

MINISTERIO DE OBRAS PÚBLICAS

ORDEN de 31 de diciembre de 1959 por la que se aprueba el nuevo Pliego General de Condiciones para la Recepción de los Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial.

Ilustrísimos señores:

El Pliego General de Condiciones para la Recepción de Aglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial, hasta ahora vigente en España, fué promulgado en 25 de febrero de 1930. Desde aquella fecha se ha producido un gran adelanto en la industria cementera, sobre todo en los últimos años, que aconseja la sustitución, más que revisión, del antiguo Pliego, que ya há venido sufriendo algunas enmiendas, para dar cabida a nuevos tipos de cemento antes desconocidos o admitir adiciones y tratamientos experimentados ya con éxito, así como revisar los métodos de ensayo preceptivos, incluyendo otros nuevos, de forma que lleguen a ser sus resultados más significativos respecto a la calidad real del hormigón del que vayan a formar parte.

Se ha tomado como base para este Pliego la titulada «Instrucción AH 58 del ITCC», al que se le han aplicado algunas correcciones y adiciones después de examinado por el Laboratorio Central de Ensayos de Materiales de Construcción, del Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas.

Se incluyen en el Pliego los cementos Portland, siderúrgicos, puzolánicos, naturales y aluminosos.

En cuanto a los primeros se incluyen tres categorías, según su resistencia, y englobando en ellas a los que hasta ahora se definían como cemento Portland y supercemento. También se distingue un nuevo tipo de cemento Portland de la calidad más baja (en cuanto a resistencia mecánica), pero con la propiedad de presentar una atacabilidad muy pequeña por las aguas selenitosas, de aplicación muy interesante en España, donde tanto abundan los terrenos yesosos, en los que son inaplicables los cementos Portland normales.

Se aceptan las adiciones de sustancias en pequeñas cantidades que pueden proporcionar al hormigón propiedades muy interesantes, como son los aireantes para hormigones resistentes a las heladas, los aceleradores o retardadores de fraguado para compensar las altas o bajas temperaturas del ambiente, los aceleradores del endurecimiento inicial o los que lo prolongan después del período normal de ensayo. Sólo se limita en el nuevo Pliego el límite global de adiciones de tal forma que siempre se mejore, en uno u otro aspecto, la calidad del producto base, sin perjudicar ninguna de las condiciones que se le exigen al propio cemento sin adición alguna.

Los que en el antiguo pliego fueron primeramente denominados cementos de escorias y luego escindidos en cementos Portland-siderúrgicos y cementos Portland de alto horno se desarrollan en el presente con más amplitud, incluyendo modernos procesos de fabricación y tratamiento de las escorias. Se distinguen entre los cementos siderúrgicos cuatro clases que, en cuanto a resistencia mecánica, abarcan las dos categorías inferiores señaladas para el cemento Portland. Estas cuatro clases son: el cemento Portland-siderúrgico, el cemento Portland de alto horno, el cemento Siderúrgico-clinker, y, finalmente, el cemento Sobresulfatado, nuevo en este Pliego.

También se amplían, dándoles más categoría que hasta ahora, los cementos puzolánicos, que se equiparan en sus resistencias a las mismas que se prescriben para los cementos Portland, teniendo en cuenta que emplezan a fabricares en España mejores calidades y que se pueden conceptuar análogas a las del dicho cemento Portland.

Se incluyen, además del tipo Zumaya, los cementos naturales en general, aprovechando también los adelantos que la técnica ha logrado en este campo, señalando tres clases diferentes, según su resistencia y duración del fraguado.

Aunque sin carácter preceptivo general, se incluyen también en este Pliego unas prescripciones especiales que para determinadas obras o tipo de obras puede ser aconsejable o necesaria su inclusión, a fin de lograr las condiciones requeridas en el hormigón que se ha de obtener. Así quedan definidos: los cementos de alta estabilidad, los de bajo contenido en álcalis o con bajo calor de hidratación.

Al variarse fundamentalmente los métodos de ensayo y, en especial, los de resistencia mecánica que sirven de base para

la clasificación en categorías de los distintos cementos, es preciso tener la máxima seguridad en cuanto a la equivalencia de los resultados obtenidos por los dos sistemas, lo que hace aconsejable el mantener los métodos actuales en una primera etapa, al mismo tiempo que se introducen los que se proponen en el Pliego.

También se aprovecha la nueva redacción del Pliego para cambiar la designación que se les daba a los cementos, de aglomerantes hidráulicos por la más propia de conglomerantes hidráulicos.

Teniendo en cuenta todas estas consideraciones,

Este Ministerio, a propuesta de la Secretaría General Técnica, ha resuelto:

1.º Aprobar el nuevo Pliego General de Condiciones para la Recepción de los Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial, que sustituye al que fué aprobado por Real Orden de 25 de febrero de 1930, con las modificaciones introducidas por las Ordenes ministeriales de 27 de agosto de 1946 y 17 de abril de 1958.

2.º La vigencia de este Pliego se iniciará el día 1 de marzo de 1960 y tendrá un plazo de validez máximo de cinco años.

3.º Previa revisión, se prolongará la vigencia del Pliego, sucesivamente, por periodos de cinco años.

4.º Para la realización de esta revisión preceptiva y de lo dispuesto en la tercera disposición transitoria se tomarán las medidas oportunas.

DISPOSICIONES TRANSITORIAS

1.ª En un primer periodo, que terminará en 31 de diciembre de 1962, la vigencia del pliego no alcanzará a las exigencias de resistencia mecánica, a cuyos efectos seguirá aplicándose lo dispuesto en el pliego de 25 de febrero de 1930.

2.ª A partir del 1 de junio de 1960, y durante un plazo de dos años, será preceptiva la realización de los ensayos con arreglo a lo dispuesto en los dos pliegos, el que se deroga y el nuevo; pero seguirán siendo preceptivas las condiciones del pliego de 1930.

3.ª Con los datos recogidos durante el periodo de dos años de realización de los ensayos por ambos métodos se calculará la correlación de equivalencia para cada tipo de cemento, y a partir de ello se estudiará la redacción definitiva de las exigencias mecánicas, que han de entrar en vigor en 1 de enero de 1963.

Lo que digo a VV. II. para su conocimiento y demás efectos.

Dios guarde a VV. II. muchos años.

Madrid, 31 de diciembre de 1959.

VIGON

Ilmos. Sres. Subsecretario, Directores generales y Secretario general Técnico de este Departamento.

PLIEGO GENERAL DE CONDICIONES PARA LA RECEPCIÓN DE CONGLOMERANTES HIDRAULICOS EN LAS OBRAS DE CARACTER OFICIAL

DOCUMENTO NUMERO 1

PARTE EXPOSITIVA

1. PARTE EXPOSITIVA

1.1. DEFINICIONES Y DESIGNACIONES

1.11 Conglomerantes hidráulicos.

Se llaman conglomerantes hidráulicos aquellos productos que, amasados con agua, fraguan y endurecen sumergidos en este líquido y son prácticamente estables en contacto con él.

1.12 Clinker.

Se llama clinker al producto que se obtiene al calcinar hasta fusión parcial mezclas muy íntimas preparadas artificialmente y dosificadas convenientemente, a partir de materias calizas y

arcillosas, con la inclusión eventual de otros materiales que, sin aportar elementos extraños a los de la composición normal del cemento, faciliten la dosificación de los crudos deseada en cada caso.

1.13 Cementos incluidos en este Pliego.

Quedan incluidos en este Pliego los siguientes cementos: Portland, siderúrgicos, puzolánicos, naturales, Zumaya y aluminosos.

1.131 Cementos Portland.

Los cementos Portland son conglomerantes hidráulicos que se obtienen por pulverización del clínker y sin más adición que la de piedra de yeso natural.

Eventualmente, puede darse la denominación comercial de cementos Portland a aquellos que, además de los componentes principales, clínker y piedra de yeso, contengan otras adiciones no nocivas en proporción inferior al diez por ciento (10 por 100), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados, siempre que los cementos resultantes cumplan todas las condiciones químicas, físicas y mecánicas que se especifican para el Portland en el presente pliego.

En este pliego se distinguen las siguientes categorías de cemento Portland: Portland 150 (designación P-150), Portland 250 (designación P-250) y Portland 350 (designación P-350), en las que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1311 Cementos Portland resistentes a las aguas selenitosas.

Son cementos Portland con bajo contenido de aluminatos, capaces de resistir mejor la acción agresiva del sulfato cálcico.

Estos cementos tendrán la designación PAS-150, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1312 Cementos Portland blancos y coloreados.

No siendo la coloración cualidad definida en el presente pliego, los cementos blancos y coloreados que cumplan las condiciones fijadas para el Portland serán considerados como tales e incluidos en la categoría que les corresponda, según sus características químicas, físicas y mecánicas.

Los cementos Portland blancos tendrán la designación PB seguida del número que indique la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.132 Cementos Siderúrgicos en general.

Son conglomerantes hidráulicos preparados con mezclas muy íntimas, constituidas fundamentalmente por escoria básica granulada, obtenida de procesos siderúrgicos, clínker de Portland y sulfato cálcico en proporciones distintas según la clase.

Se entiende por escoria el producto granulado obtenido por enfriamiento brusco de la ganga modificada y fundida, procedente de procesos siderúrgicos.

Los cementos siderúrgicos comprenden las siguientes clases: cementos Portland Siderúrgicos, cementos Portland de Alto Horno, cementos Siderúrgicos-Clinker y cementos Siderúrgicos Sobresulfatados.

1.1321 Cementos Portland Siderúrgicos.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clínker de cemento Portland en proporción de un 70 por 100 en peso, como mínimo, de clínker de cemento Portland, siendo el 30 por 100 restante escoria granulada y sulfato cálcico.

El presente Pliego distingue las siguientes categorías de cementos Portland Siderúrgicos: Portland Siderúrgico 150 (designación PS-150) y Portland Siderúrgico 250 (designación PS-250),

en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1322 Cementos Portland de Alto Horno.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clínker de cemento Portland en la proporción de 30 a 70 por 100 en peso de clínker de cemento Portland, siendo el resto escoria granulada y sulfato cálcico. Eventualmente podrán contener adiciones de sustancias no nocivas en proporción no superior al uno por ciento (1 por 100), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados.

El presente Pliego distingue las siguientes categorías de cementos Portland de Alto Horno: Portland de Alto Horno 150 (designación PAH-150) y Portland de Alto Horno 250 (designación PAH-250), en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1323 Cemento Siderúrgico-Clinker.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clínker en la proporción mínima de 70 por 100 de escoria, siendo el resto clínker y sulfato cálcico. Eventualmente podrán contener adiciones de sustancias no nocivas en proporción no superior al cinco por ciento (5 por 100), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados.

Estos cementos tendrán la designación SC-150, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1324 Cementos Siderúrgicos Sobresulfatados.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y sulfato cálcico, en proporción tal que el producto resultante contenga de 5 a 12 por 100 de trióxido de azufre (SO_3), y con una adición de cal, clínker de Portland o cemento Portland en cantidad total no superior al 5 por 100.

Estos cementos tendrán la designación de SF-250, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.133 Cementos puzolánicos.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de una puzolana y clínker de cemento Portland con la adición eventual de yeso o anhídrita para regular su fraguado.

Se entiende por puzolana, para su empleo en la fabricación de cementos, el producto natural de origen volcánico que es capaz de fijar cal a la temperatura ambiente y formar compuestos de propiedades hidráulicas. Por extensión, el término puzolana se aplica también a otros productos naturales o artificiales que tienen análogas propiedades, tales como las cenizas volantes, la tierra de diatomeas y las arcillas activadas.

El presente Pliego distingue las siguientes categorías de cementos puzolánicos: Puzolánico 150 (designación PUZ-150), Puzolánico 250 (designación PUZ-250) y Puzolánico 350 (designación PUZ-350), en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.134 Cementos naturales.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por pulverización de margas calcinadas, con adición posterior de un 5 por 100, como máximo, de sustancias no nocivas.

El presente Pliego distingue dos clases de cementos naturales: los rápidos (designación NR-20) y los lentos, dentro de los cuales se distinguen dos categorías (designaciones NL-30 y NL-80, respectivamente), en las que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramos por centímetro cuadrado,

que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.135 *Cementos Zumaya.*

Los cementos de tipo Zumaya, o simplemente Zumaya, son conglomerantes hidráulicos resistentes al agua del mar, de fraguado rápido, obtenidos por calcinación de margas, sin ad-

ción alguna en crudo ni en frío, análogos a los fabricados en la región cementera de Zumaya.

Estos cementos tienen la designación CZ.

1.136 *Cementos aluminosos.*

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por fusión de una

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A

DETERMINACIONES	PORTLAND				SIDER		
	Designación				Desl		
	P-150	P-250	P-350	PAS-150	PS-150	PS-250	PAH-150
Oxido aluminico (Al ₂ O ₃) mín. %							
Oxido cálcico (CaO) máx. %							
Oxido magnésico (MgO) máx. %	5	5	5	4	*	*	*
Tríóxido de azufre (SO ₃) máx. %	4	4	4	2,3	4	4	4
Pérdida al fuego: máx. %	4	4	3	3	4	4	4
Insolubles: máx. %	3	1,5	1,5	3	3	3	3
Silicato tricalcio (C ₃ S) máx. %			****	50			
Aluminato tricalcio (C ₃ A), máx. %		12	**	6			
Indice puzolánico, máx. 7 días ***							

* Siempre que en estos cementos el contenido de óxido magnésico sea superior al 5 por 100 la expansión en autoclave no deberá ser superior al 1 por 100.
 ** Podrán alcanzar hasta el 18 por 100, siempre que la expansión en autoclave no sea superior al 1 por 100.
 *** Si a los siete días no cumpliera con este límite deberá realizarse un contraensayo, tal como se indica en 3.643; debiendo satisfacerse el límite.
 **** En cemento para presas no debe rebasar el 35 por 100.

1.22 Prescripciones relativas a las características físicas y mecánicas.

Los diferentes tipos, clases y categorías de cementos incluidos en este Pliego cumplirán con las condiciones señaladas en

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LAS CA

ENSAYOS	PORTLAND				SIDER		
	Designación				Desi		
	P-150	P-250	P-350	PAS-150	PS-150	PS-250	PAH-150
Residuos máximos % sobre tamices de:							
900 mallas/cm ²	16	14	6	14	16	14	16
4.900 mallas/cm ²							
Peso específico real mínimo	3,0	3,0	3,0	3,0	2,90	2,90	2,85
Fraguado	Principio después de	45 mn	45 mn	30 mn	45 mn	45 mn	45 mn
	Final antes de	12 hr	12 hr	10 hr	12 hr	12 hr	12 hr
Expansión	**	**	**	**	**	**	**
Resistencia en kg/cm ² :	Mínima a flexotracción a las edades de:						
	1 día	—	—	—	—	—	—
	3 días	—	—	33	—	—	—
	7 días	27	37	45	27	37	27
28 días	43	56	64	43	56	43	
Mínima a comprensión a las edades de:	1 día	—	—	—	—	—	—
	3 días	—	—	179	—	—	—
	7 días	94	167	250	94	167	94
	28 días	150	250	350	150	250	150

* A fijar de acuerdo el usuario.

** La galleta hervida no presentará alteraciones de expansión.

*** El cemento Zumaya cuyo fraguado comience después de los dos minutos deberá cumplir los límites de resistencia mecánica que En caso contrario, el cemento Zumaya no deberá ensayarse con el método dado en este Pliego para el ensayo de resistencias

1.23 PRESCRIPCIONES ESPECIALES.

1.231 Cementos de alta estabilidad.

Se entienden como tales todos los cementos a los que se refiere el presente Pliego que, además de cumplir las condiciones ya citadas para cada uno de ellos, tengan una expansión o una contracción en el ensayo de autoclave que no exceda del 0,7 y 0,3 por 100, respectivamente.

La denominación de estos cementos será la que corresponda, de acuerdo con su tipo, clase y categoría, seguida de las letras A. E.

1.232 Cementos de bajo contenido en álcalis.

Se entienden como tales todos los cementos a los que se refiere el presente Pliego que, además de cumplir las condiciones ya citadas para cada uno de ellos, tengan un contenido total de óxido sódico y óxido potásico inferior al 0,60 por 100, expresados ambos como óxido sódico.

Un gramo de K₂O equivale, a estos efectos, a 0,658 gramos de Na₂O.

La denominación de estos cementos será la que corresponda, de acuerdo con su tipo, clase y categoría, seguida de las letras B. A.

1.233 Cementos de bajo calor de hidratación.

Se entienden como tales todos los cementos a que se refiere este pliego que, además de cumplir las condiciones ya citadas para cada uno de ellos, no presenten un calor de hidratación superior a 65 y 75 calorías/gramo a los siete y veintiocho días, respectivamente.

La denominación de estos cementos será la que corresponda, de acuerdo con su tipo, clase y categoría, seguida de las letras B. C.

PLIEGO GENERAL DE CONDICIONES PARA LA RECEPCIÓN DE CONGLOMERANTES HIDRAULICOS EN LAS OBRAS DE CARACTER OFICIAL

DOCUMENTO NUMERO 2.

TOMA DE MUESTRAS

2 Toma de muestras.

La toma de muestras la efectuará el comprador al recibir el cemento, y tendrá derecho a presenciara también la persona designada por la fábrica correspondiente, salvo en el caso de que la operación la realice el personal designado por el laboratorio oficial de ensayos, convenido por ambas partes.

el cuadro siguiente:

RACTERISTICAS FISICAS Y MECANICAS

VULCÁNICOS			PUZOLÁNICOS			NATURALES			ZUMAYA	ALUMINOSOS
Designación			Designación			Rápidos	Lentos		Designación	Designación
PAH-250	SC-150	SF-250	PUZ-150	PUZ-250	PUZ-350	NR-20	NL-30	NL-80	OZ	CA-350
14	16	6	16	14	6	17 35	17 35	17 35	17 35	6
2,90	2,85	—	—	—	—	—	—	—	—	3,05
45 mn 12 hr	45 mn 12 hr	45 mn 12 hr	45 mn 12 hr	45 mn 12 hr	30 mn 10 hr	• 30 mn	35 mn 12 hr	30 mn 12 hr	• entre 5-25 mn	30 mn 7 hr
**	**	**	**	**	**	**	**	**	**	**
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	41
37 56	27 43	37 56	27 43	37 56	33 45 64	—	—	15 23	—	53
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	350
167 250	94 150	167 250	94 150	167 250	179 250 350	13 20	19 30	50 80	*** ***	— 450

se señalan para el cemento natural rápido. mecánicas, y no podrá exigirsele, por tanto, que cumpla los límites de resistencia citados.

Si se trata de cementos envasados, se tomará una muestra de 5 kilogramos por cada vagón de 10 toneladas. Esta muestra se formará mezclando íntimamente 10 porciones de 500 gramos tomadas de diferentes sacos de cemento. Se recomienda separar la capa externa del saco y tomar la muestra del interior del mismo.

Si el cemento está aún sin envasar o se transporta a granel, se tomará igualmente una muestra de 10 kilogramos por cada 10 toneladas, formada por la mezcla íntima de 10 porciones iguales como mínimo. Estas porciones se tomarán en diferentes puntos y a diferentes alturas con un tubo de los usados para la toma de muestras en silos, análogo al empleado para extracción de muestras de cereales.

