

# I. Disposiciones generales

## PRESIDENCIA DEL GOBIERNO

**18118** *DECRETO 1964/1975, de 23 de mayo, por el que se aprueba el Pliego de Prescripciones Técnicas Generales para la Recepción de Cementos y se crea una Comisión Permanente para su revisión.*

El pliego general de condiciones para la recepción de conglomerantes hidráulicos en las obras de carácter oficial, vigente ahora en España, fué aprobado por Orden de la Presidencia del Gobierno de nueve de abril de mil novecientos sesenta y cuatro. En la misma se preveía un período de vigencia inicial de cinco años, prorrogable automáticamente salvo disposición en contrario.

En mil novecientos setenta y uno se iniciaron los trabajos para la revisión del citado pliego, constituyéndose al efecto una Comisión con representantes de los Ministerios de Obras Públicas, Industria y Vivienda que se amplió posteriormente con representantes del Ministerio del Ejército y del Instituto «Eduardo Torroja» de la Construcción y del Cemento. En el proyecto que dicha Comisión ha elaborado se ha tenido en consideración, no sólo el constante progreso de la técnica, sino las experiencias nacionales y extranjeras, así como las necesarias comprobaciones de las características de los cementos realizadas en los laboratorios.

Asimismo resulta aconsejable el cambio de título del pliego para adaptarlo al Reglamento General de Contratación y la extensión de sus prescripciones a todo el ámbito nacional, juzgándose también conveniente dar carácter de permanente a la Comisión encargada de su revisión.

En su virtud, a propuesta de los Ministros del Ejército, de Obras Públicas, de Industria y de la Vivienda, y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día veintitrés de mayo de mil novecientos setenta y cinco.

### DISPONGO:

Artículo primero.—Se aprueba el adjunto «pliego de prescripciones técnicas generales para la recepción de cementos» cuya aplicación será obligatoria en todo el territorio nacional, a partir del día uno de junio de mil novecientos setenta y seis.

A partir de la fecha de entrada en vigor del pliego, no podrán ser objeto de licitación ni contratarse obras, trabajos o servicios que supongan la utilización de cementos que no cumplan las prescripciones del pliego adjunto.

Artículo segundo.—Se crea la «Comisión Permanente encargada de la revisión del pliego de prescripciones técnicas generales para la recepción de cementos», cuyas funciones serán la revisión permanente del pliego y la realización o propuesta de estudios y trabajos relacionados con esta materia.

Artículo tercero.—La Comisión Permanente será presidida por el Presidente de la Comisión Permanente del Hormigón e integrada por los siguientes Vocales:

- Un representante del Ministerio de Obras Públicas.
- Un representante del Ministerio del Ejército.
- Un representante del Ministerio de Industria.
- Un representante del Ministerio de la Vivienda.
- El Director del Instituto «Eduardo Torroja» de la Construcción y del Cemento del Patronato «Juan de la Cierva», del Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
- El Director del Laboratorio Central de Ensayo de Materiales de Construcción del Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas.
- El Director del Laboratorio de Ingenieros del Ejército.
- El Director-Gerente del Instituto Nacional para la Calidad de la Edificación.
- Un representante del Laboratorio de Análisis y Materiales y Mecánica del Suelo, de la Subsecretaría de Aviación Civil.

La Secretaría de la Comisión estará desempeñada por el Jefe del Gabinete de Organización, Racionalización y Normas Técnicas de la Secretaría General Técnica del Ministerio de Obras Públicas.

El nombramiento de los Vocales se hará por Orden ministerial a propuesta de los respectivos Ministerios, designándose al propio tiempo los suplentes de los Vocales y del Secretario.

Esta Comisión podrá ser ampliada, por Orden ministerial, con representantes de otros Ministerios interesados.

Artículo cuarto.—Se faculta a la Comisión para constituir grupos de trabajo con la composición que en cada caso determine, que tenga por misión la recopilación de antecedentes y preparación de estudios básicos. Formarán parte de los mismos, representantes de la Unión Nacional de Empresarios del Sindicato Nacional de la Construcción, que puedan aportar datos y antecedentes relacionados con la fabricación del cemento y su recepción en obra.

Artículo quinto.—Los miembros de la expresada Comisión Permanente y, en su caso, de los grupos de trabajo, percibirán los derechos de asistencia con arreglo a lo determinado en el capítulo III del Decreto ciento setenta y seis/mil novecientos setenta y cinco, de treinta de enero, en la cuantía que se determine por Orden ministerial.

### DISPOSICION TRANSITORIA

En las obras contratadas con anterioridad a la entrada en vigor del pliego adjunto, la recepción de cementos se regirá por las prescripciones contenidas en el mismo en lo que no se opongan a las condiciones que figuren explícitamente en los correspondientes documentos contractuales.

### DISPOSICIONES FINALES

Primera.—Por el Ministerio de Obras Públicas, de quien dependerá la Comisión creada a efectos administrativos, se dictarán las disposiciones precisas para el desarrollo del presente Decreto.

Segunda.—A partir de uno de junio de mil novecientos setenta y seis quedará derogada la Orden de la Presidencia del Gobierno de nueve de abril de mil novecientos sesenta y cuatro por la que fué aprobado el pliego general de condiciones para la recepción de conglomerantes hidráulicos en las obras de carácter oficial.

Así lo dispongo por el presente Decreto, dado en Madrid a veintitrés de mayo de mil novecientos setenta y cinco.

FRANCISCO FRANCO

El Ministro de la Presidencia del Gobierno,  
ANTONIO CARRO MARTINEZ

RC - 74

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TECNICAS GENERALES PARA LA RECEPCION DE CEMENTOS

### INDICE

1. Definiciones y denominaciones de los componentes de los cementos a efectos de este Pliego.
  - 1.1. CRUDO DE CEMENTO PORTLAND.
  - 1.2. CLINKER DE CEMENTO PORTLAND.
  - 1.3. CRUDO DE CEMENTO ALUMINOSO.
  - 1.4. CLINKER DE CEMENTO ALUMINOSO.
  - 1.5. CLINKER DE CEMENTO NATURAL.
  - 1.6. REGULADOR DEL FRAGUADO.
  - 1.7. ADICIONES.
    - 1.7.1. Adiciones hidráulicamente activas.
    - 1.7.2. Adiciones inertes.
2. Definiciones, clasificación, denominaciones y designaciones de los cementos incluidos en este Pliego.
  - 2.1. CEMENTOS.
  - 2.2. CEMENTOS PORTLAND.
  - 2.3. CEMENTOS PORTLAND CON ADICIONES ACTIVAS.
  - 2.4. CEMENTOS SIDERURGICOS.
  - 2.5. CEMENTOS PUZOLANICOS.
  - 2.6. CEMENTOS COMPUESTOS.
  - 2.7. CEMENTOS ALUMINOSOS.

- 2.8. CEMENTOS NATURALES.
- 2.8.1. *Cementos naturales lentos.*  
2.8.2. *Cementos naturales rápidos.*
- 2.9. CEMENTOS CON PROPIEDADES ADICIONALES.
- 2.9.1. *Cementos portland de alta resistencia inicial.*  
2.9.2. *Cementos portland resistentes al yeso.*  
2.9.3. *Cementos portland de bajo calor de hidratación.*  
2.9.4. *Cementos blancos.*
3. Características de los cementos.
- 3.1. CARACTERÍSTICAS OBLIGATORIAS.  
3.2. CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS.  
3.3. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y MECÁNICAS.  
3.4. CARACTERÍSTICAS DE LOS CEMENTOS CON PROPIEDADES ADICIONALES.
4. Envasado e identificación.
- 4.1. ENVASADO.  
4.2. IDENTIFICACION Y ROTULADO.
- 4.2.1. *Datos que deben figurar en el albarán o impresos en los sacos.*  
4.2.2. *Características de la impresión obligatoria en los sacos.*
5. Toma de muestras.
- 5.1. DEFINICIONES.  
5.2. CRITERIOS GENERALES PARA LA TOMA DE MUESTRAS.
- 5.2.1. *Formación de la muestra.*  
5.2.2. *Envasado, identificación y precintado.*  
5.2.3. *Conservación de la muestra.*  
5.2.4. *Tratamiento de la muestra.*  
5.2.5. *Preparación de la muestra o muestras en el laboratorio para su ensayo.*
6. Métodos prescriptivos y métodos rápidos para el análisis químico.
7. Método de ensayo para determinar las características físicas y mecánicas.
- 7.1. FINURA DEL MOLIDO.  
7.2. PESO ESPECÍFICO REAL.  
7.3. PRINCIPIO Y FIN DEL FRAGUADO.
- 7.3.1. *Pasta de consistencia normal.*  
7.3.2. *Determinación del principio y fin del fraguado.*
- 7.4. EXPANSION POR EL METODO DEL AUTOCLAVE.
- 7.4.1. *Pasta de consistencia normal.*  
7.4.2. *Enmoldado.*  
7.4.3. *Conservación.*  
7.4.4. *Autoclave.*  
7.4.5. *Resultados.*
- 7.5. EXPANSION POR EL METODO DE LAS AGUJAS LE CHATELIER.
- 7.5.1. *Material.*  
7.5.2. *Procedimiento.*
- 7.6. RESISTENCIA MECANICA DE LOS CEMENTOS.
- 7.6.1. *Método I, aplicable a todos los cementos incluidos en el Pliego, excepto los naturales rápidos.*  
7.6.2. *Método II, aplicable a los cementos naturales rápidos.*
8. Métodos de ensayo para determinar las características químicas.
- 8.1. HUMEDAD.
- 8.1.1. *Método I.*  
8.1.2. *Método II.*
- 8.2. PERDIDA AL FUEGO.  
8.3. RESIDUO INSOLUBLE.
- 8.3.1. *Método I.*  
8.3.2. *Método II.*
- 8.4. TRIOXIDO DE AZUFRE.  
8.5. OXIDO FERRICO.
- 8.5.1. *Método I.*  
8.5.2. *Método II.*
- 8.6. OXIDO FERROSO.  
8.7. BIOXIDO DE SILICIO Y RESIDUO INSOLUBLE.  
8.8. BIOXIDO DE SILICIO  
8.9. OXIDOS DE ALUMINIO Y HIERRO.  
8.10. OXIDOS DE HIERRO, ALUMINIO Y TITANIO.  
8.11. BIOXIDO DE TITANIO.  
8.12. OXIDO DE CALCIO.
- 8.12.1. *Método I.*  
8.12.2. *Método II.*  
8.12.3. *Método III.*
- 8.13. OXIDO DE MAGNESIO.  
8.14. OXIDO DE MANGANESO.  
8.15. OXIDOS DE SODIO Y DE POTASIO.  
8.16. AZUFRE AL ESTADO DE SULFURO.  
8.17. AZUFRE TOTAL.  
8.18. AGUA Y BIOXIDO DE CARBONO.
- 8.18.1. *Agua.*  
8.18.2. *Dióxido de carbono. Método I.*  
8.18.3. *Dióxido de carbono. Método II.*
- 8.19. CAL LIBRE.  
8.20. CALOR DE HIDRATACION.
- 8.20.1. *Objeto.*  
8.20.2. *Fundamento del método.*  
8.20.3. *Definición.*  
8.20.4. *Campo de aplicación.*  
8.20.5. *Equipo necesario.*  
8.20.6. *Procedimiento operatorio.*
- 8.21. PUZOLANICIDAD.  
8.22. COMPOSICION POTENCIAL DE CEMENTO TIPO PORTLAND.  
8.23. MEDIDA DEL INDICE DE BLANCURA.
- 8.23.1. *Indice de blancura.*  
8.23.2. *Aparatos empleados.*  
8.23.3. *Muestra patrón.*  
8.23.4. *Preparación de la muestra patrón.*  
8.23.5. *Preparación de la muestra del cemento.*  
8.23.6. *Procedimiento operatorio.*
1. Definiciones y denominaciones de los componentes de los cementos a efectos de este Pliego.
- 1.1. CRUDO DE CEMENTO PORTLAND.
- Es una mezcla suficientemente fina y homogénea, dosificada de modo adecuado a partir de calizas y arcillas o de materias primas afines, de composición idónea.
- Esta mezcla podrá contener otros materiales o productos cuya presencia facilite los procesos de fabricación o permita la obtención de cementos con alguna de las propiedades adicionales definidas en este Pliego y siempre que el cemento resultante cumpla con las prescripciones del mismo.
- 1.2. CLINKER DE CEMENTO PORTLAND.
- Es el producto que se obtiene al calcinar hasta fusión parcial un crudo de cemento portland, durante el tiempo necesario para conseguir la combinación prácticamente total de sus componentes.
- 1.3. CRUDO DE CEMENTO ALUMINOSO.
- Es una mezcla suficientemente fina y homogénea, obtenida a partir de calizas y bauxitas de composición idónea, dosificadas de tal forma que el producto resultante de su fusión presente un contenido mínimo de alúmina del 36 por 100.
- 1.4. CLINKER DE CEMENTO ALUMINOSO.
- Es el producto que se obtiene al fundir y enfriar un crudo de cemento aluminoso.
- 1.5. CLINKER DE CEMENTO NATURAL.
- Es el producto que se obtiene al calcinar margas naturales, a la temperatura necesaria para conseguir una combinación suficientemente completa, de sus componentes.
- 1.6. REGULADOR DEL FRAGUADO.
- Es el producto que añadido al clinker de cemento portland en cantidad adecuada y molido conjuntamente con él, proporciona un cemento fraguado normal, según el correspondiente método de ensayo (7.3). Generalmente, se utiliza el sulfato cálcico en alguna de sus variedades o mezcla de ellas.
- 1.7. ADICIONES.
- Se entiende por adiciones, los materiales o productos que añadidos al clinker de cemento portland en unas determinadas

proporciones y molidos conjuntamente con él no perjudican el comportamiento normal del cemento resultante en sus empleos específicos y pueden aportar alguna cualidad positiva adicional o mejorar algunas de las características que ya posee.

1.7.1. Adiciones hidráulicamente activas.

Se entiende por adiciones hidráulicamente activas, o simplemente adiciones activas, los materiales que poseen propiedades hidráulicas latentes, como algunas escorias siderúrgicas, o son capaces de fijar cal como las puzolanas.

1.7.1.1. Escorias siderúrgicas.

Se entiende por escoria siderúrgica, el producto granulado obtenido por enfriamiento brusco de la ganga, modificada en el proceso resultante del tratamiento de los minerales de hierro en los hornos altos.

La escoria siderúrgica apta para la fabricación de cemento siderúrgico deberá poseer propiedades hidráulicas latentes, es decir, hidraulicidad potencial, para lo cual su composición química habrá de satisfacer la condición.

$$\frac{\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{SiO}_2} > 1$$

en la que los conceptos analíticos se expresan en tantos por ciento en peso.

1.7.1.2. Puzolanas.

Se entiende por puzolanas, el producto natural que es capaz de fijar cal a la temperatura ambiente, en presencia de agua, formando compuestos con propiedades hidráulicas.

Por extensión, el término puzolana se aplica también a otros productos naturales o artificiales que tienen propiedades análogas, tales como la tierra de diatomeas, las arcillas activadas y las cenizas volantes.

1.7.2. Adiciones inertes.

Se entiende por adiciones inertes los materiales que, sin perturbar el fraguado, el endurecimiento o la estabilidad de volumen, introduzcan alguna mejora en cuanto a adherencia, plasticidad, blancura o rendimiento de las pastas, morteros u hormigones, o cualquiera otra característica que pueda afectar favorablemente a éstos.

Estas adiciones se utilizarán exclusivamente como componentes del cemento compuesto.

2. Definiciones, clasificación, denominaciones y designaciones de los cementos incluidos en este Pliego.

2.1. CEMENTOS.

Son conglomerantes que, amasados con agua, fraguan y endurecen, tanto expuestos al aire, como sumergidos en agua, por ser los productos de su hidratación estables en tales condiciones.

Los cementos se clasifican en tres órdenes sucesivos, que se denominan tipos, clases y categorías. Cada cemento tiene una denominación y una designación. El número que figura en la denominación y designaciones indica la categoría y corresponde a la resistencia a compresión, en kilopondios por centímetro cuadrado, que se exige a los veintiocho días al mortero normal.

Se establecen los siguientes tipos de cemento:

- Portland.
- Portland con adiciones activas.
- Siderúrgico.
- Puzolánico.
- Compuesto.
- Aluminoso.
- Natural.

Los cementos compuestos y naturales no son aptos para elementos y estructuras resistentes de hormigón (cuadro 1).

Se incluyen también cementos que, perteneciendo necesariamente a alguno de los tipos anteriores, presentan cualidades adicionales (2.9) (cuadro 2).

2.2. CEMENTOS PORTLAND.

Son cementos que se obtienen por molturación conjunta de su clinker y de la cantidad adecuada de regulador del fraguado.

Los cementos portland se clasifican en tres categorías, con las denominaciones y designaciones siguientes:

Denominación	Designación
Portland 350 .....	P-350
Portland 450 .....	P-450
Portland 550 .....	P-550

2.3. CEMENTOS PORTLAND CON ADICIONES ACTIVAS.

Son los cementos que se obtienen por molturación conjunta de clinker de cemento portland y regulador del fraguado, en proporción superior o igual al 80 por 100 en peso, y escoria siderúrgica, puzolana o ambas en proporción igual o inferior al 20 por 100 en peso.

Los cementos portland con adiciones activas son de una sola clase y pueden tener las siguientes categorías:

Denominación	Designación
Portland con adiciones activas 350.	PA-350
Portland con adiciones activas 450.	PA-450
Portland con adiciones activas 550.	PA-550

2.4. CEMENTOS SIDERÚRGICOS.

Son los cementos que se obtienen por molturación conjunta de clinker de cemento portland y regulador del fraguado, en proporción superior al 20 por 100 e inferior al 80 por 100 en peso, y escoria siderúrgica en proporción inferior al 80 por 100 y superior al 20 por 100 en peso.

Los cementos siderúrgicos se clasifican en tres clases en función de los contenidos respectivos de clinker más regulador y escoria, de la forma siguiente:

	Tanto por ciento en peso	
	Clinker + Regulador	Escoria
Siderúrgico I .....	≥ 70 y < 80	≤ 30 y > 20
Siderúrgico II .....	≥ 50 y < 70	≤ 50 y > 30
Siderúrgico III .....	> 20 y < 50	< 80 y > 50

Los cementos de la clase siderúrgico I se clasifican en dos categorías:

Denominación	Designación
Siderúrgico I 350 .....	S-I-350
Siderúrgico I 450 .....	S-I-450

Los cementos de la clase siderúrgico II son de una sola categoría:

Denominación	Designación
Siderúrgico II 350 .....	S-II-350

Y los cementos de la clase siderúrgico III se clasifican en dos categorías:

Denominación	Designación
Siderúrgico III 250 .....	S-III-250
Siderúrgico III 350 .....	S-III-350

2.5. CEMENTOS PUZOLANICOS.

Son los cementos que se obtienen por molturación conjunta de clinker de cemento portland y regulador del fraguado, en proporción inferior al 80 por 100 en peso y puzolana, en proporción superior al 20 por 100 en peso.

Los cementos puzolánicos pueden contener alguna o algunas de las puzolanas definidas en 1.7.1.2. Estos cementos pueden ser de dos clases:

— Puzolánico I:

Contiene puzolana natural o de cualquier otro tipo excluidas las cenizas volantes.

## — Puzolánico II:

Contiene cenizas volantes.

Los cementos puzolánicos de ambas clases se clasifican en las siguientes categorías:

Denominación	Designación
Puzolánico I-250 .....	PUZ-I-250
Puzolánico I-350 .....	PUZ-I-350
Puzolánico I-450 .....	PUZ-I-450
Puzolánico II-250 .....	PUZ-II-250
Puzolánico II-350 .....	PUZ-II-350
Puzolánico II-450 .....	PUZ-II-450

## 2.6. CEMENTOS COMPUESTOS.

Son los cementos que se obtienen por molturación conjunta de un clinker de cemento portland y regulador del fraguado en proporción igual o superior al 65 por 100 en peso, y adiciones inertes en proporción igual o inferior al 35 por 100 en peso.

Los cementos compuestos son de una sola clase y categoría:

Denominación	Designación
Cemento compuesto 200 .....	C-200

Estos cementos no son aptos para elementos o estructuras resistentes de hormigón.

## 2.7. CEMENTOS ALUMINOSOS.

Son los cementos que se obtienen por molturación de su clinker.

Los cementos aluminosos son de una sola clase y categoría:

Denominación	Designación
Cemento aluminoso 550 .....	A-550

## 2.8. CEMENTOS NATURALES.

Son los cementos que se obtienen por molturación de clinker de cemento natural.

Los cementos naturales se clasifican en dos clases:

- Cemento natural lento.
- Cemento natural rápido.

## 2.8.1. Cementos naturales lentos.

Tienen principio, final e intervalo de fraguado análogos a los del cemento portland y se clasifican en dos categorías:

Denominación	Designación
Cemento natural lento 30 .....	NL-30
Cemento natural lento 80 .....	NL-80

## 2.8.2. Cementos naturales rápidos.

Tienen un principio y, sobre todo, un final de fraguado muy anterior a los correspondientes del portland y, en consecuencia, su intervalo de fraguado es muy corto. Los cementos naturales rápidos son de una sola categoría:

Denominación	Designación
Cemento natural rápido 20 .....	NR-20

## 2.9. CEMENTOS CON PROPIEDADES ADICIONALES.

Son aquellos cementos portland o compuestos que poseen propiedades adicionales en lo que se refiere a:

- 1) Alta resistencia inicial.
- 2) Resistencia al yeso.
- 3) Bajo calor de hidratación.
- 4) Color blanco.

