

Marzo 1999

TÍTULO

Ensayos para determinar las propiedades químicas de los áridos

Parte 1: Análisis químico

Tests for chemical properties of aggregates. Part 1: Chemical analysis.

Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats. Partie 1: Analyse chimique.

CORRESPONDENCIA

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 1744-1 de marzo 1998.

OBSERVACIONES

Esta norma anula y sustituye a las Normas UNE 7-073 de julio 1954, UNE 7-082 de noviembre 1954, UNE 7-245 de abril 1971, UNE 83-124 EX de mayo 1990 y UNE 146500 de enero 1998.

ANTECEDENTES

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico AEN/CTN 146 *Áridos* cuya Secretaría desempeña ANEFA.

ICS 71.040.40; 91.100.20

Descriptor: **Árido, propiedad química, análisis químico, determinación, cloruro, sulfato, azufre, sulfito, compuesto orgánico, cal, solubilidad, pérdida al fuego.**

Versión en español

Ensayos para determinar las propiedades químicas de los áridos Parte 1: Análisis químico

Tests for chemical properties of
aggregates. Part 1: Chemical analysis.

Essais pour déterminer les propriétés
chimiques des granulats.
Partie 1: Analyse chimique.

Prüfverfahren für chemische
Eigenschaften von Gesteinskörnungen.
Teil 1: Chemische Analyse.

Esta norma europea ha sido aprobada por CEN el 1998-02-15. Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la norma europea como norma nacional.

Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales, pueden obtenerse en la Secretaría Central de CEN, o a través de sus miembros.

Esta norma europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada a la Secretaría Central, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Austria, Bélgica, Dinamarca, España, Finlandia, Francia, Grecia, Irlanda, Islandia, Italia, Luxemburgo, Noruega, Países Bajos, Portugal, Reino Unido, República Checa, Suecia y Suiza.

CEN
COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
SECRETARÍA CENTRAL: Rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles

ÍNDICE

	Página
ANTECEDENTES.....	6
1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN	7
2 NORMAS PARA CONSULTA	7
3 DEFINICIONES.....	8
4 REACTIVOS	8
5 APARATOS	14
6 REQUISITOS GENERALES PARA LOS ENSAYOS.....	22
7 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR EL MÉTODO DE VOLHARD (MÉTODO DE REFERENCIA)	23
8 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR POTENCIOMETRÍA (MÉTODO DE ALTERNATIVO).....	25
9 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR EL MÉTODO DE MOHR (MÉTODO ALTERNATIVO)	26
10 DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS SOLUBLES EN AGUA	27
11 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL EN AZUFRE.....	29
12 DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS SOLUBLES EN ÁCIDO	30
13 DETERMINACIÓN DE LOS SULFUROS SOLUBLES EN ÁCIDO.....	32
14 DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES QUE AFECTAN AL ESTADO DE LA SUPERFICIE DE LOS HORMIGONES	33
14.1 Análisis de la presencia de partículas reactivas de sulfuro de hierro.....	33
14.2 Determinación de contaminantes ligeros	33
15 DETERMINACIÓN DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS QUE AFECTAN AL FRAGUADO Y AL ENDURECIMIENTO DEL CEMENTO	35
15.1 Determinación del contenido en humus.....	35
15.2 Determinación del contenido en ácido fúlvico.....	35
15.3 Determinación de los contaminantes orgánicos por el ensayo del mortero.....	36
16 DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD EN AGUA.....	39
17 DETERMINACIÓN DE LA PÉRDIDA POR CALCINACIÓN	40

18	DETERMINACIÓN DE LA CAL LIBRE DE LAS ESCORIAS DE FUNDICIÓN DE ACERO	41
18.1	Generalidades	41
18.2	Determinación de la cal libre por complexometría (método de referencia)	41
18.3	Determinación de la cal libre por conductimetría (método alternativo)	42
18.4	Determinación de la cal libre por acidimetría (método alternativo)	42
19	DETERMINACIÓN DE LA INESTABILIDAD DE LAS ESCORIAS DE HORNO ALTO Y DE LAS ESCORIAS DE FUNDICIÓN DE ACERO	43
19.1	Determinación de la desintegración de las escorias de horno alto enfriadas en el aire por el silicato bicálcico	43
19.2	Determinación de la desintegración de las escorias de horno alto enfriadas en el aire por el hierro	43
19.3	Determinación de la expansión de las escorias de fundición de acero	44
	ANEXO A (Informativo) PRECISIÓN	47
	ANEXO B (Informativo) BIBLIOGRAFÍA	48

ANTECEDENTES

Esta norma europea ha sido elaborada por el Comité Técnico CEN/TC 154 "Áridos", cuya secretaría desempeña BSI.

Esta norma forma parte de una serie de ensayos para determinar las propiedades químicas de los áridos. Los métodos de ensayo relacionados con otras propiedades de los áridos serán objeto de las partes de las normas europeas siguientes:

EN 932 – *Ensayos para determinar las propiedades generales de los áridos.*

EN 933 – *Ensayos para determinar las propiedades geométricas de los áridos.*

EN 1097 – *Ensayos para determinar las propiedades mecánicas y físicas de los áridos.*

EN 1367 – *Ensayos para determinar las propiedades térmicas y de alteración de los áridos.*

Otras partes de la Norma EN 1744 serán:

Parte 2: Determinación de la resistencia a la reacción con los álcalis.

Parte 3: Ensayos de lixiviación con agua.

Parte 4: Determinación de la susceptibilidad al agua de los filleres para mezclas bituminosas.

Esta norma europea deberá recibir el rango de norma nacional mediante la publicación de un texto idéntico a la misma o mediante ratificación antes de finales de septiembre de 1998, y todas las normas nacionales técnicamente divergentes deberán anularse antes de finales de diciembre de 1998.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, los organismos de normalización de los siguientes países están obligados a adoptar esta norma europea: Alemania, Austria, Bélgica, Dinamarca, España, Finlandia, Francia, Grecia, Irlanda, Islandia, Italia, Luxemburgo, Noruega, Países Bajos, Portugal, Reino Unido, República Checa, Suecia y Suiza.

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma europea tiene por objeto fijar los procedimientos operatorios para realizar el análisis químico de los áridos. Esta norma describe los procedimientos operatorios de referencia y, en determinados casos, un procedimiento alternativo que proporciona resultados equivalentes.

Si se utilizan otros procedimientos, es preciso demostrar que proporcionan resultados equivalentes a los obtenidos con los procedimientos de referencia.

NOTA – En caso de litigio, únicamente se deberían utilizar los procedimientos operatorios de referencia.

Salvo indicación contraria, los procedimientos operatorios descritos en esta norma europea se pueden utilizar en el control de fabricación industrial, en los ensayos de auditoría o en los ensayos patrón.

2 NORMAS PARA CONSULTA

Esta norma europea incorpora disposiciones de otras publicaciones por su referencia, con o sin fecha. Estas referencias normativas se citan en los lugares apropiados del texto de la norma y se relacionan a continuación. Las revisiones o modificaciones posteriores de cualquiera de las publicaciones referenciadas con fecha, sólo se aplican a esta norma europea cuando se incorporan mediante revisión o modificación. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición de esa publicación.

EN 196-1:1993 – *Métodos de ensayo de cementos. Parte 1: Determinación de las resistencias mecánicas.*

EN 196-2:1987 – *Métodos de ensayo de cementos. Parte 2: Análisis químico de cementos.*

EN 196-3:1987 – *Métodos de ensayo de cementos. Parte 3: Determinación del tiempo de fraguado y de la estabilidad de volumen.*

ENV 197-1:1992 – *Cemento. Composición, especificaciones y criterios de conformidad. Parte 1: Cementos comunes.*

EN 932-1:1996 – *Ensayos para determinar las propiedades generales de los áridos. Parte 1: Métodos de muestreo.*

prEN 932-2 – *Ensayos para determinar las propiedades generales de los áridos. Parte 2: Métodos de reducción de las muestras de laboratorio.*

prEN 932-5 – *Ensayos para determinar las propiedades generales de los áridos. Parte 5: Equipo común y calibración.*

EN 933-2:1995 – *Ensayos para determinar las propiedades geométricas de los áridos. Parte 2: Determinación de la granulometría de las partículas. Tamices de ensayo, tamaño nominal de las aberturas.*

EN 1015-4 – *Métodos de ensayo de morteros de albañilería. Parte 4: Determinación de la consistencia del mortero fresco por la sonda de penetración).*

prEN 1015-9 – *Métodos de ensayo de morteros de albañilería. Parte 9: Determinación del tiempo de utilización del mortero fresco.*

prEN 1015-11 – *Métodos de ensayo de morteros de albañilería. Parte 11: Determinación de la resistencia a flexión y a compresión del mortero endurecido.*

prEN 1097-6 – *Ensayos para determinar las propiedades mecánicas y físicas de los áridos. Parte 6: Determinación de la densidad real y de la absorción de agua.*

ISO 384:1978 – *Material de vidrio de laboratorio. Principios de diseño y de construcción del material de vidrio volumétrico.*

ISO 648:1977 – *Material de vidrio de laboratorio. Pipetas graduadas.*

ISO 650:1977 – *Densímetros de uso corriente.*

ISO 1042:1983 – *Material de vidrio de laboratorio. Matraces aforados.*

ISO 4788:1980 – *Material de vidrio de laboratorio. Probetas graduadas*

3 DEFINICIONES

Para el propósito de esta norma son de aplicación las siguientes definiciones:

3.1 muestra de ensayo: Muestra utilizada íntegramente para un mismo ensayo.

3.2 submuestra: Muestra utilizada para una sola determinación de una propiedad determinada en aquellos casos en los que el método de ensayo necesita realizar más de una determinación de dicha propiedad.

3.3 muestra de laboratorio: Muestra reducida obtenida de una muestra a granel para realizar los ensayos de laboratorio.

3.4 masa constante: Masa obtenida después de sucesivas pesadas efectuadas, al menos, a intervalos de 1 h y que no difieran entre ellas en más de 0,1%.

NOTA – Frecuentemente la masa constante se puede alcanzar, después del secado de la muestra de ensayo en una estufa regulada a $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$, durante un periodo de tiempo previamente determinado. Los laboratorios de ensayo pueden determinar el tiempo necesario para conseguir la masa constante según el tipo y el tamaño de la muestra, en función de la capacidad de secado de la estufa utilizada.

3.5 lote: Cantidad de producción, cantidad de suministro, cantidad de suministro parcial (carga de un vagón de ferrocarril, carga de un camión, cargamento de un buque) o almacenamiento producido de una sola vez en condiciones que se suponen uniformes.

NOTA – En el caso de fabricación continua, la cantidad producida durante un periodo de tiempo determinado se considera como un lote.

3.6 finos: Fracción granulométrica de un árido que pasa a través del tamiz de 0,063 mm.

4 REACTIVOS

Salvo indicación contraria, utilizar, únicamente, reactivos de calidad analítica reconocida, así como agua destilada o de pureza equivalente.

NOTAS

- 1 Salvo indicación contraria, "%" significa "% en masa".
- 2 Cuando no se señalen las tolerancias de los volúmenes de los reactivos o de las masas, los valores obtenidos se consideran como indicativos. En tales casos, los volúmenes proporcionados por las probetas y las masas determinadas en las balanzas ordinarias especificadas en 5.2.4 y 5.2.5 se consideran con la suficiente exactitud de medida para los objetivos de esta norma europea.
- 3 Salvo indicación contraria, las disoluciones de los reactivos incluidos en esta norma tienen estabilidad a largo plazo.
- 4 Todos los productos químicos se deben considerar como venenos potenciales con propiedades tóxicas, por lo que antes de su utilización- se deben tomar precauciones apropiadas. Así mismo, se deben evaluar los posibles riesgos antes de comenzar cualquier procedimiento operatorio, debiéndose prestar una atención permanente.

4.1 REQUISITOS GENERALES PARA LAS DENSIDADES

Los reactivos líquidos concentrados utilizados en esta norma tienen la siguiente densidad (ρ), expresada en g/cm^3 , a $20 ^\circ\text{C}$:

ácido clorhídrico	(HCl)	1,18 a 1,19
ácido nítrico	(HNO ₃)	1,40 a 1,42
ácido sulfúrico	(H ₂ SO ₄)	1,84
hidróxido de amonio	(NH ₄ OH)	0,88 a 0,91

El grado de dilución se expresa siempre en forma de una suma volumétrica.

NOTAS

- 1 Por ejemplo, en 4.11.4, "ácido clorhídrico (1+1)" significa 1 volumen de ácido clorhídrico concentrado y 1 volumen de agua.
- 2 Como alternativa, se pueden utilizar disoluciones preparadas y listas para su empleo.

4.2 Reactivos para la determinación de los cloruros solubles en agua, utilizando el método de Volhard (capítulo 7)

4.2.1 Disolución de nitrato de plata (AgNO_3), 0,100 mol/l. Secar una cantidad aproximada de 20 g de nitrato de plata a (110 ± 5) °C durante al menos 1 h y, a continuación, dejar enfriar en un desecador.

Pesar $(16,987 \pm 0,001)$ g del nitrato de plata seco, disolver en agua y diluir hasta 1 l en un matraz aforado (5.3.6).

Conservar la disolución en un frasco de color topacio (5.2.14), protegiéndola de la exposición a la luz.

4.2.2 Disolución de tiocianato de potasio o de amonio (KSCN o NH_4SCN), aproximadamente, 0,1 mol/l. Disolver 9,7 g de tiocianato de potasio, ó 7,6 g de tiocianato de amonio, en agua y llevar a 1 l en un matraz aforado.

Tomar con una pipeta 25 ml de la disolución de nitrato de plata (4.2.1) y pasarlos a un matraz Erlenmeyer (5.3.5); añadir 5 ml de ácido nítrico (4.2.3) y 1 ml de la disolución indicadora de sulfato de amonio y de hierro(III) (4.2.5).

Añadir la disolución de tiocianato, contenida en una bureta (5.2.13), hasta que se produzca el primer cambio permanente de coloración, de color blanco opalescente a rojo-pardo. Anotar el volumen consumido de la disolución de tiocianato.

Calcular la concentración de la disolución de tiocianato (C_T), en moles/litro, por medio de la siguiente expresión:

$$C_T = \frac{2,5}{V_1}$$

donde

V_1 es el volumen consumido de la disolución de tiocianato, en mililitros.

Valorar la disolución semanalmente o antes de su empleo si, ocasionalmente, se realizan valoraciones.

4.2.3 Disolución de ácido nítrico (HNO_3), aproximadamente, 6 mol/l. Añadir 100 ml de ácido nítrico (4.1) a 150 ml de agua. Calentar la disolución, en una vitrina extractora de gases (5.2.17), a ebullición hasta que la disolución quede incolora. Dejar enfriar a la temperatura ambiente.

4.2.4 3,5,5 Trimetil 1 hexanol de calidad analítica exento de cloruros

4.2.5 Disolución indicadora de sulfato de amonio y de hierro(III) [$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]. Añadir 60 g de agua a 50 g de sulfato de amonio y de hierro(III), calentar hasta disolución y añadir 10 ml de ácido nítrico (4.2.3).

Dejar enfriar la disolución a la temperatura ambiente y guardarla en un frasco de vidrio (5.2.15).

4.3 Reactivos para la determinación potenciométrica de los cloruros solubles en agua (capítulo 8)

4.3.1 Disolución de nitrato de plata (AgNO_3), 0,01 mol/l. Se prepara siguiendo el procedimiento descrito en 4.2.1, pero -en este caso- se disuelven 1,699 g de nitrato de plata seco, en el matraz aforado de 1 l (5.3.6).

4.3.2 Disolución de cloruro de sodio (NaCl), 0,02 mol/l. Secar, aproximadamente, 2 g de cloruro de sodio a una temperatura de (110 ± 5) °C durante 1 h a 2 h, dejar enfriar y, a continuación, pesar $(1,169 \pm 0,001)$ g de cloruro de sodio seco; disolver en agua y diluir hasta 1 l en un matraz aforado (5.3.6).

4.4 Reactivos para la determinación de los cloruros solubles en agua por el método de Mohr (capítulo 9)

4.4.1 Disolución de cromato de potasio (K₂CrO₄). Disolver 10 g de cromato de potasio en 100 ml de agua.

4.5 Reactivos para la determinación de los sulfatos solubles en agua (capítulo 10)

4.5.1 Disolución de ácido clorhídrico (HCl). Añadir 200 ml de ácido clorhídrico concentrado (densidad 1,18 cm³/g) a 800 ml de agua.

