agregados Pétreos para Concreto Hidráulico*, excepto aquellas con fuerte interferencia de color (tanino, entre otras). El método es particularmente aplicable al análisis rápido de la sílice cristaloides con una solubilidad menor de 10 ppm.

H.1. EQUIPO Y MATERIALES

El equipo para la determinación de la concentración de sílice por el método fotométrico estará en condiciones de operación, calibrado, limpio y completo en todas sus partes.

H.1.1. Balanza

Análítica, con capacidad de 200 g y aproximación de 0,01 g.

H.1.2. Matraz Erlenmeyer

3, con tapón de hule, graduados, con capacidad de 250 mL.

H.1.3. Matraz aforado

10, de vidrio; 9 con capacidad de 100 mL y 1 con capacidad de 1 000 mL.

H.1.4. Frascos con tapa

- 2 de polietileno, con capacidad de 1 000 mL y otro con capacidad de 150 mL, este último de alta densidad.
- 2 de vidrio, con capacidad de 250 mL.

H.1.5. Pipeta volumétrica

De vidrio, con capacidad de al menos 100 mL, con aproximación de 1 mL.

H.1.6. Bureta

De vidrio, con capacidad de al menos 50 mL, graduada con aproximación de 0,1 mL.

H.1.7. Discos de papel de filtro

4, de cenizas, de textura media.

H.1.8. Espectrofotómetro o fotómetro fotoeléctrico

Capaz de medir la transmisión de luz a una longitud de onda constante de aproximadamente 410°nm.

H.1.9. 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.

H.1.10. Barra magnética

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

H.1.11. Cronómetro o reloj

Con aproximación de 1 s.

H.1.12. Gotero

De vidrio o polietileno, con capacidad de al menos 1 mL.

H.1.13. Agua destilada

La necesaria.

H.1.14. Agua desmineralizada

La necesaria.

H.2. REACTIVOS

De grado reactivo, con la hoja de seguridad del fabricante de cada reactivo que indique las precauciones para su manejo, transporte y almacenamiento, y serán los siguientes:

- H.2.1. Metasilicato de sodio (Na_2SiO_3).
- H.2.2. Molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).
- H.2.3. Ácido clorhídrico (HCl).
- H.2.4. Ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

H.3. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Previo al inicio de la prueba, se preparan las siguientes soluciones, como se indica a continuación:

H.3.1. Solución estandarizada de sílice (SiO_2)

En un matraz aforado se disuelven 0,61 g de metasilicato de sodio en 1 L agua 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 estandarizada de sílice en un frasco de polietileno con tapa. Se lava el matraz y la pipeta volumétrica con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

H.3.2. Solución de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

En un matraz Erlenmeyer, se disuelven 10 g de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en 100 mL de agua destilada 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 molibdato de amonio en un frasco de polietileno de alta densidad y se tapa. Si la solución no es clara, antes de colocarla en el frasco, se filtra a través de papel filtro de textura fina. Se lava el matraz y la pipeta con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

H.3.3. Solución de ácido clorhídrico (HCl) 1 + 1

Debajo de la campana de extracción, se prepara la solución de ácido clorhídrico 1+1 para lo cual, en un matraz Erlenmeyer se disuelven 100 mL de ácido clorhídrico (HCL) en 100 mL de agua destilada 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 ácido clorhídrico en un frasco de vidrio con tapa. Se lava el matraz y la pipeta que se hayan utilizado con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

H.3.4. Solución de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

En un matraz Erlenmeyer, se disuelven 10 g de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) en 100 mL de agua destilada, 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 estandarizada de ácido oxálico en un frasco de vidrio con tapa. Se lava el matraz y la pipeta que se hayan utilizado con agua desmineralizada para seguir utilizándola durante la prueba.

- H.3.5. Todos los frascos contarán con una etiqueta adherida que identifiquen el nombre de la solución, los datos de reactividad que informen acerca de los riesgos de su manipulación, así como las fechas de elaboración y de caducidad.