Las muestras deberán conservarse en recipientes cerrados, al abrigo del aire. Se enviarán al laboratorio en envase precintado y con las debidas garantías, y no deberá abrirse el recipiente hasta el momento del ensayo.

Antes de someter el material a los ensayos prescritos se deberá pasar la muestra por el tamiz de 1,25 mm. de abertura (25 mallas por centímetro cuadrado) para separar así las partículas y cuerpos extraños (pajas, astillas de madera, etc.) que sean retenidos por el tamiz.

Los grumos o terrones de cemento se desharrán con los dedos y se tamizará el polvo resultante.

Se separarán los terrones que no puedan deshacerse con los dedos, y se determinará su tanto por ciento en peso. Este dato deberá figurar en los resultados del ensayo.

Todos los ensayos a realizar en obra deberán quedar concluidos en el plazo de veinte (20) días, a partir de la fecha de la recepción del conglomerante.

Se recurrirá a un laboratorio oficial solamente cuando una de las partes así lo solicitare. El laboratorio oficial será elegido por convenio mutuo de las dos partes, y de no existir acuerdo, será éste el Laboratorio Central de Ensayo de Materiales del Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas.

PLIEGO GENERAL DE CONDICIONES

DOCUMENTO NUMERO 3

MÉTODOS DE ENSAYO

3 MÉTODOS DE ENSAYO.

3.1 Finura de molido.

Para determinar la finura de molido de los cementos, se emplean dos tamices de las siguientes características:

Denominación del tamiz	Abertura nominal en milímetros	Tolerancia media por 100 *	Tolerancia máxima por 100		Diámetro hilo (milímetros)	
			Relativa **	Absoluta ***	Mínimo	Máximo
900 mallas/cm. ²	0,200	6	20	40	0,114	0,154
4.900 ídem íd.	0,090	7	35	65	0,045	0,065

Para hacer el ensayo se colocan 100 gramos de cemento previamente desecado a 105° C. ± 5° hasta constancia de peso sobre el tamiz de abertura mayor; debajo del cual estará el otro, convenientemente cerrado por su parte inferior con el fondo correspondiente. Sobre cada tamiz se colocarán 10 gramos ± 0,1 de perdigones de plomo de 2,4 ± 0,2 mm. de diámetro. Se tapa el tamiz superior y se toma con las dos manos la caja formada por el conjunto de los tamices, sujetando el fondo y la tapa de forma que se mantenga en una posición algo inclinada. Se le imprime un movimiento de vaivén, al mismo tiempo que se va girando el bote, a razón de unas 225 ± 25 sacudidas de unos 15 cm. de amplitud, por minuto.

Después de cada 50 sacudidas se golpearán ligeramente los costados y se continuará la operación hasta que la diferencia entre dos pesadas consecutivas del material retenido por el tamiz más fino sea inferior a una décima por ciento. Entre cada dos pesadas, el número de sacudidas no será inferior a 50.

Se recomienda verificar esta última fase de la operación después de haber retirado la bandeja inferior con el polvo acumulado en la misma, así como el tamiz más grueso y la tapadera, y realizar el tamizado sobre una hoja de papel blanco con objeto de tener un índice vistoso de la cantidad de material que atraviesa el tamiz de 90 micrones de abertura.

Se efectuarán dos ensayos con porciones distintas de cemento, y se considerarán como resultados de la prueba las medias de los pesos de los residuos retenidos por cada tamiz, expresados en tanto por ciento del peso de la muestra seca, siempre que los dos resultados obtenidos difieran del valor medio en menos del 0,5 por 100. En caso contrario, y una vez corregida, si la hubiere, cualquier deficiencia relativa al buen estado de las telas de los tamices, al ajuste de sus bastidores y a la correcta realización de las operaciones, se efectuarán cuatro ensayos en la forma indicada, después de mezclar íntimamente la mezcla.

Los resultados que entonces difieran en más del 0,5 por 100 del valor medio serán descartados y se recalculará la media de los valores restantes.

3.2 Peso específico real.

Para realizar este ensayo se emplarán 40 gramos de cemento, previamente desecado a 105° C ± 5°, hasta constancia de peso. El volumen de la muestra se determinará con un volumenómetro, y podrá utilizarse como líquido auxiliar, cuando la temperatura sea inferior a 20° C., bencina limpia o benzol. En caso contrario, es preferible emplear la fracción que se obtiene en la destilación del petróleo, a 195° C. ± 15°.

Para preparar el petróleo comercial que se vaya a utilizar en la destilación, se procede del modo siguiente: Se toman 8 ó 10 litros de petróleo, se mezclan con un litro de ácido sulfúrico concentrado y se agita la mezcla durante quince minutos, dejando sedimentar después el ácido durante una semana. Pasado este tiempo se decanta el petróleo, pasándolo a otro frasco, donde se verifica su neutralización, para lo cual se le añade un litro de solución de sosa cáustica al 7 por 100, se agita la mezcla durante quince minutos y se deja reposar durante otra semana. Por último se decanta el petróleo y puede procederse a su destilación en un aparato provisto de columna.

Resultan adecuados para la determinación de la densidad real del cemento los volumenómetros Le Chatelier y Schuman.

* Tolerancia media es la diferencia entre la abertura media de las mallas determinada experimentalmente y la nominal del tamiz, expresada en tanto por ciento de esta última.

** Tolerancia máxima relativa es la diferencia expresada en por 100 de la abertura nominal entre dicha abertura nominal y la abertura mayor observada en el 95 por 100 de las mallas que resulten ser más pequeñas cuando se realice su medición.

*** Tolerancia máxima absoluta es la diferencia entre la abertura mayor observada y la abertura nominal del tamiz expresada en tanto por ciento de esta última.

Para realizar la determinación se empezará por colocar el volumenómetro con la cantidad adecuada de benzol o petróleo destilado, dentro de un baño de agua a temperatura poco diferente de la del ambiente. Alcanzado el equilibrio térmico se anotará el volumen ocupado por la bencina, y se introducirá, poco a poco, en el interior del aparato la muestra destinada a este ensayo. Durante la operación se irá agitando la mezcla con una varilla metálica acabada en espiral, con objeto de que no quede ninguna partícula de cemento por encima del nivel líquido, y eliminar, simultáneamente, las burbujas de aire que pudieran quedar ocluidas. Por último, y una vez introducida la totalidad de la muestra en el interior del volumenómetro, se anotará el volumen total de la mezcla, teniendo cuidado de que la temperatura del baño, al realizar esta segunda lectura, no difiera de la correspondiente a la primera en un valor superior a ± 0,2° C.

Todas las operaciones que comprende esta determinación se realizarán de tal forma que el valor obtenido para el peso específico esté afectado de un error inferior a cinco centésimas (0,05).

3.3 PRINCIPIO Y FIN DEL FRAGUADO

3.3.1 Pasta de consistencia normal.

Para determinar la cantidad de agua correspondiente a la pasta de consistencia normal se tomarán 500 gramos de conglomerante, se extiende en forma de corona sobre una superficie plana, lisa e impermeable, y se vierte, en su centro y de una vez, toda el agua que se juzgue necesaria. La mezcla se amasa durante dos minutos y medio, con las manos, protegidas con guantes de goma. Se toma con una mano una porción de pasta, en forma de bola, que se introduce por la base más ancha en el interior de un molde tronco-cónico de las dimensiones que más adelante se fijan. Ya lleno el molde, y sobresaliendo la pasta por la base menor, se elimina con la mano el sobrante de la bola de pasta colocada sobre la base mayor del tronco de cono. Se hace descansar entonces el molde lleno sobre una placa metálica o de cristal perfectamente limpia. A continuación se enrasa y alisa la base superior con un cuchillo o paleta hasta que la superficie de la pasta no presente irregularidades.

Inmediatamente después se coloca el conjunto debajo de una sonda cilíndrica de un centímetro de diámetro, y cuyo peso sea de trescientos gramos. La sonda, que ha de estar perfectamente limpia y seca antes de utilizarla, debe poder penetrar normalmente a las bases del tronco de cono formado por la pasta, tener superficie lisa y terminar por una sección plana y normal a su eje.

El extremo de la sonda se colocará en contacto con la superficie de la pasta, y se apretará el tornillo de presión para evitar que la sonda caiga. Treinta segundos después de haber terminado el amasado se aflojará el tornillo de presión y se dejará descender libremente la sonda durante treinta (30) segundos, anotando, al final de este período, la penetración de la misma dentro de la pasta.

Se dice que la masa tiene la consistencia normal cuando la penetración es de 10 mm. ± 1. Si el valor obtenido resulta mayor o menor al indicado, se repite la operación con menor o mayor cantidad de agua, respectivamente, cuantas veces sean necesarias, hasta conseguir una pasta en la que la penetración de la sonda esté comprendida entre los límites fijados.

Resulta conveniente, para disminuir el número de tanteos, comenzar con una proporción de agua comprendida entre el 23 y el 32 por 100 del peso del cemento.

Las dimensiones del molde serán las siguientes:

Altura, 4 cm. ± 0,1; diámetro de la base superior, 8 cm. ± 0,3; diámetro de la base inferior, 9 cm. ± 0,3.

La temperatura de la sala donde se verifique la prueba, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua,

debe estar comprendida entre 18° y 25° C. La humedad relativa del ambiente no será inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21° C \pm 2.

3.32 Determinación del principio y fin del fraguado.

El principio y fin del fraguado se determina con la aguja de Vicat, aparato constituido por una varilla delgada, cilíndrica, de metal pulimentado, terminada por una sección recta y lisa, de un milímetro cuadrado de superficie (1,13 milímetros de diámetro), y cargada de modo que el peso total sea de 300 gramos. La aguja debe poder penetrar normalmente a las bases de la probeta, y se limpiará y secará perfectamente antes de ser utilizada.

El ensayo se hace con una probeta de pasta normal, preparada con el molde tronco cónico descrito en el número 3.31 y en la forma allí indicada.

El molde, con la pasta en su interior y la placa de apoyo, se sumergirá en agua dulce a 21° C \pm 2 tan pronto como se haya enrasado la base superior de la probeta.

A intervalos de tiempo, cuya duración depende de la clase del producto que se ensaya, se saca el molde del agua con la placa y la pasta que contiene, se coloca debajo de la aguja Vicat y se anota lo que penetre la aguja en la pasta, cuando se la permite descender suavemente dentro de la masa. Después se retira la aguja y se sumerge inmediatamente la probeta en agua dulce. También puede realizarse la operación, si se dispone de medios para ello, sin sacar la probeta del agua.

Podrá también sustituirse lo indicado respecto a la inmersión de la probeta en agua por su conservación en ambiente saturado de agua.

Se dirá que ha empezado el fraguado cuando la penetración de la sonda en la probeta no pase de 25 mm., y que ha terminado cuando penetra en la masa menos de 1 mm.

Los tiempos transcurridos hasta el principio y el fin del fraguado se contarán a partir del instante en que empieza el amasado de la pasta.

La temperatura de la sala donde se verifique la prueba, así como de la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre los 18° y 25° C. La temperatura del agua de amasado y la de conservación debe ser de 21° C \pm 2. La humedad relativa del aire no ha de ser inferior al 50 por 100.

3.4 Expansión con galletas de pasta pura.

Sobre una placa de cristal perfectamente limpia, y con la pasta de consistencia normal, se forma una galleta de unos 10 cm. de diámetro, con 15 mm. de espesor en el centro y nulo en los bordes.

La temperatura de la sala donde se realice el amasado, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25° C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21° C \pm 2.

La galleta, una vez fabricada, se conservará durante veinticuatro horas en una cámara a 21° C \pm 2 y con más del 90 por 100 de humedad relativa. Pasado este tiempo se sumerge la placa de vidrio con la galleta en un recipiente que contiene agua a la temperatura ambiente y se calienta el recipiente de tal forma que, en el intervalo de media hora, el agua del mismo alcance la temperatura de ebullición. Esta temperatura se mantendrá dos horas y media.

Se deja enfriar y se mantiene la galleta dentro del baño hasta que el agua alcance la temperatura ambiente.

Se saca el vidrio con la galleta y se observan las modificaciones que en la misma se aprecian.

Al expresar el resultado del ensayo, se indicará que no ha habido novedad, siempre que no se aprecien grietas ni se haya alabeado la galleta.

En caso contrario, se indicará el tipo de las alteraciones producidas, de acuerdo con los gráficos adjuntos (fig. 1).

3.5 ENSAYO DE RESISTENCIA MECÁNICA DE LOS CEMENTOS.

3.51 Método I, aplicable a todos los cementos incluidos en el pliego, excepto los naturales rápidos y Zumaya.

3.511 Arena normal.

Se entiende por arena normal la arena natural con más de un 97 por 100 de sílice, procedente de Segovia, lavada, separada por tamaños y recompuesta de forma que todos los granos sean inferiores a 2 mm. y que su granulometría esté comprendida entre las dos líneas que figuran en el gráfico (fig. 2). En caso de necesidad, la fracción comprendida entre 74 y 147 micrones

puede obtenerse por molienda de la misma arena. La humedad de ésta en el momento que vaya a utilizarse en las pruebas que figuran a continuación deberá ser inferior al 0,05 por 100.

3.512 Moldes.

Los moldes deben ser de acero duro y tener tres compartimientos iguales, cuyas dimensiones interiores serán de 40 x 40 x 160 mm. El espesor de las paredes y del fondo debe ser igual o mayor de 10 mm. Las caras interiores deben ser planas, con un error menor de 0,05 mm. Todas sus dimensiones deberán diferir en menos de \pm 0,1 mm., y los ángulos serán de 90 \pm 0,50. Sobre los moldes se colocará una tolva de paredes verticales, de otros 40 mm. de altura. Los moldes deberán ser sustituidos cuando, por el uso, los defectos lleguen a suponer el doble de alguna de las tolerancias señaladas.

3.513 Amasadora.

El aparato consiste, esencialmente, en lo siguiente:

Un recipiente de acero inoxidable o de otro material duro e inatacable por la pasta de cemento de 5,75 \pm 0,25 litros de capacidad, con la forma que puede verse en la figura 3, y dotado de los elementos para poderlo fijar convenientemente en el aparato.

Una batidora, movida por un motor eléctrico, que hace girar a la pala que se ve en dicha figura sobre sí misma y, además, con un movimiento planetario alrededor del eje del motor.

El aparato debe disponer de dos velocidades:

Velocidad	Vueltas por minuto de la pala sobre su eje	Vueltas por minuto del movimiento planetario
Lenta	140 \pm 5	62 \pm 5
Rápida	285 \pm 10	125 \pm 10

Entre el fondo del recipiente y el extremo inferior de la pala debe existir un espacio de 2,5 \pm 0,5 mm., y otro de 0,5 \pm 0,1 entre los dos elementos; a lo largo de las paredes laterales del recipiente.

3.514 Compactadora.

El aparato se compone, esencialmente, de un tablero metálico unido por dos brazos ligeros a un eje de giro horizontal que dista 80 cm. del centro del tablero. En reposo, el tablero está en posición horizontal y su centro descansa por medio de una pieza de acero, cuya cara inferior es plana, sobre el centro de un yunque, cuya cara superior está redondeada.

El tablero se levanta con una leva de acero duro o cementado, que produce cada vez que da una vuelta completa una caída del tablero desde una altura de 15 mm.

Es preferible que tanto el eje de rotación de la leva como el del tablero vayan montados sobre cojinetes de bolas. Si no es así, el juego de estos ejes en sus cojinetes no será mayor de 0,1 mm.

Un motor eléctrico de 1/3 HP. aproximadamente, con un reductor de velocidad, hace que la leva dé 60 \pm 5 vueltas por minuto. Se recomienda que el aparato lleve un dispositivo automático de parada, que debe actuar cuando el tablero haya caído sesenta veces.

El molde para tres probetas, con la tolva encima, se sujeta rigidamente al tablero, de forma que la mayor dimensión de los compartimientos sea perpendicular al eje de rotación de la leva. En reposo, el centro del compartimiento central del molde y el punto de choque sobre el yunque deben estar sobre una misma vertical.

El conjunto formado por el tablero, molde, tolva y los medios de sujeción debe pesar 20 \pm 1 kg.

En la figura 4 aparece un dibujo que describe, a título de ejemplo, una de las disposiciones posibles.

El aparato debe ir anclado a una bancada de hormigón de un metro de longitud, 30 cm. de anchura y 80 cm. de altura. La placa de apoyo del bastidor del eje de rotación del tablero y la del bastidor del eje de rotación de la leva van fijadas, cada una de ellas, a la bancada por cuatro tirafondos. Se extenderá en el momento de la sujeción del aparato a la bancada una capa de mortero rico sobre esta última en las zonas donde se van a apoyar las placas, con el fin de conseguir un asiento perfecto.

Para reducir el ruido la bancada no se apoya directamente sobre el suelo, sino a través de cuatro zapatas de goma de 10 x 10 x 1 cm., una en cada esquina.