4.5.2 Disolución de cloruro de bario (BaCl₂). Disolver 100 g de cloruro de bario (BaCl₂·2H₂O) en 1 l de agua; antes de usar esta disolución, filtrar a través de un papel de filtro de textura media.

4.6 Reactivos para la determinación del contenido en azufre total (capítulo 11)

4.6.1 Bromo

4.6.2 Indicador rojo de metilo. Disolver 20 mg de rojo de metilo en polvo en 50 ml de etanol. Añadir, a continuación, 50 ml de agua.

4.7 Reactivos para la determinación del contenido en sulfuros (capítulo 13)

4.7.1 Disolución de acetato de plomo. Disolver, aproximadamente, 0,2 g de acetato de plomo [Pb(CH₃COO)₂·3H₂O] en agua y completar el volumen hasta 100 ml.

4.7.2 Disolución amoniacal de sulfato de cinc. Disolver 50 g de sulfato de cinc (ZnSO₄·7H₂O) en 150 ml de agua y, a continuación, añadir 350 ml de hidróxido de amonio concentrado (NH₄OH). Dejar reposar la disolución durante, al menos, 24 h y filtrar a través de un papel de filtro de textura media.

4.7.3 Cloruro de estaño(II) (SnCl₂·2H₂O)

4.7.4 Cromo metálico en polvo (ATENCIÓN: CANCERÍGENO)

4.7.5 Disolución patrón de iodato de potasio, conteniendo, aproximadamente, 0,0167 mol/l. Disolver, sucesivamente, en agua recientemente hervida y enfriada, en un matraz aforado de 1 l, $(3,6 \pm 0,1)$ g de iodato de potasio (KIO₃) 6.3 pesados con una exactitud de 0,1 mg y secado a (110 ± 5) °C, (m₂), 2 pastillas de hidróxido de sodio (aproximadamente, 0,4 g) (NaOH) y 25 g de ioduro de potasio (KI).

Enrasar con agua recientemente hervida y enfriada.

NOTA – Una pequeña cantidad de hidróxido de sodio estabiliza esta disolución durante un tiempo considerable; la disolución se debe eliminar cuando se decolora.

El factor, F, de esta disolución se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$F = \frac{m_1}{3,5668}$$

donde

m₁ es la masa de iodato de potasio utilizada, en gramos;

3,5668 es la masa de iodato de potasio, que corresponde, exactamente, a una disolución 0,01667 mol/l de iodato de potasio.

NOTA – Si el contenido de sulfuro es pequeño (<0,1%), conviene utilizar disoluciones 10 veces menos concentradas. Estas disoluciones se preparan pipeteando 100 ml de las disoluciones de los apartados 4.7.5 y 4.7.6 en matraces aforados de 1 l y enrasando con agua.

4.7.6 Disolución de tiosulfato de sodio, aproximadamente, 0,1 mol/l. Disolver 24,82 g de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua y completar hasta 1 l. Determinar, antes de cada serie de ensayos, el factor f de esta disolución como sigue:

a) Valoración efectuada, preferentemente, con relación a la disolución patrón de iodato de potasio (4.7.5).

Introducir por medio de una pipeta, en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, 20 ml de la disolución patrón de iodato de potasio y diluir con unos 150 ml de agua. Acidificar con 25 ml de ácido clorhídrico (1+1) y valorar con la disolución de tiosulfato de sodio, aproximadamente, 0,1 mol/l hasta coloración amarillo-pálido.

Añadir, a continuación, 2 ml de la disolución de engrudo de almidón (4.7.7) y continuar la valoración hasta que vire de azul a incoloro.

El factor, f, de la disolución se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$f = \frac{20 \times 0,01667 \times 214,01 \times F}{3,5668 \times V_2} = 20 \frac{F}{V_2}$$

donde

F es el factor de la disolución patrón de iodato de potasio (4.7.5), expresado en mol/l;

V_2 es el volumen de la disolución, aproximadamente, 0,1 mol/l de tiosulfato de sodio consumido en la valoración;

3,566 8 g/l es la masa de iodato de potasio que corresponde a una disolución, que tenga, exactamente, 0,016 67 mol/l de iodato de potasio;

214,01 es la masa molecular del KIO_3 .

b) Valoración efectuada con relación a una cantidad conocida de iodato de potasio.

Introducir en un matraz Erlenmeyer de 500 ml, (70 ± 5) g de iodato de potasio y disolver en unos 150 ml de agua.

Añadir, aproximadamente, 1 g de ioduro de potasio, acidificar con 25 ml de ácido clorhídrico (1+1) y valorar con la disolución de tiosulfato de sodio, aproximadamente, 0,1 mol/l hasta coloración amarillo-pálido. Añadir, a continuación, 2 ml de la disolución de engrudo de almidón (4.7.7) y valorar hasta que vire de azul a incoloro.

El factor, f, de la disolución se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$f = \frac{1\,000 \times m_2}{3,5668} = 280,3634 \frac{m_2}{V_3}$$

donde

m_2 es la masa utilizada de iodato de potasio, en gramos;

V_3 es el volumen de la disolución de tiosulfato de sodio consumido en la valoración;

3,5668 g/l es la masa de iodato de potasio que corresponde, exactamente, a una disolución 0,01667 mol/l de iodato de potasio.

4.7.7 Disolución de engrudo de almidón. A 1 g de almidón (soluble en agua), añadir 1 g de ioduro de potasio (KI), disolver en agua y completar el volumen hasta 100 ml.

4.8 Reactivos para la determinación de contaminantes ligeros (véase 14.2)

4.8.1 Disolución de cloruro de cinc. Disolver 7 kg de $ZnCl_2$ en 3 l de agua para obtener una disolución saturada cuya densidad sea $(1,98 \pm 0,02)$ g/cm³, a (20 ± 3) °C. Dejar enfriar la disolución a la temperatura ambiente, comprobar la densidad con un densímetro (5.8.3).

NOTA – La disolución de cloruro de cinc es medianamente irritante para la piel y para las mucosas.

4.8.2 Disolución de wolframato de sodio (como alternativa a 4.8.1). Disolver en agua cristales de $3Na_2WO_4 \cdot 9WO_3 \cdot H_2O$ hasta que la densidad de la disolución, bien agitada y que no tenga cristales sin disolver, sea $(1,98 \pm 0,02)$ g/cm³, a (20 ± 3) °C.

4.9 Reactivos para la determinación del contenido en humus (véase 15.1)

4.9.1 Disolución de hidróxido de sodio, al 3%. Disolver 30 g de pastillas de hidróxido de sodio (NaOH) en agua. Dejar enfriar la disolución a la temperatura ambiente y diluir a 1 l en un matraz aforado.

4.9.2 Disolución coloreada patrón. Disolver 45,0 g de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ y 5,50 g de $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ en 279,5 g de agua con 1 ml de HCl concentrado. Conservar esta disolución, que es estable durante al menos 2 semanas, en un frasco de vidrio.

4.10 Reactivos para la determinación del contenido en ácido fúlvico (véase 15.2)

4.10 Ácido clorhídrico diluido (1+23)

4.10.2 Disolución de cloruro de estaño(II). Disolver 22,5 g de $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ en 1 l de ácido clorhídrico (4.10.1). Esta disolución es estable durante 2 semanas.

4.11 Reactivos para la determinación de la cal libre por complexometría (véase 18.1)

4.11.1 Etanodiol (etilenglicol) anhidro, reciente

4.11.2 Propanol-2 (isopropanol) anhidro

4.11.3 Pulpa de papel de filtro, en etanodiol anhidro

4.11.4 Ácido clorhídrico diluido (1+1)

4.11.5 Trietanolamina

4.11.6.1 m-Nitrofenol (0,1 g en 100 ml H₂O)

4.11.7 Disolución de hidróxido de sodio, 2 mol/l. Disolver 80 g de pastillas de hidróxido de sodio en agua. Dejar enfriar la disolución a la temperatura ambiente y diluir a 1 l en un matraz aforado.

4.11.8 Indicador de murexida. Moler, con la mano y un mortero, 1 g de murexida (púrpura de amonio) y 100 g de NaCl.

4.11.9 Disolución de EDTA, 1/112 mol/l. Disolver en agua $(3,3 \pm 0,1)$ g de la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético, secado hasta masa constante a 80 °C, y diluir a 1 l. Valorar esta disolución con otra disolución con un contenido en calcio conocido (4.11.10).

4.11.10 Disolución patrón de calcio (1 ml = 1 mg de óxido de calcio). Disolver (1,785 ± 0,001) g de carbonato de calcio puro (4.11.11), secado a (110 ± 5) °C, en un ligero exceso de ácido clorhídrico (1+4). Hervir la disolución para eliminar el dióxido de carbono, tapar, enfriar a la temperatura ambiente y diluir a 1 l con agua en un matraz aforado (5.3.6).

NOTA – Estas disoluciones se encuentran disponibles en el comercio; por ejemplo (1,000 ± 0,002) g de CaO/l.

4.11.11 Carbonato de calcio, CaCO₃, precipitado, patrón volumétrico

4.11.12 Cal sodada granulada

4.12 Reactivos para la determinación de la cal libre por conductimetría (véase 18.2)

4.12.1 Etanodiol (4.11.1)

4.13 Reactivos para la determinación de la cal libre por acidimetría (véase 18.3)

4.13.1 Acetoacetato de etilo, reactivo análisis

4.13.2 2-metil propanol-1 (alcohol isobutílico), reactivo análisis

4.13.3 Indicador azul de timol (timolsulfoneftaleína)

4.13.4 Ácido clorhídrico (4.1)

4.13.5 Disolución solvente, 450 ml de acetoacetato de etilo en 3 l de 2-metil propanol-1.

4.13.6 Indicador azul de timol. Disolver 0,1 g de azul de timol en polvo en 100 ml de 2-metil-propanol-1.

4.13.7 Disolución de ácido clorhídrico, aproximadamente, 0,2 mol/l. Llevar 17 ml de ácido clorhídrico (4.1) a 1 l con 2-metil-propanol-1.

Para valorar esta disolución, pesar (100 ± 0,1) mg de carbonato de calcio (4.11.11) en un crisol (5.6.2) y calcinar durante 1 h a 1 000 °C. Extraer la cal libre y valorar de acuerdo con 18.3.3.

Determinar el factor k por medio de la siguiente expresión:

$$k = \frac{56,08}{100,09} \times \frac{100}{V_4}$$

donde

V₄ es el volumen añadido de ácido clorhídrico, en mililitros;

k representa el número de miligramos de CaO libre por ml de disolución patrón de ácido clorhídrico.

4.13.8 Hidróxido de sodio en soporte granulado de alrededor de 0,8 mm a 1,6 mm, para análisis elemental

4.14 Reactivos para la determinación de la expansión de la escoria de fundición de acero

4.14.1 Aceite de silicona

4.14.2 Ácido clorhídrico diluido (1+5)

5 APARATOS

5.1 Requisitos generales

Todos los aparatos empleados deberán cumplir con los requisitos generales del Proyecto de Norma prEN 932-5.

Salvo indicación contraria, todo el material de vidrio volumétrico debe ser de la clase B, con la exactitud definida en la Norma ISO 384.

El material de vidrio volumétrico con la exactitud de la clase A se debe utilizar para los ensayos de auditoría y para los ensayos patrón.

NOTA – Si no se especifican las tolerancias para las dimensiones, los valores dados son indicativos.

5.2 Aparatos para uso general

5.2.1 Estufa convenientemente ventilada, capaz de mantener una temperatura constante en el intervalo de 40 °C a 150 °C, con una precisión de ± 5 °C, equipada con una bandeja de material inoxidable

5.2.2 Horno de mufla capaz de mantener una temperatura constante en el intervalo de 800 °C a 1 100 °C con una precisión de ± 25 °C

5.2.3 Equipo de trituración y molienda para reducir los áridos de tal manera que pasen por los tamices apropiados para cada ensayo y produzcan la mínima cantidad de finos

5.2.4 Balanza capaz de pesar 10 kg, permitiendo la lectura de, aproximadamente, 1 g

5.2.5 Balanza capaz de pesar hasta 1 kg, permitiendo la lectura de, aproximadamente, 0,01 g

5.2.6 Balanza analítica capaz de pesar hasta 100 g, permitiendo la lectura de, aproximadamente, 0,1 mg

5.2.7 Placa calefactora con agitador magnético

5.2.8 pH-metro con escala graduada en 0,1 unidades de pH

5.2.9 Vasos, matraces Erlenmeyer, embudos y papeles de filtro

5.2.10 Pipetas de 25 ml, 50 ml y 100 ml, de acuerdo con los requisitos de la Norma ISO 648.

5.2.11 Probetas graduadas con una capacidad de 10 ml, 250 ml y 500 ml, de acuerdo con los requisitos de la Norma ISO 4788

5.2.12 Frascos lavadores, con agua desmineralizada

5.2.13 Dos buretas de 50 ml, graduadas en 0,1 ml

5.2.14 Botellas de vidrio topacio, para reactivos

5.2.15 Botellas de vidrio, para reactivos

5.2.16 Desecadores

5.2.17 Vitrina

5.3 Aparatos complementarios necesarios para la determinación de los cloruros solubles en agua por el método de Volhard (capítulo 7)

5.3.1 Tamiz de control, de chapa perforada con abertura cuadrada de 16 μ m, respondiendo a los requisitos de la Norma EN 933-2.

5.3.2 Dos botellas de vidrio, plástico o metal, de boca ancha con cierre hermético.

NOTA – Las botellas deberían tener una capacidad de unos 5 l para los ensayos de los áridos gruesos o ligeros, o de 2 l para los ensayos de los áridos finos.

5.3.3 Agitador de sacudidas o de rodillos, para las botellas de extracción (5.3.2).

5.3.4 Dos embudos de filtración de, aproximadamente, 100 mm de diámetro, con papeles de filtro de textura media y fina, adaptados a las dimensiones de los embudos.

5.3.5 Matraces Erlenmeyer con tapón, con una capacidad de 100 ml y de 250 ml.

5.3.6 Dos matraces aforados de 1 l, que cumplan con los requisitos de la Norma ISO 1042.

5.4 Aparatos complementarios necesarios para la determinación potenciométrica de los cloruros solubles en agua (capítulo 8)

5.4.1 Un equipo apropiado de valoración potenciométrica para determinar la concentración en iones cloruro, provisto de un sistema de electrodos que consiste en:

- a) un electrodo de medida - bien de cloruro de plata (preferentemente clorado) - bien un electrodo selectivo para el ion cloruro;
- b) un electrodo de referencia - bien de sulfato de mercurio(I) - bien de doble función plata/cloruro de plata, con electrólito sin cloruros en la cámara exterior.

5.5 Aparatos complementarios necesarios para la determinación de los cloruros solubles en agua por el método de mohr en el control de producción en fábrica (capítulo 9)

5.5.1 Dos botellas de plástico de 1 l de boca ancha y tapones.

5.6 Aparatos complementarios necesarios para la determinación de los sulfatos solubles en agua (capítulo 10)

5.6.1 Crisoles filtrantes de sílice sinterizada de porosidad 4, que tengan un diámetro aproximado de 35 mm y una altura de 40 mm.

5.6.2 Crisoles para calcinación, como alternativa de 5.6.1, con un diámetro aproximado de 35 mm y una altura de 40 mm. Deben mantener masa constante cuando se calcinan a 1 100 °C.

NOTA – La porcelana, la sílice o el platino son materiales adecuados para los crisoles de calcinación.

5.7 Aparato complementario necesario para la determinación de los sulfuros (capítulo 13)

5.7.1 Un aparato típico para la determinación de los sulfuros se incluye en la figura 1.

5.8 Aparato complementario necesario para la determinación de contaminantes ligeros (véase 14.2)

5.8.1 Tamices de 300 μ m y de 250 μ m que cumplan con los requisitos de la Norma EN 933-2.

5.8.2 Cápsula de evaporación de porcelana.

5.8.3 Densímetro para un intervalo de 1,950 a 2,000, que cumpla con los requisitos de la Norma ISO 650.

5.9 Aparato complementario necesario para la determinación del contenido en humus (véase 15.1)

5.9.1 Tamiz de 4 mm, que cumpla con los requisitos de la Norma EN 933-2.

5.9.2 Probeta cilíndrica de vidrio transparente, con tapón. La capacidad de esta probeta debe ser de, aproximadamente, 450 ml y su diámetro exterior de unos 70 mm.