## 2.9.1. Cementos portland de alta resistencia inicial.

Son los cementos portland, en alguna de sus distintas categorías que, satisfaciendo todas las especificaciones correspondientes a aquella a la que pertenezcan, cumplan con la condición de dar más alta resistencia inicial o a corto plazo.

Esta resistencia se establece en un mínimo de 250 kilopondios por centímetro cuadrado a compresión, que deberá alcanzar a los dos días —cuarenta y ocho horas— el mortero normal, según el correspondiente método de ensayo (7.6.1).

Estos cementos tendrán las denominaciones y designaciones siguientes:

Denominación	Designación
Cemento portland de alta resistencia inicial 350 .....	P-350-ARI
Cemento portland de alta resistencia inicial 450 .....	P-450-ARI
Cemento portland de alta resistencia inicial 550 .....	P-550-ARI

## 2.9.2. Cementos portland resistentes al yeso.

Son cementos portland que presentan una alta resistencia química al yeso, aun cuando no sean resistentes a otros sulfatos.

La composición potencial mineralógica de estos cementos deducida de su análisis químico, deberá satisfacer las siguientes condiciones:

Aluminato tricálcico ( $AC_3$ )  $\leq 5$  por 100.  
Aluminato tricálcico ( $AC_3$ ) + ferrito aluminato tetracálcico ( $FAC_4$ )  $\leq 22$  por 100.

Estos cementos tendrán las denominaciones y designaciones siguientes:

Denominación	Designación
Cemento portland 350 resistente al yeso .....	P-350-Y
Cemento portland 450 resistente al yeso .....	P-450-Y
Cemento portland 550 resistente al yeso .....	P-550-Y

## 2.9.3. Cementos portland de bajo calor de hidratación.

Son cementos portland de bajo calor de hidratación aquellos que den un calor de hidratación a los siete y a los veintiocho días igual o inferior a 65 y 75 calorías/gramo, respectivamente, determinado según el correspondiente método de ensayo (8.2.4) y cumplan, además, todas las condiciones establecidas para los portland.

Estos cementos son de una clase y categoría solamente y tendrán la denominación y designación siguiente:

Denominación	Designación
Cemento portland 350 de bajo calor de hidratación .....	P-350-BC

## 2.9.4. Cementos blancos.

Son cementos que perteneciendo a los tipos portland o compuestos presentan como propiedad adicional la de la blancura que determinada por la medida de su reflectancia luminosa direccional (8.23) no será menor del 70 por 100 del valor que corresponde al patrón de referencia, siendo dicho patrón óxido magnésico en polvo en su calidad «Reactivo para análisis».

Estos cementos tendrán las denominaciones y designaciones siguientes:

Denominación	Designación
Cemento portland 350 blanco .....	P-350-B
Cemento portland 450 blanco .....	P-450-B
Cemento portland 550 blanco .....	P-550-B
Cemento compuesto 200 blanco .....	P-200-B

3. Características de los cementos.

3.1. CARACTERÍSTICAS OBLIGATORIAS.

Las características de todo orden que, según este pliego deben tener los cementos incluidos en él, son prescripciones de cumplimiento obligatorio.

Se refieren estas características a la composición química, a las propiedades físicas y al comportamiento mecánico-resistente de los cementos, determinadas según los correspondientes métodos de análisis y ensayos.

3.2. CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS.

Las prescripciones relativas a la composición química de los cementos se fijan en el cuadro 3. La composición química se determinará según los métodos de análisis descritos en este pliego (desde 8.1 a 8.2.4).

3.3. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y MECANICAS.

Las prescripciones relativas a las características físicas y mecánicas de los cementos se fijan en el cuadro 4. Las características físicas y mecánicas se determinarán según los métodos de ensayo descritos en este pliego (desde 7.1 a 7.6).

3.4. CARACTERÍSTICAS DE LOS CEMENTOS CON PROPIEDADES ADICIONALES.

Las prescripciones relativas a las propiedades adicionales de los cementos se fijan en el cuadro 5. Los cementos con propiedades adicionales deberán cumplir, además, todas las prescripciones relativas a las características químicas, físicas y mecánicas correspondientes a su tipo y categoría, indicadas en los cuadros 3 y 4, salvo que sean modificadas por el cuadro 5.

CUADRO NUMERO 1

Clasificación de los cementos

Tipos	Clases	Categorías	Designaciones
Portland.		350	P-350
		450	P-450
		550	P-550
Portland con adiciones activas.		350	PA-350
		450	PA-450
		550	PA-550
Siderúrgico.	I	350	S-I-350
		450	S-I-450
	II	350	S-II-350
		250	S-III-250
	III	350	S-III-350
Puzolánico.	I	250	PUZ-I-250
		350	PUZ-I-350
		450	PUZ-I-450
	II	250	PUZ-II-250
		350	PUZ-II-350
		450	PUZ-II-450
Compuesto.		200	C-200
Aluminoso.		550	A-550
Natural.	Lento	30	NL-30
		80	NL-80
	Rápido	20	NR-20

CUADRO NUMERO 2

Cementos con propiedades adicionales

TIPO	Cementos de alta resistencia inicial	Cementos portland resistentes al veso	Cementos de bajo calor de hidratación	Cementos blancos
	CLASES Y CATEGORIAS			
Portland.	P-350-ARI P-450-ARI P-550-ARI	P-350-Y P-450-Y P-550-Y	P-350-BC	P-350-B P-450-B P-550-B
Compuesto.				C-200-B

La normalización de estas propiedades adicionales en el cemento tipo portland no implica que no puedan poseer las mismas propiedades, cementos de otros tipos.

CUADRO NUMERO 3

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LAS CARACTERISTICAS QUIMICAS

TIPO	PORTLAND			PORTLAND CON ADICIONES ACTIVAS			SIDERURGICO*					PUZOLANICO						COMPLETO	ALUMINOSO	NATURAL			
	CLASE						I	II	III	I			II			LENTO	RAPIDO						
CATEGORIA	350	450	550	350	450	550	350	450	350	250	350	250	350	450	250	350	450	200	550	30	80	20	
DESIGNACION	P-350	P-450	P-550	PA-350	PA-450	PA-550	S-I-350	S-I-450	S-II-350	S-III-250	S-III-350	PUZ I-250	PUZ I-350	PUZ I-450	PUZ II-250	PUZ II-350	PUZ II-450	C-200	A-550	NL-30	NL-80	NR-20	
PERDIDA AL FUEGO MAX. %	4	3.5	3.5	4	4	4	4	4	4	4	4												
RESIDUO INSOLUBLE MAX. %	3	2.5	2.5	4*	4*	4*	3	3	3	3	3												
OXIDO MAGNESICO MgO MAX. %	5	5	5	5	5	5																	
TRIOXIDO DE AZUFRE SO <sub>3</sub> MAX. %	4	4.5	4.5	4	4	4	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5					
OXIDO ALUMINICO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MIN. %																			3.6				
SULFUROS S <sub>2</sub> MAX. %																			0.1				
INDICE PUZOLANICO												CUMPLIRAN LA PRESCRIPCION RELATIVA A LA PUZOLANICIDAD, SEGUN EL CRITERIO ESTABLECIDO POR LA FIG. 8.21											
MATERIA INERTE MAX %																		3.5					

\* Si la adición es de puzolana el límite se eleva al 8 por 100, y si es de ceniza volante no se limita, pero en todo caso siempre se determinará el límite de residuo insoluble, tanto en un caso como en el otro, cuando el valor sea superior al 4 por 100, el fabricante estará obligado a suministrar muestras del clinker y de las adiciones utilizadas para su comprobación en laboratorio.

CUADRO NUMERO 4

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LAS CARACTERISTICAS FISICAS Y MECANICAS

TIPO	PORTLAND			PORTLAND CON ADICIONES ACTIVAS			SIDERURGICO					PUZOLANICO						NATURAL					
	CLASE			CLASE			I			II		III		PUZOLANA en GENERAL			DE CENIZA VOLANTE			LENTO		RAPIDO	
CATEGORIA	350	450	550	350	450	550	350	450	350	250	350	250	350	450	250	350	450	200	550	30	80	20	
DESIGNACION	P-350	P-450	P-550	PA-350	PA-450	PA-550	SI-350	SI-450	S-II-350	S-III-250	S-III-350	PUZ I-250	PUZ I-350	PUZ I-450	PUZ II-250	PUZ II-350	PUZ II-450	C-200	A-350	NL-30	NL-80	NR-20	
FINURA DE MOLIDO POR RESIDUO MAX % EN TAMIZ DE 4,900 mallas/cm <sup>2</sup>	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
TIEMPOS DE FRAGUADO PRINCIPIO, DESPUES DE FINAL, ANTES DE	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	45 min 12 hr	30 min 12 hr	30 min 12 hr	30 min 12 hr	2 min 30 min	
EXPANSION EN AUTOCLAVE MAXIMA EN %	1	1	1																				
EXPANSION POR AGUJAS MAXIMA EN mm.				10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10					
RESISTENCIA EN KG/cm <sup>2</sup> MINIMA A FLEOTRACCION A LAS EDADES DE 1 DIA	40 *	50	60	40 *	50	60	40 *	50	40 *		40 *	40 *	50	60	40 *	50	60	65					
3 DIAS	50	60	70	50	60	70	50	60	50		50	50	60	70	50	60	70	30				15	
7 DIAS	60	70	80	60	70	80	60	70	60		60	60	70	80	60	70	80	50				25	
28 DIAS	175 *	250	350	175 *	250	350	175 *	250	175 *		175 *	175 *	250	350	175 *	250	350	100				15	
MINIMA A COMPRESION A LAS EDADES DE 1 DIA	250	350	450	250	350	450	250	350	250		250	250	350	450	250	350	450	200				20	
3 DIAS	350	450	550	350	450	550	350	450	350		350	350	450	550	350	450	550	550				80	
7 DIAS																						80	
28 DIAS																						20	15

\* Este valor tiene caracter indicativo. No es motivo de rechazo no alcanzar este valor si se cumplen las resistencias a siete y veintiocho días indicadas.

CUADRO NUMERO 5

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LOS CEMENTOS CON PROPIEDADES ADICIONALES

DENOMINACION	CEMENTOS DE ALTAS RESISTENCIAS INICIALES	CEMENTOS PORTLAND RESISTENTES AL YESO	CEMENTOS DE BAJA CALOR DE HIDRATACION	CEMENTOS BLANCOS
DESIGNACION ADICIONAL	A R I	Y	B C	B
COMPOSICION QUIMICA CONTENIDOS MAXIMOS EN % DE C <sub>3</sub> A C <sub>4</sub> AF + C <sub>3</sub> A		5 22		
TIEMPO DE FRAGUADO PRINCIPIO, DESPUES DE FINAL, ANTES DE	30 min 12 hr			
RESISTENCIA EN Kp/cm <sup>2</sup> MINIMA A COMPRESION A LA EDAD DE 48 horas	250			
CALOR DE HIDRATACION MAXIMO EN CALORIAS / gramo A 7 días A 28 días			65 75	

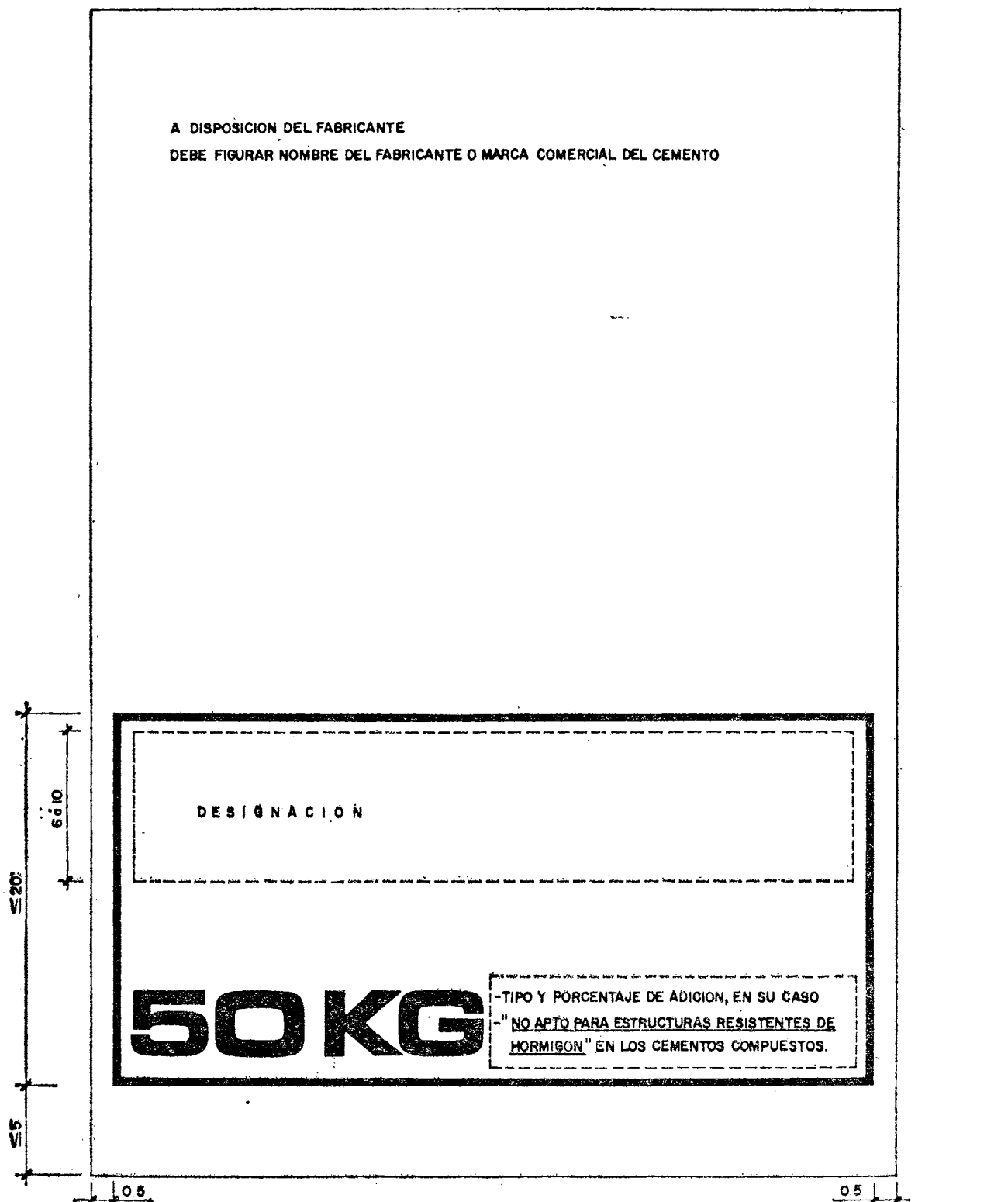


Figura 4.2.2

Cotas en cm.

## 4. Envasado e identificación.

## 4.1. ENVASADO.

Los cementos incluidos en este pliego deberán estar secos y se expedirán en sacos de 50 Kg. de peso neto, adecuados para que su contenido no sufra alteración o a granel mediante instalaciones especiales de transporte y almacenamiento.

## 4.2. IDENTIFICACIÓN Y ROTULADO.

Cuando los cementos se expidan a granel, cada partida deberá ir acompañada de un albarán con los datos mínimos de identificación que a continuación se detallan. En el caso de que los cementos se expidan en sacos, deberán figurar impresos en estos sacos los datos mencionados.

## 4.2.1. Datos que deben figurar en el albarán e impresos en los sacos.

- Nombre del fabricante o marca comercial del cemento;
- Designación del cemento, según el presente pliego;
- Clase y límite de porcentaje de las adiciones activas que contenga el cemento, en el caso de que se trate de los tipos portland con adiciones activas, siderúrgicas o puzolánicas;
- La inscripción «No apto para estructuras de hormigón», en el caso de que se trate de cementos compuestos;
- Peso neto.

También podrá figurar el «Distintivo de Calidad» (DISCAL), si le ha sido otorgado por O. M. del Ministerio de Industria.

De la veracidad de los datos anteriores será responsable el fabricante del cemento.



4.2.2. Características de la impresión obligatoria en los sacos.

Si el cemento se expide ensacado, y con objeto de facilitar la lectura de los datos que según el apartado anterior deben figurar impresos en el saco, dicha impresión se atenderá a las siguientes reglas (fig. 4.2.2):

- 1.ª Se reservará en el anverso y en el reverso de los sacos una franja horizontal de 20 cm. de altura mínima por toda la anchura del saco, la cual se recuadrará con una línea de 5 mm. de grueso mínimo y se situará en la parte inferior de los sacos, a 5 cm. como mínimo de su borde inferior.
- 2.ª Dentro de este recuadro se imprimirá en la zona superior del mismo la designación del cemento, con tipos cuya altura esté comprendida entre 6 y 10 cm.
- 3.ª También dentro de este recuadro, y en la parte inferior izquierda, figurará la inscripción: 50 Kg.
- 4.ª En la zona inferior derecha del recuadro se imprimirán, cuando proceda, los datos c) o d) del apartado anterior.
- 5.ª Todas las impresiones señaladas en las cuatro reglas anteriores se harán en los colores siguientes, según el tipo del cemento de que se trate:

Tipo	Color de la impresión
Portland .....	Azul fuerte.
Portland con adiciones activas.	Amarillo naranja vivo.
Siderúrgico .....	Verde intenso.
Puzolánico .....	Púrpura moderado (violeta).
Compuesto .....	Rojo vivo.
Aluminoso .....	Negro.
Natural .....	Pardo fuerte (marrón oscuro)

Los colores citados responden a denominaciones que figuran en la Norma UNE 48 103 y la impresión en los sacos deberá resultar aproximadamente en dichos colores.

6.ª El resto del anverso y del reverso de los sacos, así como sus flancos, quedan a la libre disposición del fabricante para la impresión, en los colores que desee, de datos que no se refieran a los consignados, en los subapartados b), c), d) y e) del apartado anterior. Sin embargo, en esta zona del saco deberán figurar los datos especificados en el subapartado a) de dicho apartado.

5. Toma de muestras.

La verificación del cumplimiento de las prescripciones impuestas a los cementos en el presente pliego se hará con arreglo a los métodos de ensayo descritos en el mismo y sobre muestras tomadas por la Dirección facultativa de la obra, o persona en quien ésta delegue, de acuerdo con las definiciones y criterios que se describen a continuación, pudiendo asistir, si lo desea, un representante del contratista.

5.1. DEFINICIONES.

**Partida:** Es la cantidad de cemento, de la misma procedencia, recibida en obra en una misma unidad de transporte (camión, vagón de ferrocarril, contenedor, etc.). Cuando en la obra o planta se reciban, en el mismo día de forma habitual, varias unidades de transporte de cemento de la misma procedencia, puede considerarse que el conjunto también constituye una partida.

**Muestra:** De cada partida que entre en la obra o planta se extraerá una muestra, según el presente apartado, que se identificará y conservará en la obra o planta, por lo menos durante cien días, en condiciones de inalterabilidad para poder juzgar, en cualquier momento durante dicho intervalo de tiempo, las características de calidad de la partida correspondiente.

En el caso de plantas de fabricación de hormigones preparados o plantas industriales de prefabricación, se tomará una muestra por cada 500 Tm. de cemento o por el utilizado en la fabricación realizada en un día, en el caso de rebasarse diariamente la cifra anterior, siempre que el cemento utilizado sea de la misma procedencia.

5.2. CRITERIOS GENERALES PARA LA TOMA DE MUESTRAS.

5.2.1. Formación de la muestra.

5.2.1.1. Cemento ensacado.

Quando la partida sea de cemento ensacado, la muestra correspondiente estará formada por 25 Kg. tomados de dos sacos, procedente cada uno de cada mitad de la partida.

5.2.1.2. Cemento a granel.

Quando la partida sea de cemento a granel, la muestra correspondiente estará formada por 25 Kg. procedentes de, al

menos, tres tomas análogas realizadas durante la descarga, a intervalos sensiblemente iguales, una vez establecido el régimen permanente y después de transcurridos algunos minutos de iniciada aquélla.

Quando la partida esté compuesta por el cemento contenido en varias unidades de transporte, recibidas el mismo día, la muestra se formará a partir de una sola unidad de transporte, según el párrafo anterior.

5.2.2. Envasado, identificación y precintado.

La muestra se envasará en recipientes de cristal o plástico, con doble tapadera, una a presión y otra a rosca, capaces de impedir el paso de la humedad ambiente al interior durante, al menos, cien días. Los envases en cuestión, una vez cerrados, se sellarán con un precinto de garantía.

En todos los casos, en el interior de cada envase, se pondrá un rótulo que permita la completa identificación de la muestra con la partida de procedencia. Análoga identificación figurará en el exterior del envase.

5.2.3. Conservación de la muestra.

La muestra, una vez envasada, doblemente identificada, interior y exteriormente y precintada, se conservará en un almacén conveniente de la obra o planta, por lo menos durante cien días, donde quedará protegida del peligro de ser directa o indirectamente agredida por la humedad o contaminada con otros materiales.