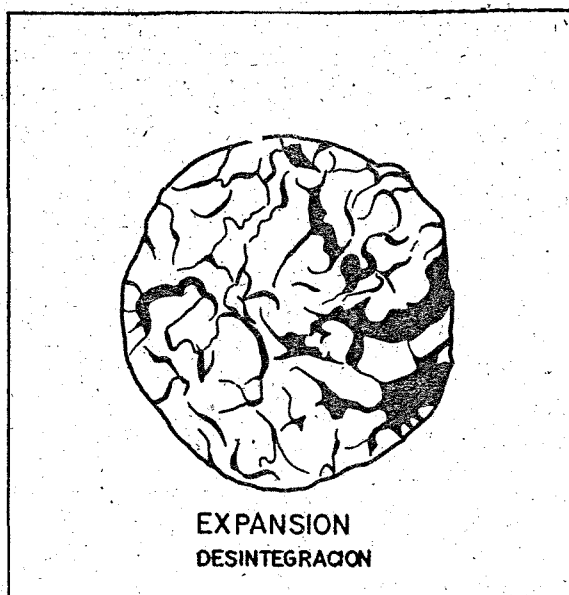
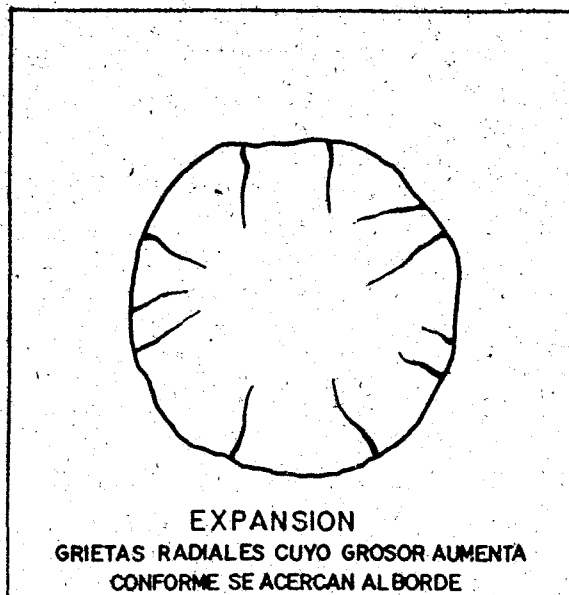
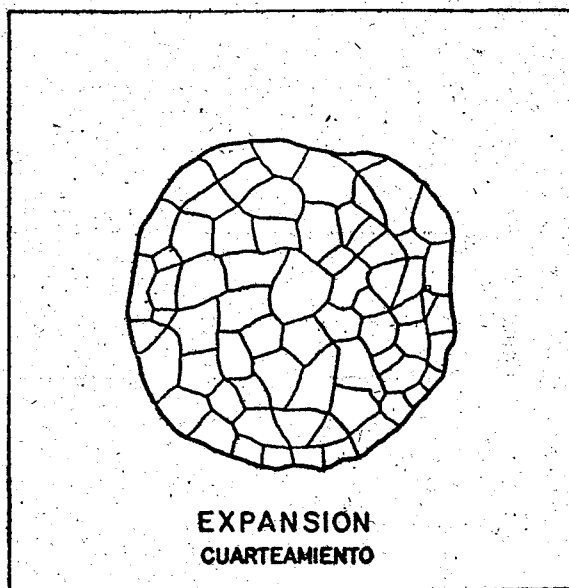
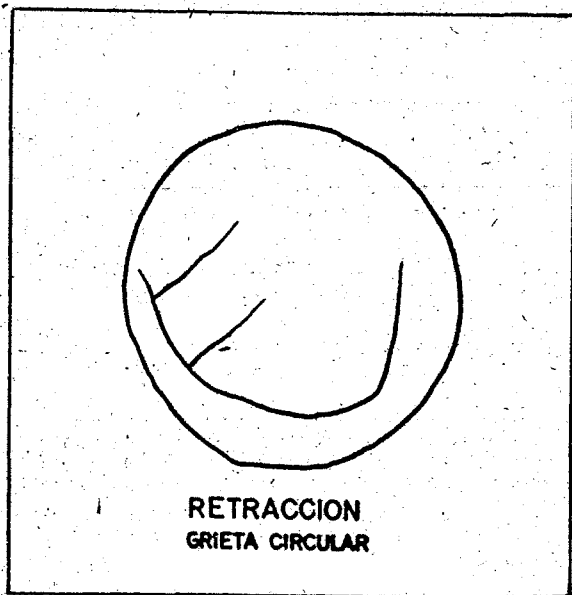


Figura 1

ENSAYO DE RESISTENCIA MECANICA DE TODOS LOS CEMENTOS EXCEPTO LOS NATURALES Y ZUMAYAS

ZONA GRANULOMETRICA ADMISIBLE PARA LA ARENA

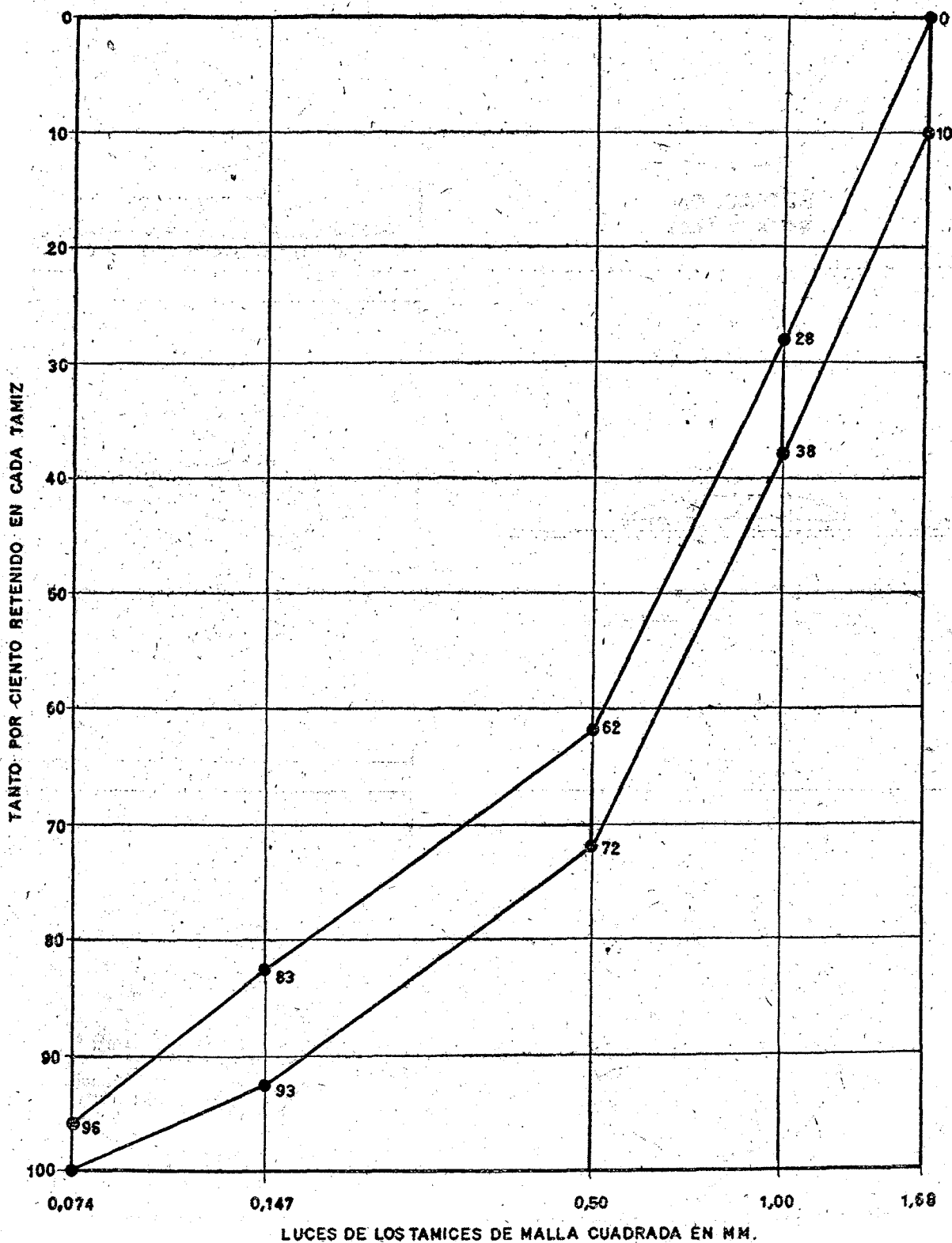


FIGURA 2

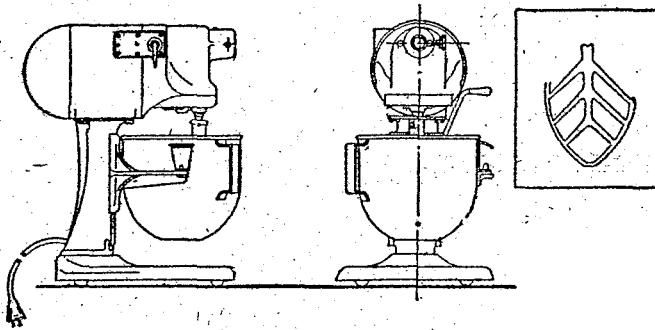
AMASADORA

FIGURA 3

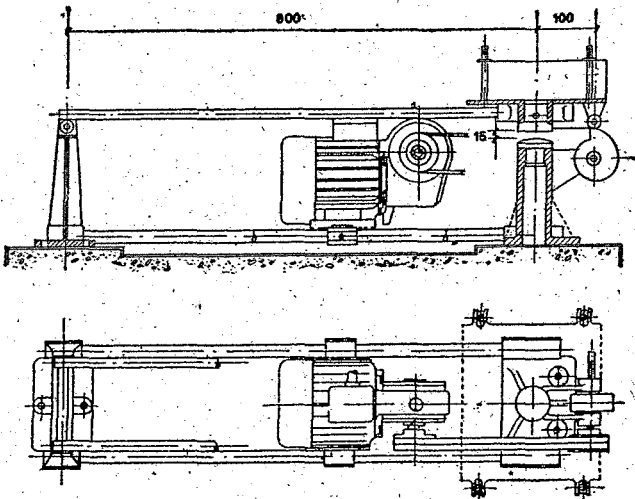
COMPACTADORA

FIGURA 4

3.515 Amasado del mortero.

En primer lugar se vierten en la amasadora 250 gramos de agua y 500 gramos del cemento que se desea ensayar. Se pone en marcha el aparato a la velocidad lenta, y medio minuto después se empiezan a verter en el interior de la cuba 1.500 gramos de arena normal, operación que debe durar treinta segundos. Seguidamente se mete la velocidad rápida y se amasa el mortero durante treinta segundos.

Entonces se para la amasadora durante un minuto y medio. Los primeros quince segundos se utilizan para separar el mortero adherido a las paredes y empujarlo hacia el fondo. El tiempo restante debe estar el mortero en reposo y cubierto.

Por último, se pone de nuevo en marcha el aparato a la velocidad rápida y se vuelve a amasar el mortero durante un minuto.

La temperatura de la sala donde se realice el amasado, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25° C. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21° C \pm 2. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100.

3.516 Enmoldado.

Cada molde debe estar antes de utilizarlo perfectamente limpio, y engrasado sin exceso. Si el ajuste de sus piezas no asegura

una estanqueidad perfecta se deben colmatar las juntas exteriores. (Por ejemplo, con una mezcla de tres partes de parafina y una de colofonia.)

Una vez fijado un molde con su tolva en la compactadora, se echan unos 300 gr. de mortero en cada uno de sus departamentos, distribuyéndolo por igual, sin ejercer presión, y se deja caer el tablero del aparato 60 veces en otros tantos segundos. Una segunda capa se coloca y se compacta de la misma forma.

Después se quita el molde del aparato, se retira la tolva y se enrasa el mortero con el canto de una regla metálica, la cual se mantiene casi normal a la superficie, y que se traslada en el sentido de la mayor dimensión del molde, mientras se le da un movimiento de sierra.

Por último se alisa la cara superior de las probetas con la misma regla, que se mantiene ahora inclinada, o con una paleta manejada de forma que no ejerza presión.

3.517 Conservación de las probetas.

Las probetas, una vez fabricadas, se conservarán dentro de los moldes durante un período comprendido entre veinte y veintiocho horas en una cámara a 21° \pm 2° C y con más de 90 por 100 de humedad relativa. Durante este período de conservación, las probetas no podrán estar expuestas a sacudidas ni vibraciones que puedan alterar la resistencia obtenida en el ensayo. Después se desmoldarán y se sumergirán en agua potable a 21° C \pm 1, hasta el momento de su rotura, evitando contacto entre ellas y apoyándolas sobre una rejilla.

3.518 Flexión.

La flexión se realiza con ayuda de tres cilindros de acero de 10 mm. de diámetro. Dos de ellos, sobre los cuales se apoyará la probeta, estarán situados en un mismo plano y a las distancias de 100 ó 106,7 mm., e irán provistos de la rótula necesaria para permitir una repartición uniforme de los esfuerzos; el tercero equidistará de los dos primeros y se apoyará sobre la cara opuesta.

El esfuerzo se ejercerá sobre las caras laterales de la probeta. Durante el ensayo, la carga central debe crecer a razón de 5 \pm 1 kg. por segundo.

3.519 Compresión.

Cada uno de los trozos del prisma roto por flexión se ensaya después a compresión, ejerciendo el esfuerzo en una sección de 40 por 40 mm. sobre las dos caras laterales de la probeta, para lo cual se utilizarán dos placas de acero de dureza Rockwell C no inferior a 60, las cuales deben ser planas con un error menor de 0,05 mm. y tener un espesor mínimo de 10 mm. El conjunto se coloca entre los platos, no mayores de 10 por 10 cm., de una prensa cuya rótula debe estar bien centrada sobre el eje de las secciones sometidas a compresión. Será preferible que la prensa no disponga de rótula, en cuyo caso los platos de aprieto deben estar perfectamente paralelos con una diferencia menor de 0,1 mm. entre las alturas medidas en los cuatro vértices de la sección de rotura.

La velocidad de carga debe estar comprendida entre 10 y 20 kg./cm² por segundo, pero se reducirá en caso necesario, para que la prueba no dure menos de diez segundos.

3.5110 Resultados.

Todas las resistencias se expresan en kg./cm².

En la rotura por flexión, y cuando la separación entre apoyos es de 106,7 mm., la resistencia a la tracción se define como igual a 0,25 P, siendo P la carga central, en kilogramos, que produce la rotura. Cuando la luz sea de 100 mm., la resistencia viene dada por el producto 0,234 P.

Para la compresión, la resistencia es igual a P:16, siendo P, como antes, la carga total en kilogramos.

Para cada edad se romperán, como mínimo, tres prismas, y se considerará que la resistencia del mortero, tanto a flexión como a compresión, viene expresada por el valor medio de los resultados obtenidos.

Si hay resultados de rotura que difieren en \pm 15 por 100 del valor medio, deberá ser repetido cuidadosamente el ensayo cuantas veces sea necesario para que no aparezcan probetas anómalas o su número no represente el 5 por 100 del número de probetas de la tanda de ensayo. En este caso serán descartados los valores discrepantes en más del 15 por 100 de la media de los valores obtenidos para la tanda y se recalculará la media con el resto de los valores.

3.52 Método II, aplicable a los cementos naturales rápidos y los Zumaya.

3.521 Arena normal.

La arena natural con más de un 97 por 100 de sílice, procedente de Segovia, se lavará y cribará por tamices de malla cuadrada con aberturas nominales de $0,16 \pm 0,02$ mm. y $0,32 \pm 0,04$ milímetros, que tengan una tolerancia media del 6 por 100, otra máxima relativa del 20 por 100 y una máxima absoluta del 40 por 100 (*).

En los ensayos de resistencia que se describen a continuación se utilizará la fracción que pasa por el tamiz mayor y queda retenida por el otro.

La humedad de esta fracción, en el momento de emplearla en los citados ensayos, deberá ser inferior al 0,05 por 100 del peso de la misma.

3.522 Moldes.

Se utilizarán los mismos moldes que en el método I.

3.523 Amasado del mortero.

Se colocan dentro de un recipiente inatacable por el cemento, estanco, no absorbente, de forma y dimensiones adecuadas y perfectamente limpio, 1.000 gr. del cemento que se desea ensayar y la cantidad de arena que sea necesaria para que, con dicha cantidad de cemento y la de agua que se especifica después, se produzca un mortero cuyo escurrimiento en la mesa de sacudidas indicada en el número 3.524 esté comprendido entre el 100 y el 110 por 100. Se bate seguidamente la mezcla con la paleta, hasta que adquiera un color uniforme.

A continuación se forma una corona, se vierten en su interior, de una vez, 500 cc. de agua, se amasa el mortero enérgicamente durante un minuto con las manos cubiertas con guantes de goma y se procede inmediatamente después a colocarlo en los moldes en la forma que se indica en el número 3.525, relativo al enmoldado.

La temperatura de la sala donde se realice el amasado del mortero, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25° C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21° C \pm 2.

3.524 Mesa de sacudidas.

La parte móvil de la mesa pesará $3,3 \pm 0,2$ kg. y caerá desde una altura de $10 \pm 0,2$ mm.

Estará formada por un armazón colocado sobre una base rígida horizontal. El armazón sostiene la mesa propiamente dicha; ésta puede construirse de acero o hierro fundido, de tal forma que pueda ser levantada por medio de una leva a la altura indicada antes de dejarla caer por su propio peso (figura 5).

Sobre la superficie superior de la mesa, y con el mismo centro de ésta, se habrá trazado una circunferencia de 100 mm. de diámetro, la cual sirve para centrar el molde que se describe seguidamente. La mesa irá cubierta de una placa de vidrio de 7 ± 1 mm. de espesor y 350 mm. de diámetro, sujeta al tablero, el cual debe estar nivelado durante la realización de los ensayos. La forma del aparato puede verse en la figura 5.

El molde es un tronco de cono de $60 \pm 0,5$ mm. de altura. Los diámetros de las bases superior e inferior son de $70 \pm 0,05$ mm. y $100 \pm 0,5$ mm., respectivamente. Es aconsejable que esté provisto de asas y que se disponga de una pequeña tolva que encaje en la parte superior del molde.

Para realizar la prueba se coloca el molde con su tolva en el centro de la mesa, apoyado por su base mayor, y se llena en dos capas, cada una de las cuales se apisona con diez golpes dados con un taco cilíndrico de madera de 40 ± 1 mm. de diámetro y 250 ± 10 gr. de peso. Se añade en caso necesario un poquito de mortero para que rebose, se retira la tolva (si se ha utilizado ésta), y se enrasa la superficie.

Después se eleva el molde verticalmente con precaución y se deja caer el tablero de la mesa quince veces en otros tantos segundos. Se miden dos diámetros perpendiculares de la masa extendida y se halla la media, M, en milímetros.

(* Las definiciones de estas tolerancias están en las notas al pie de la página.

El resultado se obtiene, en tanto por ciento, por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Escurrencimiento} = M - 100.$$

MESA DE SACUDIDAS

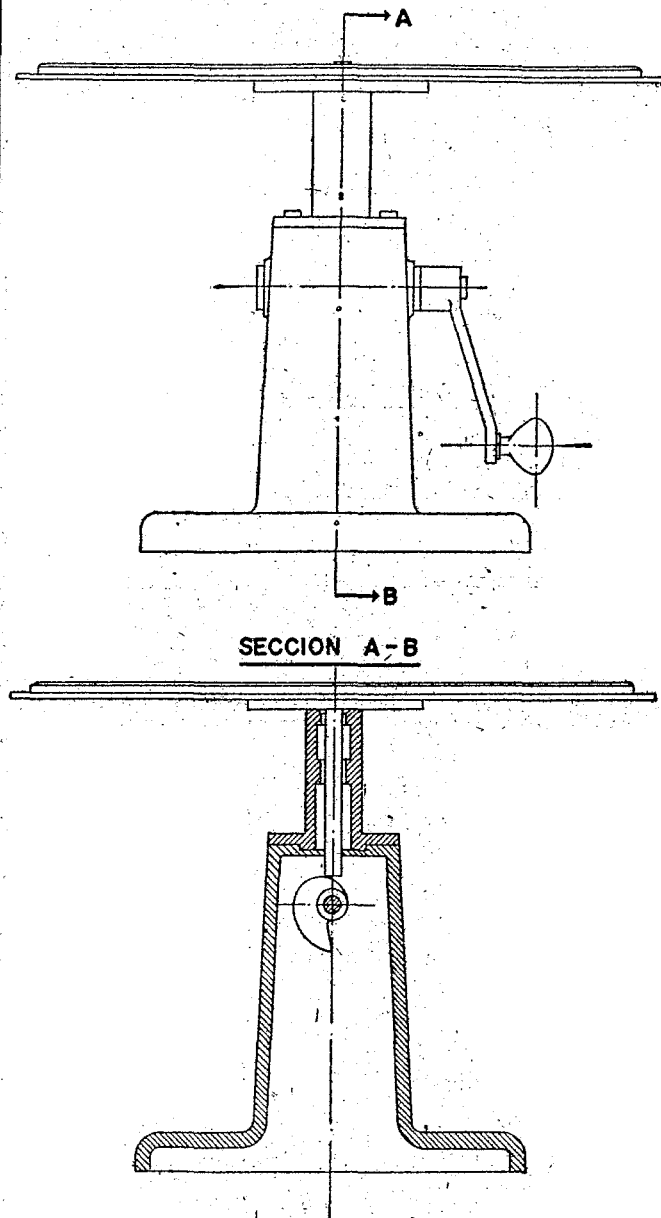


FIGURA 5

3.525 Enmoldado.

Cada molde se debe encontrar, antes de llenarlo, perfectamente limpio y engrasado sin exceso.