5.10 Aparato complementario necesario para la determinación del contenido en ácido fúlvico (véase 15.2)

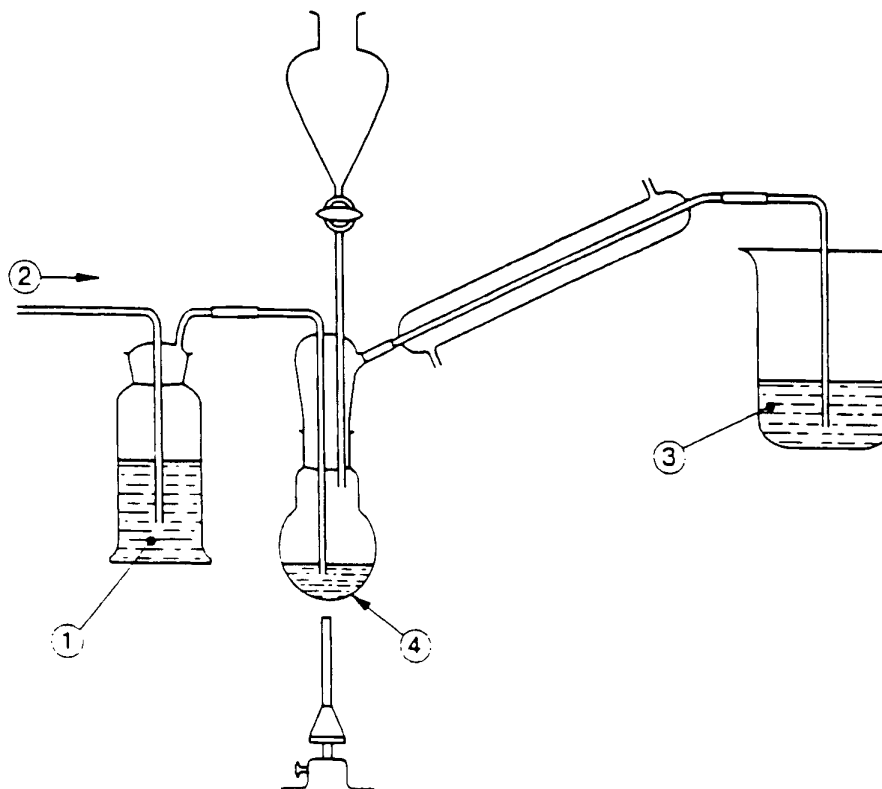
5.10.1 Varilla-agitadora de vidrio

5.10.2 Embudo de vidrio

5.10.3 Papel de vidrio de textura media con un diámetro de 180 mm.

5.10.4 Placa calefactora

5.10.5 Discos de colores normalizados (A a G)¹⁾.



- 1 Disolución de acetato de plomo (4.7.1)
- 2 Nitrógeno o argón
- 3 Disolución amoniacal de sulfato de cinc (4.7.2)
- 4 Reactor

Fig. 1 – Ejemplo de aparato para la determinación de sulfuros

1) Se pueden conseguir en el Departamento de Publicaciones de la Asociación Holandesa de la Industria del Cemento. Sint Teunislaan 1-5231 BS, s'Hertogenbosch, Países Bajos.

5.11 Aparatos complementarios necesarios para la determinación de contaminantes orgánicos por el método del mortero (véase 15.3)

5.11.1 Cronómetro o minuterio, que permita apreciar el segundo.

5.11.2 Cápsulas refractarias de porcelana o de sílice con un formato apropiado que permita introducir las en el horno de mufla.

5.11.3 Aparato de ensayo de la sonda de acuerdo con los requisitos de la Norma EN 1015-4.

5.11.4 Amasadora de acuerdo con los requisitos de la Norma EN 196-1.

5.11.5 Aparato para determinar el tiempo de fraguado de acuerdo con el Proyecto de Norma prEN 1015-9.

5.11.6 Aparato para determinar las resistencias a flexión y compresión de acuerdo con los requisitos del Proyecto de Norma prEN 1015-11.

5.11.7 Horno de mufla eléctrico, con una capacidad tal que permita calcinar una muestra de ensayo de 2 kg de árido y que sea capaz de mantener una temperatura constante de (480 ± 25) °C.

5.12 Aparatos complementarios necesarios para determinar la cal libre por complexometría (véase 18.1)

5.12.1 Matraz Erlenmeyer de 250 ml, con tapón esmerilado.

5.12.2 Matraz aforado de 500 ml

5.12.3 Agitador magnético con baño-maría (baño de agua) de temperatura controlada.

5.12.4 Filtro de vidrio sinterizado con un diámetro de poros de 10 µm a 16 µm.

5.12.5 Equipo de valoración con galvanómetro para determinar fotométricamente el punto de equivalencia.

5.13 Aparatos complementarios necesarios para determinar la cal libre por conductimetría (véase 18.2)

5.13.1 Vaso de medida (con un volumen de, aproximadamente, 160 ml) con camisa termoplástica y tapadera atornillada con dos aberturas NS 14 (véase figura 2).

5.13.2 Electrodo de conductividad con acoplamiento cónico esmerilado NS 14.

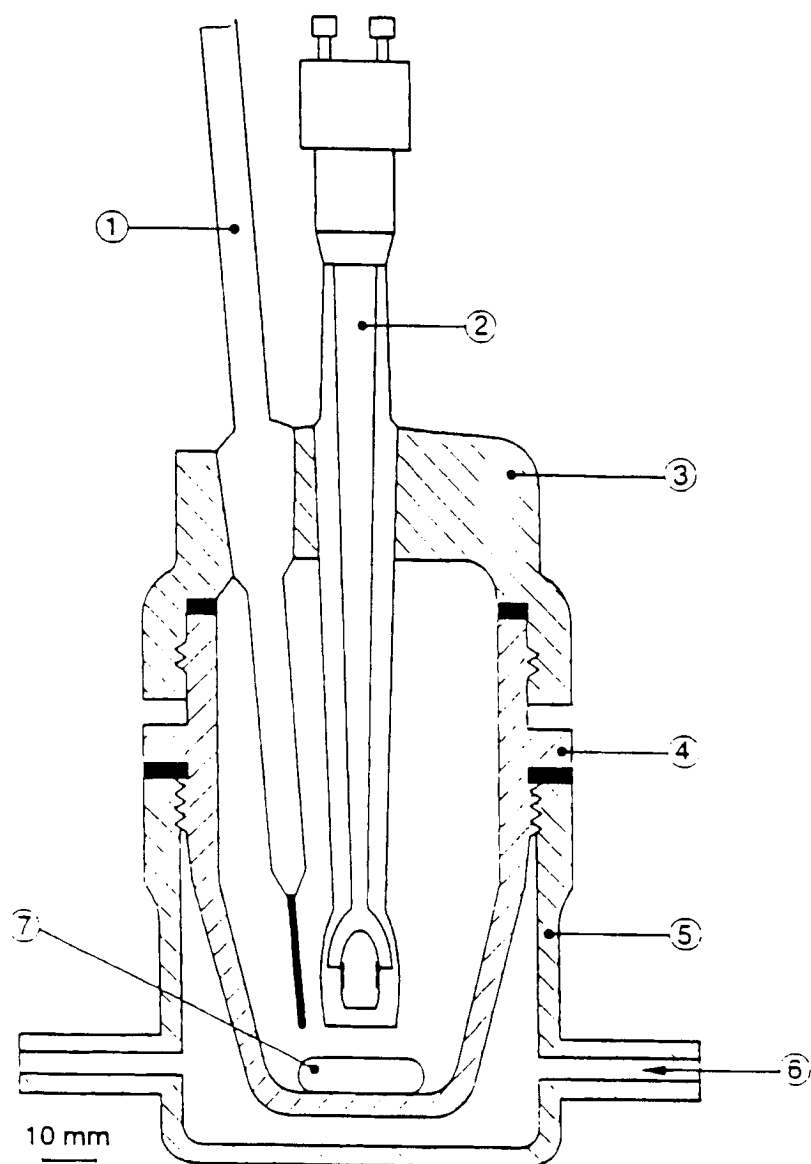
5.13.3 Termómetro (50 °C a 100 °C) con escala graduada en 0,1 °C y con acoplamiento cónico esmerilado NS 14.

5.13.4 Conductímetro

NOTAS

- 1 El contenido en cal libre se obtiene a partir de la medida de la conductancia, utilizando una gráfica de calibrado. Esta gráfica se construye a partir de las medidas de la conductancia de las disoluciones preparadas disolviendo cantidades conocidas de CaO calcinada en etanodiol. Para esta determinación se requieren, al menos, cinco disoluciones diferentes con cantidades escalonadas comprendidas entre 0 mg y 10 mg de CaO/100 ml en etanodiol (4.11.1), realizando en cada caso tres medidas individuales.
- 2 El CaO utilizado se obtiene por calcinación de CaCO₃, hasta masa constante (4.11.11), a 1 000 °C, y enfriándolo, a continuación, en un desecador que tiene absorbentes del agua y del CO₂; por ejemplo, cal sodada.
- 3 La conductancia de la disolución en blanco de etanodiol se mide siempre y se deduce de la disolución ensayo.
- 4 En la figura 3 se incluye una gráfica de calibrado de una disolución de óxido de calcio en etanodiol, a 80 °C, y un electrodo con una constante de 0,573 cm⁻¹; en este caso, una medida de conductancia de 100 µS da un valor de 4,9 %, en masa, de cal libre.

5.13.5 Baño-maría (baño de agua) que se pueda regular a $(80 \pm 0,1)$ °C.



- 1 Termómetro (5.13.3)
- 2 Electrodo (5.13.2)
- 3 Tapadera de polipropileno
- 4 Vaso de medida de vidrio borosilicatado
- 5 Camisa plástica
- 6 Entrada de agua
- 7 Agitador magnético (5.12.3)

Fig. 2 – Sección vertical de la célula de medida para la determinación de cal libre (5.13 y 18.2)

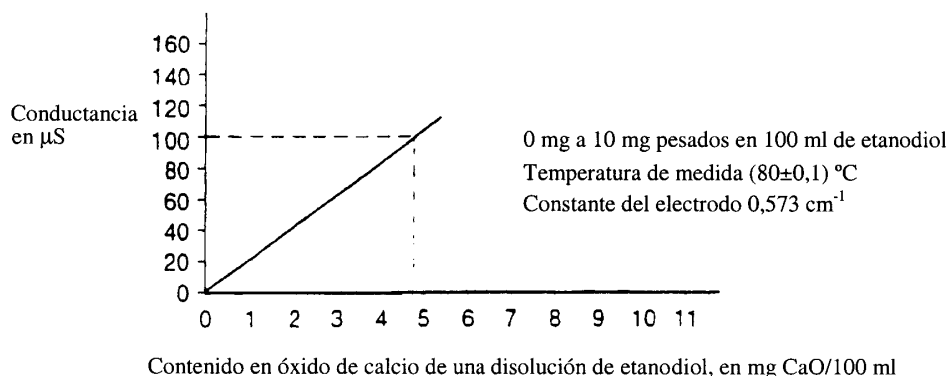


Fig. 3 – Ejemplo de una gráfica de calibrado

5.14 Aparatos complementarios necesarios para determinar la cal libre por acidimetría (véase 18.3)

5.14.1 Matraz Erlenmeyer con una capacidad de 200 ml, 250 ml ó 300 ml, provistos de condensadores refrigerantes de agua unidos por medio de acoplamiento cónicos internos normalizados.

5.14.2 Tubos de absorción para equipar el conjunto de los refrigerantes, con hidróxido de sodio (4.13.8) y el tamiz molecular (5.14.3).

5.14.3 Tamiz molecular de 0,3 mm con esferas de vidrio de unos 2 mm de diámetro.

5.14.4 Filtros de microfibr de vidrio con una retención de $1,2 \mu\text{m}$.

5.14.5 Equipo para filtrar a vacío.

5.15 Aparatos complementarios necesarios para determinar la desintegración del silicato bicálcico de la escoria de horno alto enfriada al aire (véase 19.1)

5.15.1 Equipo de luz ultravioleta, con una longitud de onda comprendida entre 300 nm a 400 nm y con una intensidad máxima para la longitud de onda de 366 nm.

5.16 Aparatos complementarios necesarios para determinar la expansión de escorias de fundición de acero (véase 19.3)

5.16.1 Unidad de vapor con cilindro de ensayo y comparador o captador de desplazamientos cuyo campo de medida sea de $(10 \pm 0,01) \text{ mm}$, como se indica en las figuras 4 y 5.

NOTA – El equipo de vapor tiene dos cámaras, en las que, durante el ensayo, el agua que pasa a través de elementos calefactores, se lleva a ebullición. La potencia máxima de calefacción de dichos elementos debe ser de 2 kW. Encima de la cámara de calefacción se coloca, en un cilindro cuya base está perforada (cilindro con un diámetro de 210 mm y una altura de 100 mm), la muestra de escoria comprimida. El vapor producido durante la calefacción puede propagarse regularmente a través de la muestra. El cilindro está calorifugado a $(120 \pm 10)^\circ\text{C}$ por medio de una manta calefactora circular adaptada a la pared exterior (potencia nominal de 250 W), con objeto de evitar una condensación en la pared interna del cilindro por pérdida de calor.

Medidas en milímetros

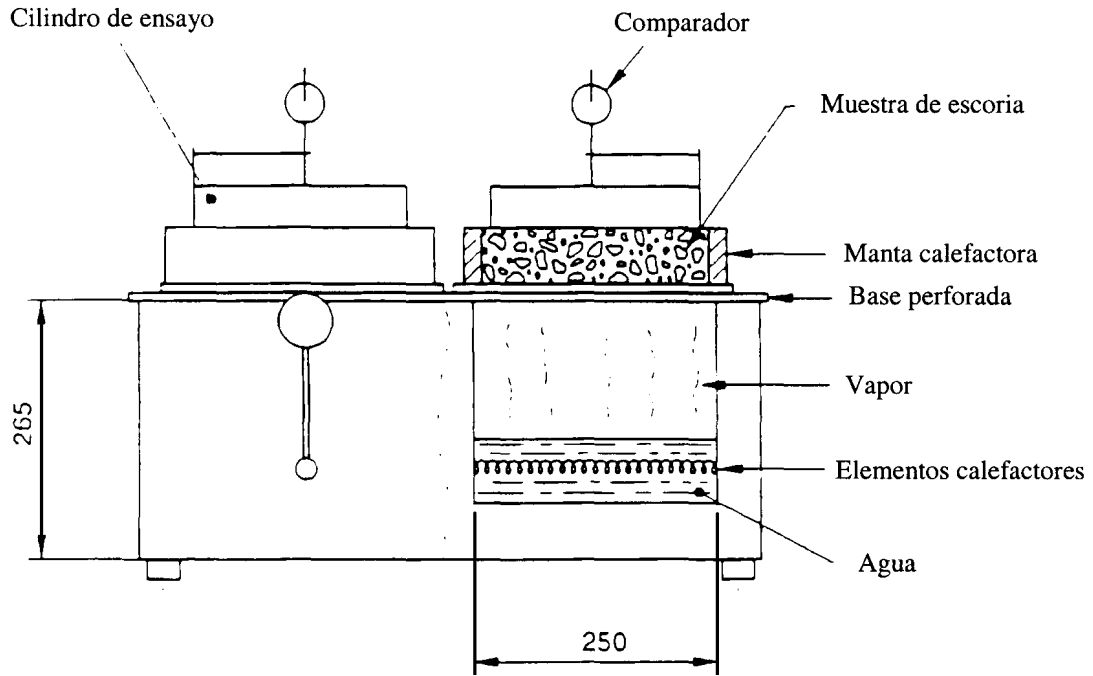
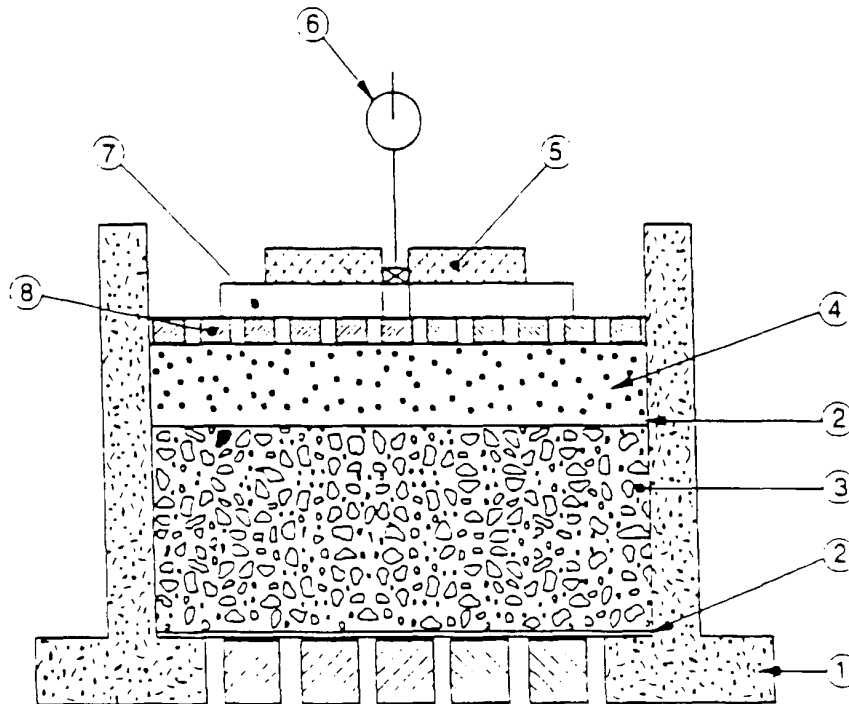


Fig. 4 – Sección vertical de un equipo típico de vapor



- 1 Cilindro con base perforada; 0,01 agujeros por cm^2 ;
p. ej.: 49 agujeros de 3 mm de diámetro distribuidos como sigue:
punto central: 1 agujero
círculo, 65 mm de diámetro: 8 agujeros
círculo, 125 mm de diámetro: 16 agujeros
círculo, 185 mm de diámetro: 24 agujeros
- 2 Papel de filtro
- 3 Muestra de escoria granulada
- 4 Esferas de vidrio de 5 mm de diámetro
- 5 Masa de carga
- 6 Comparador
- 7 Cruz de presión
- 8 Placa perforada. 0,3 agujeros por cm^2 .
p. ej.: agujeros de 3 mm de diámetro, espaciados de 6,5 mm a 7 mm, en círculos concéntricos distantes 6 mm

Fig. 5 – Esquema del aparato de ensayo para determinar la expansión

5.16.2 Tamices, de acuerdo con la Norma EN 932-2, con mallas de 0,5 mm, 2,0 mm, 5,6 mm, 8,00 mm, 11,2 mm, 16,0 mm y 22,4 mm.