H.4. PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

H.4.1. Preparación de la curva de calibración

- H.4.1.1. Se prepara una serie de 5 soluciones de sílice (SiO_2) de concentración conocida, variando desde 0,0 hasta 1 mmol/L, diluyendo porciones de la solución estandarizada de sílice a la que se refiere el Inciso H.3.1. de este Manual.
- H.4.1.2. Se vierten las soluciones de sílice a matraces aforados de 100 mL y se agrega agua destilada hasta la mitad del volumen del matraz.
- H.4.1.3. Se agrega a cada matraz 2 mL de solución de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y 1 mL de ácido clorhídrico (HCl) 1 + 1 y se agita girando los matraces.
- H.4.1.4. Se dejan reposar las soluciones durante 15 min a la temperatura ambiente y posteriormente se añaden $1,5 \pm 0,2$ mL de la solución de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).
- H.4.1.5. Se completa el volumen de cada matraz con agua destilada hasta la marca de aforo y se mezcla completamente.
- H.4.1.6. Se dejan reposar las soluciones durante un periodo de 5 ± 1 min.
- H.4.1.7. Se lee la transmitancia, en %, de cada una de las soluciones en el fotómetro o espectrofotómetro usando como comparador el agua.
- H.4.1.8. Se realiza la curva de calibración graficando la transmitancia, en % y las concentraciones conocidas de cada solución de sílice, en mmol/mL.

H.4.2. Determinación de la concentración de sílice

Para cada una de las soluciones de prueba, con excepción de la solución que sirve de testigo, se realiza lo siguiente:

- H.4.2.1. Se vierten por medio de una pipeta 10 mL de la solución de prueba a la que se refiere el Párrafo F.3.4.7. de este Manual, con excepción de la solución de prueba que sirve de testigo, a un matraz aforado de 100 mL que contendrá agua destilada hasta la mitad del volumen del matraz. Se registra el volumen añadido de la solución de prueba como V_i , en mL, donde i es el número de solución de prueba. A continuación, se realiza el procedimiento indicado en los Párrafos H.4.1.3. al H.4.1.7. de este Manual.
- H.4.2.2. Se toman las lecturas de las concentraciones de sílice en las soluciones y utilizando la curva de calibración, se determina mediante la transmitancia de la solución, la concentración de sílice de cada solución de prueba medida con el fotómetro o espectrofotómetro, registrándola como C_i , en mmol/L, donde i es el número de solución de prueba. Si la transmitancia está debajo del 30% o por encima del 50% se utilizará una porción menor de la solución a la que se refiere el Párrafo anterior que asegure una mejor la lectura de la transmitancia en el espectrofotómetro o fotómetro fotoeléctrico.

H.5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se calcula y reporta la concentración de sílice de la muestra como se indica a continuación:

- H.5.1. Se calcula la concentración de sílice de cada una de las soluciones de prueba, excepto de la solución de prueba que sirve de testigo, mediante la siguiente expresión:

$$Sc_i = \frac{2000 C_i}{V_i}$$

Donde:

Sc_i = Concentración de sílice de la solución de prueba i , (mmol/L)

C_i = Concentración de sílice medida con el fotómetro o espectrofotómetro de la solución de prueba i , (mmol/L)

V_i = Volumen añadido de la solución de prueba i , (mL)

i = Es el número de la solución de prueba

H.5.2. Se calcula la concentración promedio de sílice de la muestra Sc_{prom} , como el promedio de las concentraciones de sílice Sc_i , determinadas en el Inciso anterior, mediante la siguiente expresión:

$$Sc_{prom} = \frac{\sum_1^3 Sc_i}{3}$$

Donde:

Sc_{prom} = Concentración promedio de sílice de la muestra i , (mmol/L)

Sc_i = Concentración de sílice de la solución de prueba i , (mmol/L)

i = Es el número de la solución de prueba, (adimensional)

H.5.3. Para considerar válidos los resultados de la prueba, se compara la concentración promedio de sílice de la muestra Sc_{prom} a la que se refiere el Inciso anterior con las concentraciones de sílice de cada porción de prueba, considerando lo siguiente:

H.5.3.1. Si la concentración promedio de sílice de la muestra Sc_{prom} es igual a 100 mmol/L o menor, la diferencia entre ésta y la concentración de sílice de cada solución de prueba Sc_i , no será mayor de 12 mmol/L.

H.5.3.2. Si la concentración promedio de sílice de la muestra Sc_{prom} es mayor de 100 mmol/L, la diferencia entre ésta y la concentración de sílice de cada solución de prueba Sc_i , no será mayor de 12%.

H.5.4. Se reporta la concentración promedio de sílice de la muestra Sc_{prom} , en mmol/L.