El mortero se coloca dentro de los moldes en una sola capa, dándole con los dedos enguantados algunos golpes mientras se vierte en los moldes, con objeto de que entre en los vértices y aristas de los mismos. Una vez llenos, se acercan al borde de la mesa hasta que la mitad de cada molde se apoye en la misma y la otra mitad se encuentre en el aire y sujeta por su extremo por una mano del operador. Seguidamente se hace subir y bajar rápidamente este extremo del molde, de forma que el otro extremo y la parte central del molde golpeen ligera y alternativamente la mesa. A continuación se gira el molde y se hace lo mismo por el otro extremo. Esta operación tiene por objeto compactar el mortero y debe cesar en cuanto

la lechada refluya a la superficie. Después se enrasa el mortero con una regla metálica que se mantiene normal a la superficie del mismo mientras se traslada de un extremo al otro del molde, dándola simultáneamente, un movimiento de vaivén en el sentido de la longitud de la regla. Por último, se alisa la superficie del mortero con una paleta, sin ejercer presión.

La temperatura de la sala donde se realice el enmoldado del mortero, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25° C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21° C \pm 2.

3.526 Conservación de las probetas.

Se realizará como se indica en el método I.

3.527 Flexión.

El ensayo se realizará como se indica en el método I.

3.528 Compresión.

El ensayo se realizará como se indica en el método I.

3.529 Resultados.

Véase lo indicado en el método I.

3.6 ANÁLISIS QUÍMICO.

3.61 Métodos aplicables a los cementos Portland, naturales y Zumaya.

3.611 Humedad.

Se deseca en la estufa a 105-110° C, durante media hora, un frasco de pesadas de forma baja, abierto, y su correspondiente tapón esmerilado; se enfría en el desecador y se pesa. Se vuelve a pesar después con ocho o diez gramos de cemento; la diferencia entre las dos pesadas dará la cantidad de cemento empleada. Se coloca el frasco abierto en la estufa y se mantiene a 105-110° C durante ocho horas por lo menos. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar en el desecador, se tapa y se pesa. Se asegura la constancia de peso por nuevo calentamiento a 105-110° C durante media hora, seguido de nueva pesada, la pérdida de peso corresponde a la humedad contenida en la muestra de cemento, a partir de la cual se calcula el tanto por ciento de humedad.

3.612 Pérdida al fuego.

Póngase un gramo de cemento en un crisol de porcelana, pesado, de unos veinte (20) centímetros cúbicos de capacidad. Calientese el crisol, tapado, al rojo vivo (900-1000° C), durante quince (15) minutos en la mufla eléctrica o, en su defecto, sobre un buen mechero de gas y colocando el crisol en el agujero de un cartón de amianto, por debajo del cual venga a quedar más de la mitad del crisol. Enfríese en el desecador, pésese y calentese nuevamente durante quince (15) minutos en las mismas condiciones para asegurar la constancia de peso. La diferencia entre la última pesada y el peso del crisol con el cemento da la pérdida al fuego correspondiente a la muestra empleada.

3.613 Residuo insoluble.

Se coloca un gramo de cemento en una cápsula de porcelana de unos doce (12) centímetros de diámetro, se añaden veinticinco (25) centímetros cúbicos de agua destilada fría, y cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1.19$), poco a poco, y removiendo con la varilla de vidrio. Se calienta al baño de agua, cubriéndola con un vidrio de reloj y removiendo el contenido con la varilla frecuentemente, hasta el completo ataque del cemento. Se diluye a cincuenta (50) centímetros cúbicos con agua destilada y se deja en digestión sobre el baño de agua durante quince (15) minutos. Filtrase en caliente y lávese bien el residuo con agua caliente. Los filtrados obtenidos se guardarán para la determinación del anhídrido sulfúrico (número 3.614). El filtro con el residuo se pasa a un vaso de precipitados de ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos, se añaden treinta (30) centímetros cúbicos de solución de carbonato sódico al cinco (5) por ciento y se mantiene a temperatura próxima a la de ebullición durante quince (15) minutos. Se filtra y se lava el residuo cuatro (4) veces con agua caliente; se vier-

ten luego sobre el filtro unas gotas de ácido clorhídrico diluido (1:9) y, finalmente, se sigue lavando con agua caliente hasta que el agua de lavado no acuse reacción sensible a cloruros. El filtro, con el residuo que contiene, se pasa a un crisol de porcelana previamente pesado, se quema lentamente primero, se calcina después, entre 900° C y 1.000° C, y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

3.614 Anhídrido sulfúrico.

Se diluyen a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos los filtrados ácidos procedentes de la determinación de residuo insoluble, se llevan a ebullición y se añaden gota a gota, con una pipeta, diez (10) centímetros cúbicos de solución hirviente de cloruro de bario al diez (10) por ciento y se continúa la ebullición unos minutos. Déjese luego el vaso en digestión sobre el baño de agua, tapado con vidrio de reloj, entre doce y veinticuatro horas, filtrase el precipitado y lávese con agua caliente hasta la eliminación de los cloruros en las aguas del lavado. Se calcina entre 900° C y 1.000° C, en crisol previamente pesado, y se pesa después. La diferencia de peso corresponde al sulfato bórico, que multiplicado por tres mil cuatrocientas treinta diez milésimas (0.3430), nos dará el peso de anhídrido sulfúrico en la muestra empleada.

3.615 Óxido férrico.

Se pesa un gramo de cemento, se coloca en un vaso de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de agua fría y, poco a poco, quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1.19$), en tanto se agita con una varilla de vidrio para favorecer el ataque. Se calienta al baño de agua hasta completar dicho ataque, tapándolo con un vidrio de reloj. Se calienta a ebullición y, separado el mechero, se añade gota a gota y agitando, solución de cloruro estannoso hasta completa decoloración de la solución; se añade aun una gota de exceso y se enfría la solución a la temperatura ambiente. Se añaden de una sola vez, diez (10) centímetros cúbicos de solución saturada y fría de cloruro mercuríco, se agita la solución con viveza y se añaden quince (15) centímetros cúbicos de la mezcla fosfórico-sulfúrica. Se agregan luego tres gotas de solución de difenilamina, y después de diluir hasta ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos con agua destilada fría, se valora con solución de dicromato potásico cinco centésimas (0.05) normal, de factor conocido. Se toma como punto final de la valoración aquel en que una gota produce una coloración azul violeta intenso, que permanece invariable con posterior adición de unas gotas de la solución de dicromato.

Soluciones necesarias.

Solución de cloruro estannoso cristalizado: Se prepara disolviendo veinte (20) gramos de $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en doscientos (200) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:3). Agréguese unos trozos de estaño granulado exento de hierro y hiérvase la solución hasta que quede clara. La solución preparada debe guardarse en una botella tapada contenido estaño metálico.

Solución fosfórico-sulfúrica: Viértase lentamente y agitando, sobre cuatrocientos (400) centímetros cúbicos de agua destilada, doscientos ochenta (280) centímetros cúbicos de ácido fosfórico ($d = 1.40$) y ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado ($d = 1.84$), y dilúyase luego con agua hasta un litro.

Solución sulfúrica de difenilamina (indicador): Se disuelve un gramo de difenilamina en cien (100) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado.

Nota.—Esta determinación podrá también acabarse por permanganometría con solución valorada, en KMnO_4 , 0.05 N, aunque es preferible el método primero.

3.616 Anhídrido silícico y materia insoluble.

a) Pónganse cinco décimas (0.5) de gramo de cemento en una cápsula de porcelana de unos doce (12) centímetros de diámetro, añádanse diez (10) centímetros cúbicos de agua destilada fría, y mientras se agita con la varilla de vidrio y se aplastan con ella los pequeños terrones que pudieran haberse formado, se agregan lentamente diez (10) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1.19$), y se deja en digestión, tapado con un vidrio de reloj sobre el baño de agua hasta completar el ataque. Sepárese el vidrio de reloj y evapórese la solución a sequedad sobre el baño de agua, removiendo, de vez en cuando,

con la varilla de vidrio. Sin prolongar el calentamiento, trátase el residuo con veinte (20) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1 = 1). Digiérase sobre el baño de agua durante diez (10) minutos, cubriendo nuevamente la cápsula con el vidrio de reloj. Dilúyase la solución con veinte (20) centímetros cúbicos de agua destilada caliente; fíltrese en caliente y lávese el anhídrido silícico un par de veces con ácido clorhídrico diluido (1: 99) y, finalmente, con agua hirviente hasta que las aguas del lavado no se enturbien por adición de unas gotas de solución de nitrato de plata. El filtrado y las aguas del lavado se evaporan nuevamente a sequedad y se coloca la cápsula en la estufa, manteniéndola una hora a 105-110°C. Se saca de la estufa, se trata el residuo con quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1: 1), y cubriéndolo nuevamente con el vidrio de reloj, se deja en digestión diez (10) minutos. Dilúyase con quince (15) centímetros cúbicos de agua destilada, caliente; fíltrese sobre otro filtro y lávese, como se hizo con la porción mayor de sílice separada anteriormente.

El filtrado y aguas de lavado se guardarán para las determinaciones ulteriores. Los dos filtros con la sílice que contienen se pasan a un crisol de platino, se secan y queman los filtros a baja temperatura hasta total combustión del carbón y, finalmente, se calcina a 1.000-1.050°C, hasta constancia de peso. Se obtiene así el peso de sílice y residuo insoluble.

Restando del peso de sílice y residuo insoluble el peso de este último, obtenido según la determinación número 3.613, se obtiene el peso de sílice soluble del cemento.

En las determinaciones en que se precise conocer exactamente la cantidad total de sílice, humedézcase el residuo en el crisol de platino con unas gotas de agua, añádanse unos diez (10) centímetros cúbicos de ácido fluorhídrico y unas dos o tres gotas de ácido sulfúrico concentrado y evapórese a sequedad en una vitrina con buen tiro. Calcínese el residuo cinco minutos a temperatura de 1.000-1.050°C, enfríese y pésese. La diferencia entre las dos últimas pesadas da el peso de anhídrido silícico total. El residuo se considerará formado por óxidos de hierro y aluminio.

b) Método rápido.—Mézclense cuidadosamente, con ayuda de la varilla de vidrio, cinco décimas (0,5) de gramo de la muestra y cinco décimas (0,5) de gramo de cloruro amónico en un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos, cúbrase el vaso con un vidrio de reloj y añádanse, poco a poco, cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$), dejándolo resbalar por el pico del vaso. Acabado el ataque, se separa el vidrio de reloj, se añaden una o dos gotas de ácido nítrico concentrado ($d = 1,41$), se remueve la mezcla con la varilla de vidrio, se tapa nuevamente el vaso y se deja sobre el baño de agua durante treinta (30) minutos. Durante este tiempo se desmenuzan los terrones que puedan haber quedado y se remueve la mezcla, al objeto de facilitar el ataque completo del cemento. Pásese el contenido del vaso sobre un filtro, sin diluirlo, y déjese escurrir la solución lo más completamente posible.

Con la ayuda del extremo de la varilla, protegido con un trozo de goma, límpiese el vaso y lávese vaso y varilla. Lávese el filtro con dos o tres pequeñas porciones de ácido clorhídrico diluido caliente (1: 99) y después con diez o doce de agua caliente, dejando escurrir siempre una porción antes de añadir la siguiente. Guárdese el filtrado para la determinación conjunta de los óxidos de hierro y aluminio (núm. 3.617).

Pásese el papel de filtro y el residuo a un crisol de platino o de porcelana de buena calidad previamente pesado, calcínese gradualmente hasta llegar a los 1000-1050°C y manténgase a esta temperatura durante una hora. Asegúrese la constancia de peso, y réstese del tanto por ciento obtenido el tanto por ciento de residuo insoluble hallado según número 3.613 y considérese la diferencia como SiO₂.

Nota.—En caso de disputa o controversia, deberán tenerse en cuenta los resultados obtenidos siguiendo el método indicado en el apartado a).

3.617 Óxidos de aluminio y hierro.

Al filtrado procedente de la determinación de la sílice, llevado a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se le añaden cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$), unas gotas de rojo de metilo y se calienta a ebullición. Se añade amoníaco concentrado ($d = 0,91$), gota a gota, hasta que el color de la solución pasa a amarillo marcado. Se calienta nuevamente a ebullición, se mantiene ésta un par de minutos y se deja reposar sobre el baño de agua hasta que el precipitado formado se sedimenta. Se filtra y lava el precipitado cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos (2) por ciento. Se guarda el filtrado y se pasa el filtro con el precipitado al vaso donde se hizo la precipitación. Se disuelve aquél

en quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1: 3) y caliente, se desmenuza el filtro con la varilla de vidrio, se diluye a cien (100) centímetros cúbicos con agua destilada caliente y se precipitan los hidróxidos como la primera vez. Fíltrese y lávese el precipitado sobre el filtro cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos (2) por ciento. El filtrado obtenido se mezcla con el anterior, guardándolos para la determinación de la cal. El precipitado se pasa a un crisol previamente pesado, se quema primero a baja temperatura hasta completa combustión del filtro y se calcina después a 1000-1050°C hasta constancia de peso y en crisol abierto. El aumento de peso da la suma de óxidos de aluminio y de hierro. Para obtener el contenido de alumina en el cemento, se resta del tanto por ciento total de óxidos de aluminio y hierro, calculados a partir de este peso, el tanto por ciento de óxido férrico determinado según número 3.615.

3.618 Óxido cálcico.

Los filtrados procedentes de la determinación de los óxidos de hierro y aluminio se llevan a ebullición después de haberles añadido unas gotas de amoníaco concentrado. Se añaden entonces veinticinco (25) centímetros cúbicos de solución hirviente de oxalato amónico al cinco (5) por ciento, y se continúa la ebullición unos minutos. Se deja en reposo sobre baño de agua quince (15) o veinte (20) minutos, se filtra en caliente y se lava el precipitado sobre el filtro diez (10) veces con agua caliente, sin exceder ésta, de setenta y cinco (75) centímetros cúbicos. El filtrado se reserva para la determinación de óxido magnésico, número 3.619. Se separa el filtro del embudo y se adhiera desplegado a la pared interior del vaso donde se hizo la precipitación, de forma que pueda arrastrarse fácilmente el precipitado con el chorro del frasco lavador, que contiene agua caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso, se completa el volumen con agua hirviente hasta doscientos (200) centímetros cúbicos, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido (1: 1) y se calienta hasta iniciarse la ebullición. Se valorará añadiendo solución de permanganato potásico 0,18 N hasta color rosado persistente, y una vez alcanzado éste se deja caer el filtro en la solución y se sigue añadiendo permanganato potásico 0,18 N hasta obtener nuevamente color rosado, persistente durante más de diez segundos. Con la normalidad citada corresponde, muy aproximadamente, un (1) centímetro cúbico de la misma por cada uno por ciento (1 por 100) de óxido cálcico. De todas formas, si no corresponde a la indicada normalidad la solución de KMnO₄, empleada, conocido el equivalente en cal de un centímetro cúbico de la solución de permanganato empleado, se calcula el tanto por ciento de cal en el cemento.

3.619 Óxido magnésico.

Después de acidificar con unas gotas de ácido clorhídrico concentrado el filtrado procedente de la determinación del óxido cálcico, se concentra a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos y se enfría a la temperatura ambiente, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de solución de fosfato diamónico al diez (10) por ciento, y a continuación, en pequeñas porciones, treinta (30) centímetros cúbicos de amoníaco concentrado. La solución se agita energicamente con la varilla de vidrio durante la adición de amoníaco, y se continúa después agitando durante diez minutos. Déjese la solución en reposo hasta el día siguiente; fíltrese y lávese el residuo unas diez veces con amoníaco diluido (1: 20), pásense filtro y precipitado a un crisol previamente pesado, caliéntese gradualmente hasta carbonización y combustión del filtro, calcínese luego a 1000-1050°C y pésese el crisol, una vez frío, con el pirofosfato magnésico formado. Multiplicando el peso de pirofosfato magnésico por tres mil seiscientos veintiuna diezmilésimas (0,3621); se obtiene el peso del óxido magnésico contenido en la muestra de cemento analizada.

Nota.—En los cementos Portland cuyo contenido de magnesia sea superior al límite establecido para estos cementos, convendrá ensayar el contenido en manganeso según 3.622, y caso de ser éste notable, proceder a la separación cuantitativa del manganeso, según 3.623, para evitar su posible precipitación conjunta con el magnesio.

3.6110 Azufre total.

En general, no será necesario determinar el azufre total en el cemento Portland, ya que, dada la pequeña cantidad de sulfuros que ordinariamente contiene, podrá calcularse a partir del anhídrido sulfúrico existente.

Si al atacar el cemento con ácido clorhídrico se produce desprendimiento de sulfuro de hidrógeno, lo que se conoce por el

olor o por ennegrecer el papel de acetato de plomo, puede procederse a la determinación del azufre al estado de sulfuro, de acuerdo con lo indicado en 3.621, o realizarse la determinación del azufre total por el método que sigue:

Se trata un gramo de cemento en un vaso de vidrio de forma alta, de ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos, con una mezcla de cincuenta centímetros cúbicos (50) de agua y veinte (20) centímetros cúbicos de agua de bromo saturada; se agita con la varilla de vidrio unos minutos y se deja en reposo durante la noche, tapado con un vidrio de reloj. Se añaden diez (10) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d=1,19$) y se calienta a ebullición hasta completo ataque del cemento y expulsión del exceso de bromo, lo cual puede reconocerse con el papel de yoduro potásico y almidón. Se filtra y se lava con agua caliente.

El filtrado, cuyo volumen debe ser de unos doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se lleva a ebullición, se añade con una pipeta, gota a gota y agitando, veinte (20) centímetros cúbicos de solución hirviente de cloruro de bario al diez (10) por ciento, y se continúa la ebullición unos minutos. Se deja en digestión sobre el baño de agua tapado con el vidrio de reloj durante tres horas; se filtra el precipitado y se lava con agua caliente hasta la eliminación de los cloruros.

Se pasa el filtro con el precipitado a un crisol previamente pesado, se calcina a $900-1000^{\circ}\text{C}$ y se pesa. El peso del sulfato bórico concentrado, multiplicado por mil trescientas setenta y cuatro diezmilésimas (0,1374), da el peso del azufre total en la muestra analizada, expresado en azufre. Restando del azufre total el azufre correspondiente a los sulfatos, se tendrá el azufre que existe en el cemento al estado de sulfuro.

3.6111 *Oxidos sódico y potásico.*

Se pone en un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos un (1) gramo de cemento y se ataca en análogas condiciones a las indicadas en el número 3.616.