5.16.3 Esferas de vidrio, de 5 mm de diámetro.

5.16.4 Papel de filtro de textura media, de 240 mm de diámetro.

5.16.5 Mesa vibradora, con una frecuencia de, aproximadamente, (48 ± 3) Hz y una amplitud de $\pm 1,5$ mm, o un **aparato de compactación manual** como puede ser el martillo Proctor, que permita producir una compactación final de la muestra de ensayo con un contenido en huecos comprendido entre 20 % y 25 %, en volumen (véase EN 196-1).

5.16.6 Vástago de sondeo graduado en mm, con una escala total de, al menos, 200 mm.

5.16.7 Masa de carga con un diámetro exterior inferior a 210 mm (por ejemplo, 180 mm) y un agujero central (por ejemplo, de 15 mm de diámetro), que permita el paso de la varilla del indicador y del vapor; la masa total de "la masa de carga más la cruz (crucecita) de lastre más las esferas de vidrio" debe ser de 6 kg.

6 REQUISITOS GENERALES PARA LOS ENSAYOS

6.1 Número de determinaciones

El número de determinaciones para los diferentes ensayos (capítulo 7 a apartado 19.3, ambos inclusive) se fija en dos (véase también 6.3), salvo que se establezcan otras.

6.2 Repetibilidad y reproductibilidad

La desviación típica de repetibilidad da el intervalo entre los resultados sucesivos, obtenidos con el mismo procedimiento operatorio, sobre un mismo producto sometido al ensayo en las mismas condiciones (mismo operador, mismo aparato (equipo), mismo laboratorio y corto intervalo de tiempo).

La desviación típica de reproductibilidad da el intervalo entre los resultados individuales, obtenidos con el mismo procedimiento operatorio, sobre un material idéntico sometido al ensayo, pero en condiciones diferentes (operadores diferentes, aparatos (equipos) diferentes, laboratorios diferentes y/o períodos de tiempo diferentes) (véase prEN 932-6).

Los valores de desviación típica de repetibilidad y reproductibilidad se expresan en tanto por ciento absoluto.

6.3 Expresión de las masas, volúmenes, factores y resultados

Expresar las masas obtenidas con la balanza analítica (5.2.6) en gramos con una exactitud de 0,1 mg y los volúmenes medidos con bureta (5.2.13) en mililitros con una exactitud de 0,05 ml.

Expresar las masas obtenidas con la balanza ordinaria mencionada en 5.2.4 en gramos, con una exactitud de 1 g, o de 0,01 g con la balanza mencionada en 5.2.5.

Expresar los factores de las disoluciones (4.7.5, 4.7.6 y 4.13.7), dados por la media de tres determinaciones, con tres decimales.

Expresar los resultados de los ensayos, media de dos determinaciones, en tanto por ciento, con una exactitud de 0,01%, salvo indicación contraria.

Si la diferencia entre dos determinaciones es superior al doble de la desviación típica de repetibilidad, repetir el ensayo y tomar la media de los dos valores más próximos.

6.4 Secado de los materiales

El secado se realiza en una estufa convenientemente ventilada (5.2.1), a la temperatura de (110 ± 5) °C.

6.5 Determinación de la constancia de masa después del secado

La masa se supone que es constante después del secado de la muestra de ensayo durante 24 h.

6.6 Calcinaciones de los precipitados

Las calcinaciones se realizan de la forma siguiente:

Colocar el papel de filtro y su contenido en un crisol previamente calcinado y tarado. Secar; a continuación, incinerar lentamente el papel de filtro, en atmósfera oxidante, y sin inflamarlo, hasta que su combustión sea completa.

Seguidamente, calcinar al menos durante 1 h a la temperatura señalada en las diferentes determinaciones. Dejar enfriar el crisol y su contenido en un desecador, hasta alcanzar la temperatura del laboratorio. Finalmente, pesar el crisol con su contenido.

6.7 Control de la ausencia de iones cloruro (ensayo con nitrato de plata)

Después de lavar unas 5 ó 6 veces el precipitado, lavar el extremo inferior del tubo del embudo con unas gotas de agua.

Lavar el filtro y su contenido con unos mililitros de agua y recoger el filtrado en un tubo de ensayo. Añadir, al tubo de ensayo, unas gotas de ácido nítrico concentrado (4.1) y de la disolución de nitrato de plata (4.2.1). Controlar la ausencia de turbidez o de precipitado en la disolución. En caso contrario, continuar el lavado y seguir el control periódicamente. La ausencia de turbidez en el ensayo con nitrato de plata indica que el agua de lavado no contiene iones cloruro.

7 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR EL MÉTODO DE VOLHARD (MÉTODO DE REFERENCIA)

7.1 Fundamento del método

Este ensayo es adecuado para los áridos cuyo contenido en cloruros proceda del contacto directo con aguas salinas o por haber estado sumergidos en dichas aguas, como -por ejemplo- es el caso típico de los áridos extraídos del mar. Con otros áridos, como son los procedentes de regiones desérticas, el análisis de una disolución en ácido nítrico del árido finamente molido puede proporcionar niveles de iones cloruro significativamente superiores a los obtenidos por el método de extracción descrito en este capítulo.

Una muestra de ensayo del árido se trata con agua para extraer los iones cloruro. El método de análisis de la disolución se basa en la determinación de Volhard, en el que se añade un exceso de una disolución de nitrato de plata a la disolución que contiene los iones cloruro; la cantidad de la disolución de nitrato de plata que no ha reaccionado se valora por retroceso con una disolución patrón de tiocianato, utilizando como indicador otra disolución de sulfato de amonio y de hierro (III).

Los cloruros se expresan como iones cloruro, en % en masa, con relación al contenido en iones cloruro del árido.

7.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en su contenido en humedad como en el de sólidos.

7.3 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2 hasta obtener, en función de la dimensión nominal del árido, una cantidad no inferior a la masa indicada en la tabla 1.

Tabla 1
Masa mínima de la sub-muestra preliminar

Dimensión nominal máxima del árido mm	Masa mínima de la sub-muestra kg
63	50
45	35
31,5	15
22,4 ó menos	5

Secar la sub-muestra a una temperatura de (110 ± 5) °C hasta alcanzar masa constante (6.5).

Tamizar la sub-muestra a través e un tamiz de 16 mm (5.3.1) y moler todo el retenido hasta que pase por el tamiz, evitando una molienda excesiva. Combinar, mezclar íntimamente y, utilizando los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2, obtener dos muestras de ensayo de, aproximadamente, $(2 \pm 0,3)$ kg de masa cada una para los áridos gruesos o de unos (500 ± 75) g de masa para los áridos finos.

En el caso de áridos ligeros, las dos muestras de ensayo deben ser de, aproximadamente, 1 l.

7.4 Preparación de los extractos

Utilizar, para los áridos gruesos y para los áridos ligeros, las dos botellas de plástico o de metal de boca ancha, de 5 l de capacidad; para los áridos finos emplear las dos botellas de 2 l de capacidad (5.3.2). Pesar cada botella y anotar su masa redondeada al gramo más próximo.

Introducir en las botellas las muestras de ensayo obtenidas como se describe en 7.3, pesar las botellas con su contenido, anotar las masas con una exactitud de 1 g. Calcular por diferencia la masa de árido en cada botella.

Añadir a cada botella una masa de agua igual a la de la muestra de ensayo. Para los áridos ligeros, añadir 1 l de agua. Agitar las botellas continuamente durante 60 min en el agitador de sacudidas o de rodillos (5.3.3).

Filtrar, a continuación, las disoluciones a través de papeles de filtro secos, de textura media (5.3.4) hasta que se hayan recogido, como mínimo, 100 ml de filtrados claros o ligeramente opalescentes en vasos limpios y secos (5.2.9).

7.5 Procedimiento operatorio para la determinación del contenido en cloruros en los extractos

Tomar, con ayuda de la pipeta de 100 ml (5.2.10), 100 ml del extracto filtrado (7.4) y pasarlo a un matraz Erlenmeyer de 250 ml de capacidad (5.3.5). Añadir 5 ml de ácido nítrico (4.2.3) al matraz y, a continuación, 5 ml de la disolución de nitrato de plata (4.2.1) contenida en una bureta, hasta precipitación completa de los cloruros, añadiendo un exceso.

NOTA – Si los áridos contienen sulfuros (por ejemplo, las escorias), dejar digerir la disolución durante 3 min a 5 min a una temperatura próxima a la de ebullición. Se puede forma un precipitado blanco de azufre, que no es necesario separarlo por filtración. Dejar enfriar y añadir la disolución de nitrato de plata.

Es necesario adicionar un exceso suficiente de la disolución de nitrato de plata para asegurar un consumo mínimo de 3 ml de la disolución de tiocianato.

Anotar el volumen total añadido V_5 de la disolución de nitrato de plata.

Añadir 2 ml de 3,5,5 trimetil 1 hexanol (4.2.4), tapar el matraz y agitarlo vigorosamente para coagular el precipitado.

Destapar prudentemente el matraz para evitar pérdidas de la disolución, lavar el tapón con agua, recogiendo las aguas de lavado en la disolución.

Añadir 5 ml de la disolución indicadora de sulfato de amonio y de hierro (III) (4.2.5); a continuación, valorar con la disolución de tiocianato patrón (4.2.2), que se encuentra en una bureta, hasta el primer cambio permanente de color, de blanco opalino a marrón oscuro, con la misma intensidad de color que la utilizada para la valoración descrita en 4.2.2.

Anotar el volumen consumido V_6 de la disolución de tiocianato.

Repetir el procedimiento operatorio con la disolución de la segunda sub-muestra.

El número de determinaciones en cada disolución, se fija en uno. El resultado del ensayo se expresa como la media de las determinaciones realizadas con las dos disoluciones.

7.6 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en iones cloruro C del árido, expresado en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$C \text{ (en \%)} = 0,003546 W [V_5 - (10 \times C_t \times V_6)]$$

donde

V_5 es el volumen añadido de la disolución de nitrato de plata, en mililitros;

V_6 es el volumen consumido de la disolución patrón de tiocianato patrón, en mililitros;

C_T es la concentración de la disolución patrón de tiocianato, en moles por litro;

W es la relación agua/árido, en gramos/gramo. Para los áridos ligeros, W es igual a 1 000 g/masa de los áridos, en gramos.

NOTA – En el anexo A se recoge la exactitud de este método de ensayo.

8 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR POTENCIOMETRÍA (MÉTODO ALTERNATIVO)

8.1 Fundamento del método

De las muestras de ensayo de los áridos se extraen los cloruros del mismo modo que en 7.4. Los iones cloruro en los extractos se precipitan con una disolución patrón de nitrato de plata.

La valoración se realiza por potenciometría, utilizando como indicador un electrodo apropiado.

NOTA – También se pueden utilizar electrodos selectivos del ión cloruro y el gráfico de Gran (véase anexo B).

8.2 Muestreo, preparación de las muestras de ensayo y de los extractos

Seguir los procedimientos operatorios descritos en 7.2, 7.3 y 7.4.

8.3 Procedimiento operatorio para la determinación del contenido en iones cloruro en los extractos

Tomar 50 ml del filtrado de la disolución (7.4) con una pipeta de 50 ml (5.2.10) y transferirla a un vaso de 250 ml. Acidificar con ácido nítrico (HNO_3) (4.2.3) hasta obtener un valor del pH de 2 a 3. Añadir con una pipeta 5 ml de la disolución de cloruro de sodio (4.3.2).

NOTA – Cuando los áridos contienen sulfuros (por ejemplo, las escorias), dejar digerir la disolución durante 3 min a 5 min a una temperatura próxima a la de ebullición. Se puede formar un precipitado blanco de azufre, que no es necesario eliminarlo por filtración. Dejar enfriar y valorar.

Valorar con la disolución de nitrato de plata (4.3.1), utilizando el potenciómetro (5.4.1). El contenido en iones cloruro de la disolución proporcionado por el consumo de la disolución de nitrato de plata corresponde al punto de inflexión de la gráfica de potencial, deducción hecha a partir de la cantidad de cloruro de sodio (4.3.2) añadido para mejorar la detección del punto de equivalencia.

Repetir el procedimiento operatorio con la disolución de la segunda muestra de ensayo.

Realizar un ensayo en blanco para confirmar la cantidad añadida de cloruro de sodio.

8.4 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en iones cloruro, C, del árido, expresado en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$C \text{ (en \%)} = 0,000709 \times V_7 \times W$$

donde

V_7 es la cantidad consumida de la disolución de nitrato de plata, en mililitros, substrayendo 10 ml para la disolución de cloruro añadida;

W es la relación agua/árido (en gramos/gramo); para los áridos ligeros W es 1 000 g/masa del árido, en gramos.

NOTA – En el anexo A se incluye la exactitud de este método de ensayo.

9 DETERMINACIÓN DE LOS CLORUROS SOLUBLES EN AGUA POR EL MÉTODO DE MOHR (MÉTODO ALTERNATIVO)

9.1 Generalidades

Este método de ensayo permite la extracción más rápida de los iones cloruro que el método descrito en el capítulo 7. Se recomienda, de un modo especial, emplear este método de ensayo como una comprobación preliminar antes de recurrir al método de ensayo del capítulo 7, que se puede exigir para el cumplimiento de un requisito. Este método, únicamente, se debe utilizar en el control de producción en fábrica.

La concentración en iones cloruro del extracto acuoso de un árido natural se puede determinar empleando técnicas instrumentales basadas en la medida de la conductividad.

9.2 Fundamento del método

Los iones cloruro de una muestra de ensayo del árido se extraen con agua, a la temperatura ambiente. En el extracto se determinan los iones cloruro por el método de Mohr; la valoración se hace con nitrato de plata, utilizando como indicador cromato de potasio. El contenido en iones cloruro se puede determinar, también, empleando métodos instrumentales basados en la conductividad.

9.3 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

9.4 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio hasta obtener una muestra de ensayo de 250 g de árido (1 l si se trata de áridos ligeros) empleando los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2.

9.5 Preparación de los extractos

Utilizar, para los áridos finos y gruesos, las botellas de plástico de boca ancha de 1 l de capacidad (5.5.1). Para los áridos ligeros, emplear las botellas de 5 l de capacidad (5.3.2). Pesar cada botella y anotar su masa redondeada al gramo más próximo.

Colocar las muestras de ensayo en las botellas, pesar estas últimas con su contenido y anotar su masa con la exactitud, aproximada, de 1 g. Calcular por diferencia la masa del árido en cada botella.