I. REDUCCIÓN EN ALCALINIDAD

I.1. EQUIPO

I.1.1. Matracas Erlenmeyer

5, de vidrio, con tapón de hule, graduado, con capacidad de 250 mL.

I.1.2. Balanza

Análítica, con capacidad de 200 g y aproximación de 0,01 g.

I.1.3. Frascos con tapa

2, de vidrio y capacidad de 250 mL.

I.1.4. Pipeta volumétrica

De vidrio, con capacidad de al menos 10 mL, graduada con aproximación de 0,1 mL.

I.1.5. Bureta

De vidrio, con capacidad de 50 mL, graduada con aproximación de 0,1 mL.

I.1.6. Gotero

De vidrio o polietileno, con capacidad de al menos 1 mL.

I.1.7. 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.

I.1.8. Barra magnética

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

I.1.9. Agua destilada

La necesaria.

I.1.10. Agua desmineralizada

La necesaria.

I.2. REACTIVOS

De grado reactivo, con la hoja de seguridad del fabricante de cada reactivo que indique las precauciones para su manejo, transporte y almacenamiento, y serán los siguientes:

I.2.1. Fenolftaleína ($H_2C_2O_4$).

I.2.2. Etanol (C_2H_6O).

I.2.3. Ácido clorhídrico (HCl), ($\rho=1,19$ kg/L).

I.3. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES**I.3.1. Solución indicadora de fenolftaleína ($H_2C_2O_4$)**

En un matraz Erlenmeyer, se disuelve 1 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol (C_2H_6O) 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 indicadora de fenolftaleína ($H_2C_2O_4$) en un frasco de vidrio con tapa y gotero. Se lava el matraz, la pipeta o la bureta que se hayan utilizado con agua desmineralizada para seguir utilizándolos durante la prueba.

I.3.2. Solución estandarizada de ácido clorhídrico (HCl) 0,05N

Debajo de la campana de extracción, en un matraz Erlenmeyer se disuelven 0,8 mL de ácido clorhídrico (HCl) en 200 mL de agua destilada 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 estandarizada de ácido clorhídrico en un frasco de vidrio y se tapa. Se lava el matraz, la pipeta o la bureta que se hayan utilizado con agua desmineralizada para seguir utilizándolos durante la prueba.

- I.3.3. Todos los frascos contarán con una etiqueta adherida que identifiquen el nombre de la solución, los datos de reactividad que informen acerca de los riesgos de su manipulación, así como las fechas de elaboración y de caducidad.

I.4. PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

Para cada una de las porciones de prueba se realiza lo siguiente:

- I.4.1 Se vierten 20 mL de la solución de prueba a la que se refiere el Párrafo F.3.4.7. de este Manual, a un matraz Erlenmeyer.
- I.4.2. Con excepción de la solución de prueba que sirve de testigo, se registra el volumen añadido como V_{p_i} , donde i es el número de solución de prueba.
- I.4.3. A todas las soluciones de prueba, incluyendo la que es testigo, se les adicionan de 2 a 3 gotas de solución de fenolftaleína y se titulan con la solución estandarizada de ácido clorhídrico (HCl) 0,05N hasta el punto final de ese indicador, que es cuando el color rosa de la mezcla de la fenolftaleína y la solución de prueba desaparece, registrando el volumen de la solución estandarizada de ácido clorhídrico (HCl) que se incorporó hasta la titulación, como V_{cl_i} , donde i es el número de solución de prueba, en mL.

I.5. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se calcula y reporta la reducción de la alcalinidad de la muestra como se indica a continuación:

- I.5.1. Se calcula la reducción de alcalinidad de cada una de las soluciones de prueba, con excepción de la solución de prueba que sirve de testigo, como se indica a continuación:

$$Rc_i = \frac{(V_{cl_4} - V_{cl_i})}{V_{p_i}}$$

Donde:

- Rc_i = Reducción de alcalinidad de la solución de prueba i , (mmol/L)
- V_{cl_4} = Volumen de la solución estandarizada de ácido clorhídrico (HCl) 0,05N empleado para alcanzar el punto final de la titulación con fenolftaleína para la solución de prueba que sirve de testigo, (mL)
- V_{cl_i} = Volumen de la solución estandarizada de ácido clorhídrico (HCl) 0,05N empleado para alcanzar el punto final de la titulación con fenolftaleína para la solución de prueba i , (mL)
- V_{p_i} = Volumen añadido de la solución de prueba i , (mL)
- i = Es el número de la solución de prueba, (adimensional)