En el líquido filtrado, llevado a ebullición, y previa la adición de cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado y de unas gotas de rojo de metilo, se eliminan, conjuntamente, los sulfatos y los óxidos de aluminio, hierro y cal, para lo cual se añadirán gota a gota, con una pipeta, diez (10) centímetros cúbicos de solución hirviente de cloruro bórico al diez (10) por ciento; amoníaco concentrado, gota a gota, hasta que el color de la disolución pase a amarillo marcado, y la cantidad necesaria de solución, al diez (10) por ciento de carbonato amónico, para que la adición posterior de unas gotas del reactivo no produzcan enturbiamiento alguno. Déjese reposar el precipitado sobre el baño de agua y fíltrese. El precipitado se lava unas cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos (2) por ciento, y se desecha.

El filtrado y aguas de lavado, transvasadas a una cápsula de porcelana, se concentran hasta llevarlos a la sequedad, y se continuará su calefacción hasta que no se observe desprendimiento alguno de humos blancos.

Disuélvase el residuo en la menor cantidad posible de agua caliente. Lávense perfectamente las paredes de la cápsula utilizando una varilla de vidrio provista de goma en su extremo; fíltrese la solución, recójase el filtrado en un matraz aforado de cien (100) centímetros cúbicos y enrásese.

a) *Oxido sódico.*

Se toman en un vaso pequeño diez (10) centímetros cúbicos de la solución aforada y se evaporan a sequedad, realizando la primera parte de la operación sobre un mechero y terminando sobre un baño de agua o estufa, para evitar pérdidas por salpicadura. Déjese enfriar el vaso a la temperatura ambiente y disuélvase el residuo en un centímetro cúbico de agua.

Añádase gota a gota, y mientras se agita constantemente, quince (15) centímetros cúbicos, recién filtrados, de acetato de uranilo y cinc; continúese agitando durante unos minutos y después déjese reposar la solución de tres cuartos de hora a una hora a la temperatura ambiente, pasada la cual se filtrará con ayuda de vacío a través de una placa filtrante previamente pesada, que ha sido lavada, y secada en análogas condiciones a como se lava y seca el precipitado. Con pequeñas cantidades de reactivo se lavarán las paredes del vaso donde se hizo la precipitación, utilizando a tal fin una varilla provista de goma. Pasado todo el precipitado al crisol filtrante, se lava aquél seis veces con pequeñas porciones de la solución alcohólica de lavado, cuidando de dirigir el chorro del lavador sobre las paredes del crisol, y tres veces, con cinco (5) centímetros cúbicos de éter anhidro. Se continuará la aspiración hasta que el olor a éter haya desaparecido; séquese el exterior del crisol filtrante con un paño y guárdese en el desecador durante una hora (o quince

minutos en vacío), pasada la cual se pesará. Realícese, simultáneamente, un ensayo en blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivo, y corrija el valor obtenido en el ensayo. Multiplicando el peso en gramos del precipitado corregido por 20,15, se obtiene el porcentaje de óxido sódico contenido en el cemento analizado.

Soluciones necesarias.

Solución de acetato de uranilo y cinc en solución saturada de acetato de sodio, cinc y uranilo: Agítese durante una hora una mezcla de veinte (20) gramos de acetato de uranilo ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; sesenta (60) gramos de acetato de cinc ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; cinco (5) centímetros cúbicos de ácido acético y ciento setenta y cinco (175) centímetros cúbicos de agua caliente. Normalmente aparecerá turbia la solución por la precipitación de pequeñas cantidades de la sal triple de sodio, cinc y uranilo formada con la aportación del sodio en las impurezas de los materiales utilizados. Si, por el contrario, la solución queda clara, añádase una pequeña cantidad de cloruro sódico (NaCl) y agítese, de nuevo. Es imprescindible que la solución esté saturada con respecto a la sal triple de acetato de sodio, cinc y uranilo a la temperatura ambiente a que se utiliza, filtrándose la solución en el momento de emplearla.

Solución alcohólica de lavado: Añádase una pequeña cantidad de acetato triple de sodio, cinc y uranilo a una solución de alcohol de 95° que contiene un 1 por 100 de ácido acético, y agítese la solución durante una hora. La solución se filtrará en el momento de utilizarla, a fin de asegurarse que esté saturada respecto a la sal triple a la temperatura ambiente.

b) *Oxido potásico.*

En un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos se ponen diez (10) centímetros cúbicos de la solución aforada y, previa la adición de unas gotas de rojo de metilo, se neutraliza con ácido clorhídrico N/10, que se añadirá, gota a gota, hasta que el líquido tome color amarillo naranja, sin llegar al rojo. En caso de pasarse, se añadirá una gota de solución de hidróxido sódico N/10.

Se enfría el vaso con agua corriente, y en esas condiciones se añadirán, gota a gota, y sin dejar de agitar, uno y medio (1,5) centímetros cúbicos del reactivo dipicrilaminato magnésico. Se continuará agitando durante unos segundos y, rápidamente, se filtrará a través de una placa filtrante previamente pesada y empleando la trompa de vacío. Se arrastrará todo el precipitado, utilizando el chorro del frasco lavador, que contendrá agua muy fría, y se lavará cuidadosamente el vaso donde se hizo la precipitación, de cuatro a seis veces, con solución al medio (0,5) por mil de dipicrilaminato potásico, también muy fría. Por último, se lavará el precipitado una sola vez sobre el filtro con una pequeña cantidad de agua fría. Se dejará escurrir bien, y se secará durante una hora en la estufa a 100°C . Se enfría y se pesa.

Multiplicando el peso por 98,7 se obtiene el por 100 de óxido potásico contenido en el cemento analizado.

Soluciones necesarias.

Solución de dipicrilaminato magnésico: En un vaso de cien (100) centímetros cúbicos se pesan once (11) gramos de reactivo hexanitrodifenilamina y se le añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua destilada. Se agita con una varilla de vidrio y se le añaden dos (2) gramos de carbonato magnésico. Se deja de tres a cuatro horas sobre baño de agua, agitando de vez en cuando. Pasado ese tiempo se filtra el líquido, que tendrá un color rojo oscuro, y se lava el residuo sobre el filtro dos veces con agua destilada, recogiendo conjuntamente filtrado y aguas de lavado.

3.6112 *Cal libre.*

En los cementos artificiales de tipo Portland se practicará la determinación de cal libre con arreglo al siguiente método:

Se pesa en un matraz de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, perfectamente seco, un gramo de cemento, que previamente ha sido pulverizado muy finamente, utilizando para ello mortero de ágata. Se ponen en el matraz dos o tres perlas de vidrio para facilitar la posterior ebullición. Se añaden sesenta (60) centímetros cúbicos de la mezcla glicerina-alcohol, agitando convenientemente para evitar la aglomeración del cemento. Se conecta al matraz un refrigerante de reflujo, provisto en el extremo opuesto de un tubo con cloruro cálcico, y se hierve la mezcla. La ebullición debe ser franca, pero no violenta; para evitar se produzcan proyecciones o una evaporación excesiva. Para ello puede utilizarse un baño de aire.

Se mantiene la ebullición durante diez (10) minutos, pasados los cuales se separa el refrigerante y se valora rápidamente con la solución valorada de acetato amónico. Se coloca de nuevo el refrigerante y se vuelve a llevar la solución a ebullición, repitiendo las valoraciones a intervalos de diez (10) minutos al principio y aumentando este período a treinta (30) y a una (1) hora al final del ensayo. Es conveniente dar por terminadas las valoraciones parciales cuando todavía queda un cierto tinte rosado en la solución. La valoración se da por terminada cuando el color no reaparece en la solución después de una hora de continua ebullición.

Multiplicando el valor del equivalente en óxido cálcico de la solución tipo de acetato amónico empleado por el número de centímetros cúbicos totales del mismo gastados en la valoración, se obtendrá la cantidad de cal libre de la muestra analizada.

Soluciones necesarias.

Mezcla de glicerina-alcohol: Se preparará una mezcla de una parte en volumen de glicerina bidestilada, cuya densidad a 25° C no será inferior a 1,249, y cinco (5) partes en volumen de alcohol etílico absoluto. Si para la preparación del alcohol etílico absoluto se parte de alcohol de 95° se hervirá previamente a reflujo durante ocho horas con cal viva y posteriormente se destillará.

Por cada mil (1.000) centímetros cúbicos de la mezcla indicada se le añadirán dos (2) centímetros cúbicos de solución, en alcohol absoluto, de fenolftaleína al uno (1) por ciento.

En el caso de que el disolvente preparado de esta forma sea incoloro se le añadirán unas gotas de solución diluida de hidróxido sódico en alcohol absoluto hasta que aparezca un débil color rosa.

Si, por el contrario, la solución preparada presenta color rosáceo, se le añadirán unas gotas de solución valorada de acetato amónico hasta que desaparezca el color, y entonces unas gotas de la solución diluida de hidróxido sódico en alcohol absoluto, hasta que de nuevo tome la solución un ligero tinte rosáceo.

Solución valorada de acetato amónico: Disolver dieciséis (16) gramos de acetato amónico, desecado previamente, durante dos semanas, en un desecador con cloruro cálcico, en mil (1.000) centímetros cúbicos de alcohol absoluto. Se fija la equivalencia en cal de la solución de la siguiente forma:

En un matraz seco de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos se pesan de 0,05 a 0,06 gr. de cal viva recién preparada, por calcinación entre 960-1.000° C hasta peso constante, de carbonato u oxalato cálcico reactivo; se ponen en el matraz dos o tres perlas de vidrio y se añaden 60 centímetros cúbicos del disolvente glicerina-alcohol. Colocado sobre el matraz un refrigerante de reflujo, provisto en el extremo opuesto de un tubo con cloruro cálcico, se calienta con cuidado y se mantiene la solución en franca ebullición diez (10) minutos, pasados los cuales se quita el refrigerante y se valora con la solución de acetato amónico hasta desaparición del tinte rosa. Esta operación se repetirá tantas veces como sea necesaria, hasta que la solución no tome color después de una hora de continua ebullición.

El equivalente en cal de la solución de acetato amónico, expresado en gramos por centímetro cúbico, se calculará dividiendo el peso de cal utilizada por el número de centímetros cúbicos de solución gastada en la valoración.

3.62 Métodos aplicables a los cementos siderúrgicos.

Para el análisis químico de los cementos siderúrgico-Portland y siderúrgico-clinker se seguirán, con la excepción de la pérdida al fuego, los métodos consignados en el número 3.61, sin más variante que separar el manganeso en el filtrado obtenido al determinar los sesquióxidos de hierro y aluminio (número 3.617) y antes de precipitar la cal (número 3.618). Para esta separación se seguirá el método que se indica en el número 3.623. Además, se determinará el contenido de azufre de los sulfuros y el de manganeso, de acuerdo con los métodos números 3.621 y 3.622. El ensayo de pérdida al fuego se sustituirá por la determinación de agua y dióxido de carbono (número 3.624).

3.621 Azufre al estado de sulfuro.

Se empleará en esta determinación un (1) gramo de cemento siderúrgico-Portland, dos (2) gramos de cemento siderúrgico-clinker o cinco (5) gramos de los cementos con pequeños contenidos de sulfuros. Para la determinación de azufre se podrá utilizar el aparato Schulte-Franke, que se indica en el esquema

de la figura 6, u otro análogo, y que consta de las siguientes partes:

Matraz A, en el que se coloca la muestra que se va a ensayar.

Colectores B y C, en los que se pondrán (50) cincuenta centímetros cúbicos de solución de acetato de cadmio, destinados a fijar el sulfuro de hidrógeno que se desprende por el ataque de la muestra.

Embudo D, en el que se pondrán cincuenta (50) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1:1); y que por su parte superior podrá conectarse a un generador de anhídrido carbónico.

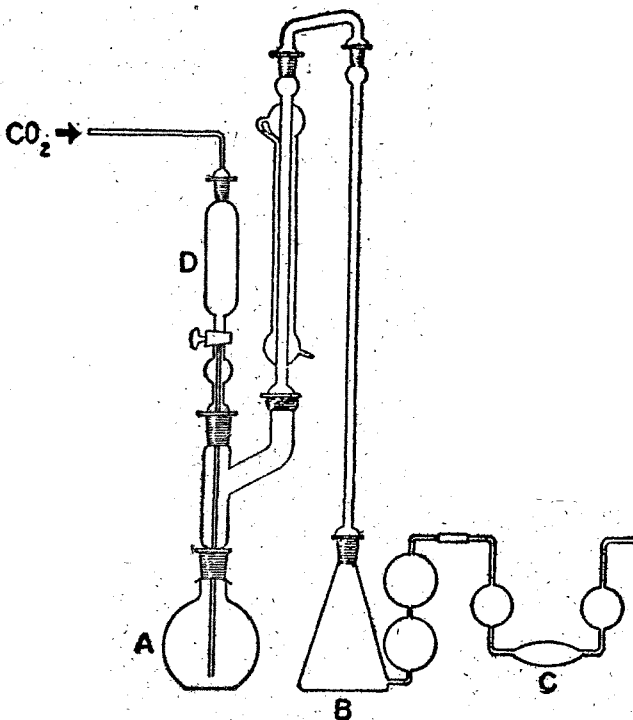


FIGURA 6

La muestra de cemento, pesada al centímetro, se mezcla en el matraz de reacción A, con cinco décimas (0,5) de gramo de cloruro estannoso cristalizado y cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua destilada. Con el fin de evitar que se aglomere el cemento, se agitará la mezcla suavemente. Dispuesto el aparato en la forma indicada en la figura, se dejará caer el ácido contenido en el embudo D al matraz de reacción A, y después se hace burbujear por el líquido una corriente de anhídrido carbónico, que se mantendrá durante todo el ensayo con el fin de desalojar el sulfuro de hidrógeno que se produzca en el ataque. Tan pronto como se observe que cesa la intensidad de la reacción, se calentará el matraz, lentamente al principio, hasta llegar a la ebullición, y en estas condiciones se mantendrá durante media hora. Pasado este tiempo, se desconectarán los colectores del resto del aparato. Se vierte en el primero el contenido del segundo. Se añaden veinticinco (25) centímetros cúbicos de solución de yodo 0,062N, veinticinco (25) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1:1), y se valora el exceso de yodo, con solución de tiosulfato sódico 0,1N, en presencia de almidón, que se añadirá como de ordinario hacia el final de la valoración. Del volumen de solución de yodo gastado, se calcula el contenido de azufre al estado de sulfuro: un centímetro cúbico de la solución de yodo equivale a una milésima (0,001) de gramo de azufre.

Soluciones necesarias.

Solución de acetato de cadmio: Se disuelven veinticinco (25) gramos de acetato de cadmio en mil (1.000) centímetros cúbicos de agua.

Solución de yodo 0,062 N: Se disuelven siete gramos con novecientos veintiocho milésimas (7,928) de yodo resublimado y veinticinco (25) gramos de yoduro potásico en mil (1.000)

centímetros cúbicos de agua. Se determina el factor de la solución valorándolo frente a la de tiosulfato 0.1 N utilizada en la valoración.

Solución de tiosulfato 0.1 N: En un matraz aforado de un litro se disuelven veinticinco (25) gramos de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y se lleva a volumen. Se determina el factor de la solución de modo habitual, frente a una solución de dicromato potásico.

Solución de almidón: La suspensión fría obtenida con 1.5 gramos de almidón soluble y 25 centímetros cúbicos de agua se vierte sobre 250 centímetros cúbicos de agua hirviente, y se mantiene en ebullición durante cinco minutos. Se deja enfriar la solución, se añaden 1.5 gramos de cloruro de cinc disueltos en 12 centímetros cúbicos de agua, y se mezcla bien. Se deja en reposo durante veinticuatro horas, se decanta el líquido que sobrenada, se añaden 0.7 gramos de KI y se agita hasta disolver esta sal.

3.622 Oxido de manganeso.

Se pone en un matraz Erlenmeyer de trescientos (300) centímetros cúbicos un gramo de cemento seco. Se añaden diez (10) centímetros cúbicos de agua y se agita para evitar que se aglomere el cemento. Se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de ácido nítrico diluido ($d = 1.20$) y se calienta hasta ataque completo de la muestra. Sin necesidad de filtrar la pequeña cantidad de materia insoluble existente, se enfría la solución; se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de solución de nitrato de plata 0.01 N y un gramo (1) de persulfato amónico sólido, y se calienta lentamente hasta 60°C . Se mantiene aproximadamente esta temperatura durante diez (10) minutos, con lo cual el manganeso se transforma gradualmente en ácido permangánico. Deben evitarse temperaturas mucho mayores a la indicada, para prevenir la posible descomposición del ácido permangánico formado.

Se enfría la solución a la temperatura ambiente, se añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de solución de cloruro de sodio 0.01 N para precipitar la plata, y se valora el líquido turbio con arsenito sódico hasta decoloración de la solución. Conocido el equivalente de la solución de arsenito sódico en MnO, se calcula el tanto por ciento de manganeso que contiene la muestra analizada.

En los cementos con cantidad grande de manganeso, conviene pasar el líquido de ataque del cemento a un matraz aforado de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, y tomar sólo veinticinco (25) o cincuenta (50) centímetros cúbicos para la determinación.

Soluciones necesarias.

Solución de nitrato de plata 0.01 N: Se disuelven 1.7 gramos de nitrato de plata en un litro de agua. Solución de NaCl 0.01 N: Se disuelven 0.7 gramos de cloruro sódico en un litro de agua.

Solución de arsenito sódico: Se disuelven en agua caliente doscientas cincuenta y nueve milésimas (0.259) de gramo de As_2O_3 , y se añade un gramo de carbonato sódico; la solución clara se diluye hasta un litro y se determina su factor frente a un acero tipo cuyo contenido en manganeso es conocido o con una solución valorada de KMnO_4 , siguiendo el método descrito.

3.623 Separación del manganeso.

Se acidifican con unas gotas de ácido clorhídrico los filtrados procedentes de la separación de los hidróxidos de hierro y aluminio y se concentran hasta un volumen de cien (100) centímetros cúbicos. A la solución hirviente se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de agua de bromo saturada y se adiciona inmediatamente amoníaco hasta que la solución sea marcadamente alcalina (como agente de oxidación, y en sustitución del agua de bromo, puede usarse también una corriente de gas cloro). Se hierve el líquido durante cinco minutos por lo menos, asegurándose de que se mantenga alcalino durante todo el tiempo de ebullición. Se deja sedimentar el precipitado formado; se filtra y se lava con agua caliente. El precipitado no se utiliza para la determinación cuantitativa del manganeso. El filtrado se acidula con ácido clorhídrico y se hierve para expulsar el bromo. Se alcaliniza la solución con amoníaco, y se siguen para la determinación de Ca y Mg en sí los métodos señalados para el cemento Portland (números 3.618 y 3.619).

3.624 Agua y dióxido de carbono.

En las condiciones usuales del ensayo de pérdida al fuego (número 3.612), los cementos siderúrgicos pueden experimentar aumentos de peso debidos a la oxidación del azufre que contenga al estado de sulfuro o del hierro divalente existente en la muestra. Por este motivo, se determinará en este caso el agua y el dióxido de carbono en muestras distintas, siguiendo las siguientes técnicas.