Añadir a cada botella una masa de agua igual a la de los áridos. Para los áridos ligeros, añadir 1 l de agua. Fijar los cierres herméticos de las botellas y mezclar su contenido agitando, al menos, 20 veces. Dejar decantar hasta que el líquido sobrenadante sea más o menos claro.

9.6 Procedimiento operatorio para determinar el contenido en iones cloruro en los extractos

NOTA – Si se utiliza la medida de la conductividad, decantar unos 100 ml en un vaso de 250 ml y determinar la concentración.

Tomar 25 ml del agua sobrenadante (9.5) con una pipeta de 25 ml (5.2.10) y transferir a un matraz Erlenmeyer de 100 ml (5.3.5).

Añadir al matraz 4 ml a 6 ml de la disolución de cromato de potasio (4.4.1) y mezclar. A continuación, valorar con la disolución de nitrato de plata de 0,01 mol/l (4.3.1) hasta obtener un color rojo claro. Anotar el volumen consumido V_8 de la disolución de nitrato de plata.

9.7 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en iones cloruro, C, del árido, expresado en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$C \text{ (en \%)} = 0,01 \times 0,03545 \times V_8 \times W \times 4$$

donde

V_8 es el volumen utilizado de la disolución de nitrato de plata 0,01 mol/l, en mililitros;

W es la relación agua/árido, en gramos/gramo. Para áridos ligeros, W es 1 000 g/masa del árido, en gramos.

10 DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS SOLUBLES EN AGUA

10.1 Fundamento del método

De una muestra de ensayo del árido se extraen con agua los iones sulfato solubles en la misma. El contenido en sulfatos solubles en agua se determina por precipitación, a pH comprendido entre 1 y 1,5, con una disolución de cloruro de bario a ebullición.

La dosificación se finaliza, a continuación, por gravimetría. El contenido en iones sulfato se expresa en %, en masa, con relación a la masa del árido.

Este método se aplica, también, en el análisis de los áridos que contengan sulfuros; por ejemplo, las escorias.

10.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

10.3 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio, siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma EN 932-2, hasta obtener una cantidad no inferior a la masa indicada en la tabla 1 (7.3) en función de la dimensión nominal del árido.

Secar la sub-muestra a una temperatura de (110 ± 5) °C hasta conseguir masa constante (6.5).

Tamizar la sub-muestra a través de un tamiz de 16 mm (véase 5.3.1) y moler todo el retenido de manera que pase por el tamiz, evitando una trituración excesiva. Combinar, mezcla completamente y, utilizando los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-2, preparar dos muestras de ensayo de, aproximadamente, $(2 \pm 0,3)$ kg de masa, cada una, para los áridos gruesos o dos muestras de ensayo de, aproximadamente, (500 ± 75) g, cada una, para los áridos finos.

En el caso de áridos ligeros, las dos muestras de ensayo serán de, aproximadamente, 1 l.

10.4 Preparación de los extractos

Para los áridos gruesos o ligeros, emplear dos botellas de boca ancha, de vidrio o de plástico, de 5 l de capacidad; para los áridos finos, emplear dos botellas de 2 l de capacidad (5.3.2). Pesar cada botella con una exactitud de 1 g y anotar su masa redondeada al gramo más próximo.

Introducir las muestras de ensayo, obtenidas como se describe en 10.3, en las botellas, pesar éstas con su contenido y anotar su masa, con una exactitud de 1 g. Calcular por diferencia la masa del árido en cada botella.

Añadir a cada botella una masa de agua igual o el doble de la masa de la muestra de ensayo. Para los áridos ligeros, añadir 1 l de agua. Ajustar los cierres herméticos de cada botella y mezclar su contenido por medio del agitador de sacudidas o rotatorio (5.3.3), durante 24 h como mínimo.

NOTA – Si no se emplea un equipo de agitación mecánica y si el árido y el agua están simplemente en contacto con una agitación ocasional, es posible (particularmente si el sulfato está formado, por ejemplo, por cristales grandes de yeso) que el sulfato que en teoría se debía disolver no se extraiga en 24 h.

A continuación, filtrar los extractos a través de papeles de filtro de textura media y secos (5.3.4) hasta que, al menos, se obtengan 100 ml de filtrados claros que se recogen en vasos secos y limpios (5.2.9).

10.5 Procedimiento operatorio para determinar el contenido en sulfatos en los extractos

Con ayuda de una pipeta (5.2.10), transferir 50 ml del extracto filtrado a un vaso de 500 ml, diluir con agua hasta obtener un volumen de 300 ml, añadir 10 ml de la disolución de ácido clorhídrico (4.5.1).

Llevar a ebullición y mantener ésta durante 5 min.

NOTA – Si el árido contiene sulfuros, como sucede en las escorias, hervir durante 5 min, dejar reposar la disolución durante otros 30 min en un recinto caliente. Si se forma un precipitado, filtrar a través de un papel de filtro de textura media y lavar a fondo con agua destilada a ebullición; continuar como de costumbre desechando el residuo.

Agitar vigorosamente, continuar con la ebullición, añadir gota a gota 5 ml de la disolución de cloruro de bario (4.5.2) calentada a una temperatura próxima a la de ebullición. Continuar la ebullición durante 15 min para que se obtenga una precipitación completa.

Dejar reposar la disolución durante 30 min a una temperatura próxima a la de ebullición; a continuación, dejar dicha disolución durante una noche en un lugar caliente.

Transferir el precipitado de sulfato de bario, filtrando a vacío, con sumo cuidado, a un crisol filtrante de sílice sinterizada (5.6.1), previamente calcinado y tarado. Como alternativa, filtrar el precipitado, con el máximo cuidado, a través de un papel de filtro de textura fina situado en un embudo. En los dos casos, lavar varias veces el precipitado con agua hirviendo hasta que las aguas de lavado estén exentas de iones cloruro (6.7).

Si se emplea un crisol de sílice sinterizada, retirarlo del matraz de vacío y secarlo a (110 ± 5) °C durante, aproximadamente, 30 min; elevar gradualmente la temperatura hasta (925 ± 25) °C en un horno de mufla eléctrico (5.2.2) hasta masa constante; 15 min a esta temperatura debería ser suficiente.

Dejar enfriar el crisol en un desecador (5.2.16) y pesar con una exactitud de 0,1 mg, calcular la masa del precipitado, m_3 , a partir del aumento de masa del crisol.

Si el precipitado se ha filtrado a través de un papel de filtro, llevar el papel de filtro y el precipitado a un crisol, previamente calcinado y tarado (5.6.2).

Colocar el crisol y su contenido en un horno de mufla eléctrico (5.2.2) siguiendo el procedimiento operatorio descrito en 6.6.

Calcular la masa del precipitado, m_3 , a partir del aumento de masa (con una exactitud de 0,1 mg) del crisol.

10.6 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en sulfatos solubles en agua del árido, expresado en % en masa, como SO_3 , por medio de la siguiente expresión:

$$SO_3 \text{ soluble (en \%)} = 2 \times W \times 0,343 \times m_3$$

donde

m_3 es la masa del precipitado de sulfato de bario, en gramos;

W es la relación agua/árido, en gramos/gramo; para los áridos ligeros, W es 1 000 g/masa de los áridos, en gramos.

11 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL EN AZUFRE

11.1 Fundamento del método

La muestra de ensayo se trata con bromo y ácido nítrico para transformar todos los compuestos de azufre presentes en el árido en sulfatos. Los sulfatos se precipitan y pesan en forma de $BaSO_4$. El contenido en azufre se expresa en porcentaje, en masa, del árido.

11.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en el contenido en humedad como en el de sólidos.

11.3 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma EN 932-2, hasta obtener una cantidad no inferior a la masa indicada en la tabla 1, en función de la dimensión nominal del árido.

En caso necesario, secar la muestra a una temperatura no superior a (110 ± 5) °C para evitar la oxidación de los sulfuros.

Moler y reducir la sub-muestra por etapas. Moler, a continuación, y continuar la reducción hasta obtener una masa de, aproximadamente, 20 g que haya pasado a través del tamiz patrón de 125 μm . Tomar, aproximadamente, 1 g de este material como muestra de ensayo.

11.4 Procedimiento operatorio

Pesar la muestra de ensayo con una exactitud de 0,1 mg, anotar su masa, m_4 , e introducirla en un matraz Erlenmeyer de boca ancha (5.12.1) provisto de un embudo de vástago corto; trabajando en vitrina (5.2.17), añadir al Erlenmeyer 3 ml de agua y 1 ml de bromo (4.6.1), agitar suavemente durante 1 min para evitar la formación de grumos. Añadir, a continuación, a través del embudo 15 ml de ácido nítrico concentrado exento de sulfuros (4.1). Dejar la mezcla en el baño de agua (baño maría) durante 1 h, rompiendo periódicamente el gel con una varilla de vidrio que tiene una extremidad aplanada, dejando la varilla en el matraz para este fin. Añadir 30 ml de agua y hervir la mezcla, moderadamente, en una placa calefactora (5.2.7) hasta que cese el desprendimiento de vapores densos de color pardo. Añadir 5 ml de ácido clorhídrico concentrado (4.1) y 10 ml de agua; reducir nuevamente por ebullición a un volumen pequeño. Repetir la adición y reducir nuevamente por ebullición a un volumen pequeño.

Transferir el contenido del matraz a un vaso de 250 ml y lavar el matraz hasta que el volumen total en el vaso de precipitados sea de, aproximadamente, 100 ml.

Añadir un poco de pulpa de papel de filtro, calentar hasta casi ebullición; alcalinizar la disolución añadiendo amoníaco, controlar la alcalinidad utilizando el indicador rojo de metilo (4.6.2) o un pH-metro (5.2.8). Hervir suavemente durante 30 min, filtrar a vacío moderado (utilizando un papel de filtro de textura media) y lavar una vez con un poco de agua hirviente, guardando los filtrados.

Transferir el papel de filtro a un vaso y redisolver con 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, a los cuales se le ha añadido 70 ml de agua hirviente.

Repetir las operaciones anteriores, hervir, precipitar, filtrar y lavar, desechando el precipitado. Acidificar los filtrados y las aguas de lavado reunidas (que deberían ser, en total, de unos 200 ml) con la adición de 1 ml ácido clorhídrico concentrado, llevar a ebullición y mantenerla durante 5 min. Mientras está en ebullición, agitar vigorosamente la disolución manteniéndola casi a ebullición, añadir gota a gota 10 ml de la disolución de cloruro de bario (4.5.2) calentada hasta una temperatura ligeramente inferior al punto de ebullición.

Dejar reposar, filtrar y calcinar el precipitado de sulfato de bario como se describe en 10.5.

Pesar con una exactitud de 0,1 mg y calcular la masa del precipitado, m_5 .

11.5 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en azufre del árido, expresado en % en masa, como S, por medio de la siguiente expresión:

$$S \text{ (en \%)} = \frac{m_5}{m_4} \times 13,74$$

donde

m_5 es la masa del precipitado, en gramos;

m_4 es la masa de la muestra de ensayo, en gramos.

NOTA – En el anexo A se incluye la exactitud de este método de ensayo.

12 DETERMINACIÓN DE LOS SULFATOS SOLUBLES EN ÁCIDO

12.1 Fundamento del método

Los sulfatos se extraen de una muestra de ensayo del árido por medio de una disolución de ácido clorhídrico diluido, en donde se determinan por gravimetría. El contenido en iones sulfato se expresa en tanto por ciento, en masa, del árido.

12.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en el contenido en humedad como en el de sólidos.

12.3 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2, hasta obtener una cantidad no inferior a la indicada en la tabla 1, en función de la dimensión nominal del árido.

Triturar y reducir la sub-muestra por etapas. A continuación, triturar y reducir hasta obtener una masa aproximada de 20 g que pase por el tamiz de 0,125 mm. Tomar 2 g de este material como muestra de ensayo.

En caso necesario, secar la muestra a una temperatura no superior a (110 ± 5) °C para evitar la oxidación de los sulfuros.

12.4 Procedimiento operatorio

Pesar la muestra de ensayo con una exactitud de 0,1 mg, m_6 , e introducirla en un vaso de 250 ml, añadir 90 ml de agua destilada fría. A continuación, mientras se agita la mezcla vigorosamente, añadir 10 ml de ácido clorhídrico concentrado. Calentar moderadamente la disolución y desmenuzar las partículas sólidas con el extremo aplanado de una varilla agitadora de vidrio. Dejar la disolución en digestión durante 15 min a una temperatura ligeramente inferior a la de ebullición.

NOTA – Los áridos que contienen cantidades importantes de carbonatos harán espuma al añadir el ácido. En estos casos, añadir el ácido lentamente y agitando continuamente. Los áridos que contienen sulfuros liberan H_2S al ser acidificados, fenómeno que se reconoce por el olor característico. En estos casos, se corre el riesgo de que el procedimiento operatorio de lugar a un contenido mayor de sulfatos, debido a la oxidación de los sulfuros. Para evitar cualquier oxidación, poner 90 ml de agua y 10 ml de ácido clorhídrico concentrado en un vaso de 250 ml y calentar hasta ebullición. Retirar la fuente de calor y, mientras se agita, rociar la superficie de la muestra de ensayo con la disolución del ácido.

Filtrar el residuo, sobre un vaso de 400 ml, a través de papel de filtro de textura media. Lavar a fondo con agua hirviendo hasta que el filtrado esté exento de iones cloruro al ensayarlo con la disolución de nitrato de plata (6.7).

Llevar a un volumen de unos 250 ml y, si fuera necesario, acidificar con ácido clorhídrico (1+11) hasta obtener un color rojo con el indicador rojo de metilo (4.6.2).

Llevar la disolución a ebullición y mantener ésta durante 5 min. Comprobar que la disolución está clara; si no fuera así, comenzar de nuevo el ensayo con una nueva muestra de ensayo. Mantener la disolución a la temperatura de ebullición y mientras se agita vigorosamente añadir, gota a gota, 10 ml de la disolución de cloruro de bario (4.5.2) a una temperatura ligeramente inferior a la de ebullición.

Dejar reposar la disolución, filtrar y calcinar el precipitado de sulfato de bario como se describe en 10.5.

Pesar con una exactitud de 0,1 mg y calcular la masa del precipitado (m_7).

12.5 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en sulfatos solubles en agua del árido, expresado como SO_3 en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$\text{Contenido en sulfatos (en \%)} = \frac{m_7}{m_6} \times 34,30$$

donde

m_7 es la masa del precipitado, en gramos;

m_6 es la masa de la muestra de ensayo, en gramos;

NOTA – En el anexo A se incluye la exactitud de este método de ensayo.

13 DETERMINACIÓN DE LOS SULFUROS SOLUBLES EN ÁCIDO

13.1 Fundamento del método

La muestra de ensayo se ataca con ácido clorhídrico, en medio reductor. Los sulfuros se transforman en sulfuro de hidrógeno que, por medio de una corriente gaseosa, se llevan hasta una disolución amoniacal de sulfato de cinc, en donde precipitan como sulfuro de cinc, que se determina por iodometría.

13.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en el contenido en humedad como en el de sólidos.

13.3 Preparación de la muestra de ensayo

Reducir la muestra de laboratorio siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2 hasta obtener una cantidad no inferior a la masa que se incluye en la tabla 1, en función de la dimensión nominal del árido. Triturar y reducir la sub-muestra por etapas. A continuación, triturar y reducir hasta obtener una masa aproximada de 20 g que pase por el tamiz de 0,125 mm. Tomar, aproximadamente, 1 g de este material como muestra de ensayo.

En caso necesario, secar la muestra a una temperatura no superior a (110 ± 5) °C para evitar la oxidación de los sulfuros.

13.4 Procedimiento operatorio

Utilizar el aparato descrito en 5.7.1 y representado en la figura 1. Pesar la muestra de ensayo, anotando su masa (m_g), con una exactitud de 0,1 mg e introducirla en un matraz de fondo redondo de 250 ml y de cuello esmerilado.

NOTA – Si el contenido en sulfuros es bajo (<0,1%), utilizar disoluciones diez veces menos concentradas (4.7.5 y 4.7.6).

Añadir al matraz 2,5 g de cloruro de estaño (II) (4.7.3) y 0,1 g de cromo (4.7.4).

NOTA – El cromo contribuye a la disolución de la piritita (FeS_2) eventualmente presente en el cemento.

Dispersar el contenido del matraz en 50 ml de agua. Unir el matraz al cuello esmerilado del embudo de decantación y unir este cuello al extremo de entrada del refrigerante. Conectar el extremo de salida del refrigerante a un tubo acodado de vidrio, que se sumerge en un vaso que contiene 15 ml de la disolución amoniacal de sulfato de cinc (4.7.2) y 285 ml de agua.