Se evitará que manipulaciones con la muestra, durante su almacenamiento, puedan dañar al envase o romper el precinto, en cuyo caso la muestra perdería su representatividad.

5.2.4. Tratamiento de la muestra.

Quando por aplicación de las condiciones contractuales, del pliego de prescripciones técnicas particulares, de instrucciones de carácter general, o por indicación del Director de obra, sea preciso comprobar las características de calidad, de una partida, se remitirá al Laboratorio encargado de realizar los ensayos, la muestra representativa de aquella partida, que deberá mantener inalterados sus envases y precintos a su llegada a tal centro.

5.2.5. Preparación de la muestra o muestras en el Laboratorio para su ensayo.

Recibida la muestra en el Laboratorio encargado de realizar los ensayos, se conservará, en condiciones de inalterabilidad, en los mismos envases en que fué formada, hasta el momento de su preparación para la realización de los mismos.

Llegado el momento de realizar los ensayos, en un lugar debidamente acondicionado al respecto, se procederá a romper los precintos y a abrir los envases que contienen la muestra y a su identificación y posterior homogeneización.

De la muestra homogeneizada se tomará una fracción para los ensayos, conservándose el resto, en un envase adecuado y debidamente identificado, por un periodo de dos meses, después de haberse comunicado los resultados de tales ensayos.

6. Métodos de ensayo.

En los apartados siguientes: «7. Métodos de ensayo para determinar las características físicas y químicas» y «8. Métodos de ensayo para determinar las características químicas» se describen los métodos de ensayo aplicables a la recepción de los distintos tipos de cementos.

Tales métodos se reseñan en el cuadro número 6 según los repetidos tipos de cementos a que son preceptivamente aplicables.

Respecto a los métodos de ensayo para determinar las características químicas se describen los métodos analíticos que tienen el carácter de prescriptivos y que son los únicos que, en todo caso, dan fe de las características de los cementos.

Dado que alguno de tales métodos precisan unos periodos de tiempo para su realización que exceden de los plazos en que pueda ser necesario tener una indicación sobre aquellas características, se autoriza la utilización de métodos rápidos o acelerados, siempre que se trate de métodos sancionados por la práctica, que medie un acuerdo entre la Dirección de la obra, el receptor y el suministrador y que su empleo no tenga el carácter de sustitución respecto al método prescriptivo correspondiente.

En el caso de que el resultado del método dé origen a discrepancias entre la Dirección de la obra, el receptor y el suministrador respecto de la característica del cemento que se analiza, se realizará el método prescriptivo, que será el único cuyo resultado dará fe.

CUADRO NUMERO 6  
TIPOS DE CEMENTOS Y ENSAYOS QUE LES SON APLICABLES

CARACTERISTICAS DE LOS CEMENTOS	PORTLAND	PORTLAND CON ADICIO- NES ACTIVAS	NEJURIBICO	PUZOLANICO	COMPUESTO	ALUMINOSO	NATURAL
FINURA DE MOLIDO	7.1	7.1	7.1	7.1	7.1	7.1	7.1
PESO ESPECIFICO REAL	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2
PRINCIPIO Y FINAL DE FRAGUADO	7.3	7.3	7.3	7.3	7.3	7.3	7.3
EXPANSION { METODO I (AUTOCLAVE) METODO II (AGUJAS DE LA CHATELIER)	7.4	7.5	7.5	7.5	7.5		
RESISTENCIA MECANICA { METODO I METODO II	7.6.1	7.6.1	7.6.1	7.6.1	7.6.1	7.6.1	7.6.1 7.6.2
HUMEDAD	8.1	8.1	8.1	8.1	8.1	8.1	8.1
PERDIDA AL FUEGO	8.2	8.2	8.2				
RESIDUO INSOLUBLE { METODO I METODO II	8.3.1	8.3.2	8.3.1	8.3.2	8.3.1		8.3.1
TRIOXIDO DE AZUFRE	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4
OXIDO FERRICO { METODO I METODO II	8.5.1	8.5.1	8.5.2	8.5.1	8.5.1	8.5.2	8.5.1
OXIDO FERROSO			8.6			8.6	
BIOXIDO DE SILICIO Y RESIDUO INSOLUBLE	8.7	8.7	8.7	8.7	8.7		8.7
BIOXIDO DE SILICIO						8.8	
OXIDOS DE ALUMINIO Y DE HIERRO	8.9	8.9	8.9	8.9	8.9		8.9
OXIDOS DE ALUMINIO, DE HIERRO Y DE TITANIO						8.10	
BIOXIDO DE TITANIO						8.11	
OXIDO DE CALCIO { METODO I METODO II METODO III	8.12.1	8.12.1	8.12.2	8.12.1	8.12.1	8.12.3	8.12.1
OXIDO DE MAGNESIO	8.13	8.13	8.13	8.13	8.13	8.13	8.13
OXIDO DE MANGANESO	8.14	8.14	8.14	8.14	8.14	8.14	8.14
OXIDOS DE SODIO Y DE POTASIO	8.15	8.15	8.15	8.15	8.15	8.15	8.15
AZUFRE (AL ESTADO DE SULFURO)		8.16	8.16			8.16	
AZUFRE (TOTAL)		8.17	8.17				
AGUA		8	8.18.1				
BIOXIDO DE CARBONO { METODO I METODO II			8.18.2		8.18.3		
CAL LIBRE	8.19	8.19	8.19	8.19	8.19		8.19
CALOR DE HIDRATACION	8.20	8.20	8.20	8.20	8.20		8.20
PUZOLANICIDAD				8.21			
COMPOSICION POTENCIAL	8.22						
BLANCURA	8.23				8.23		

7. Método de ensayo para determinar las características físicas y mecánicas.

7.1. FINURA DEL MOLIDO.

Para determinar la finura de molido de los cementos se emplea un tamiz de las siguientes características:

Denominación del tamiz	Abertura nominal Milímetros	Tolerancia media Porcentaje (*)	Tolerancias máximas		Diámetro del hilo	
			Porcentaje		Milímetros	
			Relativa (**)	Absoluta (***)	Mínimo	Máximo
4.900 mallas/cm. <sup>2</sup>	0,088	7	35	65	0,045	0,065

(\*) 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 tanto por ciento 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 hacer el ensayo se colocan 100 gramos de cemento, previamente desecado a  $105 \pm 5^\circ \text{C}$  hasta constancia de peso, sobre el tamiz convenientemente cerrado por su parte inferior con el fondo correspondiente. Se tapa el tamiz y se toma con las dos manos la caja formada por el conjunto sujetando el fondo y la tapa de manera que la posición del conjunto sea algo inclinada. Se le imprime un movimiento de vaivén, al mismo tiempo que se va girando el bote, a razón de unas  $225 \pm 25$  sacudidas de unos 15 centímetros de amplitud por minuto. Después de cada cincuenta 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, sea inferior a 0,1 por 100. Entre cada dos pesadas el número de sacudidas no será inferior a cincuenta.

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 la tapadera, y realizar el tamizado sobre una hoja de papel blanco, con objeto de tener un índice visual de la cantidad de material que atraviesa el tamiz.

Se efectuarán dos ensayos con porciones distintas de cemento y se considerarán como resultados de la prueba la media de los pesos del residuo retenidos por el tamiz, expresada 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 la tela del tamiz, 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 muestra. Los resultados que entonces difieran en más del 0,5 por 100 del valor medio serán descartados y se calculará la media de los valores restantes.

7.2. PESO ESPECIFICO REAL.

Para realizar este ensayo se emplearán 40 gramos de cemento, previamente desecado a  $105 \pm 5^\circ \text{C}$  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  $20^\circ \text{C}$ , bencina limpia o benzol. En caso contrario, es preferible emplear la fracción que se obtiene en la destilación del petróleo a  $195 \pm 15^\circ \text{C}$ .

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 disolución 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 Shuman.

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 del líquido y eliminar simultáneamente las burbujas de aire que pudiera 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  $\pm 0,2^\circ \text{C}$ .

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 0,05.

7.3. PRINCIPIO Y FIN DE FRAGUADO.

7.3.1. Pasta de consistencia normal.

Para determinar la cantidad de agua correspondiente a la pasta de consistencia normal se toman 500 gramos de cemento, se le 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 2,5 minutos 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 troncocónico 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 300 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 en 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 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  $10 \pm 1$  milímetros. 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,  $40 \pm 1$  milímetros; diámetro de la base superior,  $80 \pm 3$  milímetros; diámetro de la base inferior,  $90 \pm 3$  milímetros.

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  $21 \pm 2^\circ$  C.

### 7.3.2. 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 troncocónico descrito en el 7.3.1 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  $21 \pm 2^\circ$  C. 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 de Vicat y se anota lo que penetra 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 humedad.

Se dirá que ha empezado el fraguado cuando la penetración de la aguja en la probeta alcance los 35 milímetros, y que ha terminado cuando penetra en la masa cinco milímetros.

Los tiempos transcurridos hasta el principio y 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 la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18 y 25° C. La temperatura del agua de amasado y la de conservación debe ser de  $21 \pm 2^\circ$  C. La humedad relativa del aire no ha de ser inferior al 50 por 100.

## 7.4. EXPANSION POR EL METODO DEL AUTOCLAVE.

### 7.4.1. Pasta de consistencia normal.

Se seguirá el método descrito en 7.3.1. 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 troncocónico de las siguientes dimensiones:

- Altura  $40 \pm 1$  milímetros.
- Diámetro cara superior:  $60 \pm 3$  milímetros.
- Diámetro cara inferior:  $70 \pm 3$  milímetros.

### 7.4.2. 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:  $287 \pm 2$  milímetros.
- Altura:  $25,4 \pm 0,5$  milímetros.
- Anchura:  $25,4 \pm 0,5$  milímetros.

Por el centro de las caras de  $25,4 \times 25,4$  milímetros, y perpendicularmente a ellas, pasarán unos cilindros de acero inoxidable, de  $6 \pm 1$  milímetros de diámetro, que penetrarán en el molde por igual y lo suficiente para que la distancia entre sus extremos interiores sea de  $254 \pm 2,5$  milímetros. 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  $21 \pm 2^\circ$  C. La humedad del ambiente no será inferior al 50 por 100.

### 7.4.3. Conservación.

Las probetas enmoldadas se meterán seguidamente en un cuarto o armario a  $21 \pm 2^\circ$  C., con una humedad relativa no inferior al 90 por 100, donde permanecerán durante veinticuatro horas  $\pm$  treinta 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.

### 7.4.4. Autoclave.

La calefacción del autoclave calentará la zona donde se pone el agua y será capaz de elevar la presión hasta 21 kilogramos/centímetro cuadrado en un tiempo comprendido entre sesenta y noventa minutos. Además, dispondrá de un dispositivo que permita mantener la presión en  $21 \pm 0,7$  kilogramos/centímetro cuadrado. Por último, las pérdidas térmicas del aparato se podrán regular de tal forma que la presión baje desde 21 kilogramos/centímetro cuadrado en setenta y cinco minutos a 0,7 kilogramos/centímetro cuadrado.

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 kilogramos/centímetro cuadrado, se mantendrá esta presión durante tres horas, con oscilaciones máximas de  $\pm 0,7$  kilogramos/centímetro cuadrado. Después se suprimirá la calefacción y se esperará a que la presión baje de 0,7 kilogramos/centímetro cuadrado 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  $95 \pm 4^\circ$  C., a la cual se irá añadiendo agua fría para alcanzar, en quince minutos,  $21 \pm 2^\circ$  C.

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

### 7.4.5. Resultados.

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

$$v = \frac{l_2 - l_1}{l_0}$$

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  $l_0$  la distancia entre los extremos interiores de las piezas de referencia, expresada en milímetros, es decir, 254 milímetros, cuando se emplee la probeta normal.

## 7.5. EXPANSION POR EL METODO DE LAS AGUJAS LE CHATELIER.

### 7.5.1. Material.

El conjunto del aparato está representado en la figura 7.5.1.

#### 7.5.1.1. Aguja Le Chatelier.

Cada par de agujas está constituido por un molde en forma de anillo cilíndrico de hoja de latón, de tres centímetros de diámetro y tres centímetros de altura. El molde está abierto por sus dos bases y por una generatriz. A las paredes del cilindro van soldadas, exteriormente del lado de la generatriz abierta, normalmente a ella y centradas en la altura del molde, dos agujas iguales y paralelas, del mismo metal que el cilindro, y de 15 centímetros de longitud, contados a partir de la generatriz. Estas agujas pueden estar cerradas una contra otra o mantener una separación constante entre sí, estando el molde vacío (véase figura 7.5.1.1.).

7.5.1.2. Placas de vidrio.

Deberán ser planas, cuadradas, de cinco o seis centímetros de lado y de un grosor mínimo de dos o tres milímetros (véase figura 7.5.1.2.).

7.5.1.3. Pinzas de sujeción.

Serán de fleje de acero y de forma y dimensiones que permitan el aprieto de dos placas de vidrio sobre las bases del molde cilíndrico de cada par de agujas (véase figura 7.5.1.3.).

7.5.1.4. Recipiente de cocción y sistema de calefacción.

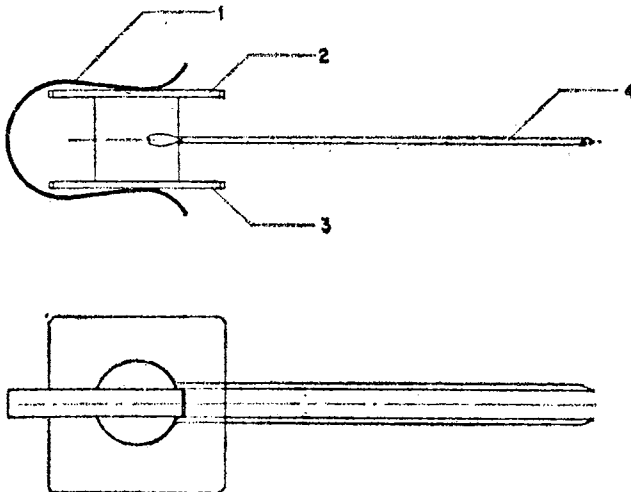


Fig. 7.5.1

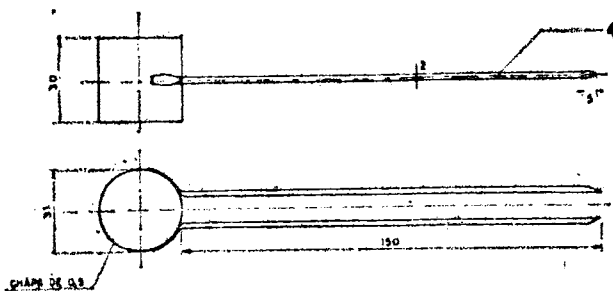


Fig. 7.5.1.1

El recipiente con tapadera será de forma y dimensiones que permitan colocar en su interior y en un mismo plano seis pares de agujas, como mínimo. Su altura interior útil será de unos 12 centímetros, tal que permita situar las agujas a media altura (a unos tres centímetros del fondo y a unos tres centímetros de la superficie del agua en el recipiente). Para ello éste irá provisto de una bandeja o soporte metálico suelto, de chapa perforada o de rejilla, con apoyos sobre el fondo, que lo eleven sobre éste unos tres centímetros. El agua en el recipiente deberá alcanzar una altura de unos nueve centímetros.

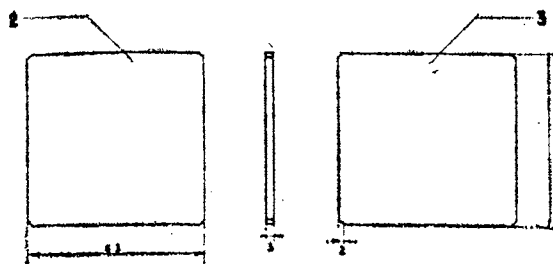


Fig. 7.5.1.2

El sistema de calefacción será tal que permita alcanzar la ebullición del agua, en las condiciones indicadas, en un tiempo comprendido entre quince y treinta minutos.

Se pueden utilizar recipientes y sistemas de calefacción comercializados que cumplan con los requisitos expuestos.

7.5.2. Procedimiento.

Se amasan 500 gramos de cemento con la cantidad de agua necesaria para obtener una pasta de consistencia normal. El tanto por ciento en peso de agua para esta pasta se determinará previamente, según se indica en 7.3.1. El amasado de la pasta se realizará también de acuerdo con 7.3.1.

Con la pasta obtenida se llenan los moldes de seis pares de agujas, apoyando cada par por una de sus bases sobre una placa de vidrio y procurando que no queden huecos en el interior de los moldes. Durante el llenado se sujetan las agujas con una grapa, de modo que el molde permanezca totalmente cerrado. Con otra placa de vidrio igual se alisa la pasta en la base opuesta de cada molde.

Se sujetan las placas de vidrio contra las bases de los moldes mediante pinzas metálicas. Se mide y anota la separación en milímetros de las agujas y se introducen éstas en agua, donde se conservan durante veinticuatro horas. El agua se debe mantener a temperatura de  $21 \pm 2^\circ \text{C}$ .

Al cabo de este tiempo se sacan las agujas del agua, se separan las placas de vidrio y se vuelve a medir y a anotar la separación en milímetros de cada par de agujas, comprobándose, en su caso, que dicha separación no ha variado.

Tres pares de agujas se vuelven a mantener, ya sin placas de vidrio, bajo el mismo agua durante seis días más, al cabo de los cuales se vuelve a medir y a anotar su separación en milímetros. La diferencia entre ésta y la separación medida al cabo de las primeras veinticuatro horas da, en milímetros, la expansión del cemento «en frío», probablemente debida a exceso de yeso o de cal libre fácilmente hidratable en el cemento, o de ambos. Esta expansión no deberá ser superior a 10 milímetros en ninguno de los tres pares de agujas.

Los otros tres pares se someten a la prueba de cocción. Para ello se calientan bajo agua. Esta debe alcanzar la ebullición en un tiempo comprendido entre quince y treinta minutos, y mantenerse hirviendo durante tres horas. Al cabo de este tiempo se interrumpe la ebullición y se dejan enfriar los moldes dentro del agua, hasta que alcanzan la temperatura de  $21 \pm 2^\circ \text{C}$ . Se mide de nuevo la separación en milímetros de las agujas. La diferencia entre ésta y la separación medida al cabo de las primeras veinticuatro horas da, en milímetros, la expansión «en caliente» probablemente debida a exceso de cal libre o de magnesia libre fácilmente hidratable. Esta expansión no deberá superar los 10 milímetros en ninguno de los tres pares de agujas.

7.6. RESISTENCIA MECANICA DE LOS CEMENTOS.

7.6.1. Método 1, aplicable a todos los cementos incluidos en el Pliego, excepto los naturales rápidos.

7.6.1.1. 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 dos milímetros y que su granulometría esté comprendida entre las dos líneas que figuran en el gráfico (figura 7.6.1.1.). En caso de necesidad, la fracción comprendida entre 74 y 147 micras 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.

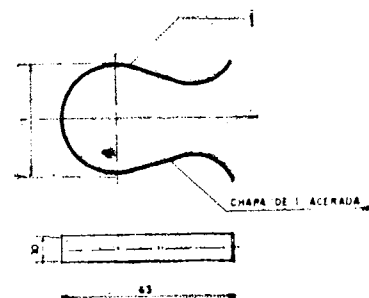


Fig. 7.5.1.3

7.6.1.2. Moldes.

Los moldes deben ser de acero duro y tener tres compartimientos iguales, cuyas dimensiones interiores serán 40 × 40 × 160 milímetros. El espesor de las paredes y del fondo debe ser igual o mayor de 10 milímetros. Las caras inferiores deben ser planas, con un error menor de 0,05 de milímetro. Todas sus dimensiones deberán diferir en menos de ± 0,1 milímetro, y los ángulos serán de 90° ± 0,50 grados sexagesimales. Sobre los moldes se colocará una tolva de paredes verticales, de otros 40 milímetros de altura.

7.6.1.3. 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 ± 0,25 litros de capacidad —con la forma que puede verse en la figura 7.6.1.3— y dotado de los elementos necesarios para poderlo fijar convenientemente en el aparato.

Una batidora, movida por un motor eléctrico, que hace girar la pala (figura 7.6.1.3) 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 ± 5	62 ± 5
Rápida .....	285 ± 10	125 ± 10

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

7.6.1.4. Compactadora.

El aparato se compone, esencialmente, de un tablero metálico unido por dos brazos ligeros a un eje de giro horizontal, que dista 80 centímetros 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 milímetros.

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 milímetros.

Un motor eléctrico de 1/3 CV., aproximadamente, con un reductor de velocidad, hace que la leva dé 60 ± 5 vueltas por

minuto. Se recomienda que el aparato lleve un dispositivo automático de parada que debe actuar cuando el tablero haya caído 60 veces.