3.6241 Agua.

Para esta determinación se utilizará un tubo especial llamado de Penfield (fig. 7), de las siguientes características:

Longitud total, 20 centímetros; diámetro, 0.8 centímetros. El extremo cerrado está constituido por una bola de dos centímetros de diámetro, y a unos cinco centímetros de ésta existe otro ensanchamiento en el tubo, también en forma de bola, del mismo diámetro.

Se seguirá el siguiente procedimiento:

Se lava el tubo, primero con alcohol y después con éter, y con la boca hacia abajo se deja secar en la estufa a $105-110^\circ\text{C}$. Una vez frío, se pesa.

Mediante un embudo capilar se introduce en la bola terminal una cantidad de cemento del orden de cinco décimas (0.5) de gramo, teniendo especial cuidado al sacar el embudo de no tocar las paredes del tubo. Se vuelve a pesar el tubo y, por diferencia con la pesada anterior, se conocerá exactamente la cantidad de muestra empleada.

Se coloca el tubo sobre un trípode de forma tal que el orificio de salida esté ligeramente inclinado hacia abajo y, con el fin de reducir toda posible pérdida de agua, se introduce en la boca del tubo otro de vidrio estirado. Con un trozo de papel de filtro, que se mantendrá húmedo durante todo el ensayo, se envuelve la bola central, en la que no está colocado el cemento, y se calienta, durante treinta (30) minutos, moderadamente al principio y fuertemente al final, la bola que contiene el cemento. Pasado este tiempo, se calienta el tubo por la parte que une las dos bolas y se separa, estirando convenientemente, la bola que contiene la muestra de la otra, en la que se habrá condensado el agua que aquella contenía. Se deja enfriar esta parte del tubo y se pesa. Se limpia en condiciones análogas a las iniciales utilizando primeramente alcohol y después éter, y se seca en la estufa a $105-110^\circ\text{C}$ durante una hora. Déjese enfriar y pésese. La diferencia entre esta pesada y la anterior da el contenido en agua de la muestra.

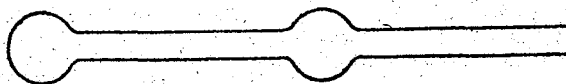


FIGURA 7

3.6242 Dióxido de carbono.

a) Aparato empleado.—En esta determinación se utilizará un aparato que se ajuste, en lo esencial, al esquema de la figura 8. Será muy conveniente el uso de uniones esmeriladas intercambiables, siempre que sea posible. Dicho aparato constará de los elementos siguientes:

Matraz Erlenmeyer.—Un matraz Erlenmeyer A de 500 centímetros cúbicos.

Refrigerante.—Un refrigerante recto, unido por su parte inferior al matraz Erlenmeyer y cuya boca superior se cierra con un tapón atravesado por un tubo corto, para la salida de gases, que apenas sobresale de la base inferior del tapón, y por un tubo largo, que pasa por el interior del refrigerante y llega hasta 7 milímetros, aproximadamente, del fondo del Erlenmeyer A. La parte superior de este tubo presenta una llave de tres vías G, que permite la comunicación con el aire, a través de una torre de desecación F, y la entrada del ácido al matraz de ataque A.

Torre de desecación.—Una torre F con capacidad, destinada a fijar el anhídrido carbónico del aire aspirado.

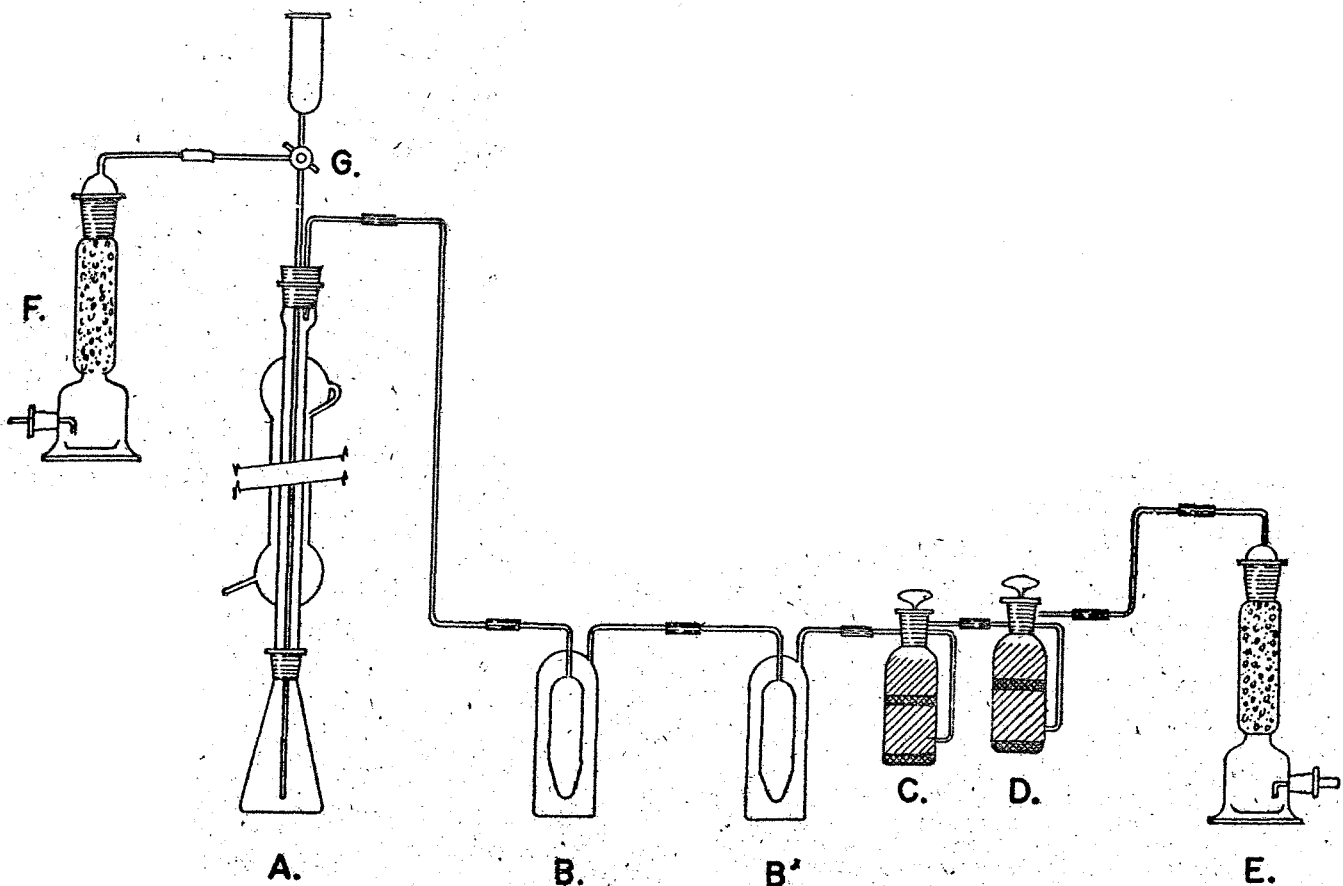


Figura 8.

Frascos lavadores.—Dos frascos lavadores B y B' de 100 mililitros, para desecar los gases, por burbujeo, a través del ácido sulfúrico concentrado.

Frascos de absorción.—Dos frascos de absorción C y D para la fijación cuantitativa del anhídrido carbónico de la muestra. Estos frascos se prepararán de la forma siguiente: En el fondo se colocará una pequeña capa de lana de vidrio, se llenarán sus dos terceras partes con amianto sodado puro o con cal sodada porosa, que tiene por objeto retener el anhídrido carbónico desprendido; después, se pone otra capa fina de lana de vidrio y, por último, cloruro cálcico anhidro, para retener el agua que se forme. En general, todo el anhídrido carbónico quedará fijado en el primer frasco. El peso total de cada frasco así preparado es de unos 100 gramos.

Torre de desecación.—Una torre de desecación E con cloruro cálcico anhidro, para evitar el paso de la humedad exterior a los frascos de absorción.

Bomba de vacío o trompa de agua.

b) **Reactivos necesarios.**—Para la realización de los ensayos que se prescriben, se necesitarán los reactivos siguientes:

- Cal sodada o amianto sodado.
- Acido sulfúrico H_2SO_4 ($d = 1,84$).
- Cloruro cálcico anhidro, $CaCl_2$, puro, para análisis.
- Disolución de sulfato cúprico al 10 por 100.
- Disolución de ácido clorhídrico (1 : 1).

c) **Procedimiento operatorio.**—Se pesan en el matraz Erlenmeyer A cinco (5) gramos de cemento y se le añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua fría, que previamente ha sido hervida y conservada fuera del contacto del aire. Para fijar el sulfuro de hidrógeno que pudiera desprenderse por el ataque de los sulfuros que pueda contener el cemento, se ponen en el matraz Erlenmeyer dos (2) centímetros cúbicos de solución al diez (10) por ciento de sulfato de cobre.

Dispuesto el aparato tal y como se indica en la figura 8 y

colocando la llave de tres vías G en forma tal que permita pasar el aire a través del aparato, se fuerza, aspirando con una trompa de agua durante cinco minutos, el paso de una corriente de aire, con el fin de expulsar el CO_2 existente. Pasado este tiempo, se separan del aparato los frascos de absorción del dióxido de carbono y se pesan. Los empalmes del aparato se cerrarán con trozos de varilla de vidrio. Colocados de nuevo en el circuito, y utilizando convenientemente la llave de tres vías, se introducen en el matraz Erlenmeyer treinta (30) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1 : 1) y se vuelve a colocar de nuevo la llave de tres vías en una posición tal que pueda volver a pasar a través del aparato una corriente de aire que sirve para arrastrar totalmente el dióxido de carbono que se desprende en el ataque.

Quando disminuye la reacción en el interior del matraz se calienta a ebullición suave, durante dos minutos, en corriente más lenta de aire. Se retira el mechero y se aviva el paso de aire durante veinte minutos. Pasado este tiempo, se retiran del circuito los frascos de absorción del anhídrido carbónico y se pesan.

El aumento de peso corresponde directamente al peso del anhídrido carbónico que contenía la muestra analizada.

3.63 Métodos aplicables al cemento aluminoso.

En los cementos aluminosos se efectuarán las determinaciones de humedad, pérdida al fuego, residuo insoluble, anhídrido sulfúrico y magnesia en la forma indicada en los números 3.611, 3.612, 3.613, 3.614 y 3.619, respectivamente, y las determinaciones de azufre de los sulfuros y de agua y dióxido de carbono, tal como se prescribe en los números 3.621 (con pequeño contenido de sulfuros) y 3.624, relativo a los cementos siderúrgicos.

Para las determinaciones de dióxido de silicio, suma de óxidos de hierro, aluminio y titanio; cal, óxido férrico, óxido ferroso y dióxido de titanio, se seguirán las indicaciones que figuran a continuación, en los párrafos señalados con los números 3.631, 3.632, 3.633, 3.634, 3.635 y 3.636.

Por otra parte, la determinación de residuos insolubles (que podría hacerse como en el 3.613) ha de estimarse como dato adicional, y, por tanto, no puede considerarse el valor hallado como un sumando más en la constitución centesimal total del cemento, por cuanto, debido al método seguido para el análisis del mismo, los componentes de dicho residuo insoluble pasan a constituir parte integrante de los diferentes óxidos determinados.

3.631 Anhídrido silíceo.

Se podrá seguir uno u otro de los métodos señalados en el número 3.616 para las determinaciones de dióxido de silicio y materia insoluble en el cemento Portland. Se seguirán dichos métodos hasta calcinación a peso constante, en crisol de platino previamente pesado, sin más variante que pesar un gramo de cemento en vez de 0,5 gramos.

En cualquier caso en los cementos aluminosos se acabará la determinación del dióxido de silicio existente de la siguiente forma: En el mismo crisol de platino en donde se calcinó se humedece el residuo obtenido con unas gotas de agua, se añade un centímetro cúbico de ácido fluorhídrico y unas dos o tres gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se evapora a sequedad en una vitrina con buen tiro. Se repite el tratamiento con cinco décimas (0,5) de centímetro cúbico de fluorhídrico y una gota de ácido sulfúrico. Después de evaporar a sequedad se calina gradualmente el residuo unos cinco minutos a temperatura de 1.000-1.050° C. Se deja enfriar y se pesa.

La pérdida de peso que ha experimentado el residuo después del tratamiento con ácido fluorhídrico corresponde al dióxido de silicio total existente en la muestra analizada, que se calcula en tanto por ciento.

Se disgrega el residuo en el crisol de platino con una pequeña cantidad de bisulfato potásico, para lo cual se calienta sobre el mechero gradualmente hasta fusión tranquila. Se deja enfriar. Se disuelve la masa en ácido sulfúrico al 10 por 100, con ayuda de calor suave, y una vez lograda la disolución completa, se mezcla la solución resultante con los filtrados procedentes de la separación de la sílice.

Estos líquidos reunidos se pasarán a un matraz aforado de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos y se completará el volumen con agua destilada.

3.632 Dióxido de titanio.

De los doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos de solución obtenida en la determinación de la sílice (núm. 3.631) se toman cien (100) centímetros cúbicos para la determinación del dióxido de titanio.

A estos cien (100) centímetros cúbicos se le añaden de dos (2) a tres (3) gramos de ácido tartárico y dos (2) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico (1:1), se calienta la solución a 70° C y se pasa durante diez (10) minutos una corriente de sulfuro de hidrógeno. Sin dejar de pasar la corriente de sulfhídrico se añaden a la solución treinta (30) centímetros cúbicos de amoníaco concentrado; compruébese que la solución queda alcalina y continúese el paso de sulfhídrico hasta que el precipitado formado se deposite en el fondo del vaso. Filtrese a través de un filtro rápido y lávese el precipitado con agua sulfhídrica caliente, a la que se le ha añadido un dos (2) por ciento de cloruro amónico. Recójase el líquido filtrado y las aguas de lavado.

El líquido filtrado se acidifica con diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico (1:1) Se hierve para eliminar el exceso de sulfhídrico, y en caso de que quede turbio, se filtra a través de un filtro rápido. Se enfría a 20° C y se le añaden treinta (30) centímetros cúbicos más de ácido sulfúrico (1:1).

En esas condiciones, se precipita el titanio añadiendo cinco (5) centímetros cúbicos de solución acuosa al seis (6) por ciento de cup-ferrón, agitando vigorosamente durante la adición. Se filtra el precipitado a través de un filtro rápido, se lava quince (15) veces con agua fría y se quema y calcina el papel de filtro con el precipitado en un crisol de porcelana, manteniéndolo media hora a 1.000-1.050° C. Multiplicando por doscientos cincuenta (250) el peso en gramos de TiO_2 , encontrado se obtiene directamente en % el contenido en óxido de titanio del cemento.

3.633 Óxidos de hierro, aluminio y titanio.

Esta determinación se realiza a partir de cincuenta (50) centímetros cúbicos de la solución aforada de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos procedente de la separación de la sílice, y se siguen, por lo demás, las indicaciones señaladas en el 3.617

para la precipitación análoga de los sesquióxidos de hierro y aluminio (y pequeñas cantidades de dióxido de titanio) en el cemento Portland.

Del peso total de residuo obtenido, referido a tanto por ciento de la muestra de cemento seco, se restará el porcentaje de dióxido de titanio, determinado según el número 3.632 y el óxido férrico (correspondiente al hierro total) determinado según número 3.634, para obtener el contenido de óxido aluminico en tanto por ciento.

3.634 Hierro total.

En los cien (100) centímetros cúbicos restantes de la solución, procedentes de la determinación de la sílice según número 3.631, se precipitan los óxidos de hierro, aluminio y titanio y se disuelven en ácido clorhídrico en igual forma que para la determinación conjunta de estos óxidos (3.633). Se lleva a ebullición, y en estas condiciones se reduce el ion férrico a ferroso con solución de cloruro estannoso, y se continúa la determinación del hierro en la forma que se señala en el número 3.615, relativo al cemento Portland.

El resultado se refiere a óxido férrico y se expresa en tanto por ciento.

3.635 Óxido cálcico.

Se determina, en el filtrado procedente de la determinación conjunta de los sesquióxidos de hierro, aluminio y dióxido de titanio, por el método prescrito en el número 3.618, relativo al cemento Portland, sin más modificación que emplear en la valoración final una solución 0,09 N de $KMnO_4$.

3.636 Hierro al estado ferroso.

Se pesan cinco décimas (0,5) de gramo de cemento y se colocan en un matraz Erlenmeyer de doscientos (200) a trescientos (300) centímetros cúbicos de capacidad, se humedecen con agua, se añaden cinco (5) gramos de carbonato sódico cristalizado y, poco a poco, cien (100) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico al diez (10) por ciento. Tápese con un tapón provisto de válvulas de Bunsen. Calientese gradualmente hasta ebullición y manténgase en estas condiciones hasta completar el ataque del cemento. Sepárese del mechero y déjese enfriar. Restablézcase la presión, destápese el matraz y valórese inmediatamente con solución 0,1N de $KMnO_4$ hasta color rosado persistente. Si el líquido es muy oscuro o si contiene carbón, se deberá filtrar a través de lana de vidrio antes de valorar.

3.64 Métodos aplicables a los cementos puzolánicos.

Se seguirán los mismos métodos señalados en el número 3.61, a excepción de las determinaciones de humedad y residuo insoluble, que se harán según se indica en 3.641 y 3.642.

Además se hará la determinación del valor puzolánico del cemento, de acuerdo con el método indicado en 3.643.

3.641 Humedad.

Se determinará la humedad que contiene la muestra a $98 \pm 1^\circ C$.

3.642 Residuo insoluble.

Se pesan dos (2) gr. de cemento en un matraz Erlenmeyer, se añaden cien (100) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico de punto de ebullición constante ($d = 1,104$), esto es, del 20,24 por 100; se cierra el matraz con un tapón provisto de refrigerante de agua y se hierve durante una hora. Se diluye con cien (100) centímetros cúbicos de agua caliente y se filtra. Se lava con agua caliente, y se pasan filtro y residuo a un vaso de precipitado de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos. Se añaden doscientos (200) centímetros cúbicos de hidróxido sódico al dos (2) por ciento, se desmenuza el papel de filtro con la varilla de vidrio, se calienta y se mantiene a ebullición suave durante un (1) minuto. Se filtra inmediatamente, se lava el residuo cuatro veces con agua caliente, se vierten luego sobre el filtro unas gotas de ácido clorhídrico diluido (1:9) y, finalmente, se sigue lavando con agua caliente hasta que el agua de lavado no acuse la presencia de cloruros. El filtro con el residuo que contenga se pasa a un crisol de porcelana o platino previamente pesado, se calienta suavemente, se calina después a 900-1000° C y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

3.643 *Determinación del valor puzolánico.*

En un matraz Erlenmeyer, de vidrio resistente a los álcalis, de 300 c.c. de capacidad se añaden con una pipeta 100 c.c. de agua destilada y se coloca durante una hora en un termostato regulado a 40° C, con el fin de uniformar, en la indicada, la temperatura del sistema.