Conectar el dispositivo al suministro gaseoso (nitrógeno o argón) y ajustar su caudal a unos 10 ml por min. Interrumpir el paso de gas. Verter al matraz 50 ml de ácido clorhídrico (1+1), contenido en el embudo de decantación, que deberá conservar siempre un pequeño volumen de ácido como líquido de estanquidad.

Reanudar el suministro de gas, calentar el matraz y su contenido hasta ebullición del líquido, que se mantiene durante 10 min. Desconectar del refrigerante el tubo de vidrio acodado, que se utilizará como agitador durante la valoración.

NOTA – Determinados áridos con alto contenido en sulfuros pueden requerir más de 10 min del tiempo de reacción para transformar por completo todos los sulfuros en el precipitado de sulfuro de cinc. Controlar si la extracción es completa haciendo borbotear los gases desprendidos por el tubo de desprendimiento en una disolución reciente de sulfato de cinc amoniacal. Si no aparece precipitado, la extracción es completa.

Enfriar el vaso colector a 20 °C y añadir exactamente, con la pipeta, 10 ml de la disolución de iodato de potasio 0,0166 mol/l (4.7.5) y 25 ml de ácido clorhídrico concentrado. Valorar con la disolución de tiosulfato de sodio (4.7.6) hasta color amarillo pálido. Añadir, a continuación, 2 ml de la disolución de engrudo de almidón (4.7.7) y proseguir la valoración hasta el viraje de azul a incoloro.

13.5 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular el contenido en sulfuros del árido, expresado en tanto por ciento en masa, como S, por medio de la siguiente expresión:

$$S \text{ (en \%)} = \frac{\{(V_9 \times F) - (V_{10} \times f)\} \times 1,603 \times 100}{1\,000 \times m_8} = 0,1603 \frac{(V_9 \times F) - (V_{10} \times f)}{m_8}$$

donde

V_9 es el volumen de la disolución de iodato de potasio, en mililitros;

F es el factor de la disolución de iodato de potasio según 4.7.5;

V_{10} es el volumen de la disolución de tiosulfato de sodio consumido en la valoración, en mililitros;

f es el factor de la disolución de tiosulfato de sodio, según 4.7.6;

m_8 es la masa de la muestra de ensayo, en gramos.

14 DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES QUE AFECTAN AL ESTADO DE LA SUPERFICIE DE LOS HORMIGONES

14.1 Análisis de la presencia de partículas reactivas de sulfuro de hierro

14.1.1 Generalidades. En este capítulo se describen métodos de ensayo para detectar la presencia de partículas de sulfuro de hierro que pueden originar la formación de manchas marrones cuando se encuentran en o cerca de la superficie del hormigón. Estas manchas pueden ser imposibles de quitar, en determinados casos, salvo por saneamiento de la superficie.

14.1.2 Muestreo. Se deben inspeccionar los depósitos de áridos y se deben tomar para el ensayo unas 50 partículas representativas de árido entre las que se presume que son susceptibles de contener sulfuro de hierro.

14.1.3 Procedimiento operatorio. Determinar la reactividad de las partículas sumergidas en agua saturada de cal.

NOTA – Se debe formar un precipitado gelatinoso azul verdoso de sulfuro de hierro en un intervalo de 5 min. Este precipitado se transforma rápidamente en hidróxido de hierro (III) marrón por exposición al aire y a la luz. Esta reacción debe completarse antes de 30 min e indica rápidamente la presencia de sulfuro de hierro reactivo.

Si al sumergir las partículas en el agua saturada de cal no se forma el precipitado gelatinoso marrón, podría ser por tratarse de partículas reactivas que reaccionasen lentamente. Si se sospecha la presencia de tales partículas, se debe emplear el siguiente procedimiento:

Examinar visualmente las partículas para establecer, tanto como sea posible, la probabilidad de que produzcan manchas en el mortero o en el hormigón.

NOTA – Si se trata de un yacimiento del que se tienen antecedentes de haber producido ocasionalmente áridos que contienen sulfuro de hierro, puede ser suficiente que un experto realice un examen del yacimiento con ayuda de un microscopio de baja potencia para determinar si el material se puede utilizar o no.

En otros casos, recubrir las partículas recuperadas con la pasta de cemento portland, conservar durante 28 días en condiciones húmedas y examinar, a continuación, si en la envoltura de cemento han aparecido manchas.

14.2 Determinación de contaminantes ligeros

14.2.1 Generalidades. Este ensayo describe un método para determinar el porcentaje, en masa, de partículas ligeras en los áridos finos. El método de ensayo pone de manifiesto la existencia de sustancias, tales como el lignito y el carbón, que pueden producir manchas o ampollas en la superficie de los hormigones o de los morteros. En caso necesario, el método se puede adaptar para emplearlo con áridos gruesos examinando cantidades mayores (véase tabla 1).

14.2.2 Fundamento del método. Las partículas de todos los minerales inorgánicos comerciales que componen los áridos finos para morteros y hormigones tienen una densidad real superior a 2,0. Al sumergir una cantidad adecuada de la muestra de ensayo del árido fino en un líquido cuya densidad sea ligeramente inferior a 2,0, las partículas de menor densidad flotan en el líquido facilitando su separación para posterior examen y cuantificación.

NOTA – Este método de flotación no se puede aplicar a los áridos ligeros; en este caso la determinación de contaminantes ligeros en los áridos ligeros se debe realizar manualmente.

14.2.3 Procedimiento operatorio. La cantidad mínima de árido fino de la muestra de laboratorio será de 5 kg, que se debe reducir para obtener la muestra de ensayo con una masa de (350 ± 50) g.

Extender la muestra de ensayo en una bandeja (5.2.1) e introducirla en una estufa a (110 ± 5) °C (6.4 y 6.5). Anotar la masa de la arena secada, m_9 , pesar la arena secada con una exactitud de 0,1 g y anotar la masa. Tamizar el árido a través de un tamiz de 300 μm (5.8.1), rechazando la fracción más fina.

Verter 1 l de la disolución de cloruro de cinc (4.8.1) o de politungstano de sodio (4.8.2) en un vaso de 2 l y, a continuación, verter el árido en la disolución. Agitar suavemente el lecho del árido con una varilla de vidrio para facilitar el ascenso de las partículas ligeras a la superficie de la disolución. Agitar suavemente las partículas que flotan con la varilla de vidrio para desalojar las burbujas de aire de las mismas, dejar que estas partículas sedimenten de nuevo en el lecho del árido.

Decantar la disolución sobrenadante en un segundo vaso de 2 l, pasando el líquido a través del tamiz de 250 μm (5.8.1), dejando que las partículas que flotan se depositen y se recojan en el tamiz. Asegurarse que el árido no pasa a través del tamiz. Devolver la disolución al primer vaso y agitar de nuevo el lecho del árido. Si se observa la flotación de nuevas partículas, decantar de nuevo a través del tamiz y repetir el proceso hasta que todas las partículas que flotan se hayan recogido en el tamiz.

Lavar el tamiz y las partículas contenidas en el mismo con agua hasta que toda la disolución de cloruro de cinc o de wolframato de sodio se haya eliminado. Secar el tamiz y su contenido a una temperatura de (40 ± 5) °C durante (20 ± 4) h. A continuación, verter el contenido en una cápsula de evaporación (5.8.2) y completar el secado a una temperatura de (110 ± 5) °C durante $(4 \pm 0,25)$ h.

Enfriar la cápsula y, a continuación, pesar las partículas ligeras, m_{10} , con una exactitud de 0,1 g.

14.2.4 Cálculo y expresión de los resultados. Calcular el porcentaje de partículas ligeras, expresado como m_{pc} , por medio de la siguiente expresión:

$$m_{\text{pc}}(\text{en } \%) = \frac{m_{10}}{m_9} \times 100$$

donde

m_9 es la masa de la muestra de ensayo secada en la estufa, en gramos:

m_{10} es la masa de las partículas ligeras separadas de la muestra de ensayo, en gramos.

Anotar el resultado con una aproximación del 0,1%.

15 DETERMINACIÓN DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS QUE AFECTAN AL FRAGUADO Y AL ENDURECIMIENTO DEL CEMENTO

15.1 Determinación del contenido en humus

15.1.1 Fundamento del método. El humus es una sustancia orgánica que se forma en el suelo por descomposición de los residuos animales o vegetales.

El contenido en humus se determina por el color que aparece cuando una muestra de ensayo se agita en una disolución de hidróxido de sodio.

NOTA – Este método se basa en un proceso en el cual el humus desarrolla un color oscuro por reacción con una disolución de hidróxido de sodio. La intensidad del color depende del contenido en humus. Si la disolución no se oscurece o lo hace ligeramente, el árido no contiene cantidades considerables de humus. Un color fuerte es consecuencia, normalmente, de un contenido elevado en humus, pero también se puede deber a otras causas. Por ello, en este caso, el método no proporciona una conclusión definitiva.

15.1.2 Muestreo. Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en su contenido en humedad como en el de sólidos.

15.1.3 Preparación de la muestra de ensayo. Secar la sub-muestra (7.3) en la estufa (5.2.1), extendida en las bandejas, a una temperatura de $(55 \pm 5)^\circ\text{C}$, en lugar de $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$. Tamizar la muestra a través del tamiz de 4 mm (5.9.1) y guardar la fracción retenida en el tamiz. Triturar la fracción retenida en el tamiz hasta que pase por el tamiz de 4 mm y añadirla a la fracción del árido que ha pasado por dicho tamiz.

15.1.4 Procedimiento operatorio. Verter una disolución de NaOH, al 3 % (4.9.1), en la botella de cristal (5.9.2) hasta conseguir una altura de 80 mm. A continuación, introducir la muestra de ensayo en la botella hasta que la altura del árido y de la disolución alcance 120 mm. Sacudir la botella para liberar las burbujas de aire.

Tapar la botella y sacudir vigorosamente durante 1 min y dejar reposar. Transcurridas 24 h, comparar el color de la disolución con el de la disolución patrón (4.9.2) contenida en una botella idéntica.

15.1.5 Expresión de resultados. El resultado del ensayo debe poner de manifiesto si el color de la disolución es más claro o más oscuro que el de la disolución patrón (4.9.2).

15.2 Determinación del contenido en ácido fúlvico

15.2.1 Generalidades. En este apartado se describe un método de ensayo para determinar el contenido en ácido fúlvico que puede estar presente en los áridos finos, de un modo especial en los suelos arenosos con el fin de estabilizarlos con cemento.

15.2.2 Fundamento del método. Los ácidos fúlvicos son componentes de los ácidos húmicos que tienen un efecto retardador en la hidratación de los cementos. Los ácidos fúlvicos se disuelven en ácido clorhídrico produciendo un color amarillo. La intensidad del color aumenta conforme lo hace el contenido de los ácidos fúlvicos. Los compuestos de Fe(III) dan un color marrón con ácido clorhídrico. Este color se elimina reduciendo los compuestos de Fe(III) a compuestos incoloros de Fe(II), con una disolución de cloruro de estaño (II).

15.2.3 Muestreo. Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en su contenido en humedad como en el de sólidos.

15.2.4 Preparación de la muestra de ensayo. Reducir la muestra de laboratorio hasta obtener una muestra de ensayo de $(100 \pm 0,5)$ g, siguiendo los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2.

El contenido en agua de la muestra de ensayo no debe ser superior al 10%, en masa, con relación a la muestra de ensayo. Las muestras de ensayo cuyos contenidos en humedad excedan del 10% se deben secar, a una temperatura de (40 ± 5) °C, hasta que este contenido se reduzca al 10% o menos.

15.2.5 Procedimiento operatorio. El ensayo se realiza a una temperatura de (20 ± 2) °C. Pesar la muestra de ensayo en un matraz Erlenmeyer de 250 ml ó 300 ml (5.2.9). Añadir 100 ml de ácido clorhídrico (4.10.1). Dejar reposar el matraz con su contenido durante 4 h agitándolo ocasionalmente.

Filtrar 75 ml de la disolución a una probeta graduada de 250 ml (5.2.11). A continuación, añadir 10 ml de la disolución clara de cloruro de estaño (II) (4.10.2) medido con una probeta graduada de 10 ml (5.2.11). Dejar reposar la probeta graduada de 250 ml con su contenido durante 1 h adicional y, a continuación, adicionar ácido clorhídrico (4.10.1) hasta completar un volumen de 100 ml. Mezclar dicho contenido con una varilla agitadora (5.10.1).

Si la disolución se enturbia, después de la adición de cloruro de estaño (II), pone de manifiesto que existen sulfuros. En este caso, el ensayo se debe repetir hirviendo la disolución, en una placa calefactora (5.10.4), durante 5 min antes de añadir el cloruro de estaño (II).

15.2.6 Expresión de los resultados. Determinar la cantidad de ácido fúlvico eligiendo el disco coloreado patrón (5.10.5) que tenga el mismo color que el de la disolución. En la tabla 2 se encuentran los niveles de aceptación del contenido en ácido fúlvico por comparación con el disco coloreado patrón.

Tabla 2
Niveles de aceptación del contenido en ácido fúlvico

Disco coloreado(5.10.5)	Aceptación para la arena en el hormigón		Aceptación para la estabilización de suelos
	Resistencia a 3 días	Resistencia a 28 días	
A	sin influencia	sin influencia	buena
B	sin influencia	sin influencia	buena
C	moderado descenso	sin influencia	buena o moderada
D	moderado descenso	sin influencia	moderada
E	fuerte descenso	sin influencia	moderada a mala
F	fuerte descenso	moderado descenso	mala
G	fuerte descenso	fuerte descenso	mala

15.3 Determinación de los contaminantes orgánicos por el ensayo del mortero

15.3.1 Fundamento del método. El método del mortero es un ensayo de prestaciones destinado a demostrar y cuantificar los efectos que pueden tener los contaminantes orgánicos presentes en el árido sobre el fraguado y el endurecimiento del mortero. Este método tiene como fundamento realizar los ensayos correspondientes para determinar la velocidad de fraguado y la resistencia a compresión de dos morteros idénticos, que se han preparado uno de ellos con el árido a ensayar, tal como se recibe, y el otro con una muestra de ensayo del árido idéntica a la anterior, en la que las materias orgánicas se han destruido previamente por un tratamiento térmico. El árido sometido al tratamiento térmico se comporta como testigo (control) con el que se compara el árido original. El ensayo de rigidez pone en evidencia una aceleración o un retraso del fraguado del mortero, mientras que la resistencia a 28 días indica cualquier efecto a largo plazo.

15.3.2 Muestreo. Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

La cantidad mínima del árido de la muestra de laboratorio será de 15 kg; es decir, debe ser superior a la masa exigida en la tabla 1.

15.3.3 Preparación de las muestras de ensayo. Extender la muestra de laboratorio en bandejas y dejarla secar, de modo natural, al aire del laboratorio y a la temperatura ambiente. Reducir la muestra de laboratorio secada con el fin de obtener una muestra de ensayo de $(1\ 900 \pm 100)$ g, utilizando los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2.

Durante la reducción de la muestra de laboratorio seca, con objeto de obtener las muestras de ensayo para el método del mortero, se debería efectuar una separación con el fin de preparar dos muestras de ensayo, que tengan -cada una- una masa inferior a 1,8 kg; a continuación, se debe separar una muestra de ensayo una, dos o, si fuera necesario, tres veces, para obtener una sub-muestra que, añadida a la primera, no tenga una masa combinada superior a 2 kg.

NOTA – Para los áridos ligeros, cada muestra de ensayo será de 1 l de árido.

15.3.4 Tratamiento del árido. Conservar intactos dos de las cuatro muestras de ensayo obtenidas según se describe en 15.3.3 y calentar las otras dos restantes según el siguiente procedimiento:

a) Verter una muestra de ensayo en una cápsula de porcelana o de sílice (5.11.2) previamente tarada, pesar y colocar dicha cápsula en el horno de mufla (5.11.7) a la temperatura ambiente.

NOTA – Si no se dispone de un horno de dimensiones apropiadas, cada muestra de ensayo se puede dividir en dos o varias partes que se pesan, se tratan térmicamente y se vuelven a pesar por separado; una vez enfriadas se mezclan nuevamente.

b) Elevar la temperatura del horno a (480 ± 25) °C en $(4 \pm 0,25)$ h.

c) Mantener la temperatura a (480 ± 25) °C durante $(4 \pm 0,25)$ h y, a continuación, enfriar el horno durante la noche. Pesar la cápsula y los áridos contenidos en la misma, a la temperatura ambiente; anotar la pérdida de masa.