ENSAYO DE RESISTENCIA MECANICA

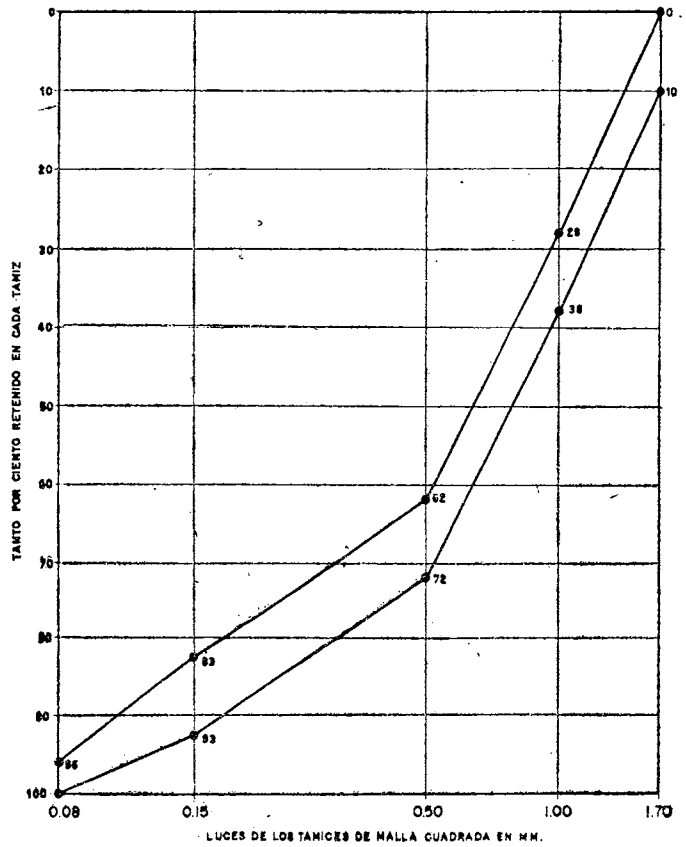


Fig. 7.6.1.1

El molde para tres probetas, con la tolva encima, se sujeta rígidamente al tablero y 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 ± 1 kilogramo.

AMASADORA

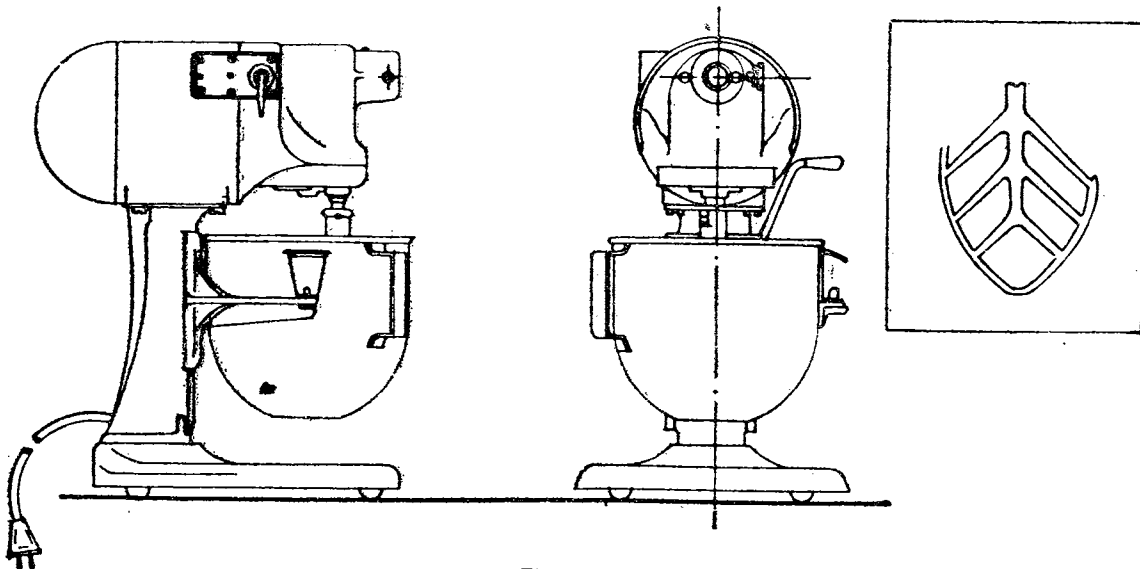


Fig. 7.6.1.3

En la figura 7.6.1.4 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 centímetros de anchura y 80 centímetros 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 centímetros; una en cada esquina.

asegura una estanquidad perfecta, se deben colmatar las juntas anteriores. (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 gramos de mortero en cada uno de sus compartimientos, distribuyéndose 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 trasiada en el sentido de la mayor dimensión del molde, mientras se le da un movimiento de vaivén.

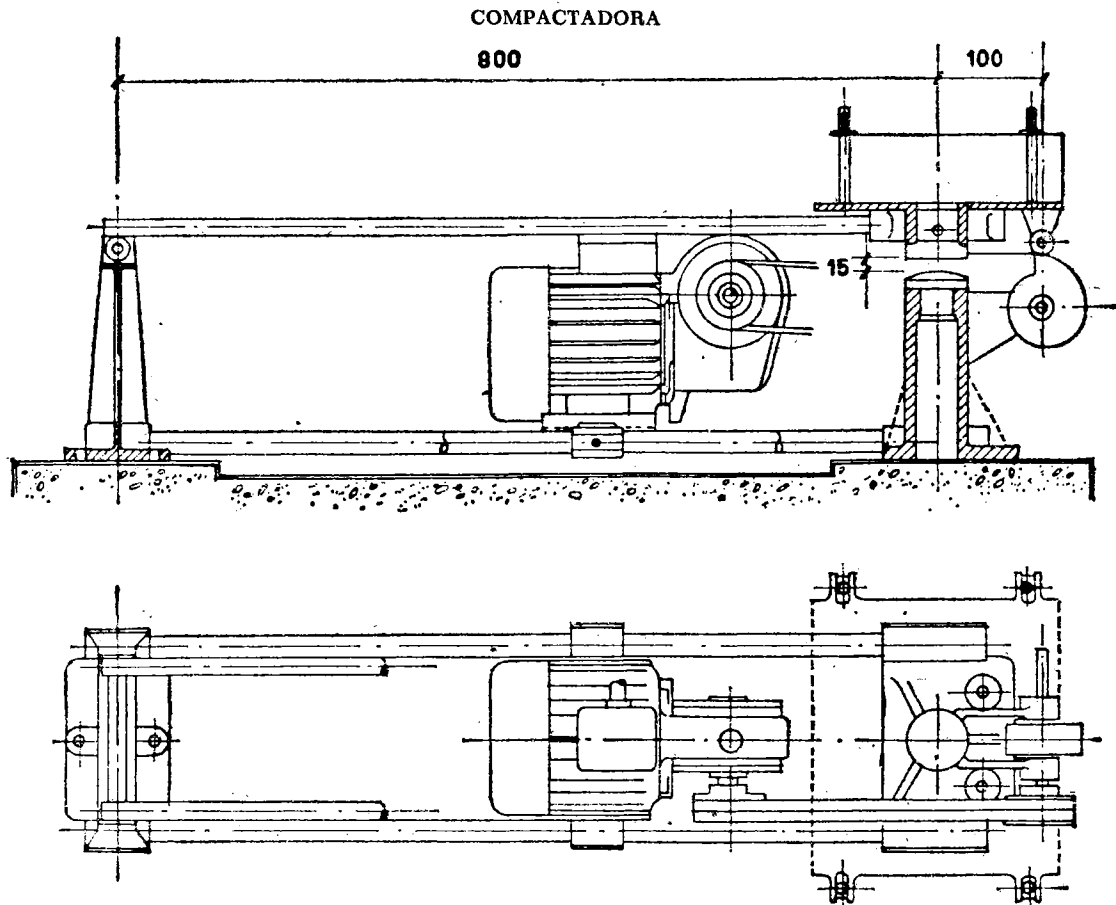


Fig. 7.6.1.4

#### 7.6.1.5. 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 treinta segundos después se empieza 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 rígida y se amasa el mortero durante treinta segundos.

Entonces se para la amasadora durante noventa segundos. 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° ± 2° C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100.

#### 7.6.1.6. Enmoldado.

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

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.

#### 7.6.1.7. 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° ± 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° ± 1° C, hasta el momento de su rotura, evitando contacto entre ellas y apoyándolas sobre una rejilla.

#### 7.6.1.8. Flexión.

La flexión se realiza con ayuda de tres cilindros de acero de 10 milímetros 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 milímetros, 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 la razón de 5 ± 1 kilogramo por segundo.

## 7.6.1.9. Compresión.

Cada uno de los trozos del prisma roto por flexión se ensaya después a compresión, ejerciendo el esfuerzo en una sección de  $40 \times 40$  milímetros 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 de milímetros y tener un espesor mínimo de 10 milímetros. El conjunto se coloca entre los platos, no mayores de  $10 \times 10$  centímetros, de una prensa, cuya rótula debe estar bien centrada sobre el eje de las secciones sometidas a compresión. Si la prensa no dispone de rótula, los platos de aprieto deben estar perfectamente paralelos, con una diferencia menor de 0,1 de milímetros, entre las alturas medidas en los cuatro vértices de la sección de rotura.

La velocidad de carga debe estar comprendida entre 10 y 20  $\text{kp}/\text{cm}^2$  por segundo; pero se reducirá en caso necesario para que la prueba no dure menos de diez segundos.

## 7.6.1.10. Resultados.

Todas las resistencias se expresan en  $\text{kp}/\text{cm}^2$ .

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

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.

## 7.6.2. Método II, aplicable a los cementos naturales rápidos.

## 7.6.2.1. 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 de  $20,0 \pm 0,16$  de milímetros y  $0,32 \pm 0,04$  de 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.

## 7.6.2.2. Moldes.

Se utilizarán los mismos moldes que en el método I.

## 7.6.2.3. 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 gramos 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 7.6.2.4 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 centímetros cúbicos 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 7.6.2.5, 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  $18^\circ$  y  $25^\circ \text{C}$ . La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de  $21^\circ \pm 2^\circ \text{C}$ .

## 7.6.2.4. Mesa de sacudidas.

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

Estará formada por un armazón colocado sobre una base rígida horizontal, que sostiene la mesa propiamente dicha; ésta puede construirse de acero o de 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 (fig. 7.6.2.4).

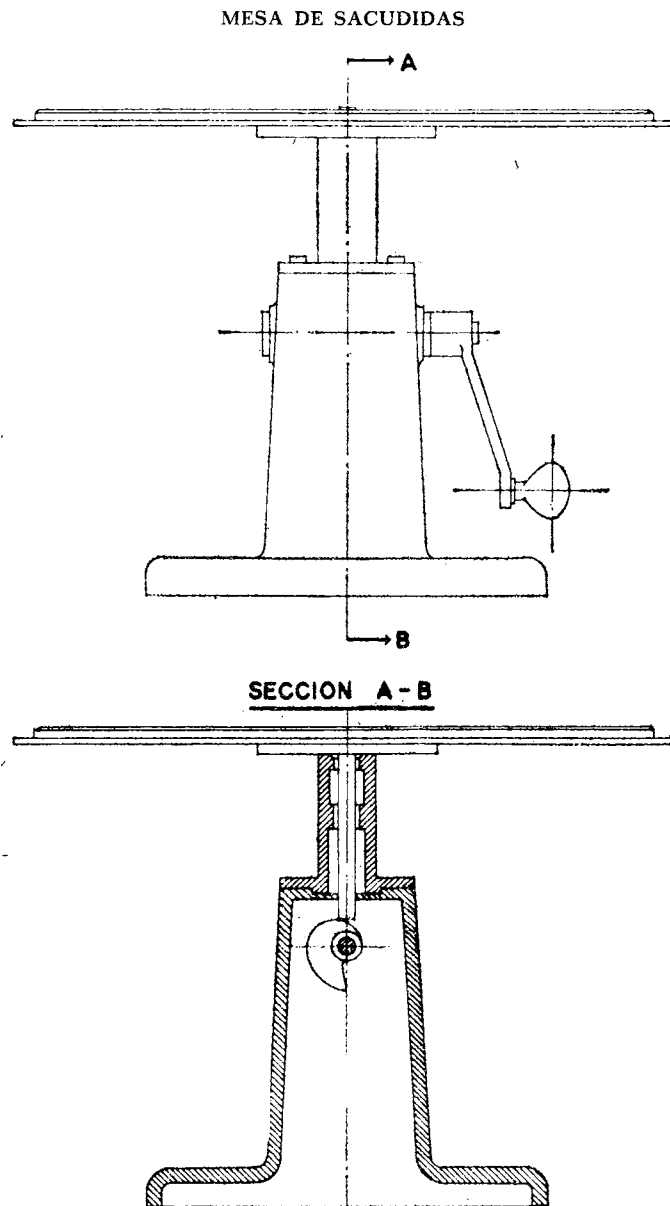


Fig. 7.6.2.4

Sobre la superficie superior de la mesa y con el mismo centro de ésta se habrá trazado una circunferencia de 100 milímetros de diámetro, la cual sirve para centrar el molde que se describe seguidamente. La mesa irá cubierta de una placa de vidrio de  $7 \pm 1$  milímetros de espesor y 350 milímetros 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 7.6.2.4.

El molde es un tronco de cono de  $60 \pm 0,5$  milímetros de altura. Los diámetros de las bases superior e inferior son de  $70 \pm 0,5$  milímetros y  $100 \pm 0,5$  milímetros, 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 10 golpes, dados con un taco cilíndrico de madera, de  $40 \pm 1$  milímetros



de diámetro, y  $250 \pm 10$  gramos de peso. Se añade, en caso necesario, algo 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 15 veces en otros tantos segundos. Se miden dos diámetros perpendiculares de la masa extendida y se halla la media «M», en milímetros.

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

$$\text{Escurrimiento} = M - 100$$

#### 7.6.2.5. 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 apoya 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, dándole 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 de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre  $15^\circ$  y  $25^\circ$  C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de  $21^\circ \pm 2^\circ$  C.

#### 7.6.2.6. Conservación de las probetas.

Se realizará como se indica en el método I.

#### 7.6.2.7. Flexión.

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

#### 7.6.2.8. Compresión.

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

#### 7.6.2.9. Resultados.

Véase lo indicado en el método I.

### 8. Métodos de ensayo para determinar las características químicas.

Los resultados obtenidos en los siguientes métodos de ensayo se expresarán en tanto por ciento, referidos al peso de 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.

#### 8.1. HUMEDAD.

Se deseca en la estufa a una temperatura entre  $105^\circ$  y  $110^\circ$  C durante treinta minutos 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 8 ó 10 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 entre  $105^\circ$  y  $110^\circ$  C durante ocho horas por lo menos. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar en un desecador, se tapa y se pesa. Se asegura la constancia de peso por nuevo calentamiento entre  $105^\circ$  y  $110^\circ$  C durante treinta minutos, seguido de una 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.

#### 8.2. PERDIDA AL FUEGO.

Póngase un gramo de cemento en un crisol de porcelana pesado de unos 20 centímetros cúbicos de capacidad. Caliéntese el crisol, tapado al rojo vivo entre  $900^\circ$  y  $1.000^\circ$  C durante quince minutos en la mufla eléctrica o, en su defecto, sobre un buen mechero de gas y colocando el crisol en un agujero de un cartón de amianto, por debajo del cual venga a quedar más de la mitad del crisol. Entríese en el desecador, pésese y caliéntese nuevamente durante quince minutos en las mismas condiciones para asegurar la constancia del 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.

### 8.3. RESIDUO INSOLUBLE.

#### 8.3.1. Método I.

Se coloca un gramo de cemento en una cápsula de porcelana de unos 12 centímetros de diámetro, se añaden 25 centímetros cúbicos de agua destilada fría y 5 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ( $d = 1,19$ ), poco a poco, y removiendo con la varilla de vidrio. Se calienta el 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 50 centímetros cúbicos con agua destilada y se deja en digestión sobre el baño de agua durante quince minutos. Filtrese en caliente y lávase bien el residuo con agua caliente. Los filtrados obtenidos se guardarán para la determinación del anhídrido sulfúrico (8.4). El filtro con el residuo se pasa a un vaso de precipitados de 150 centímetros cúbicos, se añaden 30 centímetros cúbicos de solución de carbonato sódico al 5 por 100 y se mantiene a temperatura próxima a la de ebullición durante quince minutos. Se filtra y 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 reacción sensible de 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  $900^\circ$  y  $1.000^\circ$  C y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

#### 8.3.2. Método II.

Se pesan dos gramos de cemento en un matraz Erlenmeyer, se añaden 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 100 centímetros cúbicos de agua caliente y se filtra con succión, mediante un embudo Hirsch. Se lava con agua caliente y se pasan filtro y residuo a un vaso de precipitados de 250 centímetros cúbicos. Se añaden 200 centímetros cúbicos de hidróxido sódico al 2 por 100, se desmenuza el papel de filtro con la varilla de vidrio, se calienta y se mantiene a ebullición suave durante un 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 calcina después entre  $900^\circ$  y  $1.000^\circ$  C y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

### 8.4. TRIOXIDO DE AZUFRE.

Se diluyen a 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 10 centímetros cúbicos de solución hirviente de cloruro de bario al 10 por 100 y se continúa la ebullición unos minutos. Déjese luego el vaso en digestión sobre el baño de agua, tapado con un vidrio de reloj entre doce y veinticuatro horas, filtrese el precipitado y lávase con agua caliente hasta la eliminación de los cloruros en las aguas de lavado. Se calcina entre  $900^\circ$  y  $1.000^\circ$  C en crisol previamente pesado y se pesa después. La diferencia de peso corresponde al sulfato bórico, y multiplicada por 0,3430, nos dará el peso de trióxido de azufre en la muestra empleada.

(Continuará.)

## MINISTERIO DE LA GOBERNACION

18119

RESOLUCION de la Dirección General de Administración Local por la que se aprueban las bases y programa mínimo para el ingreso en el Subgrupo de Auxiliares de Administración General de las Corporaciones Locales.

El Decreto 689/1975, de 21 de marzo, ordena en su artículo 10 que por esta Dirección General, previo informe del Instituto de Estudios de Administración Local, se aprorbarán las bases y programas mínimos para el ingreso en los Subgrupos de Técnicos, Administrativos y Auxiliares de Administración General de las Corporaciones Locales.

## TITULO II

## De la Oficina de Información del Derecho de Asociación Política

Artículo diecisiete.—Se crea, dependiente de la Secretaría del Consejo Nacional, la Oficina de Información del Derecho de Asociación Política, con la función de informar a los particulares sobre las Asociaciones políticas, su régimen jurídico y funcionamiento y, en general, sobre cuantas materias son objeto del Decreto-ley siete/mil novecientos setenta y cuatro, de veintinueve de diciembre, y normas complementarias.

Artículo dieciocho.—Los informes emitidos por la Oficina de Información tendrán exclusivamente carácter ilustrativo e informativo para quienes lo soliciten.

## DISPOSICION FINAL

Primera.—Queda facultado el Ministro Secretario general para, oída la Comisión Permanente, dictar las disposiciones necesarias en ejecución del presente Decreto, que entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Segunda.—Por el Ministro de Hacienda se habilitarán los créditos necesarios al efecto.

Así lo dispongo por el presente Decreto, dado en La Coruña a veintitrés de agosto de mil novecientos setenta y cinco.

FRANCISCO FRANCO

El Ministro de la Presidencia del Gobierno,  
ANTONIO CARRO MARTINEZ

**18118** PLIEGO de Prescripciones Técnicas Generales para la Recepción de Cementos, aprobado por Decreto (Conclusión.) 1964/1975, de 23 de mayo. (Conclusión.)

## 8.5. OXIDO FERRICO.

## 8.5.1. Método I.

Se pesa un gramo de cemento, se coloca en un vaso de 250 centímetros cúbicos, se añaden 40 centímetros cúbicos de agua fría y, poco a poco, 15 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ( $d = 1,19$ ), mientras se agita con una varilla de vidrio para favorecer el ataque. Se calienta al baño de agua hasta completar dicho ataque, tapando el vaso 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 del líquido, se añade aún una gota en exceso y se enfría la solución a la temperatura ambiente. Se añaden de una sola vez 10 centímetros cúbicos de solución saturada y fría de cloruro mercurico, se agita con viveza y se añaden 15 centímetros cúbicos de la mezcla fosfórico-sulfúrica. Se agregan tres gotas de solución de difenilamina, y después de diluir hasta 150 centímetros cúbicos con agua destilada fría, se valora con solución de dicromato potásico 0,05N 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 20 gramos de  $\text{Cl}_2\text{Sn} \cdot \text{H}_2\text{O}$  en 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, conteniendo estaño metálico.

Solución fosfórico-sulfúrica: Viértase lentamente, y agitando sobre 400 centímetros cúbicos de agua destilada, 280 centímetros cúbicos de ácido fosfórico ( $d = 1,40$ ) y 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 100 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado.

Nota.—Esta determinación podrá también acabarse por permanencia con solución valorada en  $\text{MnO}_4\text{K}$  0,05N, aunque es preferible el método primero.

## 8.5.2. Método II.

En los 100 centímetros cúbicos restantes de la solución precedente de la determinación de la sílice, según 8.8, se precipitan los óxidos de hierro, aluminio y titanio y se disuelven en ácido clorhídrico en igual forma que para la determina-

ción conjunta de estos óxidos (8.10). 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 señala en 8.5, relativo al cemento portland.