Se añaden al matraz, por medio de un embudo, $20 \pm 0,01$ gramos del cemento en examen. Se tapa con un tapón de goma o de corcho parafinado que ajuste perfectamente, y se agita enérgicamente durante veinte segundos, para evitar la aglomeración de grumos en el fondo del matraz. Se tendrá especialmente cuidado para que todas las operaciones que se realicen fuera del termostato no duren más de dos o tres minutos.

Se deja el matraz en el termostato durante siete días, asegurándose de que esté colocado sobre un plano horizontal para que la capa de cemento, que sedimente sea uniforme.

Pasado este tiempo, se filtra el líquido lo más rápidamente posible, utilizando a tal fin un crisol de placa filtrante. Se recoge el filtrado en un matraz provisto de tapón esmerilado y se deja enfriar la solución hasta la temperatura ambiente. Por medio de una pipeta de precisión se toman cincuenta (50) centímetros cúbicos del extracto acuoso, se llevan a un vaso y se determina la alcalinidad total valorando con ácido clorhídrico 0,1 N y utilizando como indicador anaranjado de metilo. Conocido el factor del ácido empleado se expresa el resultado de la alcalinidad total, en milimoles por litro, de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Alcalinidad total en mM/l} = \frac{A \cdot N \cdot 1000}{V}$$

en la que

A = centímetros cúbicos de HCl gastados en la valoración.
N = normalidad del clorhídrico empleado.
V = centímetros cúbicos de solución acuosa analizada.

Una vez alcanzado el punto final de la valoración, se alcaliniza el líquido con unas gotas de amoníaco concentrado. Se lleva a ebullición y se precipita la cal con solución de oxalato amónico al cinco por ciento (5 por 100). Se deja el vaso sobre el baño de María durante quince (15) minutos, se filtra el precipitado y se lava el papel de filtro con el residuo, utilizando agua fría. Se separa el filtro del embudo y se adhiere desplegado a la pared interior del vaso donde se hizo la precipitación, de forma que pueda arrastrarse fácilmente el precipitado, con el chorro del frasco lavador, que contendrá agua caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso, se completa el volumen con agua hirviendo hasta unos doscientos centímetros cúbicos, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta que se inicie la ebullición. Se valora añadiendo solución KMnO₄ cinco centésimas (0,05) normal, hasta color rosado persistente y, una vez alcanzado éste se deja caer el filtro en la solución y se sigue añadiendo permanganato potásico 0,05N hasta obtener nuevamente el color rosado persistente durante diez segundos.

Conocido el equivalente en cal de un centímetro cúbico de la solución de permanganato potásico empleado, se expresa la concentración de cal, en milimoles por litro, de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{CaO en mM/l} = \frac{V \cdot E \cdot 20}{0,056}$$

en la cual

V = c.c de solución de permanganato gastado en la valoración.

E = equivalente en CaO de 1 c.c. de la solución KMnO₄ empleada.

Al valor de esta expresión se le llama, por convención, «índice puzolánico» del cemento, a la edad a que se ha realizado la determinación del óxido cálcico.

Nota: Con objeto de que el cemento no se pegue al fondo del matraz conviene recubrir el fondo y las paredes interiores del mismo con parafina de buena calidad (que funda a 60° C), tomando la precaución de que en el momento de solidificarse aquella el matraz esté colocado sobre una superficie horizontal

3.65 FORMA DE EXPRESAR LOS RESULTADOS.

Los resultados obtenidos se expresarán en tanto por ciento, referidos a la muestra desecada, con una sola cifra decimal

cuando el valor encontrado sea superior al 1 por 100 y, en caso contrario, con dos cifras decimales.

3.7 CÁLCULO DE LA COMPOSICIÓN POTENCIAL DEL CEMENTO PORTLAND

El cálculo de la composición potencial del cemento Portland, según Bogue, puede efectuarse mediante las fórmulas:

$$C_2S = 4,07 \text{ CaO} - (7,60 \text{ SiO}_2 + 6,72 \text{ Al}_2\text{O}_3 + 1,43 \text{ Fe}_2\text{O}_3 + 2,85 \text{ SO}_3)$$

$$C_2S = 2,87 \text{ SiO}_2 - 0,754 C_2S$$

$$C_2A = 2,65 \text{ Al}_2\text{O}_3 - 1,69 \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

$$C_2AF = 3,04 \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

o mediante el ábaco de Guinea que se representa en la figura 9.

Para aplicar el ábaco, se entra con el porcentaje de SO₃ en la correspondiente escala, y se lee directamente en la escala del CaSO₄ · 2H₂O el porcentaje de yeso.

A continuación se entra con el porcentaje de Fe₂O₃ en su escala y se lee, también directamente, el porcentaje de C₂AF en la de este compuesto.

Se sitúa el porcentaje de Al₂O₃ en su escala, y el punto resultante, con el obtenido anteriormente en la escala del C₂AF, forma una recta que corta a la escala del C₂A en un punto que corresponde al porcentaje de dicho compuesto.

Esta recta corta también a la charnela r en un punto.

Este forma, con el fijado previamente en la escala del CaSO₄ · 2H₂O, otra recta que corta a la charnela s en un segundo punto, el cual, con el correspondiente al porcentaje de CaO, una vez llevado éste a su escala, forma una tercera recta que corta a la charnela t en un tercer punto.

Este tercer punto, con el correspondiente al porcentaje de SiO₂, situado en escala, forma una cuarta recta que corta a las escalas del C₂S y del C₂A en dos puntos, respectivamente. Estos puntos señalan los porcentajes de ambos compuestos.

Si en el análisis químico del cemento figurase el dato de cal libre con valor significativo, se restará éste del valor hallado para la cal total, y esta diferencia es el valor que ha de tomarse al aplicar la primera fórmula de Bogue, y también el que ha de buscarse en la escala correspondiente del ábaco descrito.

3.8 CALOR DE HIDRATACIÓN DE LOS CEMENTOS PORTLAND Y SIDERÚRGICOS.

3.81 Aparatos y reactivos empleados

a) Aparatos.

Calorímetro.—Consistirá (fig. 10) en un vaso Dewar, de unos 1.000 c.c. de capacidad, provisto de tapón de corcho, que se colocará en un recipiente adecuado, con el fin de protegerlo de las variaciones de temperatura. El vaso estará revestido en su interior de una película de material resistente al ácido fluorhídrico, tal como una resina fenólica o cera virgen de abejas. Este revestimiento se conservará intacto y libre de grietas, y será renovado cuando fuere necesario.

Llenado el vaso Dewar con 400 centímetros cúbicos de agua caliente, tapado y dejado en reposo durante treinta minutos, no deberá descender la temperatura de aquella en más de 0,002° C por minuto y por grado centígrado de diferencia con la temperatura de la habitación donde se realiza el ensayo.

Termómetro diferencial.—Será de tipo Beckman, graduado, al menos, en 0,01° C, y deberá tener, como mínimo, un intervalo de 6° C. La parte del termómetro que queda dentro del calorímetro se protegerá con un revestimiento resistente al ácido fluorhídrico, análogo al que se utiliza para recubrir el interior del vaso Dewar.

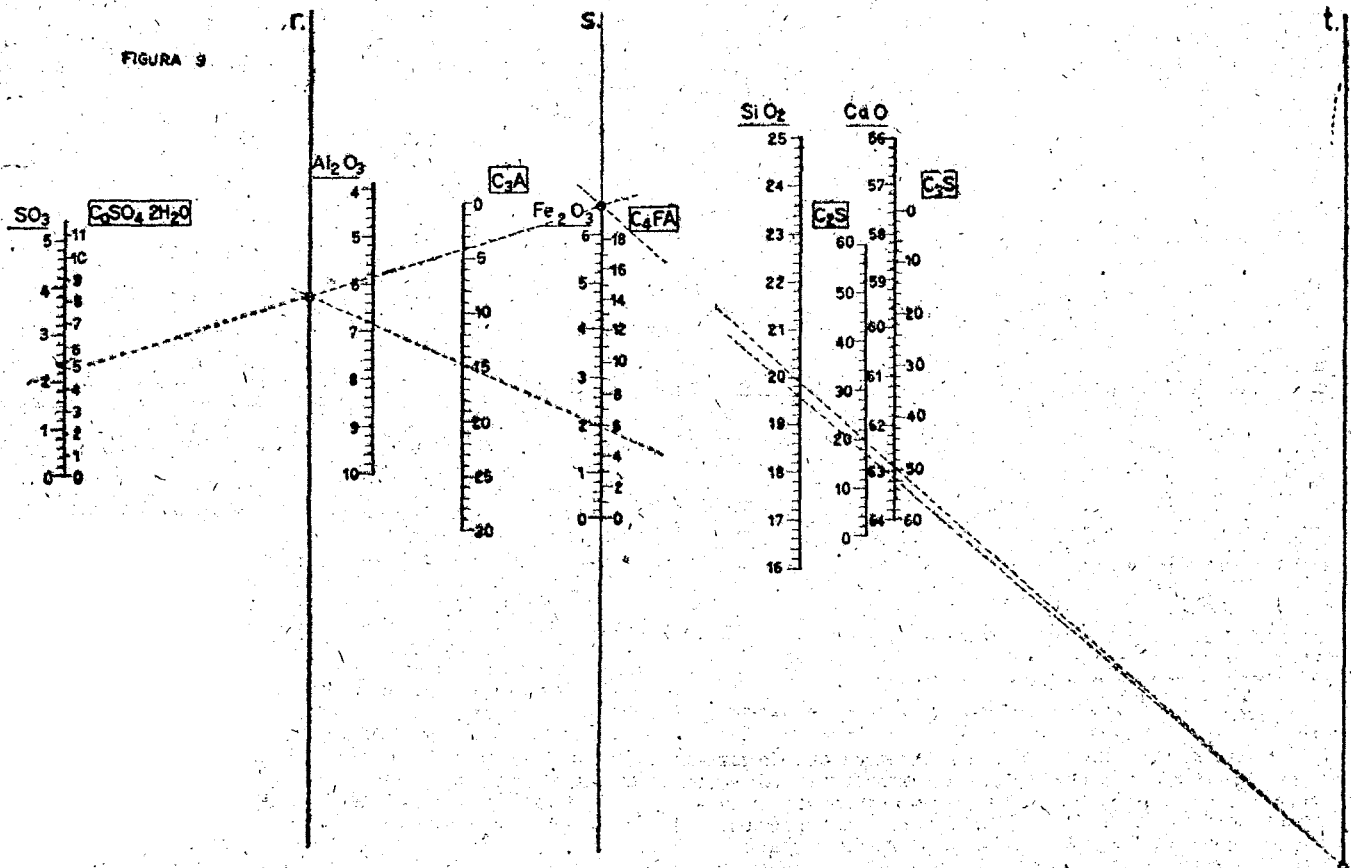
El termómetro irá provisto de una lente que servirá para efectuar la lectura con precisión.

Embudo.—El embudo a través del cual se introduce la muestra en el calorímetro será de vidrio o materia plástica. El vástago del embudo tendrá una longitud tal que entrando a través del tapón de corcho en el vaso Dewar no alcance la superficie del líquido que contiene.

Agitador.—Podrá ser de cualquier clase de material apropiado resistente al ácido fluorhídrico. También podrá ser de vidrio, pero en este caso se deberá recubrir la parte que ha de quedar sumergida en el líquido con el mismo recubrimiento resistente al HF que se utilizó para recubrir las otras partes del calorímetro. Tendrá la longitud suficiente para que llegue a uno o dos centímetros del fondo del vaso.

El motor de agitación, que será de velocidad constante, estará provisto de los engranajes necesarios para que la velocidad

ABACO PARA EL CALCULO DE LA COMPOSICION POTENCIAL DEL CEMENTO PORTLAND



de agitación esté comprendida entre 350 y 700 revoluciones por minuto.

Tubos de vidrio.—Serán aproximadamente de 10×2 centímetro.

tros, provistos de tapón de corcho. Se utilizarán para guardar la muestra de cemento hidratado, cuyo valor de disolución se ha de determinar a los siete y veintiocho días, respectivamente.

b) Reactivos.

Solución de ácido nítrico 2N.—Se preparará en cantidades relativamente grandes, puesto que cada vez que sea necesario proceder a su preparación será necesario también determinar la capacidad calorífica del calorímetro.

Ciento veintisiete centímetros cúbicos de ácido nítrico concentrado ($d=1,42$) se diluyen en agua destilada, hasta completar un litro de solución.

Acido fluorhídrico.—Se utilizará el ácido cuya riqueza es del 48 por 100.

Oxido de cinc (reactivo para análisis, que se someterá al siguiente tratamiento).—En un crisol de porcelana se pesan del orden de 50 gramos, que se calcinarán durante una hora a 900-950° C. Se deja enfriar en un desecador, que contiene cloruro cálcico, y una vez frío se pulveriza hasta que pase íntegramente por el tamiz de 0,149 milímetros de luz. En estas condiciones se conserva en el desecador.

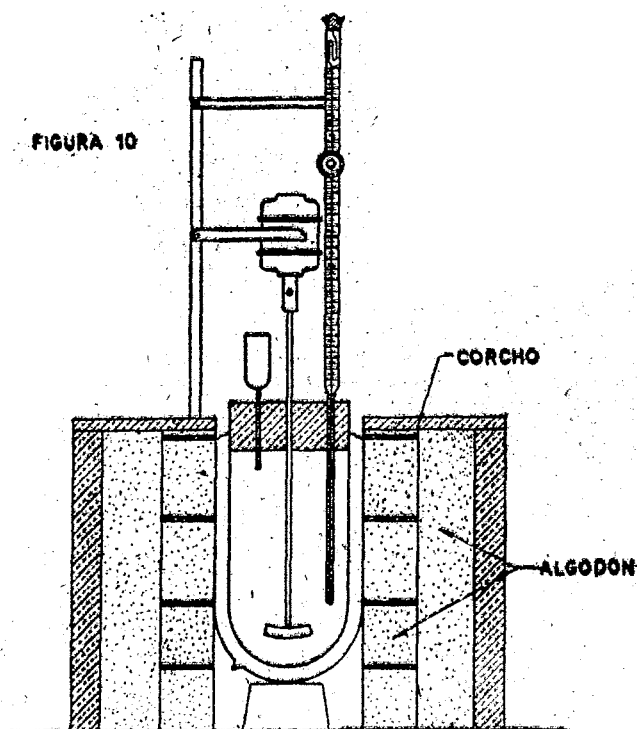
Para cada determinación de la capacidad calorífica del sistema, se pesan en un crisol unos 3 gramos de óxido de cinc que de nuevo se vuelve a calentar a 900-950° C durante cinco minutos. Pasado este tiempo se deja enfriar en el desecador, durante un tiempo no menor de dos y media ni mayor de cinco horas. De esta manera se toma, pesándola exactamente, la cantidad necesaria para el ensayo.

3.32 Procedimiento operatorio.

a) Determinación de la capacidad calorífica del sistema.

Comprobado que el recubrimiento interior del Dewar no presenta ningún deterioro, se mezclan en el vaso 3 ± 0,1 c. c. de ácido fluorhídrico y 400 ± 0,1 gramos de ácido nítrico 2N.

El termómetro diferencial se habrá ajustado de tal forma,



que al introducirlo en la mezcla alcance el mercurio un punto próximo al límite inferior de la escala termométrica.

Dispuesto el calorímetro en las condiciones de trabajo, se agitará la mezcla mediante el dispositivo de agitación durante cinco minutos, para uniformar su temperatura. Pasado este tiempo, y manteniendo la agitación durante el resto del ensayo, se leerá cada minuto la temperatura del termómetro durante otro período de cinco minutos, para poder determinar la corrección inicial de enfriamiento o calentamiento del sistema.

Se introducirán por el embudo, y en el espacio de uno o dos minutos, siete gramos (pesados al miligramo) de óxido de cinc, tratados como anteriormente se ha indicado. Se tendrá el máximo cuidado en limpiar perfectamente el embudo, utilizando para ello una pequeña brocha de pelo.

Se continuará anotando la temperatura cada uno o dos minutos, y conseguida la disolución total de la muestra, lo que se pone de manifiesto por una velocidad constante de la variación de la temperatura, período que, por lo demás, no excederá de veinte minutos, se continuará haciendo lecturas de temperatura, de minuto en minuto, durante cinco minutos más, para determinar, como al principio del ensayo, la corrección final de enfriamiento o calentamiento del sistema. La diferencia entre el valor máximo de temperatura del período de disolución y el último valor de temperatura del período inicial nos dará la elevación de temperatura producida por disolución de la muestra.

A esta elevación de temperatura obtenida es necesario aplicarle un factor de corrección, debido al calor producido por la agitación y a la pérdida térmica entre el interior y el exterior del calorímetro. Esta corrección se hace gráficamente de la siguiente forma:

En un sistema de coordenadas, se toma en el eje de abscisas, en sentido positivo o negativo, el valor medio de los incrementos de temperatura observados en los períodos inicial y final del ensayo, según éste sea positivo o negativo.

El eje de ordenadas se divide en grados centígrados, de acuerdo con el intervalo del termómetro diferencial.

La temperatura inicial leída en el termómetro Beckmann y el valor medio del incremento de temperaturas del período inicial fijan un punto en la gráfica. Análogamente, la temperatura final del ensayo y el valor medio del incremento de temperaturas del período final determinan otro punto en la gráfica. Unidos estos dos puntos por una recta, se determinarán sobre ella las correcciones a aplicar a cada temperatura del período de disolución. La suma de estas correcciones se sumará o restará, según su signo sea positivo o negativo, a la elevación de temperatura del período de disolución, para obtener de esta forma el aumento de temperatura corregida producido en ese período.

Conocido este valor, se calcula la capacidad calorífica del sistema con arreglo a la siguiente fórmula:

$$C_c = \frac{A}{B} \left[256,1 + 0,1 (30,0 - \theta) + 0,12 (\theta, - \theta) \right]$$

en la que:

C_c = capacidad calorífica del sistema, en calorías gramo/grado de temperatura.

A = peso, en gramos, del óxido de cinc.

B = elevación de temperatura corregida.

θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

θ_0 = temperatura ambiente.

256,1 es el calor de disolución, en cal./gr., del óxido de cinc a 30° C. Puesto que el calor de disolución del ZnO aumenta 0,1 calorías por cada grado que la temperatura disminuye de la indicada, se introduce el factor de corrección 0,1 (30,0 - θ). Por otro lado, la capacidad calorífica del óxido de cinc es de 0,12 cal./gr., y, por lo tanto, el término 0,12 (θ_0 - θ) representa el calor requerido para llevar el óxido de cinc a la temperatura final del contenido del calorímetro.

La expresión anterior queda simplificada según:

$$C_c = \frac{A}{B} (259,1 - 0,22\theta + 0,12\theta_0)$$

fórmula que se utilizará para calcular la capacidad calorífica del sistema.

Será necesario determinar la capacidad calorífica del sistema cada vez que sea preciso aplicar un recubrimiento nuevo

al vaso, agitador o termómetro; cuando se utilice una nueva partida de ácido, y, en general, en cualquier momento que, a juicio del operador, sea oportuno.

b) — Calor de disolución del cemento anhidro.