Realizar el mismo tratamiento con la segunda muestra de ensayo.

15.3.5 Componentes. El cemento será del tipo CEM I respondiendo a los requisitos de la Norma ENV 197-1. Se debe conservar en un recipiente hermético.

15.3.6 Proporciones de las mezclas

15.3.6.1 Requisitos generales y mezclas para ensayo. La mezcla de cada mortero debe contener una muestra de ensayo de los áridos no tratados térmicamente o una muestra de ensayo del árido que previamente se haya sometido al tratamiento térmico indicado en 15.3.4. Cada mezcla de mortero contendrá el mismo cemento CEM I, en una cantidad análoga a la cuarta parte de la masa del árido de la mezcla. El cemento se pesará con una exactitud de ± 1 g.

Asegurarse que el contenido en agua de los morteros que contienen el árido no tratado térmicamente se adapte a la necesaria para obtener una consistencia normal, que corresponde a una penetración media de la sonda (5.11.3) de $(23 \pm 0,5)$ mm, determinada de acuerdo con el método descrito en la Norma 1015-4.

En el caso de los áridos ligeros utilizar 300 g de cemento para cada mezcla de mortero y 30 g para cada ensayo preliminar.

Para determinar los contenidos necesarios de agua, preparar una serie de mezclas de ensayo preliminares, a base de áridos no tratados térmicamente, variando progresivamente el contenido de agua y determinando la consistencia de cada mezcla hasta que se haya conseguido el valor correcto. Anotar la masa de agua contenida en esta última mezcla y calcular la relación agua-cemento de la misma. Rechazar las mezclas de los ensayos preliminares.

El árido no tratado térmicamente y destinado para los ensayos debe tener la misma humedad que el árido testigo (árido control) en el mismo momento de pesarlo, antes del tratamiento. Por ello, realizar los ensayos preliminares y preparar las probetas para ensayo del mortero hechas con el árido examinado el mismo día en el que se inicie el tratamiento térmico del árido testigo (árido control).

NOTA – Las mezclas testigo (mezclas control) se prepararán un día después que las mezclas de los ensayos propiamente dichas; las condiciones del laboratorio deberían ser, también, lo más similares posible durante los dos días de amasado.

15.3.6.2 Mezclas para los ensayos. Una vez calculada la masa adecuada de cemento para cada muestra de ensayo de árido no tratado térmicamente, calcular inmediatamente, a partir de la relación agua-cemento obtenida en 15.3.6.1, la cantidad necesaria de agua para cada mezcla y pesar con una exactitud $\pm 0,5$ g.

15.3.6.3 Mezclas testigo o mezclas control. Asegurarse que la relación agua-cemento de los morteros testigo (morteros control) hechos con el árido tratado térmicamente es la misma que la de los morteros de ensayo hechos con el árido no tratado, calculando, en primer lugar, la cantidad de agua requerida para cada mezcla como se indica en 15.3.6.2.

Añadir, a continuación, a cada masa calculada, la masa perdida por la porción correspondiente de árido durante el tratamiento térmico descrito en 15.3.4 (c). Pesar esta cantidad total de agua con una exactitud de $\pm 0,5$ g para cada mezcla.

15.3.7 Procedimiento operatorio de mezclado. Se necesitan cuatro mezclas: dos se deben preparar con el árido tal como se recibe, pero secado al aire, y otras dos con el árido tratado térmicamente. Antes de comenzar la mezcla del mortero, llevar todos los materiales a la temperatura de (20 ± 2) °C. Realizar el amasado del mortero en un recinto con un ambiente controlado, que tenga una temperatura de (20 ± 2) °C y una humedad relativa de, al menos, el 50%.

Introducir todo el árido y, a continuación, el cemento en el recipiente seco de la amasadora (véase 5.11.4) y mezclar durante 30 s. Continuar la mezcla durante 60 s una vez que se haya añadido toda el agua. Parar la amasadora y recoger en el recipiente, con una espátula de goma, todo el material adherido a la pala y a las paredes, teniendo mucho cuidado de que no queden materiales sin mezclar en el fondo del recipiente; completar todas estas operaciones en un intervalo de 60 s. Cubrir el recipiente con un paño húmedo y dejar reposar durante 5 min.

Poner nuevamente el recipiente en la amasadora y mezclar el mortero durante otros 60 s.

15.3.8 Medida del tiempo de fraguado. Inmediatamente después de haber terminado la mezcla de cada mortero, determinar la velocidad de fraguado de acuerdo con el procedimiento operatorio descrito en la Norma EN 1015-9. Anotar los tiempos de fraguado para las muestras de ensayo idénticas hechas con los áridos tratados o no tratados térmicamente.

15.3.9 Resistencia a compresión del mortero endurecido. A partir de cada mezcla de mortero, preparar tres prismas de 160 mm x 40 mm x 40 mm de acuerdo con el procedimiento operatorio descrito en la Norma EN 1015-11. Determinar la resistencia a compresión de estos prismas a la edad de 28 días. Anotar los 12 valores correspondientes a la resistencia a compresión para las muestras de ensayo dobles hechas con los áridos tratados o no tratados térmicamente. Determinar la densidad de cada prisma una vez desmoldeado.

15.3.10 Cálculo y expresión de los resultados

15.3.10.1 Tiempo de fraguado. Calcular, aproximadamente a los 15 min, la modificación del tiempo de fraguado sustrayendo el tiempo medio de fraguado de los morteros hechos con los áridos tratados térmicamente del tiempo medio de fraguado de los morteros hechos con los áridos no tratados térmicamente.

NOTA – Un resultado negativo sugiere que las impurezas aceleran el tiempo de fraguado del mortero.

15.3.10.2 Resistencia a compresión. Calcular, con una aproximación del 1%, la resistencia relativa a compresión, S %, de los morteros hechos con los áridos no tratados térmicamente, por medio de la siguiente expresión:

$$S \text{ (en \%)} = \frac{A}{B} \times 100\%$$

donde

- A es la resistencia media a compresión de los 6 prismas de mortero hechos con áridos no tratados térmicamente, en newtons por milímetro cuadrado;
- B es la resistencia media a compresión de los 6 prismas de mortero hechos con los áridos tratados térmicamente, en newtons por milímetro cuadrado.

NOTA – Los contaminantes orgánicos pueden introducir o eliminar aire en las mezclas de mortero. El aire introducido influye en las resistencias a compresión, con independencia del efecto químico que los contaminantes pueden tener sobre la hidratación del cemento. La presencia de aire introducido se puede detectar por la masa de los prismas de mortero hechos con los áridos no tratados térmicamente, masa que puede ser significativamente menor que las de los prismas de mortero hechos con los áridos tratados térmicamente.

15.3.11 Informe del ensayo. El informe del ensayo debe confirmar que los ensayos de los contaminantes que influyen sobre el fraguado y el endurecimiento de los cementos CEM I, se realizaron de acuerdo con los requisitos de la Norma EN 196-3, y si se dispone o no de un certificado del muestreo. Si se dispone de tal certificado, se debe proporcionar una copia del mismo. El informe del ensayo debe incluir las informaciones complementarias siguientes si fueran de aplicación:

- a) identificación de la muestra;
- b) variación del tiempo de fraguado y la resistencia relativa a compresión del mortero que contiene el árido no tratado térmicamente.

16 DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD EN AGUA

16.1 Fundamento del método

La muestra de ensayo del árido se trata con una cantidad de agua equivalente al doble de su masa siguiendo el procedimiento operatorio descrito en 10.4. Después de este tratamiento, el árido recuperado se seca y se pesa.

16.2 Muestreo

Tomar la muestra de laboratorio de acuerdo con los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

Asegurarse que la muestra de laboratorio es representativa tanto en su contenido en humedad como en el de sólidos.

16.3 Preparación de la muestra de ensayo

Seguir el procedimiento operatorio descrito en 7.3. Pesar la muestra de ensayo seca con una exactitud de 0,1 g (m_{11}).

En el caso de los filleres, reducir la muestra de ensayo a $(10 \pm 0,2)$ g. Pesar la muestra de ensayo seca con una exactitud de 0,1 g.

16.4 Extracción de los componentes solubles

Después de 24 h de la extracción, tal como se describe en 10.4, dejar decantar la mayor parte de sólidos. Eliminar la máxima cantidad de líquido sobrenadante por filtración a través de un papel de filtro de textura media (5.3.4), previamente tarado. Transferir cuantitativamente el árido decantado a una cápsula de evaporación (5.8.2) previamente tarada, con ayuda de una cantidad mínima de agua. Añadir el papel de filtro y las partículas retenidas al contenido de la cápsula. Secar y enfriar según los procedimientos operatorios descritos en 6.4 y 6.5. Pesar con una exactitud de 0,1 y calcular la masa del árido restando a ésta las masas de la cápsula y del papel de filtro (m_{12}).

NOTA – En el caso de filleres, se pueden emplear botellas de vidrio con una agitación suficiente para evitar la formación de sedimentos.

16.5 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular la solubilidad en agua del árido (WS), expresada en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$\text{WS (en \%)} = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100$$

donde

m_{11} es la masa del árido antes de la extracción, en gramos;

m_{12} es la masa de árido después de la extracción, en gramos.

Anotar el resultado con una aproximación del 0,1%.

17 DETERMINACIÓN DE LA PÉRDIDA POR CALCINACIÓN

17.1 Fundamento del método

La pérdida por calcinación se determina en atmósfera oxidante (aire). Calcinando en el aire, a una temperatura de $(975 \pm 25)^\circ\text{C}$, se eliminan el dióxido de carbono y el agua no evaporada durante el secado; del mismo modo, se eliminan todos los elementos oxidables volátiles presentes.

NOTA – Si los áridos contienen componentes oxidables no volátiles, como es el caso de las escorias de horno alto, la pérdida por calcinación se debe corregir según se describe en 7.4 de la Norma EN 196-2:1987.

17.2 Muestreo y preparación de la muestra de ensayo

Emplear el procedimiento operatorio descrito en 11.2 y 11.3 para obtener una muestra de ensayo de $(1 \pm 0,05)$ g.

17.3 Procedimiento operatorio para la determinación de la pérdida por calcinación

Pesar la muestra de ensayo, con una exactitud de 0,1 mg (m_{13}), en un crisol (5.6.2) que previamente se ha calcinado y tarado. Colocar el crisol en un horno eléctrico (5.2.2) regulado a $(975 \pm 25)^\circ\text{C}$. Mantener el crisol en el horno, al menos, durante 60 min. A continuación, dejar enfriar el crisol en un desecador (5.2.16) a la temperatura ambiente y pesar de nuevo (m_{14}).

NOTA – En el caso de áridos calcáreos, el calentamiento hasta 975°C debe realizarse lentamente con objeto de minimizar el riesgo de proyecciones violentas.

17.4 Cálculo y expresión de los resultados

Calcular la pérdida por calcinación del árido, que se expresa en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$\text{Pérdida por calcinación (en \%)} = \frac{m_{13} - m_{14}}{m_{13}} \times 100$$

donde

m_{13} es la masa de la muestra de ensayo, en gramos;

m_{14} es la masa de la muestra de ensayo calcinada, en gramos.

18 DETERMINACIÓN DE LA CAL LIBRE DE LAS ESCORIAS DE FUNDICIÓN DE ACERO

18.1 Generalidades

Con cada uno de los tres métodos de ensayo (uno de referencia y dos alternativos) descritos en este capítulo, se determina en las escorias de fundición de acero la presencia de cal libre (CaO), que es potencialmente expansiva, y la cal hidratada [Ca(OH)₂] que no es expansiva. Para distinguir ambos compuestos es necesario realizar otros ensayos complementarios, tales como el análisis termogravimétrico o la difracción de rayos X.

18.2 Determinación de la cal libre por complexometría (método de referencia)

18.2.1 Fundamento del método. La cal libre se extrae de una muestra molida del árido con etanodiol en caliente. El contenido en iones calcio en el extracto se determina por una valoración complexométrica.

18.2.2 Muestreo y preparación de la muestra de ensayo. Emplear el procedimiento operatorio descrito en 11.2 y 11.3, pero moliendo al menos los últimos 20 g que pasen por el tamiz de 63 µm. Tomar, aproximadamente, 0,5 g de este material como muestra de ensayo. Se deben retirar los fragmentos de hierro menos finos que quedan retenidos en el tamiz.

18.2.3 Procedimiento operatorio. Pesar la muestra de ensayo, con una exactitud de 0,1 mg, (m_{15}), y transferirla a un matraz Erlenmeyer (5.12.1) que contenga un agitador de PTFE. Medir 50 ml de etanodiol anhidro (4.11.1) y pasarlos al matraz. Cerrar el matraz con un tapón de vidrio y agitar en un baño de agua (baño-maría) a 70°C durante 30 min una vez alcanzada esta temperatura, empleando el agitador magnético a una velocidad comprendida entre 300 rpm y 400 rpm. Filtrar inmediatamente a vacío a través de un filtro de vidrio sinterizado (5.12.4), que tiene una capa de unos 4 mm a 5 mm de pulpa de papel de filtro firmemente compactada en etanodiol. Lavar el matraz tres veces con un total de 50 ml de propanol 2 (4.11.2).

Acidificar el filtrado transparente que contiene la cal libre disuelta, con 10 ml de ácido clorhídrico (1+1) (4.11.4), transferirlo, lavando el fondo del matraz con agua, a un matraz aforado (5.12.2). Enrasar y homogeneizar agitando; en función de la concentración supuesta, pipetear 50 ml ó 100 ml y pasarlos a un vaso de vidrio.

Añadir 10 gotas de la disolución de m-nitrofenol (4.11.6) y 10 gotas de trietanolamina (4.11.5) [para enmascarar los iones hierro (Fe) y manganeso (Mn)] y, a continuación, neutralizar con una disolución de NaOH, 2 mol/l (4.11.7). Diluir con agua hasta unos 500 ml y llevar a un pH superior a 13 añadiendo unos 10 ml de la disolución de NaOH, 2 mol/l. Añadir el indicador (4.11.8) y valorar con una disolución de EDTA (4.11.9) hasta que el color malva rojizo vire a malva azulado. Determinar el punto de equivalencia empleando el equipo de valoración fotoeléctrico (5.12.5). Se debe efectuar, siempre, un ensayo en blanco utilizando etanodiol y los reactivos mencionados.

18.2.4 Cálculo y expresión de los resultados. El contenido de cal libre del árido, expresado como CaO en % en masa, se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$\text{Cal libre (en \%)} = \frac{(V_{11} - V_{12}) \times F}{m_{15}}$$

donde

V_{11} es el volumen consumido de la disolución de EDTA, en mililitros;

V_{12} es el volumen consumido de la disolución de EDTA en el ensayo en blanco, en mililitros;

F es el factor de la disolución de EDTA en miligramos de CaO por mililitro; multiplicar por 0,5 si se hubieran tomado 100 ml del matraz aforado (5.12.2) con la pipeta;

m_{15} es la masa de la muestra de ensayo, en gramos.

El contenido en cal libre se redondea al 0,1%.

18.3 Determinación de la cal libre por conductimetría (método alternativo)

18.3.1 Fundamento del método. La cal libre de una muestra de árido molido se extrae por medio de etanodiol caliente. El contenido en iones calcio de la disolución se determina, a continuación, por medidas de conductancia.

18.3.2 Muestreo y preparación de la muestra de ensayo. Emplear el procedimiento operatorio descrito en 18.2.2 y tomar como muestra de ensayo ($100 \pm 0,1$) mg del árido que haya pasado por el tamiz de 63 μm .

18.3.3 Procedimiento operatorio. Calentar, previamente, 100 ml de etanodiol (4.11.1) a ($80 \pm 0,1$)°C en el vaso de medida (véase figura 2) con ayuda del termostato adjunto, agitando con el agitador magnético. Añadir la muestra de ensayo a este disolvente e introducir el electrodo de medida.

NOTA – Midiendo la conductancia durante la extracción, la disolución de cal libre se puede seguir directamente.

Después de un tiempo de extracción de al menos 10 min y cuando ya no se produzcan variaciones en la conductancia, el proceso de extracción ha terminado. A continuación, leer el valor final de la conductancia.

18.3.4 Evaluación y expresión de los resultados. Realizar la conversión de la conductancia medida en contenido de cal libre, utilizando la recta de calibrado (véase figura 3). Expresar la masa de cal libre en porcentaje, con relación a la masa de la muestra de ensayo, con una aproximación del 0,1%.