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

## 8.6. OXIDO FERROSO.

Se pesan 0,5 gramos de cemento y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 200 a 300 centímetros cúbicos de capacidad; se humedecen con agua y se añaden 5 gramos de carbonato sódico cristalizado y, poco a poco, 100 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico al 10 por 100. Tápese con un tapón provisto de válvula de Bunsen. Caliéntese 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 0,1 N de  $\text{MnO}_4\text{K}$  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.

## 8.7. BIOXIDO DE SILICIO Y RESIDUO INSOLUBLE.

8.7.a. Método rápido.—Mézclense cuidadosamente, con ayuda de la varilla de vidrio, 0,5 de gramos de la muestra y 0,5 de gramos de cloruro amónico en un vaso de 50 centímetros cúbicos, cúbrase el vaso con un vidrio de reloj y añádase, poco a poco, 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 treinta 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 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 10 ó 12 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 (8.9).

Pásense 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  $1.000^\circ$  ó  $1.050^\circ \text{C}$  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 8.3.1, y considérese la diferencia como  $\text{SiO}_2$ .

Nota.—En caso de controversia deberán tenerse en cuenta los resultados obtenidos, siguiendo el método indicado en el apartado 8.7.b siguiente.

8.7.b. Póngase 0,5 de gramos de cemento en una cápsula de porcelana de unos 12 centímetros de diámetro, añádase 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 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, removiéndolo, de vez en cuando, con la varilla de vidrio. Sin prolongar el calentamiento, trátase el residuo con 20 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:1). Digiérase sobre el baño de agua durante diez minutos, cubriendo nuevamente la cápsula con el vidrio de reloj. Dilúyase la solución con 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 hirviendo 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 de lavado se evaporan nuevamente a sequedad y se coloca la cápsula en la estufa, se trata el residuo con 15 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:1), y cubriéndolo nuevamente con el vidrio de reloj, se deja en digestión diez minutos. Dilúyase con 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 entre 1.000° y 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 8.3.1 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 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 entre 1.000° y 1.050° C, enfriese y pésese. La diferencia entre las dos últimas pesadas da el peso de anhídrido silíceo total. El residuo se considerará formado por óxidos de hierro y aluminio.

### 8.8. BÍOXIDO DE SILICIO.

Se podrá seguir uno u otro de los métodos señalados en 8.7 para las determinaciones de bióxido de silicio y residuo 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 de gramo.

En cualquier caso, en los cementos aluminosos se acabará la determinación del bióxido 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 0,5 de centímetro cúbico de fluorhídrico y una gota de ácido sulfúrico. Después de evaporar a sequedad, se calcina gradualmente el residuo unos cinco minutos a temperatura de 1.000° a 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 bióxido 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 precedentes de la separación de la sílice.

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

### 8.9. ÓXIDOS DE ALUMINIO Y HIERRO.

Al filtrado procedente de la determinación de la sílice, llevado a 250 centímetros cúbicos, se le añaden cinco 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 pase 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 sedimente. Se filtra y lava el precipitado cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al 2 por 100. Se guarda el filtrado y se pasa el filtro con el precipitado al vaso donde se hizo la precipitación. Se disuelve aquí en 15 centímetros de ácido clorhídrico diluido (1:3) y caliente, se desmenuza el filtro con la varilla de vidrio, se diluye a 100 centímetros cúbicos con agua destilada caliente y se precipitan los hidróxidos como la primera vez. Filtrése y lávese el precipitado sobre el filtro cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al 2 por 100. 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 entre 1.000° y 1.050° 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 8.5.

### 8.10. ÓXIDOS DE HIERRO, ALUMINIO Y TITANIO.

Esta determinación se realiza a partir de 50 centímetros cúbicos de la solución aforada de 250 centímetros cúbicos procedentes de la separación de la sílice y se siguen, por lo demás, las indicaciones señaladas en 8.9 para la precipitación

análoga de los sesquióxidos de hierro y aluminio (y de pequeñas cantidades de bióxido 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 tanto por ciento de bióxido de titanio, determinado según 8.11, y el óxido férrico (correspondiente al hierro total), determinado según 8.5.2, para obtener el contenido de óxido aluminico en tanto por ciento.

### 8.11. BÍOXIDO DE TITANIO.

Se mezclan cuidadosamente, con ayuda de una varilla de vidrio, 0,5 gramos de muestra y 0,5 gramos de cloruro amónico, en un vaso de 50 centímetros cúbicos; cúbrase el vaso con un vidrio de reloj y añádanse poco a poco cinco centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado (densidad = 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 (densidad = 1,41), se remueve la mezcla con la varilla de vidrio, se tapa nuevamente el vaso y se deja sobre el baño maría treinta 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. Se pasará el contenido del vaso sobre un filtro, sin diluirlo y déjese escurrir la disolución lo más completamente posible.

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

Se pasa el papel de filtro y el residuo a un crisol de platino previamente pesado; se calcina gradualmente hasta llegar a 1.000°-1.050° C y se mantienen a esta temperatura durante media hora. Se añade a la sílice así obtenida unas gotas de agua, diez centímetros cúbicos de ácido fluorhídrico y una gota de ácido sulfúrico. Se evapora con cuidado, hasta sequedad.

Se calienta hasta ebullición el líquido filtrado procedente de la separación de la sílice y se añade amoníaco, gota a gota, hasta que la disolución llega a ser alcalina, circunstancia que se pone de manifiesto por mantenerse su olor amoniacal. Se hierve la disolución durante un minuto. Se deja el precipitado sedimentar y se filtra y lava dos veces con una disolución caliente de amoníaco (20 g./litro). Se pasa el filtro con el precipitado al crisol de platino en el que se había tratado la sílice con ácido fluorhídrico y se quema lentamente hasta la destrucción total del papel de filtro. Se pone en el crisol, una vez frío, tres gramos de bisulfato potásico y caliéntese sobre un mechero con cuidado para evitar salpicaduras, hasta la fusión del bisulfato potásico. Se mantiene sobre el mechero, en esas condiciones, hasta que se compruebe que se ha disuelto el residuo que contenía el crisol.

Se deja entonces enfriar el crisol y, una vez frío, se pone en un vaso y se disuelve la masa con 50 centímetros cúbicos de agua destilada a la que se ha añadido 2,5 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado. Se filtra el líquido en un matraz aforado de 100 centímetros cúbicos y se lava el papel de filtro con agua destilada caliente. Se añade al matraz cinco centímetros cúbicos de ácido fosfórico. Se agita para homogeneizar la disolución; se deja enfriar a la temperatura ambiente y se agrega un centímetro cúbico de agua oxigenada, del 30 por 100, enrasando a continuación el matraz, hasta su marca, con agua destilada.

Se determina el contenido de bióxido de titanio de la muestra analizada, comparando la intensidad del color de la disolución problema con la de una disolución patrón cuya concentración de bióxido de titanio es conocida. Para ello podrá utilizarse colorímetros o espectrofotómetros. En el primer caso se calculará el tanto por ciento de  $TiO_2$  que contiene la muestra analizada aplicando, según las características del colorímetro utilizado, una u otra de las fórmulas siguientes:

a) Colorímetros en los que por medio de un émbolo en la vasija de la disolución patrón se ajusta el volumen de disolución necesario para dar la misma intensidad de color que la disolución problema.

$$TiO_2\% = (100 VE/S) \times (D/C), \text{ en la que:}$$

V = Centímetros cúbicos de la disolución patrón utilizados.

E = Equivalente en  $TiO_2$ , g/c. c. de la disolución patrón.

S = Gramos de muestra utilizada.

C = Volumen total de la disolución peroxidada de referencia.

D = Volumen de la disolución peroxidada de referencia que iguala el color de la disolución peroxidada de la muestra.

b) Colorímetros en los que bajando o subiendo el émbolo tanto en la disolución problema como en la patrón se consigue igualar la intensidad del color.

$$\text{TiO}_2\% = (100 \text{ VE/S}) \times (\text{F/G}), \text{ en la que:}$$

F = Espesor de la disolución peroxidada de referencia a través de la cual pasa la luz.

G = Espesor de la disolución peroxidada problema a través de la cual pasa la luz.

c) En el caso de utilizarse otros tipos colorímetros o espectrofotómetros, el tanto por ciento de  $\text{TiO}_2$  se deducirá directamente de la curva de calibrado, previamente establecida para el aparato en función de la concentración en  $\text{TiO}_2$ .

#### Disoluciones necesarias

Disolución de sulfato ferroso (1 centímetro cúbico = 0,005 g.  $\text{FeSO}_4$ ).

Se disuelve 17,4 g. de sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en agua destilada que contiene 50 centímetros cúbicos de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y se diluye hasta 1 litro. Un centímetro cúbico de esta disolución es equivalente a 1 % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en 0,5 gramos de muestra de cemento.

Disolución patrón de sulfato de titanio (1 centímetro cúbico = 0,002 g. de  $\text{TiO}_2$ ). Se pesa de 0,20 - 0,21 g. de bióxido de titanio puro, desecado previamente a  $105^\circ\text{--}110^\circ\text{C}$  en un Erlenmeyer de boca ancha. Se añade 5 gramos de sulfato amónico y 10 centímetros cúbicos de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Se coloca en la boca del Erlenmeyer un embudo invertido y se calienta la mezcla, con cuidado, hasta que comienza a hervir, agitando de vez en cuando el Erlenmeyer. Se continuará calentando hasta la disolución total del bióxido de titanio. Déjese enfriar y viértase la disolución, sobre 200 centímetros cúbicos de agua destilada y fría, agitando el recipiente que contiene el agua durante esa operación. Se lava el Erlenmeyer y embudo utilizados en el ataque de la muestra con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:19). La disolución así obtenida se dejará en reposo durante veinticuatro horas, pasadas las cuales se filtrará en un matraz aforado de 1.000 centímetros cúbicos de capacidad. El papel de filtro se lavará con disolución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:19) y se enrasará el matraz aforado con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:19). A partir de esta disolución se prepararán las disoluciones patrones de referencia de acuerdo con el colorímetro que se utilice.

A tal fin se tomarán volúmenes exactamente medido de la disolución patrón, en matraces aforados de 100 centímetros cúbicos de capacidad. A cada disolución se le añadirá 3 gramos de bisulfato potásico disueltos en la menor cantidad posible de agua; la cantidad necesaria de disolución de sulfato ferroso que sea equivalente al contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en los 0,5 gramos de cemento que se analiza, 2,5 centímetros cúbicos de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y 5 centímetros cúbicos de  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Cuando la disolución así obtenida esté a la temperatura ambiente, se le añadirá 1 centímetro cúbico de agua oxigenada (30 %) y se diluirá con agua hasta el enrase del matraz.

#### 8.12. OXIDO DE CALCIO.

##### 8.12.1. Método I.

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 25 centímetros cúbicos de solución hirviendo de oxalato amónico al 5 por 100 y se continúa la ebullición unos minutos. Se deja en reposo sobre baño de agua quince o veinte minutos, se filtra en caliente y se lava el precipitado sobre el filtro diez veces con agua caliente sin exceder ésta de 75 centímetros cúbicos. El filtrado se reserva para la determinación de óxido magnésico (según 8.13). 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 contiene agua caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso se completa el volumen con agua hirviendo hasta 200 centímetros cúbicos, se agregan 10 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta iniciarse la ebullición. Se valorará añadiendo de permanganato potásico 0,18N hasta color rosado persistente, y una vez alcanzado éste se deja caer el filtro en la solución y se sigue añadiendo permanganato potásico 0,18N hasta obtener nuevamente color rosado persistente durante más de diez segundos. Con la normalidad citada corresponde muy aproximadamente 1 centímetro cúbico de la misma por cada 1 por 100 de óxido cálcico. De todas formas, si no corresponde a la indicada normalidad la solución del permanganato potásico empleada, conocido el equivalente en cal de 1 centímetro cúbico de la solución de permanganato empleada, se calcula el tanto por ciento de cal en el cemento.

##### 8.12.2. Método II.

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 8.12.1, sin más modificaciones que emplear en la valoración final una solución 0,09 N de  $\text{MnO}_4\text{K}$ .

##### 8.12.3. Método III.

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 100 centímetros cúbicos. A la solución hirviendo se añaden 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 cal y magnesio, los métodos señalados para el cemento portland (8.12.1) y (8.13).

#### 8.13. OXIDO DE MAGNESIO.

Después de acidificar con unas gotas de ácido clorhídrico concentrado el filtrado procedente de la determinación del óxido cálcico se concentra a 250 centímetros cúbicos y se enfría a la temperatura ambiente, se agregan 10 centímetros cúbicos de solución de fosfato diamónico al 10 por 100 y a continuación, en pequeñas porciones, 30 centímetros cúbicos de amoníaco. La solución se agita energicamente con la varilla de vidrio durante la adición del amoníaco y se continúa después agitando durante diez minutos. Déjese la solución en reposo hasta el día siguiente, filtrese 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 entre  $1.000^\circ$  y  $1.050^\circ\text{C}$  y pésese el crisol, una vez frío, con el pirofosfato magnésico formado. Multiplicando el peso del pirofosfato magnésico por 0,3621 se obtiene el peso del óxido magnésico contenido en la muestra de cemento analizada.

Nota.—En los cementos portland cuyo contenido en magnesio sea superior al límite establecido para estos cementos, convendrá ensayar el contenido de manganeso, según 8.14, caso de ser esto notable y proceder a la separación cuantitativa del manganeso, según 8.12.3, para evitar su posible precipitación conjunta con el magnesio.

#### 8.14. OXIDO DE MANGANESO.

Se pone en un matraz Erlenmeyer de 300 centímetros cúbicos, 1 gramo de cemento seco o 0,5 gramos si la disolución quedase muy turbia después del ataque. Se añaden 10 centímetros cúbicos de agua y se agita para evitar que se aglomere el cemento. Se añaden 40 centímetros cúbicos de ácido nítrico diluido ( $d = 1,20$ ) (1:1) y se calienta sobre baño María hasta ataque completo de la muestra; después se hierve durante unos instantes. Sin necesidad de filtrar la pequeña cantidad de materia insoluble existente, se enfría la solución, se añaden 40 centímetros cúbicos de solución de nitrato de plata 0,01N y 1 gramo de persulfato amónico sólido. Se calienta lentamente hasta  $60^\circ\text{C}$ . Se mantiene aproximadamente esta temperatura durante diez 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 50 centímetros cúbicos de solución de cloruro de sodio 0,01N 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  $\text{MnO}$ , se calcula el tanto por ciento de óxido 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 250 centímetros cúbicos y tomar sólo 25 ó 50 centímetros cúbicos para la determinación.

#### Soluciones necesarias.

Solución de nitrato de plata 0,01N.—Se disuelven 1,7 gramos de nitrato de plata en 1 litro de agua. Solución de  $\text{ClNa}$

0,01 N: se disuelven 0,7 gramos de cloruro sódico en 1 litro de agua.

**Solución de arsenito sódico.**—Se disuelven en agua caliente 0,250 de gramo de  $As_2O_3$  y se añade 1 gramo de carbonato sódico: la solución clara se diluye hasta 1 litro y se determina su factor frente a un acero tipo cuyo contenido en manganeso es conocido, o con una solución valorada de  $MnO_4K$ , siguiendo el método descrito.

#### 8.15. OXIDOS DE SODIO Y DE POTASIO.

##### Método fotométrico

Se podrá utilizar a tal fin un fotómetro de llama, de los distintos modelos que normalmente existen en el comercio.

Soluciones necesarias:

##### a) Solución reserva de cloruro cálcico.

En un vaso de 1.500 centímetros cúbicos se pesan 112,5 gramos de carbonato cálcico, en su calidad de reactivo para análisis y de bajo contenido de álcalis, y se añaden 300 centímetros cúbicos de agua destilada y 500 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado. Se deja enfriar la solución a la temperatura ambiente y se filtra, recogiendo los filtrados en un matraz aforado de 1 litro, diluyendo con agua destilada hasta el enrase y mezclando bien.

##### b) Solución reserva de cloruros sódico y potásico.

Se disuelve en agua 1,8858 gramos de cloruro sódico y 1,5830 gramos de cloruro potásico, ambos de calidad de reactivo para análisis y previamente desecados entre  $105^\circ$  y  $110^\circ$  C durante varias horas. La solución así preparada se diluye en un matraz aforado de 1 litro.

##### c) Soluciones patrones.

Se preparan las soluciones patrones que se indican en la tabla adjunta:

Solución número	Concentración en álcalis (expresada como $Na_2O$ $K_2O$ p.p.m.)	Solución reserva de $Cl_2Ca$ $cm^3$	Solución reserva de $NaCl-KCl$ $cm^3$	Volumen final de solución patrón $cm^3$
1	100	200	200	2.000
2	75	100	75	1.000
3	50	100	50	1.000
4	25	100	25	1.000
5	10	100	10	1.000
6	0	100	0	1.000
7	100	0	100	1.000

El volumen indicado que ha de tomarse de la solución reserva de cloruro sódico-cloruro potásico se medirá con bureta y el volumen indicado para la solución de cloruro cálcico se puede medir con probeta.

Cada solución se preparará en un matraz aforado, diluyendo con agua destilada hasta el volumen indicado y mezclando perfectamente. Estas soluciones se conservarán en recipientes de polietileno o plástico similar adecuado.

##### d) Calibrado del aparato.

Encendido el aparato, siguiendo las instrucciones pertinentes a cada caso, se hace pasar a través del atomizador la solución patrón designada con el número 1, y se mueven los mandos de ajuste de forma tal que la aguja indicadora del galvanómetro coincida con la división 100 del mismo. A continuación, y después de haber pasado agua destilada por el atomizador, se pasa la solución marcada con el número 6, ajustando los mandos de forma tal que la aguja del galvanómetro coincida con el 0 del galvanómetro. Repítanse estas dos operaciones hasta que al pasar a través del atomizador del aparato, una u otra solución, no se necesite rectificar la posición 100 y 0 de la aguja del galvanómetro.

Se pasa a continuación a través del atomizador la solución patrón número 2, anotando la lectura que se obtenga en el galvanómetro de medida. Compruébese, a continuación, la lectura 0 y 100, con las soluciones 6 y 1, respectivamente. De coincidir ambas, ello sirve para confirmar la lectura obtenida para la solución número 2. Si la lectura obtenida para el 0 y 100 difieren como máximo en una división de la escala, podrá darse por buena la lectura correspondiente a la solución pa-

trón número 2. En caso contrario, la lectura obtenida para la solución número 2, no se tomará en consideración y será necesario volver a hacer el ajuste del aparato para las lecturas 0 y 100, como se ha indicado anteriormente. Solamente cuando las lecturas del 0 y 100 son correctas antes y después de probar una solución patrón intermedia, se pueden tomar en consideración los valores obtenidos para la misma.

De forma análoga a lo indicado se determinan los valores correspondientes a las soluciones patrones 3, 4 y 5, comprobando en todos los casos los valores 0 y 100. Sobre un papel milimetrado se dibuja la curva patrón de forma tal que una división de la ordenada represente una unidad de la escala de lectura del aparato y cada división de la abscisa represente una concentración del óxido alcalino de una p. p. m. (0,01 por 100). Puesto que al hacer la determinación de óxido sódico o potásico de un cemento se toma una muestra de 1 gramo del mismo, muestra que después de atacada se lleva a un volumen de 100 centímetros cúbicos el 1 por 100 de  $Na_2O$  en el cemento es equivalente a una parte de  $Na_2O$  en 10.000 partes de solución, o lo que es lo mismo, 100 partes por millón (p.p.m.). Por ello, la solución patrón número 1 (100 p.p.m.), que contiene 0,01 por 100 de  $Na_2O$  como  $NaCl$  es equivalente a un cemento que contiene 1,0 por 100 de  $Na_2O$ . De un modo análogo, la solución patrón número 5 (10 p.p.m.) equivale a un cemento que contuviera 0,1 por 100 de  $Na_2O$ .

##### e) Ataque de la muestra de cemento.

Se pesa 1 gramo de cemento en un vaso de 150 centímetros cúbicos de capacidad y se añade de 20 a 25 centímetros cúbicos de agua destilada con el fin de dispersar lo mejor posible la muestra. Se añaden de una vez 5 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico, se agita la mezcla y se diluye a 50 centímetros cúbicos con agua. En el caso de que se observen grumos de cemento sin dispersar se deshacen con una varilla de vidrio. Se pone el vaso en digestión sobre un baño de vapor durante quince minutos, pasados los cuales se filtra y se recoge el filtrado en un matraz aforado de 100 centímetros cúbicos de capacidad. Lávese el vaso donde se hizo el ataque de la muestra y el papel de filtro con agua destilada. Déjese enfriar la solución y enrásese con agua hasta el nivel del matraz aforado. Mézclase bien la solución.