- I.5.2.** Se calcula la reducción de la alcalinidad promedio de la muestra $R_{C_{prom}}$, como el promedio de las reducciones de la alcalinidad R_i , determinadas en el Inciso anterior, mediante la siguiente expresión:

$$R_{C_{prom}} = \frac{\sum_1^3 R_{C_i}}{3}$$

Donde:

$R_{C_{prom}}$ = Reducción de la alcalinidad promedio de la muestra i , (mmol/L)

R_{C_i} = Reducción de la alcalinidad de la solución de prueba i , (mmol/L)

i = Es el número de la solución de prueba, (adimensional)

- I.5.3.** Para considerar válidos los resultados de la prueba, se compara la reducción de la alcalinidad promedio de la muestra $R_{C_{prom}}$ a la que se refiere el Inciso anterior con las reducciones de la alcalinidad de cada solución de prueba considerando lo siguiente:

I.5.3.1. Si la reducción de la alcalinidad promedio de sílice de la muestra $R_{C_{prom}}$ es igual a 100 mmol/L o menor, la diferencia entre ésta y la reducción de la alcalinidad de cada solución de prueba R_{C_i} , no será mayor de 12 mmol/L.

I.5.3.2. Si la reducción de la alcalinidad promedio de sílice de la muestra $R_{C_{prom}}$ es mayor de 100 mmol/L, la diferencia entre ésta y la reducción de la alcalinidad de cada solución de prueba R_{C_i} , no será mayor de 12%.

- I.5.4.** Se reporta la reducción de la alcalinidad promedio de sílice de la muestra $R_{C_{prom}}$, en mmol/L.

J. REPORTE DE RESULTADOS

Como resultado de la prueba se reporta:

- Obra, tramo, subtramo, localización, origen del kilometraje.
- Banco y sitio donde se obtuvo la muestra de agregado pétreo.
- Tipo de agregado pétreo y número de la muestra.
- Tipo de prueba realizada para la determinación de la concentración promedio de sílice en la muestra.
- Concentración promedio de sílice de la muestra, en mmol/L.
- Reducción de la alcalinidad promedio de la muestra, en mmol/L.
- Fechas de inicio y terminación de la prueba.
- Responsable de la prueba.

K. PRECAUCIONES PARA EVITAR ERRORES

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

- K.1.** Que la prueba se realice en un lugar cerrado, limpio y de partículas que provoquen la contaminación de los especímenes de prueba.

- K.2.** Que todo el equipo esté perfectamente limpio, para que al realizar la prueba los materiales no se mezclen con agentes extraños que alteren el resultado. En el caso de las mallas, que los alambres de la trama no presenten deformaciones y sus aberturas sean uniformes.
- K.3.** Las mallas estarán limpias y no tener indicios de un mal trato, los hilos no estarán lastimados y las aberturas serán uniformes.
- K.4.** Las balanzas estarán perfectamente limpias en todas sus partes y bien calibradas, y que se coloquen sobre una superficie perfectamente horizontal y sin vibraciones al momento de realizar la prueba.
- K.5.** Verificar que el horno y la mufla estén limpios y completos en todas sus partes y que su termostato trabaje correctamente.
- K.6.** Verificar que el baño de vapor funcione correctamente.
- K.7.** Que el fotómetro fotoeléctrico o el espectrofotómetro esté perfectamente limpio en todas sus partes y bien calibrado, antes de su utilización.

COMUNICACIONES

SECRETARÍA DE COMUNICACIONES Y TRANSPORTES



SECRETARÍA DE COMUNICACIONES Y TRANSPORTES



SCT

SECRETARÍA DE
COMUNICACIONES
Y TRANSPORTES

SUBSECRETARÍA DE INFRAESTRUCTURA

Dirección General de Servicios Técnicos
Av. Coyoacán 1895
Col. Acacias, Benito Juárez, 03240
Ciudad de México
www.gob.mx/sct



INSTITUTO MEXICANO DEL TRANSPORTE

Km 12+000, Carretera Estatal No. 431
"El Colorado-Galindo", San Fandila,
Pedro Escobedo, 76703, Querétaro
<https://normas.imt.mx>
normas@imt.mx