Se pesan, exactamente, 3 gr. de cemento anhidro y se determina su calor de disolución, siguiendo el mismo procedimiento descrito para determinar la capacidad calorífica del sistema, sustituyendo el óxido de cinc por la muestra de cemento.

Simultáneamente, y partiendo del orden de 7 gr. de cemento, pesados exactamente, se determinará su pérdida al fuego, calcinando la muestra a 1.000° C durante hora y media. Se calculará el calor de disolución del cemento anhidro aplicando la siguiente fórmula:

$$C_1 = \frac{C_c \times E}{P} - 0,2 (\theta_0 - \theta)$$

en la que:

C_1 = calor de disolución, en cal./gr. del cemento anhidro.

C_c = capacidad calorífica del sistema, calculada previamente.

E = elevación de temperatura corregida.

P = peso real de muestra (descontando la pérdida al fuego).

θ_0 = temperatura ambiente.

θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

Puesto que el calor específico del cemento anhidro es 0,2 calorías/gramo, el término 0,2 (θ_0 - θ) es la corrección que se aplica al calor de disolución si la temperatura final del calorímetro es diferente a la temperatura ambiente.

Se tomará como valor para el calor de disolución del cemento anhidro la media de tres determinaciones.

c) Calor de disolución a siete y veintiocho días de la muestra de cemento hidratada.

1.º Preparación de la pasta de cemento.—Se amasa, a mano o mecánicamente, durante cinco minutos 150 gr. de cemento con 60 c. c. de agua destilada. Se tendrá especial cuidado de que en el momento de preparar la pasta, tanto la temperatura del agua como la del cemento, sea de $21 \pm 2^\circ$ C.

Una vez amasada la mezcla se colocarán cantidades aproximadamente iguales de pasta en cuatro o más tubos de vidrio, llenándolos hasta unos 2,5 centímetros del borde. Se cerrarán con tapón de corcho, que se parafinará. Se conservarán estos tubos en posición vertical a $21 \pm 2^\circ$ C hasta el momento de realizar el ensayo.

2.º Preparación de la muestra, parcialmente hidratada para determinar su calor de disolución.—A los siete y veintiocho días de realizado el amasado se romperá un tubo de los que contienen la muestra. Rápidamente se pulverizará la pasta de cemento hidratada sobre un mortero de porcelana, en forma tal que pueda pasar íntegramente por el tamiz de 0,59 mm. de luz. En esta operación, y sobre todo con la muestra hidratada a siete días, se tendrá el máximo cuidado de exponerla lo menos posible al aire para evitar su carbonatación o pérdida de humedad.

Las muestras pulverizadas se conservarán hasta el momento del ensayo en frascos de pesada, herméticamente cerrados.

3.º Determinación del calor de disolución.—Se pesarán al miligramo 4,2 gr. y 7,0 gr. de muestra para determinar el calor de disolución y la pérdida al fuego, respectivamente.

Para ambos períodos de tiempo se determinará el calor de disolución de la muestra, siguiendo la misma técnica que la indicada en el cemento anhidro.

Para determinar la pérdida al fuego de las muestras hidratadas se desecarán primeramente en la estufa a 105-110° C durante una hora, y pasado este tiempo se calcinarán a 1.000° C, por lo menos, durante cinco horas.

El calor de disolución a siete y veintiocho días se calculará con arreglo a la siguiente fórmula:

$$C_{1,2} = \frac{C_c \times E}{P} - 0,4 (\theta_0 - \theta)$$

en la que:

$C_{1,2}$ = calor de disolución de la muestra parcialmente hidratada a siete o veintiocho días, respectivamente.

C_c = capacidad calorífica del aparato.

E = elevación de temperatura.

P = peso real de muestra (descontando la pérdida al fuego).

θ_0 = temperatura ambiente.

θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

El calor específico del cemento hidratado es del orden de 0,4 calorías/gramo.

Se tomará como valor para el calor de disolución en cada uno de los períodos de tiempo la media de tres determinaciones realizadas sobre muestras de tubos diferentes.

d) Cálculo del calor de hidratación.

El calor de hidratación del cemento vendrá dado por la expresión

$$CH = C_1 - C_{1,2},$$

en la que:

CH = calor de hidratación del cemento, en cal/gramo.

C_1 = calor de disolución del cemento anhidro.

$C_{1,2}$ = calor de disolución del cemento hidratado parcialmente, a siete o veintiocho días, respectivamente.

3.83 Forma de expresar los resultados.

Los resultados obtenidos se expresan en cal/gramos.

Los calores de disolución se expresan con una cifra decimal.

El calor de hidratación se expresa con aproximación de una caloría.

3.9 GRANULOMETRÍA CON EL SEPARADOR DE AIRE

3.91 Descripción del aparato.

El separador de aire utilizado es el tipo Holderbank (fig. 11), que consiste en un tubo metálico vertical de 1,50 metros de longitud, muy liso y pulimentado en su superficie interior. Su diámetro interior es de cincuenta (50) milímetros.

Se hace circular por él una corriente ascendente de aire insuflada por un motor-ventilador accionado eléctricamente, que además calienta el aire. En lugar de clima muy húmedo, podrá ser conveniente introducir un depósito con $CaCl_2$ para asegurar que la humedad no puede alterar los resultados del ensayo. El aire, que se filtra a través del algodón en rama contenido en una caja metálica, se hace salir por un tubito dispuesto verticalmente hacia abajo, según el eje del tubo mayor y en la parte inferior de éste. Este tubito lleva en su punta inferior una boquilla recambiable con un pequeño orificio de uno, dos o tres milímetros de diámetro, que queda casi junto al fondo cónico de un vaso de vidrio; cuyo borde superior, provisto de un aro metálico roscado, se atornilla en la boca inferior del tubo grande.

El polvo de cemento colocado en dicho vaso es agitado por el chorro de aire que sale de la boquilla y arrastrado por la corriente ascendente a lo largo del tubo. Las partículas más finas son expulsadas por la parte superior y recogidas por una manga de tela que actúa como un captador de polvo. Las partículas de tamaño suficientemente grande no pueden ser arrastradas por la corriente cuya velocidad ascensional es inferior a la de descenso de tales partículas, que quedan así sedimentadas en el vaso.

Para poder establecer la corriente de aire de un valor determinado, el aparato, además del recambio de boquillas, lleva un manómetro de tubo en U, lleno de agua coloreada, que señala en una escala graduada la presión, en milímetros de columna de agua, con que llega a la boquilla el aire insuflado. Un tubo, que desemboca en un recipiente de agua sirve de válvula de seguridad.

Dos martillitos accionados por un pequeño electromotor golpean rítmicamente el tubo vertical para desprender las partículas que, eventualmente, se hubiesen adherido a las paredes de dicho tubo durante el ensayo.

Un aparato de relojería, combinado con unos interruptores, hace detener los motores cuando ha transcurrido el tiempo prefijado, que es ordinariamente de veinticinco minutos.

3.92 Modo de operar.

Se pesan cinco gramos del cemento que se desee ensayar—que debe estar bien seco—y se colocan en el vaso del aparato, que se atornilla en su sitio después de haber montado la boquilla correspondiente al caso. Apretando un botón se pone en marcha el moto-ventilador y los martillos percusores. Se va abriendo lentamente la llave de paso del aire hasta que el manómetro marque la presión debida. Conviene dejar a la altura debida la columna de agua del aparato de seguridad para que escape el aire en forma de burbujas, si aumenta la presión. Se deja así durante el tiempo fijado (veinticinco minutos generalmente), y al final el aparato de relojería detiene la marcha de los motores automáticamente. Se destornilla el vaso de vidrio, se recoge el residuo y se pesa. Este residuo, que procede de cinco gramos, debe ser multiplicado por veinte para obtener el tanto por ciento que, análogamente a un residuo sobre un tamiz, es un índice de la finura del cemento.

SEPARADOR DE AIRE.

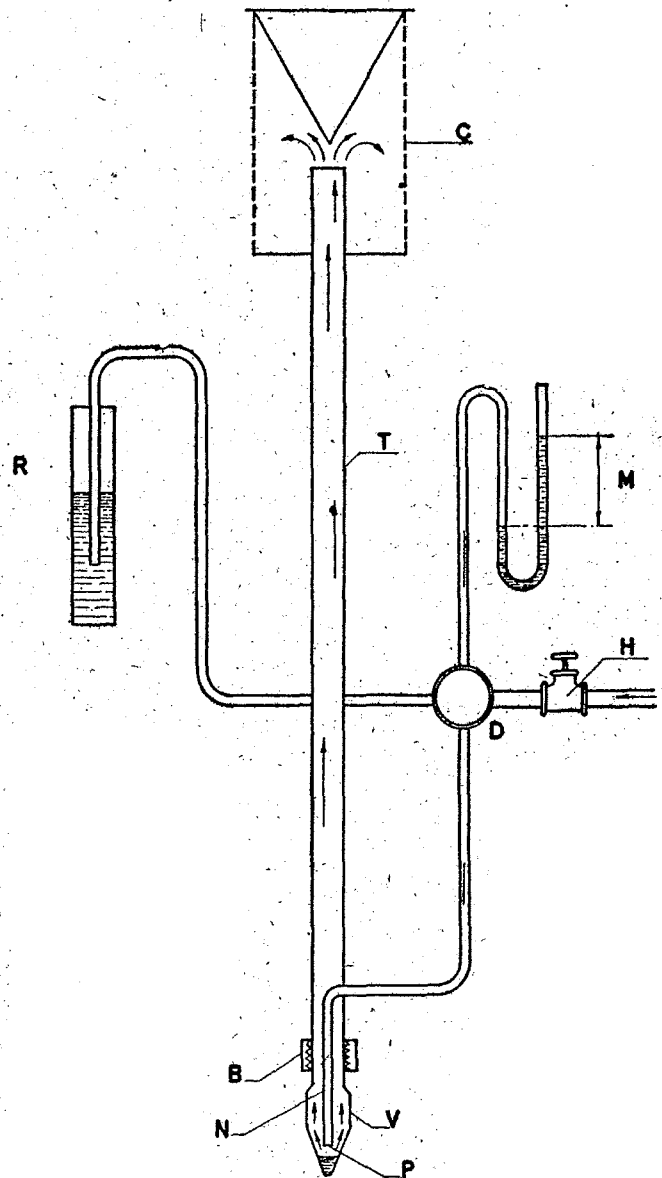


FIGURA 11

Lo más corriente es efectuar la separación de las partículas de menos de treinta (30) micrones, cosa que se logra con la boquilla de dos milímetros de diámetro y una presión que previamente se determinará al calibrar el aparato.

3.93 Calibrado del aparato.

Con éste, la casa constructora debe suministrar una cierta cantidad de polvo inerte de finura conocida, de densidad similar a la del cemento y de naturaleza inalterable bajo la acción de los agentes atmosféricos.

En la etiqueta del frasco que lo contiene se declara el % de partículas de menos de 30 micrones que contiene; efectuando con él la operación como si se tratase de un cemento desconocido, pero prolongando hasta 60 minutos la duración de la operación, se verá si el resultado obtenido es mayor o menor que el que debe indicar y, en consecuencia, se corregirá adecuadamente la presión de trabajo o eventualmente la boquilla. A base de las boquillas números 1 y 3 se puede hacer la separación de las partículas de 15 μ y de 45 μ . En la separación de las primeras, en cementos muy finos, habrá que usar un tiempo doble (50 minutos en lugar de 25).

3.94 *Instalación del aparato.*

Conviene que el tubo que queda sujeto a un muro esté perfectamente vertical y que el grupo moto-ventilador se halle fijo a uno de los lados con el eje horizontal y enlazado convenientemente con tubo de goma.

3.10 **MÉTODO PARA DETERMINAR LA EXPANSIÓN EN AUTOCLAVE DE LOS CEMENTOS**

3.101 *Pasta de consistencia normal.*

Se seguirá el método descrito en 3.31. Si existe disconformidad en los resultados finales de expansión en autoclave, será preceptiva la repetición de los ensayos, utilizando para la determinación de la consistencia normal el molde tronco cónico de las siguientes dimensiones:

- altura = $4 \pm 0,1$ centímetros.
- diámetro cara superior = $6 \pm 0,3$ centímetros.
- diámetro cara inferior = $7 \pm 0,3$ centímetros.

3.102 *Enmoldado.*

Los moldes utilizados estarán hechos de acero o un metal inatacable por la pasta de cemento y serán rígidos y estancos. Las dimensiones interiores serán las siguientes:

- Longitud: 287 mm. ± 2
- Altura: 25,4 mm. $\pm 0,5$
- Anchura: 25,4 mm. $\pm 0,5$

Por el centro de las paredes de 25,4 x 25,4 milímetros, y perpendicularmente a ellas, pasarán unos cilindritos de acero inoxidable, de 6 milímetros ± 1 de diámetro, que penetrarán en el molde por igual y lo suficiente para que la distancia entre sus extremos interiores sea de 254 milímetros $\pm 2,5$. Estas piezas de referencia deberán poder sujetarse a los moldes por un tornillo de presión, mientras se llenan éstos (*).

Para llenar los moldes, se empezará por engrasarlos ligeramente, después de haberlos limpiado. A continuación, se colocarán y sujetarán con el tornillo de presión las piezas cilíndricas de referencia, las cuales estarán limpias y exentas de aceite. Seguidamente, se llenarán los moldes con la pasta de consistencia normal hecha con el cemento que se desea probar, comprimiendo y golpeando la masa dentro de los moldes, con las manos enguantadas, asegurándose de que no quedan huecos, especialmente en las aristas y vértices, así como debajo de las piezas de referencia. Por último, se enrasará y alisará la superficie con una regla o paleta.

La temperatura de la habitación, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, estará comprendida entre 18 y 25° C. La del agua de amasado será de 21° C ± 2 . La humedad del ambiente no será inferior al 50 por 100.

3.103 *Conservación.*

Las probetas enmoldadas se meterán seguidamente en un cuarto o armario a 21° C ± 2 , con una humedad relativa no inferior al 90 por 100, donde permanecerán durante 24 horas ± 30 minutos.

Transcurrido este tiempo, se sacarán las probetas de los moldes y se medirá la distancia que separa los extremos interiores de las piezas cilíndricas de referencia con un aparato que aprecie centésimas de milímetro (**).

3.104 *Autoclave.*

La calefacción del autoclave calentará la zona donde se pone el agua, y será capaz de elevar la presión hasta 21 kg/cm² en un tiempo comprendido entre una hora y hora y cuarto.

(*) Para los ensayos de rutina, también podrán utilizarse moldes con las dimensiones siguientes:

- Longitud ... 230 mm. ± 2
- Altura ... 25 mm. $\pm 0,5$
- Anchura ... 25 mm. $\pm 0,5$
- Distancia interior, entre piezas de referencia ... 200 mm. ± 2
- Diámetro de estas piezas ... 6 mm. ± 1

Sin embargo, el ensayo realizado con los moldes que se citan en el texto del método será el que decida en caso de duda.

(**) Es posible medir las probetas antes y después del ensayo a una temperatura distinta de 21° C ± 2 , con tal de que sea la misma en ambos casos. Es, incluso, recomendable, aunque no estrictamente necesario, mantener sumergidas las probetas durante quince minutos como mínimo antes de medirlas, tanto al desmoldarlas como después del ensayo en autoclave, en agua a una temperatura algo superior a la de la cámara de conservación (puede ser la de 26° C $\pm 0,5$).

Además, dispondrá de un dispositivo que permita mantener la presión en 21 kg/cm² $\pm 0,7$. Por último, las pérdidas térmicas del aparato se podrán regular de tal forma que la presión baje desde 21 kg/cm² en una hora y media a 0,7 kg/cm².

Para realizar el ensayo, se empezará por verter el agua en el interior del aparato, introduciendo seguidamente las probetas recién sacadas de la cámara de conservación colocadas en un bastidor que impida el contacto entre ellas y con las paredes del recipiente, y que, además, permita la libre dilatación o contracción de las mismas durante la prueba. El agua vertida en el autoclave no llegará a tocar el extremo inferior de las probetas y será suficiente para que el interior del recipiente esté saturado de vapor de agua durante la realización del ensayo.

Una vez dispuestas las probetas, se cerrará la tapa del autoclave y se dejará la llave de escape abierta, con el fin de que pueda ir saliendo el aire durante la primera parte del calentamiento. Esta llave se cerrará cuando salga ya el vapor de agua.

Cuando se hayan alcanzado los 21 kg/cm², se mantendrá esta presión durante tres horas, con oscilaciones máximas de $\pm 0,7$ kg/cm². Después se suprimirá la calefacción, y se esperará a que la presión baje de 0,7 kg/cm² para abrir la llave de escape y dejar salir el vapor que queda.

Seguidamente se sacará el bastidor con las probetas y se sumergirá en agua a 95° C $\pm 4^{\circ}$, a la cual se irá añadiendo agua fría para alcanzar en un cuarto de hora 21° C ± 2 .

Por último, se sacarán las probetas del agua y se volverán a medir como se hizo antes del ensayo.

3.105 *Resultados.*

La variación de longitud (expansión o contracción) se expresará en tanto por ciento, y se calculará por la fórmula siguiente:

$$v = \frac{l_2 - l_1}{l_1}$$

en la que: l_1 es la longitud inicial de la probeta, incluyendo los trozos exteriores de las piezas de referencia, expresada en centésimas de milímetro; l_2 , la longitud de la probeta después del ensayo, medida y expresada en la misma forma, y l_1 , la distancia entre los extremos interiores de las piezas de referencia expresada en milímetros; es decir, 254 milímetros cuando se emplee la probeta normal.

* * *

ORDEN de 20 de enero de 1960 por la que se determinan para el mes de diciembre de 1959, los índices de revisión de precios de las obras a que se refiere la norma primera de las dictadas por Orden de 7 de febrero de 1955.

Ilustrísimos señores:

Visto lo establecido por el artículo segundo y el último párrafo del artículo tercero del Decreto de 21 de junio de 1946 («Boletín Oficial del Estado» del 6 de julio);

Visto lo dispuesto por la norma primera de las dictadas por Orden de 7 de febrero de 1955 («Boletín Oficial del Estado» del 14) para el desarrollo del Decreto de 13 de enero anterior, que suspende la aplicación de la Ley de Revisión de Precios, de 17 de julio de 1945;

Resultando que no se ha producido por disposición de carácter oficial, con aplicación para el mes de diciembre de 1959, variación en el coste de los elementos integrantes de los precios unitarios;

En consideración de lo expuesto,

Este Ministerio, a propuesta de la Comisión de Revisión de Precios, ha resuelto que durante el mes de diciembre de 1959 se apliquen en la revisión de precios de las obras a que se refiere la norma primera de la Orden de 7 de febrero de 1955 los índices autorizados para los anteriores meses de octubre y noviembre por Orden ministerial de 30 de dicho último mes («Boletín Oficial del Estado» de 1 de enero de 1960).

Lo digo a VV. II. para su conocimiento y efectos.

Dios guarde a VV. II. muchos años.

Madrid, 20 de enero de 1960.—P. D., A. Plana.

Ilmos. Sres. Subsecretario y Directores Generales de este Departamento.