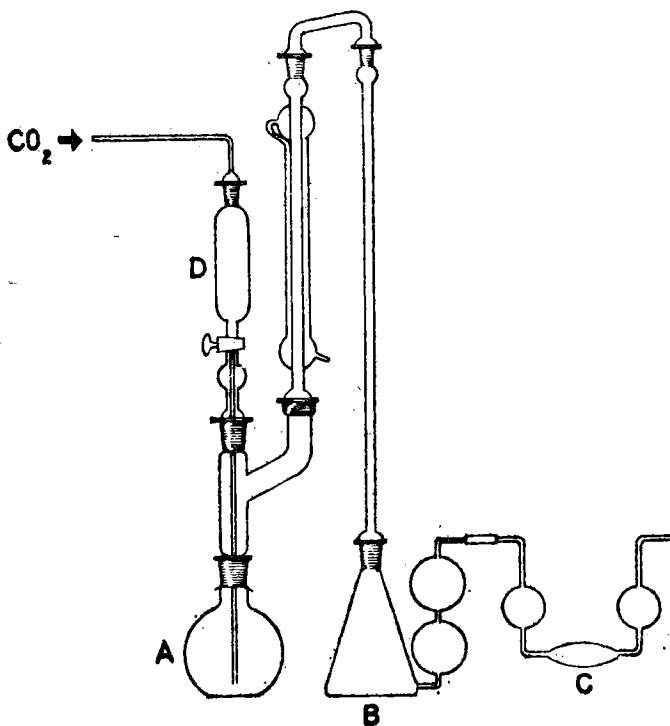


Fig. 8.16

##### f) Determinación del contenido en óxido sódico.

Ajustado el aparato en idéntica forma a como se ha indicado en el apartado d), pásese la solución procedente del ataque del cemento por el atomizador y léase la lectura del indicador. Ensáyese a continuación la solución patrón cuyo contenido en álcalis sea más próximo al dado por la solución del cemento

y compruébese que la lectura para la solución patrón es la correcta, debiendo coincidir con la obtenida durante el calibrado del aparato o diferir como máximo en una división. En el caso de que esto suceda será necesario volver a calibrar el aparato y después ensayar el cemento.

g) Determinación del contenido en óxido potásico.

Determinése el contenido de óxido potásico en la solución de ataque del cemento, de una forma análoga a como se ha indicado para el óxido sódico.

8.16. AZUFRE AL ESTADO DE SULFURO.

Para esta determinación se tomará una muestra de 2 gramos si el cemento es siderúrgico, o de 5 gramos si el cemento es portland o aluminoso. En cualquier caso, la cantidad de muestra empleada será la adecuada para que el volumen de disolución de yodo 0,062N necesaria para la valoración del azufre esté comprendido entre 10 y 25 ml.

La determinación de azufre al estado de sulfuro puede llevarse a cabo en un dispositivo como el que se indica en el esquema de la figura 8.16, 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 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 50 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1:1) y que, por su parte superior, podrá conectarse a un generador de anhídrido carbónico.

La muestra de cemento, pesada al centígramo, se mezcla en el matraz de reacción A, con 0,5 gramos de cloruro estannoso cristalizado y 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 treinta minutos. Pasado este tiempo se desconectarán los colectores del resto del aparato. Se vierte en el primero el contenido del segundo. Se añaden 25 centímetros cúbicos de solución de yodo 0,062N, 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: 1 centímetro cúbico de la solución de yodo equivale a 0,001 de gramo de azufre.

Soluciones necesarias.

Solución de acetato de cadmio.—Se disuelven 25 gramos de acetato de cadmio en 1.000 centímetros cúbicos de agua.

Solución de yodo 0,062N.—Se disuelven 7,928 gramos de yodo resublimado y 25 gramos de yoduro potásico en 1.000 centímetros cúbicos de agua. Se determina el factor de la solución, valorándola frente a la de tiosulfato 0,1N utilizada en la valoración.

Solución de tiosulfato sódico 0,1N.—En un matraz aforado de 1 litro se disuelven 25 gramos de  $S_2O_3Na_2 \cdot 5H_2O$  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 vierten sobre 250 centímetros cúbicos de agua hirviendo 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 de gramo de yoduro potásico y se agita hasta disolver esta sal.

8.17. 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 de azufre al estado de sulfuro, de acuerdo con lo indicado en 8.16, o realizar la determinación de azufre total por el método que sigue:

Se trata 1 gramo de cemento en un vaso de vidrio de forma alta, de 150 centímetros cúbicos, con una mezcla de 50 centímetros cúbicos de agua y 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 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 mediante el papel de yoduro potásico y almidón. Se filtra y se lava con agua caliente.

El filtrado, cuyo volumen debe ser de unos 250 centímetros cúbicos, se lleva a ebullición, se añaden con una pipeta gota a gota y agitando 20 centímetros cúbicos de solución hirviendo del cloruro de bario al 10 por 100 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 eliminación de los cloruros.

Se pasa el filtro con el precipitado a un crisol previamente pesado, se calcina entre  $900^\circ$  y  $1.000^\circ$  C y se pesa. El peso del sulfato bórico encontrado, multiplicado por 0,1374, da el peso de 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.

8.18. AGUA Y BIXIDO DE CARBONO.

En las condiciones usuales del ensayo de pérdida al fuego (8.2), 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 bióxido de carbono en muestras distintas siguiendo las siguientes técnicas:

8.18.1. Agua.

Para esta determinación se utilizará un tubo especial llamado de Penfield (fig. 8.18.1) de las siguientes características:



Fig. 8.18.1

Longitud total, 200 milímetros; diámetro, 8 milímetros. El extremo cerrado está constituido por una bola de 20 milímetros de diámetro, y a unos 50 milímetros 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 entre  $105^\circ$  y  $110^\circ$  C. Una vez frío se pesa.

Mediante un embudo capilar se introduce en la bola terminal una cantidad de cemento del orden de 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, en 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 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 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 aquélla 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 entre  $105^\circ$  y

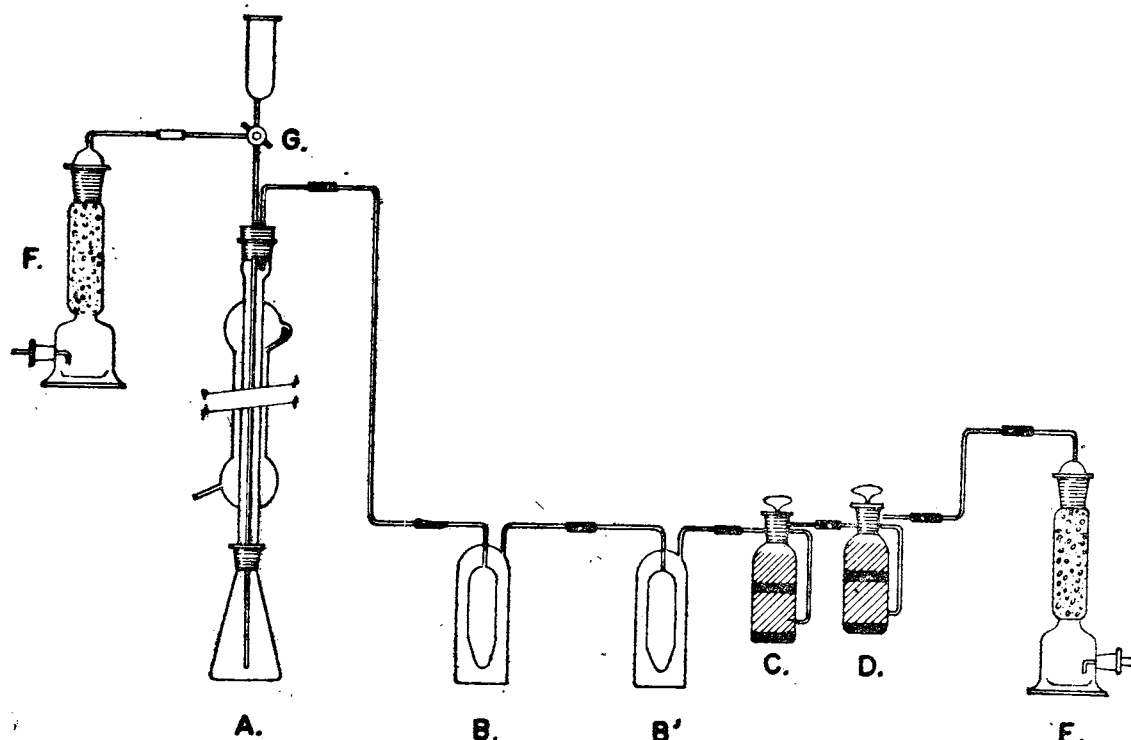


Fig. 8.18.2

110° C durante una hora. Déjese enfriar y pése. La diferencia entre esta pesada y la anterior da el contenido en agua de la muestra.

#### 8.18.2. Dióxido de carbono. Método I.

##### a) Aparato empleado.

En esta determinación se utilizará un aparato que se ajuste, en lo esencial, al esquema de la figura 8.18.2. Será muy conveniente el uso de uniones esmeriladas intercambiables siempre que sea posible. Dicho aparato constará de los siguientes elementos:

**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 cal sodada, destinada a fijar el anhídrido carbónico del aire aspirado.

**Frascos lavadores.**—Dos frascos lavadores, B y B', de 100 mililitros, para desecar los gases, por burbujeo, a través de 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 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 tampa 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  $\text{SO}_4\text{H}_2$  ( $d = 1,84$ ).

Cloruro cálcico anhidro.  $\text{Cl}_2\text{Ca}$ , 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, 5 gramos de cemento, y se le añaden 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 2 centímetros cúbicos de solución el 10 por 100 de sulfato de cobre.

Dispuesto el aparato tal y como se indica en la figura 8.18.2 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  $\text{CO}_2$  existente. Pasado este tiempo, se separan del aparato los frascos de absorción del bióxido 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 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 bióxido de carbono que se desprende en el ataque.

Cuando 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.

## 8.18.3. Dióxido de carbono. Método II.

## a) Aparato empleado.

En esta determinación se podrá utilizar un calcímetro gravimétrico que se ajuste, en lo esencial, al esquema de la figura 8.18.3.

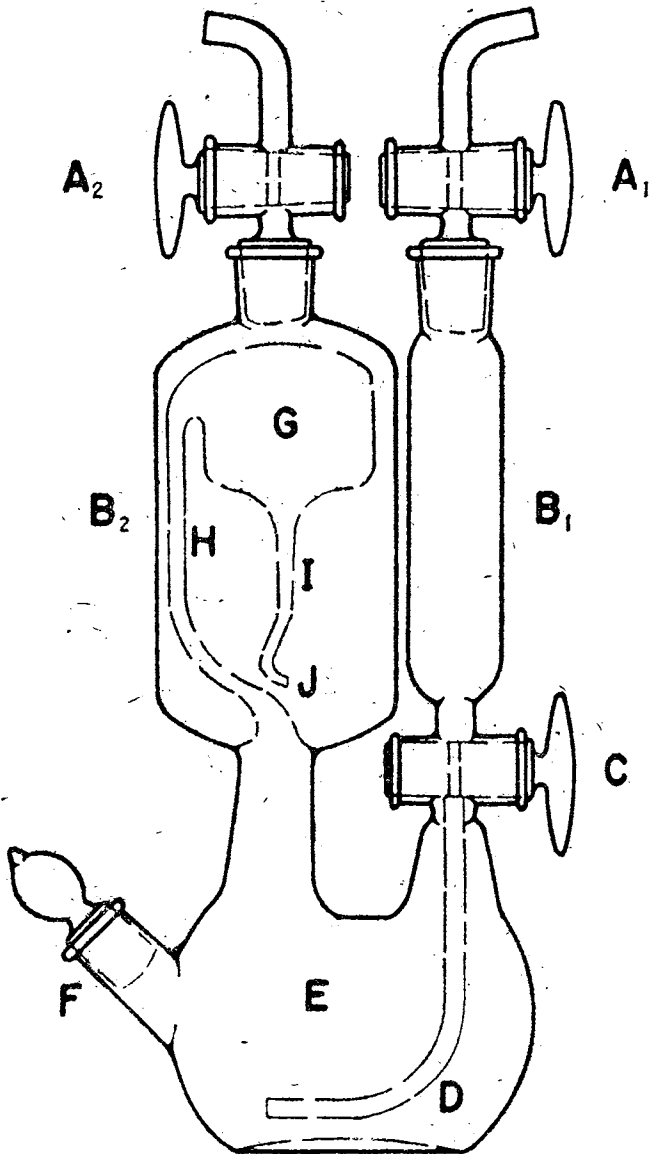


Fig. 8.18.3

El aparato es de vidrio y consta de un pequeño matraz, E, con sus accesorios. El aparato va provisto de dos tubos angulares con sendas llaves de paso, A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub>, y ajustes esmerilados intercambiables que se adaptan a las embocaduras situadas en la parte superior de los cuerpos B<sub>1</sub> y B<sub>2</sub>. Estos van soldados al bulbo del matraz, E. El B<sub>1</sub>, a través de la llave de paso, C, se prolonga hacia el interior del matraz por medio de un tubo estrecho y curvado, D, que queda muy próximo al fondo.

El cuerpo B<sub>2</sub> contiene en su interior una campana de vidrio, G, comunicada con el matraz, E, por el tubo, H, y prolongada hacia abajo por el tubo I, abierto en su extremo, J.

Por último, el bulbo del matraz va provisto de una boca, F, con cierre de tapón esmerilado.

Con el aparato se conectan por los tubos con llave A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub> sendos tubos de absorción para la retención de la humedad del aire de arrastre y de la atmósfera exterior, respectivamente.

## b) Reactivos necesarios.

Cloruro cálcico anhidro para los tubos de absorción.  
 Acido sulfúrico concentrado (d:1,84).  
 Acido clorhídrico (disolución 1:4).

## c) Procedimiento operatorio.

El matraz, con sus accesorios, se lava, enjuaga y seca interiormente mediante una corriente de aire caliente y seco, y, finalmente, se deseca en una estufa entre 105 y 110° C durante el tiempo preciso y se deja enfriar en un desecador. Una vez frío y con la llave C cerrada, se pone en el interior del cuerpo B<sub>1</sub> ácido clorhídrico de concentración (1:4) y en el cuerpo B<sub>2</sub> ácido sulfúrico concentrado en cantidad que, aproximadamente, ocupe de un tercio a un medio de la altura total de dicho cuerpo. Se colocan los tubos con las llaves A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub>, se cierran las llaves y se deja el conjunto en la caja de la balanza durante treinta minutos.

Al cabo de este tiempo se abren durante un instante las llaves A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub>, se vuelven a cerrar y se pesa el matraz, utilizando otro igual como tara si la balanza es de dos platos. Se pesa aparte y de manera aproximada una cantidad de cemento previamente de secado entre 105° y 110° C hasta peso constante, muy poco superior a la necesaria para la determinación (en general, medio gramo). Se introduce el cemento en el matraz por la boca F, y volviendo a cerrar ésta de nuevo en las mismas condiciones anteriores. La diferencia entre esta pesada y la procedente del matraz corresponde a la cantidad de muestra utilizada en el ensayo.

Una vez asegurados todos los ajustes se abren las llaves A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub> y a continuación la C, haciendo que pase el ácido clorhídrico de B<sub>1</sub> al matraz.

Se produce entonces el ataque de la muestra de cemento y comienza el desprendimiento de CO<sub>2</sub>. El gas que sale por el tubo I (la llave C se encuentra ya cerrada) se ve obligado a salir por el orificio J borboteando a través del ácido sulfúrico de B<sub>2</sub> y saliendo finalmente por A<sub>2</sub>. La campana G sirve para evitar que el ácido sulfúrico de B<sub>2</sub> pueda pasar al matraz E, por succión al enfriarse éste; al mismo tiempo retiene en su parte externa las eventuales partículas líquidas arrastradas por el CO<sub>2</sub> desprendido. La humedad de éste es retenida por el ácido sulfúrico, de forma que por A<sub>2</sub> sólo escapa el dióxido de carbono.

Una vez producido el desprendimiento del CO<sub>2</sub> en frío, se calienta suavemente el matraz sobre una placa calefactora hasta completar el ataque de la muestra, ayudando con ello a la eliminación del gas.

Se retira el matraz del baño y se deja enfriar. Una vez frío se conectan con uniones de caucho flexibles y estancas a las llaves A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub> los tubos de absorción con cloruro cálcico. Mediante vacío, o con una pera de goma, se hace pasar aire por A<sub>2</sub> a través del matraz, previa apertura de las llaves A<sub>1</sub>, C y A<sub>2</sub>, con lo cual se expulsan los posibles restos de CO<sub>2</sub>.

Se guarda el matraz en un desecador, se deja después en la caja de la balanza durante treinta minutos y se vuelve a pesar como al principio. La diferencia de esta pesada con la anterior es el peso del dióxido de carbono desprendido, contenido en el peso de la muestra de cemento utilizada.

El doble de este peso es muy aproximadamente igual al peso de la suma de carbonato cálcico y de carbonato magnésico contenido en la muestra de cemento.

El peso de carbonatos en conjunto así determinado y expresado en tanto por ciento debe sumarse al tanto por ciento hallado para el residuo insoluble, para tener el tanto por ciento total de materias inertes contenidas en el cemento.

## 8.19. CAL LIBRE.

## a) Preparación de la muestra.

La muestra se pulverizará, en un mortero de ágata, hasta conseguir que toda ella pase a través del tamiz 0.063 UNE 7050.

## b) Procedimiento operatorio.

Se pesa 1 gramo de cemento, pulverizado como se ha indicado anteriormente, en un matraz, de 250 centímetros cúbicos de capacidad que esté perfectamente seco. Se añade, poco a poco y agitando el matraz durante el proceso del vertido, 50 centímetros cúbicos de etilenglicol. Se tapa el matraz con un tapón de goma y la mezcla así preparada se mantiene durante treinta minutos a la temperatura de 70°-75° C, con agitación constante. Se recomienda a tal fin el uso de una pequeña estufa provista de placa de calefacción eléctrica que permita mantener el matraz a la temperatura indicada y el uso de un agitador magnético.

Pasado el tiempo indicado, se saca el matraz de la estufa y en caliente se filtra el líquido a través de un Büchner, cuyo papel de filtro ha sido previamente humedecido con etilenglicol o alcohol absoluto, recogiendo el filtrado en un matraz de 300 centímetros cúbicos de capacidad. Terminada la filtración



se lavará el papel de filtro con tres fracciones de 10 centímetros cúbicos de alcohol absoluto. Se valorará el filtrado y los líquidos de lavado en el mismo matraz en el que se han recogido, con disolución 0,1N de ácido clorhídrico, utilizando como indicador tres gotas de azul de bromofenol, hasta viraje del indicador.

Multiplicando el valor del equivalente en óxido cálcico de la solución 0,1N de ácido clorhídrico empleado en la valoración, por el número de centímetros cúbicos totales gastado, de ácido clorhídrico, se obtendrá la cantidad de cal libre de la muestra analizada.

#### c) Reactivos.

Etilenglicol puro, de densidad 1,110, neutro y exento de agua. Solución 0,1N de ácido clorhídrico.

Solución alcohólica de azul de bromofenol. Se disuelven 0,04 gramos de azul de bromofenol en 100 centímetros cúbicos de alcohol absoluto.

### 8.20. CALOR DE HIDRATACION.

#### 8.20.1. Objeto.

Este método tiene por objeto medir la cantidad de calor, expresada en cal/g., desprendida durante la hidratación de los cementos.

#### 8.20.2. Fundamento del método.

El método está basado y consiste esencialmente en la medida de los calores de disolución en una mezcla ácida del cemento anhidro y del cemento hidratado en unas condiciones de hidratación bien definidas y durante plazos de tiempo preestablecidos.

Las condiciones de hidratación, arbitrariamente elegidas, son las siguientes:

- Utilización de pastas puras de cemento.
- Relación agua/cemento (a/c) en las pastas = 0,4.
- Temperatura constante de 20° durante toda la duración de la hidratación.

#### 8.20.3. Definición.

El calor de hidratación para cada plazo es la diferencia entre el calor de disolución del cemento anhidro y el del cemento hidratado durante dicho plazo.

#### 8.20.4. Campo de aplicación.

El método se puede aplicar a todos los tipos de cemento (portland, siderúrgicos, puzolánicos y con adiciones inertes). No obstante, la presencia en algunos tipos de cementos, como, por ejemplo, los puzolánicos y los siderúrgicos, con compuestos lentamente solubles y fácilmente oxidables, exige un procedimiento diferente al utilizado con los cementos portland, para el cálculo de la elevación corregida de la temperatura del calorímetro.

#### 8.20.5. Equipo necesario.

##### 8.20.5.1. Productos y materiales.

##### 8.20.5.1.1. Mezcla ácida.

El líquido calorimétrico está constituido por una mezcla de ácido nítrico  $\text{NO}_3\text{H}$ ,  $200 \pm 0,01\text{N}$  y ácido fluorhídrico FH de 50 por 100 de riqueza, para obtener las concentraciones siguientes (I):

$\text{NO}_3\text{H}$	1,95 N
FH	0,5 N

Se obtiene prácticamente la mezcla ácida 2,2 g. de FH 50 % a 100 g. de  $\text{NO}_3\text{H}$  2N (I).

Como las pequeñas variaciones en la concentración repercuten en la capacidad térmica del calorímetro, para evitar frecuentes determinaciones de esta constante es necesario preparar la mezcla ácida en cantidad suficiente para un gran número de ensayos; por ejemplo, de 40 a 50 litros cada vez.

La cantidad de ácido empleada, constante para todos los ensayos y pesada con la precisión de  $\pm 0,1$  g. ha de ser tal que el nivel del líquido quede aproximadamente 2 cm. por debajo de la boca del vaso calorimétrico.

##### 8.20.5.1.2. Óxido de cinc.

En la determinación del equivalente en agua del calorímetro se emplea óxido de cinc para análisis, sometido al tratamiento siguiente: se calientan de 40 a 50 g. de  $\text{ZnO}$  a  $950^\circ\text{C}$  durante una hora y se dejan enfriar en un desecador que contenga  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; se muele muy fino el óxido de cinc y se hace pasar

por un tamiz 0,16 UNE 7050. A continuación se guarda en un desecador.

Inmediatamente antes de determinar la capacidad térmica del calorímetro, el óxido así preparado se calienta a  $950^\circ\text{C}$  durante cinco minutos como máximo, se deja enfriar en un desecador hasta la temperatura ambiente y se pesa. La cantidad de  $\text{ZnO}$  empleada, pesada con la precisión de  $\pm 0,1$  mg., es la que permite que se cumpla la relación en peso:

$$\frac{\text{mezcla ácida}}{\text{ZnO}} = 60 \pm 1$$

##### 8.20.5.1.3. Cemento anhidro.

La muestra de cemento anhidro que se utiliza debe ser la misma de la recepción; después de haber sido cuidadosamente homogeneizada.

##### 8.20.5.1.4. Cemento hidratado.

En una cápsula se mezclan energicamente durante tres minutos, de forma manual por medio de una espátula, o mecánicamente, mediante un agitador apropiado,  $100 \pm 0,1$  g. de cemento anhidro con  $40 \pm 0,1$  g. de agua destilada y a la temperatura ambiente.

Se introduce la pasta así obtenida en unos tubos cilíndricos de vidrio o de plástico (a razón de dos por plazo), de manera que cada uno contenga de 15 a 20 g. de material. Los tubos de vidrio se cierran con un tapón y parafina u otra sustancia similar, mientras que los tubos de plástico se pueden cerrar por soldadura.

Los recipientes se conservan en posición horizontal, en un baño termostático mantenido a una temperatura de  $20^\circ \pm 0,2^\circ\text{C}$ .

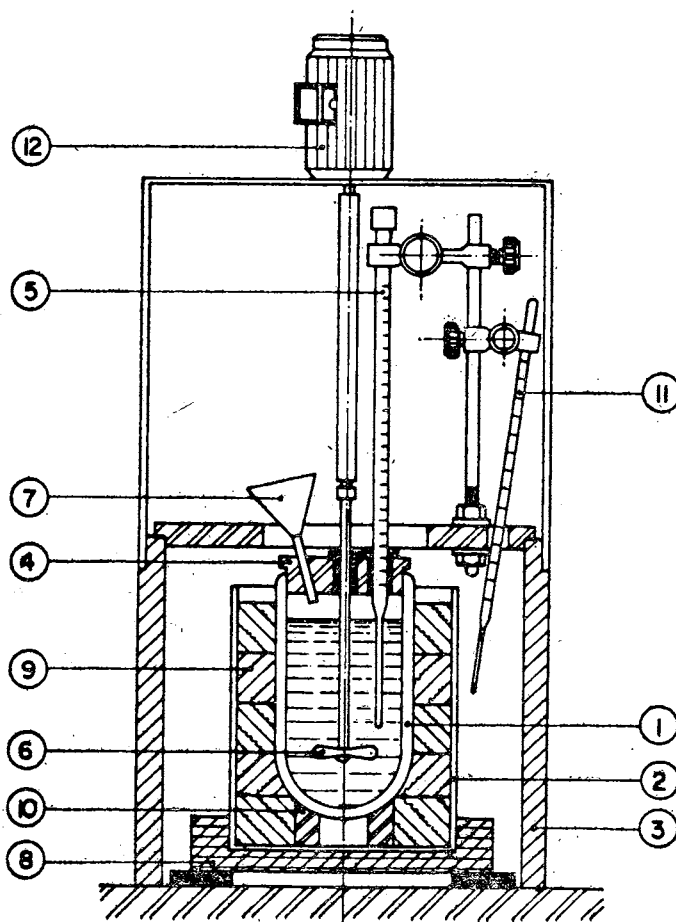


Fig. 8.20

##### 8.20.5.2. Instrumentos y aparatos.

##### — Calorímetro.

El calorímetro corresponde esencialmente al esquema de la figura 8.20. Consiste en un reactor constituido por un vaso Dewar (1) colocado dentro de un recipiente aislado térmicamente (2), instalado a su vez en el interior de una caja de material aislante (por ejemplo, madera o plástico) (3).

El tapón de material aislante (corcho o plástico) (4) que cierra el vaso está provisto de tres orificios para la introducción de un termómetro (5), de una varilla agitadora (6) y de un embudo (7) para la introducción de la muestra.

La superficie interna del vaso Dewar, la parte del termómetro mojada por el líquido calorimétrico y eventualmente la parte inferior del tapón deben estar protegidas contra el ataque del ácido fluorhídrico, mediante un revestimiento especial constituido por un barniz antiácido, o cera virgen.

El calorímetro va provisto de:

I) Un aislamiento que le protege de las eventuales variaciones de temperatura del exterior:

i) Preferentemente por total introducción del vaso calorimétrico (incluida su tapa) en un baño termostático en el que la temperatura se estabiliza a  $\pm 0,05^\circ\text{C}$ .

ii) A falta de ello, por introducción del calorímetro en un recipiente lleno de capas de materiales poco conductores del calor (por ejemplo, corcho, poliestireno, etc.), mantenido en un lugar donde las variaciones de temperatura sean mínimas.

El sistema de aislamiento, cualquiera que sea, debe contener un soporte que permita inmovilizar el calorímetro, si bien con la posibilidad de separar éste fácilmente.

II) Un medidor de temperatura. La medida de la temperatura en el calorímetro se efectúa bien por medio de un termómetro de tipo Beckmann que tenga una escala de  $5^\circ$  a  $6^\circ\text{C}$  con subdivisiones de  $0,01^\circ\text{C}$ , o bien mediante otros aparatos de medida, de precisión igual o superior, como por ejemplo los termopares. Eventualmente se debe leer la temperatura con ayuda de dispositivos auxiliares, tales como lupa, catetómetro, amplificador, registrador hasta de milésimas de grado, etc.

El dispositivo del termómetro Beckmann o el termopar deben estar situados, por lo menos, 4 cm. por debajo del nivel del líquido en el calorímetro. El cero del termómetro se regula de forma que el límite superior de la escala se aproxime a la temperatura ambiente o a la temperatura del termostato.

III) Un embudo. La muestra se introduce en el vaso calorimétrico por medio de un embudo de plástico que sobresale unos 5 ó 6 cm. por la parte inferior del tapón. Este embudo se cierra con otro tapón durante la determinación.

IV) Un agitador. Debe ser de material plástico no atacable por la mezcla ácida. Las dos paletas del agitador se deben situar lo más cerca posible del fondo del vaso. El motor (12), eventualmente provisto de un reductor, debe dar al agitador una velocidad de rotación de 400 a 500 rpm. La velocidad debe ser constante en todas las determinaciones.

- Balanzas.
- Una analítica con sensibilidad de 0,1 mg.
- Otra que permita pesar 2 Kg. con una sensibilidad de 0,1 g.
- Un horno de mufla regulable a  $950 \pm 25^\circ\text{C}$ .
- Dos crisoles de platino con una capacidad de 20 ml. cada uno.
- Un desecador que contenga pentóxido de fósforo.
- Cápsulas para la mezcla o amasado del cemento anhidro con el agua.
- Espátulas para efectuar dicha operación.
- En sustitución de las cápsulas, una amasadora o mezcladora mecánica.
- Recipiente de plástico (o de vidrio) para conservar la pasta hidratada.
- Taponés de caucho o corcho para los recipientes de vidrio.
- Parafina o similar para los taponés de corcho.
- Un baño termostático para la conservación de las muestras de cemento hidratado.
- Un mortero o molino para triturar las muestras de cemento hidratado.
- Tamices con luces de malla de 0,150 mm. y 0,600 mm.
- Un cronómetro graduado en segundos para realizar las lecturas de las temperaturas a los tiempos prescritos.

#### 8.20.6. Procedimiento operatorio.

##### 8.20.6.1. Determinación de la capacidad técnica del calorímetro.

Esta determinación se efectúa a partir de la disolución de la muestra de óxido de cinc calcinada, en la mezcla ácida prescrita.

Esta mezcla se obtiene pesando en el vaso calorimétrico las cantidades de  $\text{FH } 50\%$  y  $\text{NO}_3\text{H } 2\text{N}$  indicadas en el apartado 8.20.5.1.1, previamente puestos a una temperatura de  $0,5^\circ\text{C}$  por debajo del límite inferior de la escala del termómetro (en la práctica, de  $5^\circ$  a  $6^\circ\text{C}$  por debajo de la temperatura ambiente). Se deberá enfriar la mezcla ácida a una temperatura tal que, después de la reacción de disolución, la temperatura del ca-

lorímetro sea inferior a la temperatura ambiente en más de  $0,5^\circ\text{C}$ .

La determinación se divide en las siguientes fases:

a) Agitación preliminar de la mezcla ácida durante un tiempo de cuarenta y cinco a sesenta minutos.

b) Período previo, de quince minutos de duración, para la determinación de la constante de dispersión. Cuando el líquido calorimétrico alcanza una temperatura aproximada al valor correspondiente al cero de la escala del termómetro, se pone en marcha el cronómetro y se anota la temperatura inicial ( $T_{-15}$ ).

c) Introducción de la muestra: después de quince minutos se anota la temperatura ( $T_0$ ), determinada por extrapolación de las lecturas  $T_{-4}$  a  $T_{-1}$ , y se introduce la muestra en el calorímetro.

d) Período de disolución, de treinta minutos de duración. Después de los treinta minutos se considera completa la disolución y se anota la temperatura ( $T_{30}$ ).

e) Período posterior, de quince minutos de duración. Al término del mismo se anota la temperatura final ( $T_{45}$ ).

Para reducir los errores de lectura, las temperaturas  $T_{-15}$ ,  $T_{30}$  y  $T_{45}$ , que caracterizan la determinación, se establecen calculando la media de cinco lecturas diferentes tomadas a intervalos de un minuto, antes y después del tiempo considerado, es decir, a  $T_{1-2}$ ,  $T_{1-1}$ ,  $T_1$ ,  $T_{1+1}$  y  $T_{1+2}$ . El valor de  $T_0$  se calcula por extrapolación analítica de la función  $T = f(t)$  en el intervalo  $T_{-4}$  a  $T_{-1}$ , como ya queda indicado.

Así, pues, el comienzo efectivo de las lecturas de temperatura deberá tener lugar diecisiete minutos antes de la introducción de la muestra en el calorímetro, y la última lectura tendrá lugar cuarenta y siete minutos después de dicha introducción, siendo la duración total de la determinación de sesenta y cuatro minutos.

##### 8.20.6.1.1. Cálculo de la constante de dispersión K y de la capacidad térmica C.

Las medidas termométricas permiten calcular:

a) La elevación corregida de la temperatura  $T_c$ :

$$T_c = (\bar{T}_{30} - \bar{T}_0) - 2(\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30})$$

siendo  $\bar{T}_{30}$  y  $\bar{T}_{45}$  los valores medios de cinco medidas hechas a intervalos de un minuto, como queda indicado.

b) La constante de dispersión K ( $^\circ\text{C}/15\text{m}^\circ\text{C}$ ):

$$K = \frac{(T_0 - \bar{T}_{15}) - (\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30})}{(\bar{T}_{30} - \bar{T}_0)}$$

c) La capacidad térmica C ( $\text{cal}/^\circ\text{C}$ ):

$$C = \frac{P}{T_c} 257,39 + 0,12(t - t_r) + 0,087(30 - t_r)$$

fórmula en la que:

P = Peso de ZnO (g);

257,39 = calor de disolución del ZnO a  $30^\circ\text{C}$  ( $\text{cal}/\text{g}$ );

0,12 = calor específico del ZnO ( $\text{cal}/\text{g}^\circ\text{C}$ );

-0,087 = coeficiente de temperatura del calor de disolución del ZnO ( $\text{cal}/\text{g}^\circ\text{C}$ );

t = temperatura del ZnO en el momento de su introducción en el calorímetro ( $^\circ\text{C}$ );

$t_r$  = temperatura al final del período de disolución ( $\bar{T}_{30}$  + temperatura correspondiente al cero del termómetro grados centígrados).

##### 8.20.6.1.2. Límites de aceptabilidad de los resultados.

La capacidad térmica C y la constante de dispersión K deben ser las medidas de los resultados de cuatro determinaciones, y se deben expresar con dos y cuatro cifras decimales, respectivamente.

Sus desviaciones estándar no pueden exceder: de  $1 \text{ cal}/^\circ\text{C}$  la de C, y de  $0,001^\circ\text{C}/15\text{m}^\circ\text{C}$  la de K.

En el caso de que se encuentren valores superiores, es preciso repetir aquellas determinaciones cuyos resultados se separen de la media en más de una vez el valor de la desviación estándar.

Se deben determinar de nuevo la capacidad térmica y la constante de dispersión, cada vez que se hagan modificaciones en el aparato, y cuando se cambie la mezcla ácida.

## 8.20.6.2.1. Calor de disolución del cemento anhidro.

La composición y la cantidad de la mezcla ácida utilizada son las mismas que para la determinación de la capacidad térmica (apartado 8.20.6.1). La temperatura de esta mezcla debe ser tal que la temperatura ácida en el termómetro Beckmann después de cuarenta y cinco a sesenta minutos de agitación, sea próxima a la correspondiente al cero del mismo. La cantidad de muestra de cemento anhidro que hay que pesar (con una precisión de 0,1 mg.) es la que permite que se cumpla la relación en peso:

$$\frac{\text{Mezcla ácida}}{\text{Cemento anhidro}} = 140 \pm 1$$

Se distinguen dos casos, según se trate de cementos portland, o de cementos puzolánicos, siderúrgicos u otros de disolución lenta.

## 8.20.6.2.1.1. Cementos portland.

a) Agitación preliminar de la mezcla ácida durante un tiempo de cuarenta y cinco a sesenta minutos. Después de este período se toman las temperaturas siguientes:

$$\bar{T}_0, \bar{T}_{30} \text{ y } \bar{T}_{45}$$

b) Introducción de la muestra. Cuando la temperatura del líquido calorimétrico está próxima a la correspondiente al cero de la escala del termómetro, se toma la temperatura  $\bar{T}_0$ , se pone en marcha el cronómetro y se introduce la muestra.

c) Período de disolución, con duración de treinta minutos.

Al cabo de este tiempo se toma la temperatura  $\bar{T}_{30}$ .

d) Período posterior, con duración de quince minutos. Al

cabo de este tiempo se mide la temperatura  $\bar{T}_{45}$ , tal como se describe en dicho apartado.

## 8.20.6.2.1.2. Cementos puzolánicos, siderúrgicos y otros de disolución lenta.

a) Agitación preliminar de la mezcla ácida durante un tiempo de cuarenta y cinco a sesenta minutos. Después de este período se toman las temperaturas siguientes:

$$\bar{T}_{-15}, \bar{T}_0 \text{ y } \bar{T}_{30}$$

b) Período previo, con duración de quince minutos. Cuando la temperatura del líquido calorimétrico está próxima a la correspondiente al cero de la escala del termómetro y se toma la temperatura  $\bar{T}_{-15}$ .

c) Introducción de la muestra. Al término de los quince minutos del período previo se mide la temperatura  $\bar{T}_0$  y se introduce la muestra, tal como se describe en dicho apartado.

d) Período de disolución, con duración de treinta minutos

Al cabo de este período se mide la temperatura  $\bar{T}_{30}$ .

Para reducir al mínimo los errores de lectura, también en este caso del cemento anhidro se siguen las prescripciones señaladas en el apartado 8.20.6.1.

## 8.20.6.2.1.3. Determinación de la pérdida al fuego de la muestra anhidra.

Para referir el peso de la muestra hidratada a las condiciones iniciales es necesario determinar la pérdida al fuego de la muestra anhidra. Esta determinación se hace por duplicado, sobre muestras de 2 g., utilizando crisoles de platino. Se calcinan las muestras a 950° C durante una hora y se dejan enfriar después en un desecador con  $P_2O_5$  hasta que alcancen la temperatura ambiente. Se pesan rápidamente. La diferencia máxima entre los resultados de las dos determinaciones debe ser de 0,1 por 100. La pérdida al fuego es la media de los resultados de ambas determinaciones.

## 8.20.6.2.1.4. Cálculo del calor de disolución.

A base de las lecturas termométricas tomadas según se indica en 8.20.6.2.1.2, se calcula  $T_0$  según las fórmulas siguientes:

a) Para cementos portland:

$$T_0 = (\bar{T}_{30} - T_0) - 2(\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30}) \quad (4)$$

b) Para cementos puzolánicos, siderúrgicos y otros de disolución lenta:

$$T_0 = (\bar{T}_{30} - T_0) - 2(T_0 - \bar{T}_{15}) - K(\bar{T}_{30} - T_0) \quad (5)$$

## 8.20.6.2.1.4.2. Calor de disolución.

El calor de disolución del cemento anhidro  $Q_a$  se calcula por la fórmula:

$$Q_a = \frac{C T_0}{P} + 0,2(t_f - t) + 0,2(t_f - 20) \quad (6)$$

en la que:

$Q_a$  = calor de disolución del cemento anhidro (cal/g)

$C$  = capacidad térmica del calorímetro.

$T_0$  = elevación corregida de temperatura (°C).

$P$  = peso del cemento anhidro (g).

$t_f$  = temperatura al final del período de disolución del ce-

mento anhidro ( $\bar{T}_{30}$  + temperatura correspondiente al cero del termómetro). (°C)

$t$  = temperatura del cemento anhidro al introducirlo en el calorímetro (°C).

0,2 = calor específico del cemento anhidro (cal/g° C).

- 0,2 = coeficiente de temperatura del calor de disolución del cemento anhidro (cal/g° C).

El último término de la expresión se introduce para referir a la temperatura de 20° C el valor del calor de disolución del cemento anhidro.

## 8.20.6.2.2. Calor de disolución del cemento hidratado.

Se extrae del recipiente la muestra de cemento hidratado y se muele rápidamente en un mortero (D), de forma que la totalidad de la muestra pase a través de un tamiz de 0,63 UNE 7.050. La operación, en su conjunto, no debe durar más de quince minutos, para evitar el contacto del aire con la muestra.

Del polvo obtenido se toman las tres muestras necesarias para la determinación calorimétrica y la de la pérdida al fuego. La cantidad de muestra hidratada necesaria para determinar su calor de disolución será superior a la de la muestra anhidra en un 40 por 100 del peso de ésta. Su pesada se deberá hacer con una precisión del orden de 0,01 por 100.

En lo concerniente al resto de las operaciones preliminares se opera de la misma forma que en el caso del cemento anhidro, tal como se indica en el apartado 6.2.1.1.

Se procede a continuación de acuerdo con lo indicado en el apartado 8.20.6.2.1.1, teniendo cuidado de efectuar muy rápidamente las operaciones de pesada de las muestras, a fin de evitar la absorción de agua o de  $CO_2$  por parte de las mismas.

Una vez pesada la muestra para la disolución, debe ser mantenida en un recipiente herméticamente cerrado durante no más de cincuenta minutos después de efectuada la pesada.

El final de período de conservación de la pasta hidratada debe diferir del comienzo de la disolución en menos de ± treinta minutos.

## 8.20.6.2.2.1. Determinación de la pérdida al fuego de la muestra hidratada.

Se procede como en 8.20.6.2.1.3, teniendo en cuenta también en este caso la rapidez con que debe ser hecha la pesada.

La calcinación del cemento hidratado, a 950° C y durante una hora, para determinar su pérdida al fuego, debe ir precedida de una desecación en estufa a 105°-110° C durante media hora, con objeto de evitar durante la calcinación posibles pérdidas de material proyectado por trepidación, dado el contenido de agua de la pasta hidratada.

## 8.20.6.2.2.2. Cálculo del calor de disolución de la muestra hidratada.

## 8.20.6.2.2.2.1. Elevación corregida de temperatura.

Se procede conforme a lo indicado para el cemento anhidro en 8.20.6.2.1.4.1.

## 8.20.6.2.2.2.2. Calor de disolución.

El calor de disolución del cemento hidratado  $Q_h$  se calcula por la fórmula:

$$Q_h = \frac{C \cdot T_0}{P \cdot F (PF)} + 0,4 (t_f - t) + 0,3 (t_f - 20)$$

en la que:

$Q_h$  = calor de disolución del cemento hidratado (cal/g).

$C$  = capacidad térmica del calorímetro (ver 6.1).

$T_0$  = elevación corregida de temperatura ( $^{\circ}C$ ).

$P$  = peso del cemento hidratado (g).

$t_f$  = temperatura al final del periodo de disolución del ce-

mento hidratado ( $T_{30}$  + temperatura correspondiente al al cero del termómetro). ( $^{\circ}C$ )

$t$  = temperatura del cemento hidratado al introducirlo en el calorímetro ( $^{\circ}C$ ).

$$F(PF) = \frac{100 - \text{pérdida al fuego del cemento hidratado}}{100 - \text{pérdida al fuego del cemento anhidro}}$$

0,4 = calor específico del cemento hidratado (cal/ $g^{\circ}C$ ).

—0,3 = coeficiente de temperatura del calor de disolución del cemento hidratado (cal/ $g^{\circ}C$ ).

Para cada determinación de  $Q_h$  es preciso utilizar una nueva muestra de cemento hidratado, tomada de un recipiente distinto.

#### 8.20.6.2.3. Límite de aceptabilidad de los resultados.

Los calores de disolución del cemento anhidro y del cemento hidratado deben venir dados, en cada caso, por el valor medio de los resultados de dos determinaciones. La diferencia máxima admisible entre cada par de resultados es de 2 cal/g. Si la diferencia es mayor, se deberá repetir una tercera vez la determinación y eliminar el resultado que difiera de la media de los tres valores en más de 2 cal/g. En el caso en que haya que eliminar uno de los tres valores, se calcula la media con los dos restantes.

#### 8.20.6.3. Obtención y expresión de los resultados.

El calor de hidratación  $H_h$  del cemento a un determinado plazo (de días), expresado en cal/g, es la diferencia entre el calor de disolución del cemento anhidro  $Q_a$  y el del hidratado  $Q_h$  durante dicho plazo, expresados ambos en cal/g:

$$H_h = Q_a - Q_h$$

El calor de hidratación  $H_h$  se refiere a  $20^{\circ}C$  y a 1 h de cemento anhidro.

Se deben reseñar los datos y resultados relativos a cada determinación. Se consignarán las lecturas de las temperaturas, los pesos de las muestras para la determinación calorimétrica y para la de la pérdida al fuego, y el resultado final, así como las expresiones de los cálculos de los resultados intermedios.

#### 8.21. PUZOLANICIDAD.

Se toma un matraz Erlenmeyer de vidrio resistente a los álcalis y de 300 mililitros de capacidad. Se funde en su interior una cantidad adecuada de parafina de punto de fusión aproximado de  $60^{\circ}C$ , de forma que las paredes interiores y el fondo del matraz queden recubiertos de parafina, al solidificarse ésta por enfriamiento. Es preciso que la parafina del fondo forme una superficie lisa y horizontal, para lo cual la solidificación debe transcurrir mientras el matraz se apoya en una base nivelada. En lugar del matraz de vidrio recubierto de parafina se puede utilizar un matraz de plástico resistente a la temperatura del ensayo y a los álcalis del cemento.

Se vierten en el matraz 100 mililitros de agua destilada, medidos con una pipeta. Se mantiene el matraz con el agua, durante una hora, en una estufa regulada a  $40^{\circ}C$ .

Se añaden al matraz, mediante un embudo,  $20 \pm 0,01$  gramos del cemento que se va a ensayar. Se tapa el matraz con un tapón de goma o de corcho parafinado que ajuste perfectamente, y se agita con energía durante veinte segundos, evitando la formación de grumos en el fondo del matraz. Se cuidará especialmente de que todas las operaciones que se realizan fuera de la estufa no duren más de dos o tres minutos.

Se vuelve a mantener el matraz en la estufa durante siete días, asegurándose de que está situado sobre un plano hori-

zontal para que la capa de cemento que se sedimenta sea de un espesor uniforme.

Pasados los siete días, se filtra el líquido lo más rápidamente posible, utilizando para ello un crisol de placa filtrante. Se recoge el líquido filtrado en un matraz provisto de tapón esmerilado y se deja enfriar hasta la temperatura ambiente.

Mediante una pipeta de precisión, se toman 500 mililitros del líquido y se pasan a un vaso de precipitados. Se determina la alcalinidad total del líquido valorándolo con una disolución 0,1N de ácido clorhídrico y utilizando anaranjado de metilo como indicador.

La alcalinidad total se calcula y expresa en milimoles de OH por litro (mM OH/l) mediante la expresión:

$$\text{Alcalinidad total (mM OH/l)} = 1000 = \frac{A \cdot N \cdot f}{V} = 2Af$$

en la que

$A$  = milímetros de disolución 0,1N de ácido clorhídrico gastado en la valoración;

$N$  = normalidad del ácido clorhídrico empleado (0,1);

$f$  = factor del ácido clorhídrico empleado;

$V$  = Mililitros de líquido valorado (50).

Una vez alcanzado el punto final de la valoración, se determina la cal en el líquido. Para ello se alcaliniza ésta con unas gotas de amoníaco concentrado. Se calienta hasta ebullición y se precipita la cal añadiendo disolución de oxalato amónico al 5 por 100.

Se deja el vaso sobre un baño María durante quince minutos y se separa el precipitado por filtración. Se lava el filtro con el precipitado, utilizando para ello agua destilada fría.

Se separa el embudo del filtro con el precipitado y se adhiere desplegado, a la pared interior del vaso en el que se hizo la precipitación, de forma que se pueda arrastrar el precipitado con facilidad, mediante el chorro de un frasco lavador que contenga agua destilada caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso se añade agua destilada en ebullición, hasta completar un volumen de unos 200 mililitros.

Se agregan 10 mililitros de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta que se inicie la ebullición. Se determina la cal en el líquido valorando éste con una disolución 0,05N de permanganato potásico, hasta observar un color rosado persistente. Una vez logrado, se deja caer el filtro en el líquido y se sigue añadiendo disolución de permanganato hasta observar de nuevo la coloración rosada, persistente durante diez segundos.

Se calcula y expresa el contenido de cal del líquido en milimoles de CaO por litro (mM CaO/l) mediante la expresión:

$$\text{Cal (mM CaO/l)} = 20 \frac{V \cdot E}{0,056} = 357,143 \cdot V \cdot E$$

en la que

$V$  = mililitros de disolución 0,05 de permanganato potásico gastados en la valoración;

$E$  = equivalente en cal (CaO) de un mililitro de la disolución de permanganato empleada.

Los valores hallados para la alcalinidad total y para la cal, expresados en milimoles por litro, se llevan como abscisa (oblicua) y como ordenada (horizontal), respectivamente, al gráfico de FRATINI (fig. 8.21), en el cual determinan un punto.

Un cemento será considerado como puzolánico cuando el punto representativo del resultado de este ensayo de puzolanidad efectuado a la edad de siete días se sitúe por debajo de la curva del gráfico (curva de solubilidad de la cal—CaO— en presencia de álcalis). Por el contrario, cuando el punto representativo de este ensayo de puzolanidad efectuado a la edad de siete días se sitúe sobre la curva del gráfico o por encima de ella se realizará un nuevo ensayo manteniendo el matraz en la estufa durante veintiocho días. Cuando el segundo punto representativo quede por debajo de la curva el cemento se considerará puzolánico y, en caso contrario, no puzolánico.

#### 8.22. COMPOSICION POTENCIAL DE CEMENTO TIPO PORTLAND

La composición potencial de un cemento tipo portland, es decir, constituido exclusivamente a base de clinker y yeso, tiene por objeto expresar, de modo aproximado, la forma en que más probablemente se encuentran combinados los óxidos principales del clinker, determinados analíticamente, para formar silicatos, aluminatos y ferritos cálcicos.

ENSAYO DE PUZOLANICIDAD, SEGUN FRATINI

ALCALINIDAD TOTAL, MILIMOLES DE OH<sup>-</sup> POR LITRO

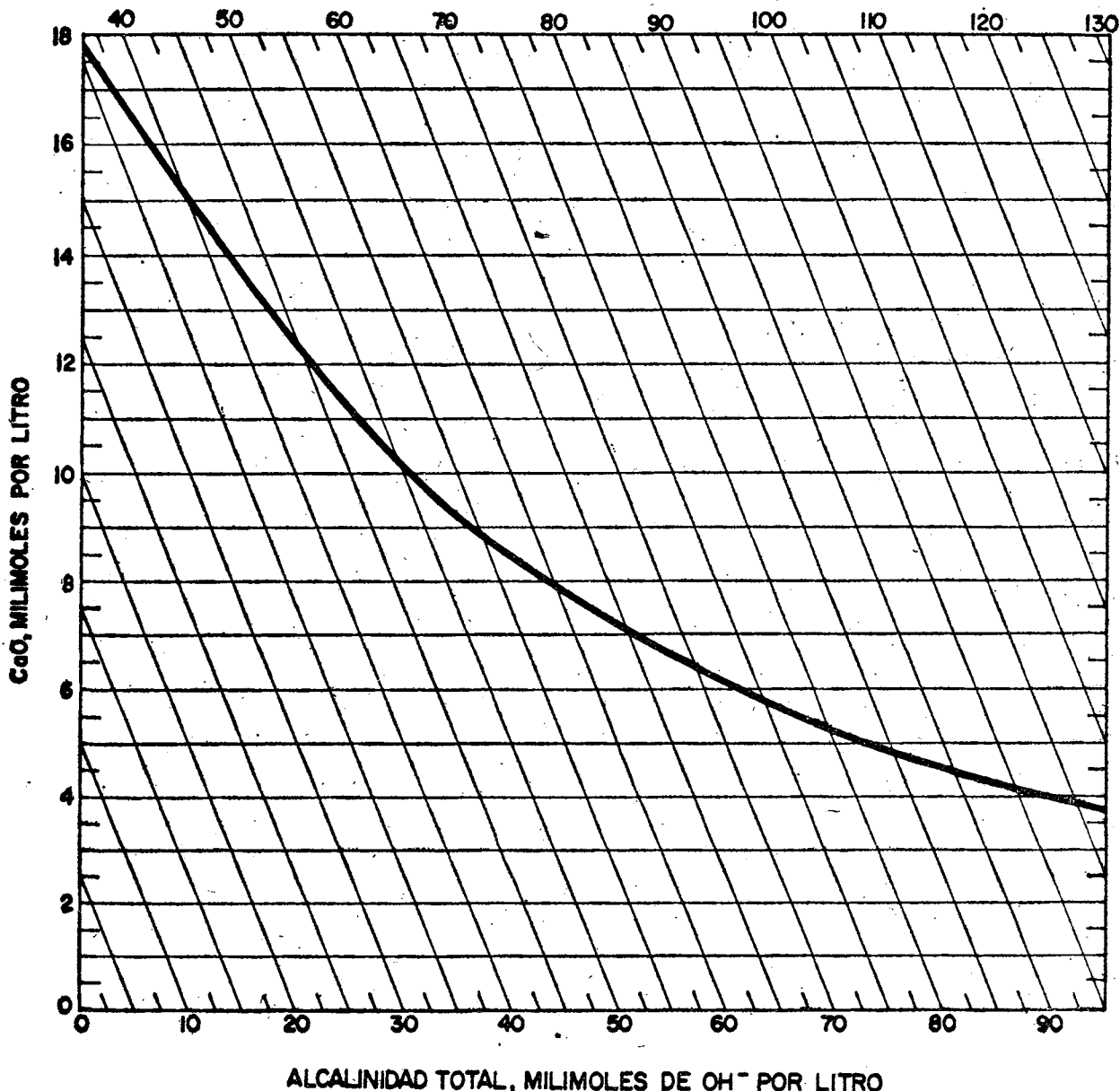


Fig. 8.21

El cálculo de la composición potencial prevé dos casos, según que el cemento portland al que se aplique la relación  $Al_2O_3:Fe_2O_3$  sea igual o mayor que 0,64, o menor que este valor.

Se emplea la notación abreviada siguiente:

- $C_3S$  = Silicato tricálcico ( $3CaO.SiO_2$ ).
- $C_2S$  = Silicato bicálcico ( $2CaO.SiO_2$ ).
- $C_3A$  = Aluminato tricálcico ( $3CaO.Al_2O_3$ ).
- $C_4AF$  = Ferritoaluminato tetracálcico ( $4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$ ).
- $C_2F$  = Ferrito bicálcico ( $2CaO.Fe_2O_3$ ).

Primer caso:  $Al_2O_3:Fe_2O_3 > 0,64$ .

En este caso se admite que los componentes potenciales del clinker del cemento son: silicato tricálcico  $C_3S$ , silicato bicálcico  $C_2S$ , aluminato tricálcico  $C_3A$  y ferritoaluminato tetracálcico  $C_4AF$ , y se calcula así:

$$C_3S\% = 4,07 CaO\% - (7,60 SiO_2\% + 6,72Al_2O_3\% + 1,43Fe_2O_3\% + 2,85SO_3\%).$$

$$C_2S\% = 2,87 SiO_2\% - 0,754 C_3S\%.$$

$$C_3A\% = 2,65 Al_2O_3\% - 1,69 Fe_2O_3\%.$$

$$C_4AF\% = 3,04 Fe_2O_3\%.$$

Para tener la composición total del cemento, a la suma de estos componentes potenciales hay que añadirle el sulfato cálcico  $CaSO_4\%$ , que se calcula así:

$$CaSO_4\% = 1,70 SO_3\%.$$

Y el resto de la composición del cemento, es decir, la suma de la pérdida al fuego%, el residuo insoluble%, el óxido magnésico  $MgO\%$  y los álcalis ( $Na_2O+K_2O$ )%, para que el conjunto sea igual o muy aproximadamente igual a 100%. El resto de la composición se puede expresar globalmente como tal, sin especificar, o bien en forma desglosada.

Segundo caso:  $Al_2O_3:Fe_2O_3 < 0,64$ .

En este caso se admite que los componentes potenciales del cemento son: silicato tricálcico  $C_3S$ , silicato bicálcico  $C_2S$  y disolución sólida de composición  $C_4AF+C_2F$  (ó  $C_6AF_2$ ). No figura entre los componentes el aluminato tricálcico  $C_3A$ . El cálculo se efectúa así:

$$C_3S\% = 4,07CaO\% - (7,60SiO_2\% + 4,48Al_2O_3\% + 2,86Fe_2O_3\% + 2,85SO_3\%).$$

$$C_2S\% = 2,87SiO_2\% - 0,754C_3S\%.$$

$$C_4AF+C_2F \text{ (ó } C_6AF_2\text{)}\% = 2,10Al_2O_3\% + 1,70Fe_2O_3\%.$$

Como en el primer caso, para tener composición total del cemento, a la suma de estos componentes hay que añadirle el sulfato cálcico  $\text{CaSO}_4$ %, que se calcula así:

$$\text{CaSO}_4\% = 1,70 \text{ SO}_3\%$$

y el resto de la composición del cemento, en forma global o desglosada, para que el conjunto sea igual o muy aproximadamente a 100%.

En ambos casos se pueden obtener resultados más aproximados a la realidad si se conoce el dato analítico de la cal libre del cemento portland. En tales circunstancias, esta cal libre figuraría como un sumando más del resto, y la cal tenida en cuenta en el cálculo de la composición potencial sería la cal combinada, es decir, la diferencia entre la cal total, determinada analíticamente y utilizada en los cálculos anteriores, y la cal libre, también determinada por análisis.

También en cualquier caso se utilizarán, para el cálculo del  $\text{C}_3\text{A}$ , valores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  determinados y expresados con aproximación de  $\pm 0,01$  por 100. Para el cálculo de los restantes componentes potenciales, los valores de los correspondientes óxidos se determinarán y expresarán con aproximación de  $\pm 0,1$  por 100. De igual manera, los valores calculados de  $\text{C}_3\text{A}$  y de la suma  $\text{C}_4\text{AF} + 2\text{C}_3\text{A}$  se expresarán con aproximación de  $\pm 0,1$  por 100. Los de los restantes componentes potenciales se expresarán con aproximación de  $\pm 1$  por 100.

### 8.23. MEDIDA DEL INDICE DE BLANCURA.

#### 8.23.1. Índice de blancura.

El índice de blancura de un cemento blanco se determina por la medida de su reflectancia luminosa direccional para la luz blanca ( $45^\circ/0^\circ$ ), que se define por la relación existente entre el flujo luminoso que refleja una probeta iluminada con luz incidente de  $45^\circ$  y observada en dirección normal a su superficie (ángulo cero) y el flujo reflejado, en análogas condiciones, por la superficie de una muestra patrón de óxido magnésico.

#### 8.23.2. Aparatos empleados.

##### 8.23.2.1. Fotocolorímetro.

Para la determinación de esta característica es preciso el uso de fotocolorímetros que permitan realizar el ensayo en las condiciones de iluminación y observación de la probeta, indicadas anteriormente.

##### 8.23.2.2. Molde para la preparación de aros de plomo.

En la figura 8.23 se representa el molde metálico que puede utilizarse para la preparación de los aros de plomo que constituyen el soporte de la probeta de cemento. El diámetro interior de los aros será adecuado para que la probeta cubra el orificio que recibe la iluminación. El diámetro exterior del aro de plomo será, como mínimo, cinco milímetros mayor que el diámetro interior. La altura del aro será de cinco milímetros.

##### 8.23.2.3. Prensa hidráulica.

Capaz de proporcionar la carga necesaria para que la probeta preparada tenga una densidad de  $1 \text{ gr/cm}^3$ .

##### 8.23.2.4. Dos chapas de aluminio.

De dos milímetros de espesor para colocar entre los platos de la prensa, que se utilizarán a modo de fondo y tapa del molde de la muestra a preparar.

#### 8.23.3. Muestra patrón.

Oxido magnésico en polvo en su calidad «Reactivo para análisis».

#### 8.23.4. Preparación de la muestra patrón.

Se pesa la cantidad necesaria, de acuerdo con el volumen a rellenar del aro de plomo, de forma tal que la muestra prensada tenga una densidad de  $1 \text{ gr/cm}^3$ . Sobre una de las chapas de aluminio se coloca el aro de plomo y en su interior se vierte el óxido magnésico. Se coloca encima la otra chapa de aluminio, y el conjunto así preparado se inserta entre los platos de la prensa. A continuación se aplica la presión, de forma gradual, hasta conseguir una probeta prensada, de buena manejabilidad.

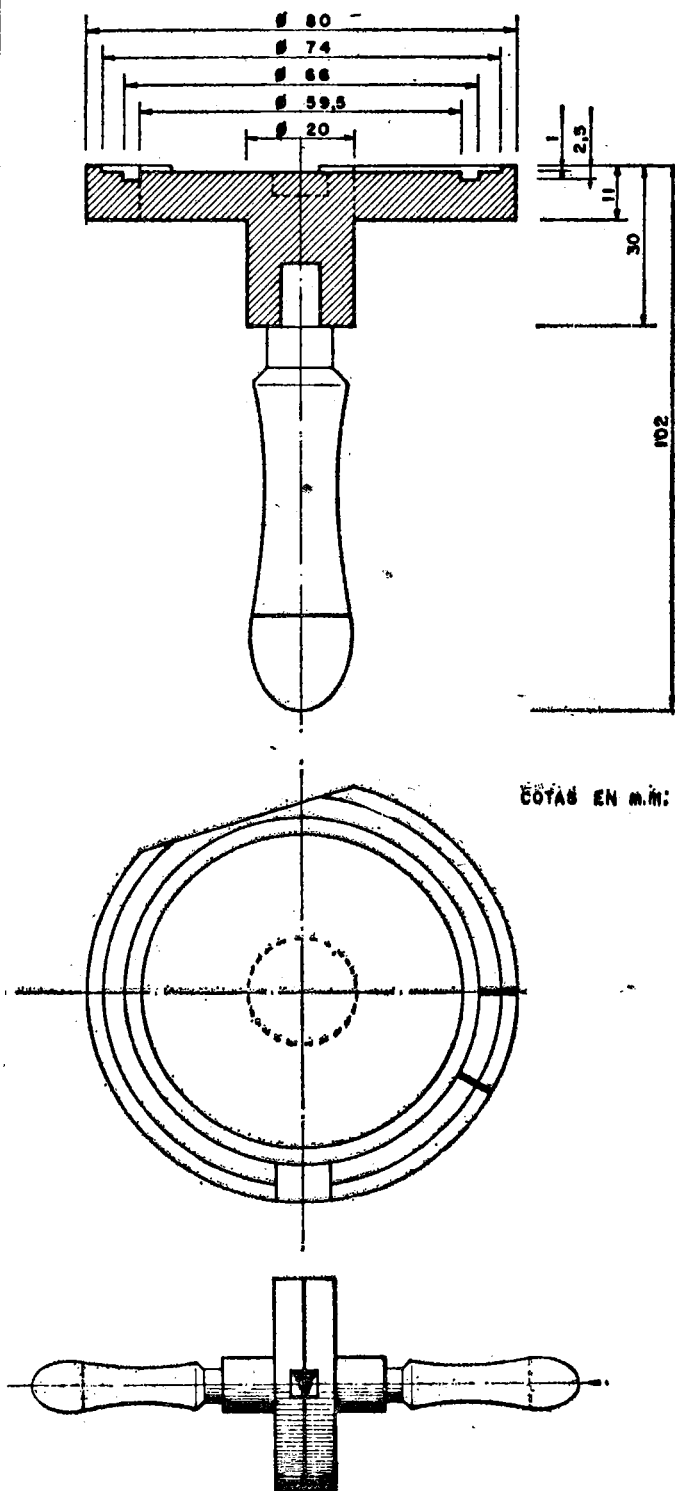


Fig. 8.23

#### 8.23.5. Preparación de la muestra de cemento.

Se empleará la misma técnica descrita en 8.23.4.

#### 8.23.6. Procedimiento operatorio.

Siguiendo las instrucciones de funcionamiento del fotocolorímetro, se calibrará el aparato a 100 con el valor que se obtenga para la medida de reflectancia de la muestra patrón. A continuación se hará una medida similar sobre la muestra problema, y el resultado obtenido da directamente, en tanto por ciento, el índice de blancura de la muestra ensayada.