18.4 Determinación de la cal libre por acidimetría (método alternativo)

18.4.1 Fundamento del método. La cal libre se extrae de una muestra molida del árido mediante acetoacetato de etilo a ebullición (Método de Franke). La cal libre en el extracto se valora con una disolución patrón de ácido clorhídrico, 0,2 mol/l.

18.4.2 Muestreo y preparación de la muestra de ensayo. Emplear el procedimiento operatorio descrito en 18.2.2 y tomar como muestra de ensayo, aproximadamente, 1 g del árido que haya pasado por el tamiz de 63 μm .

18.4.3 Procedimiento operatorio. Medir 70 ml de la disolución preparada del disolvente (4.13.5) que contiene acetoacetato de etilo y 2-metilpropanol 1 en la proporción de 3 a 20, y transferirlos a un matraz Erlenmeyer (5.14.1). Pesar la muestra de ensayo (m_{16}), con una exactitud de 0,1 mg e introducirla en el matraz.

Ajustar el matraz al condensador refrigerado con agua, sobre el que se ha adaptado el tubo que contiene el hidróxido de sodio (4.13.8) y el tamiz molecular (5.14.3). Llevar a la temperatura de ebullición a reflujo, agitando en la placa calefactora (5.2.7) durante 3 h.

Retirar la placa calefactora, dejar enfriar y, a continuación, filtrar a vacío a través de un filtro de microfibras de vidrio (5.14.4), recogiendo el filtrado en un segundo matraz. Lavar el primer matraz y el residuo con 50 ml de 2-metilpropanol 1 (4.13.2), empleando una varilla de vidrio con punta de caucho para dirigir el vertido.

Añadir 10 a 12 gotas de la disolución indicadora (4.13.6) al filtrado y valorar con la disolución patrón de ácido clorhídrico, 0,2 mol/l (4.13.7) hasta alcanzar un marcado tinte rojizo.

NOTA – Si la valoración se realiza con un pH-metro registrador no es necesario filtrar la disolución.

18.4.4 Cálculo y expresión de los resultados. Calcular el contenido en cal libre del árido, expresado como CaO en % en masa, por medio de la siguiente expresión:

$$\text{Cal libre (en \%)} = \frac{k}{1\,000} \times \frac{V_{12}}{m_{16}} \times 100$$

donde

V_{12} es el volumen consumido de ácido clorhídrico en la valoración, en mililitros;

m_{16} es la masa de la muestra de ensayo, en gramos;

k es el factor definido en 4.13.7, que representa el número de miligramos de CaO libre por mililitro de la disolución patrón de ácido clorhídrico.

19 DETERMINACIÓN DE LA INESTABILIDAD DE LAS ESCORIAS DE HORNO ALTO Y DE LAS ESCORIAS DE FUNDICIÓN DE ACERO

19.1 Determinación de la desintegración de las escorias de horno alto enfriadas en el aire por el silicato bicálcico

19.1.1 Generalidades. Este capítulo describe un método para determinar la susceptibilidad a la desintegración de las escorias de horno alto molida, producida por la inversión de la forma β metastable del silicato bicálcico a la forma γ . Este fenómeno se denomina, a veces, de un modo incorrecto "desintegración de la cal".

19.1.2 Fundamento del método. Las superficies de las escorias molidas, cuando se las expone a la luz ultravioleta en el campo de la luz visible, son fluorescentes. El aspecto y el color de la fluorescencia permiten detectar las escorias susceptibles que podrían experimentar la disgregación del silicato.

19.1.3 Muestreo. Emplear el procedimiento operatorio descrito en 11.2.

19.1.4 Preparación de la muestra de ensayo. Reducir la muestra de laboratorio hasta obtener una muestra de ensayo de, al menos, 30 porciones. A continuación, lavar y secar la muestra de ensayo. Dividir cada porción en dos partes para obtener superficies de fractura recientes.

19.1.5 Procedimiento operatorio. Realizar el ensayo para determinar la disgregación del silicato bicálcico sometido a la acción de la luz ultravioleta (5.15.1).

19.1.6 Expresión de los resultados. Anotar las observaciones efectuadas sobre el aspecto que presentan las superficies de fractura recientes.

Las escorias con motas pequeñas o grandes brillantes de color canela, bronce o amarillo, aisladas o agrupadas, sobre un fondo violeta se deben considerar como susceptibles de experimentar la desintegración producida por la disgregación del silicato.

Las escorias que presentan una coloración violeta uniforme, así como las que muestran manchas uniformes y brillantes en un número limitado, distribuidas de modo uniforme, se juzgan que son estables.

19.2 Determinación de la desintegración de las escorias de horno alto enfriadas en el aire por el hierro

19.2.1 Generalidades. En este capítulo se describe un método de ensayo para determinar la susceptibilidad a la desintegración de las escorias de horno alto molidas, producida por la hidrólisis de los sulfuros de hierro y de manganeso.

19.2.2 Fundamento del método. La disgregación del hierro se produce por envejecimiento en una atmósfera húmeda o bajo la lluvia y más rápidamente cuando la escoria está sumergida en agua, que se aprecia examinando los mencionados trozos de la escoria que han estado sumergidos en el agua.

19.2.3 Muestreo. Emplear el procedimiento operatorio descrito en 11.2.

19.2.4 Procedimiento operatorio. Poner en agua 30 trozos de escorias cuyo tamaño nominal esté comprendido entre 40 mm y 150 mm, durante dos días y a una temperatura de (20 ± 2) °C.

19.2.5 Expresión de los resultados. Anotar cualquier fisura o desintegración observada. Si ningún trozo se ha desintegrado o fisurado se considera que la muestra ha superado el ensayo. Si aparecen uno o dos trozos fisurados o desintegrados se debe repetir el ensayo con una nueva muestra de ensayo con otros 30 trozos. La mera aparición de un solo trozo con grietas o desintegraciones en este segundo ensayo decretará que el árido no ha superado el ensayo.

19.3 Determinación de la expansión de las escorias de fundición de acero

19.3.1 Generalidades. En este capítulo se describe un método de ensayo para determinar la susceptibilidad a la expansión de la escoria molida, producida por la hidratación lenta de la cal libre y/o del óxido de magnesio sobrecocidos.

19.3.2 Fundamento del método. Una muestra compactada de escoria, compuesta por tamaños de grano conocidos, se somete a la acción de una corriente de vapor a 100°C, en una cámara de vapor a la presión atmosférica. De este modo, se asegura que la humedad necesaria para favorecer la reacción con la cal libre y con el óxido de magnesio libre es permanente. Las variaciones de volumen producidas por estas reacciones se leen en un comparador situado en el centro de la cara superior de la muestra de ensayo. El aumento de volumen se calcula y expresa en % con relación al volumen original de la muestra compactada de escoria.

19.3.3 Muestreo. Tomar la muestra de laboratorio según los procedimientos operatorios descritos en la Norma EN 932-1.

19.3.4 Preparación y compactación de las muestras de ensayo. Secar inmediatamente la muestra de laboratorio a una temperatura de (110 ± 5) °C hasta constancia de masa (6.5).

Para el ensayo al vapor, utilizar muestras de ensayo de 0 mm a 22 mm de escoria seca mezcladas y combinadas de acuerdo con la curva de Fuller. Las proporciones, en masa, de cada tamaño de partículas se incluyen en la tabla 3.

Tabla 3
Proporciones, en masa, de cada clase
de tamaño de partículas

Tamaños mm	% en masa
0 a 0,5	15
0,5 a 2	15
2 a 5,6	19
5,6 a 8	10
8 a 11,2	11
11,2 a 16	15
16 a 22	15
Total	100

Las diferentes clases de los tamaños de partículas se deben preparar a partir de los áridos molidos.

La reducción de la muestra se realizará según los procedimientos operatorios descritos en el Proyecto de Norma prEN 932-2.

La expansión se determina, al menos, en dos muestras de ensayo. Cada porción individual se debe mezclar separadamente con la distribución granulométrica mencionada. La cantidad de material necesaria para cada muestra individual es de 4,5 kg. Además, se debe preparar otra muestra para determinar la densidad aparente, de acuerdo con el Proyecto de Norma prEN 1097-6.

Cubrir la base perforada del cilindro de ensayo con un filtro circular y, utilizando una espátula (paleta de laboratorio), transferir la muestra de ensayo preparada al cilindro (5.16.1), que se representa en la figura 5. A continuación, compactar en la mesa vibratoria (5.16.5) la muestra secada de escoria, durante 6 minutos con una frecuencia de (48 ± 3) Hz (amplitud de $\pm 1,5$ mm) y con una carga estática de $0,035 \text{ N/mm}^2$ que, por ejemplo, se puede conseguir por presión hidráulica. En estas condiciones de ensayo se tiene en la muestra de escoria un volumen de huecos del 20% al 25% (en volumen), valores que están de acuerdo con la práctica.

De modo alternativo, la muestra se puede compactar por otros métodos siempre que proporcionen el mismo grado de compactación, tal como el martillo Proctor o cualquier otro martillo automático manual. Si se añade agua para facilitar la compactación, el ensayo debe comenzar 24 h después de la terminación de proceso de compactado.

Una vez realizado el compactado, determinar el volumen de la muestra de escoria (V_S), que es la diferencia entre el volumen del cilindro (V_C) y el volumen del aire (V_A) que existe entre la muestra de escoria y el borde superior del cilindro. Calcular el volumen del cilindro V_C y el del aire (V_A) a partir de las medidas de la altura hechas con la varilla de la sonda (5.16.6), tomando la media de cuatro lecturas efectuadas en los extremos de dos diámetros que se crucen en ángulo recto.

Por último, cubrir la superficie de la mezcla de escorias con un filtro circular y, después, con una capa de esferas de vidrio (5.16.3) que antes de la realización del ensayo se habrán lubricado con aceite de silicona para reducir la fricción entre ellas. La masa total de la capa de esferas debe ser de $(1,5 \pm 0,01)$ kg. Distribuir las esferas de vidrio uniformemente dentro del cilindro de ensayo con el fin de formar una superficie plana.

NOTA – 1,5 g de aceite de silicona es suficiente para un lote de 1,5 kg de esferas.

Renovar la lubricación de las esferas de vidrio después de cada ensayo al vapor. Teniendo en cuenta que la cal se ha depositado en las esferas de vidrio es necesario eliminar dicha cal, con ácido clorhídrico diluido, después de cada serie de cuatro ensayos al vapor.

19.3.5 Procedimiento operatorio del ensayo al vapor. Después de que la muestra de ensayo de las escorias se haya cubierto con la capa de esferas de vidrio, conectar el cilindro de ensayo al generador de vapor y ajustar la manta calefactora a la pared exterior del cilindro de ensayo. A continuación, colocar la placa perforada, la cruz de presión y el peso de lastrado encima de la capa de las esferas de vidrio. Fijar el comparador o el captador de desplazamiento, que registra el desplazamiento de la superficie de la muestra, a un soporte rígido de la unidad de vapor. Después de conectar la manta calefactora y el generador de vapor, la muestra de ensayo de la escoria comienza a calentarse, experimentando un aumento de volumen. Con el fin de no tener en cuenta estas deformaciones, no registrar el desplazamiento antes de que el vapor pase libremente a través de la muestra.

La duración total del ensayo al vapor es de 24 h para las escorias LD y de 168 h (7 días) para las escorias de horno de arco eléctrico y de horno abierto (escorias de acería). Transcurridos estos tiempos de ensayo, se lee el aumento experimentado en la superficie de la muestra de ensayo y se calcula el volumen en % con relación al volumen original (véase 19.3.6).

El depósito de agua de la unidad de vapor debe tener unas dimensiones tales que permitan realizar un ensayo al vapor durante 24 h. Cuando sea necesario recargarlo con agua, tomando las precauciones necesarias para evitar una caída de la temperatura que podría interrumpir la producción de vapor.

NOTA – En muchos casos, es útil registrar la evolución del aumento de volumen en función del tiempo. Teniendo en cuenta que, al principio del ensayo, los movimientos se producen intensamente, se recomienda tomar las lecturas cada 15 min. Pasadas las 4 primeras horas, las lecturas se pueden tomar cada 60 min. Si el aumento de volumen se representa en función del tiempo, se puede realizar una interpretación detallada de los resultados a partir de los diagramas (aumento inicial, aproximación asintótica de un valor límite).

19.3.6 Cálculo y expresión de los resultados. Calcular el volumen de la muestra de ensayo de las escorias (V_E), antes de realizar el ensayo al vapor, por medio de la siguiente expresión:

$$V_E = V_C - V_A$$

donde

V_E es el volumen de la muestra de ensayo de las escorias en el cilindro de ensayo, una vez compactada, expresado en cm^3 ;

V_C es el volumen del cilindro de ensayo, expresado en cm^3 ;

V_A es el volumen de aire comprendido entre la muestra de ensayo de las escorias y el borde superior del cilindro de ensayo, en cm^3 .

V_C y V_A se calculan a partir de las medidas de la altura hechas con la varilla de la sonda y del diámetro del cilindro (210 mm).

Después de la compactación, determinar la densidad aparente, en seco, y el contenido de huecos en la mezcla compactada por medio de las siguientes expresiones:

$$\rho_M = \frac{100 W}{V_s(100 + w)} \quad (\text{en megagramos por metro cúbico})$$

$$V_M(\text{en volumen, \%}) = \left(1 - \frac{\rho_M}{\rho}\right) \times 100$$

donde

ρ_M es la densidad aparente, en seco, de la mezcla compactada, en megagramos por metro cúbico;

W es la masa de la mezcla compactada, en gramos;

V_M es el porcentaje de huecos de la mezcla compactada, en % en volumen;

ρ es la densidad de la escoria, determinada según se describe en el Proyecto de Norma prEN 1097-6, en megagramos por metro cúbico;

w es el contenido en agua de la muestra, en % en masa.

Después de realizar el ensayo, calcular la expansión en % en volumen de acuerdo con la deformación de la muestra leída en el comparador o en el captador de desplazamiento y del diámetro interno del cilindro de ensayo (210 mm), por medio de la siguiente expresión:

$$\text{Expansión (en volumen, \%)} = \frac{\pi \times h \times d^2}{4 \times V_s} \times 100$$

donde

h es la deformación de la muestra después del ensayo al vapor, en milímetros;

d es el diámetro interno del cilindro de ensayo (210 mm).

Anotar el resultado como la media aritmética de la expansión en volumen de dos muestras de ensayo, redondeado al 0,1%.

ANEXO A (Informativo)

PRECISIÓN

A.1 Símbolos

r_1 es el límite de repetibilidad definido en el Proyecto de Norma prEN 932-6.

R_1 es el límite de reproductibilidad definido en el Proyecto de Norma prEN 932-6.

X es la media de los resultados del ensayo.

A.2 Determinación de los cloruros solubles en agua por el método de volhard (método de referencia) (véase capítulo 7)

La exactitud de la determinación de los cloruros solubles en agua (% de iones cloruro por masa de árido) es:

$$r_1 = 0,0004 + 0,029 X \quad \text{y} \quad R_1 = 0,0006 + 0,124 X$$

A.3 Determinación de los cloruros solubles en agua por potenciometría (método alternativo) (véase capítulo 8)

La desviación típica de repetibilidad, r , es del 0,001%.

La desviación típica de reproductibilidad, R , es del 0,003%.

A.4 Determinación del contenido en azufre total (método de referencia) (véase capítulo 11)

La exactitud de la determinación del contenido en azufre total (% de azufre por masa de árido) es:

$$r_1 = 0,017 + 0,081 X \quad \text{y} \quad R_1 = 0,062 + 0,204 X$$

A.5 Determinación del contenido en sulfatos solubles en ácido (método de referencia) (véase capítulo 12)

La exactitud de la determinación del contenido en sulfatos solubles en ácido (% de SO_3 por masa de árido) es:

$$r_1 = 0,021 + 0,200 X \quad \text{y} \quad R_1 = 0,000 + 0,812 X$$

ANEXO B (Informativo)

BIBLIOGRAFÍA

Relación de los principales documentos que han servido de referencias en la elaboración de esta norma.

- prEN 932-6 *Ensayos para determinar las propiedades generales de los áridos. Parte 6: Definiciones de la repetibilidad y la reproductibilidad*
- BS 812 Testing aggregates:
Part 117:1988 Method for determination of water-soluble chloride salts
Part 118:1988 Method for determination of sulfate content
Section 122.1 Organic contaminators which influence the setting and hardening of Portland cement mortars (draft)
Section 122.2 Lightweight contaminators which may disfigure concrete and mortar (draft)
- BS 1047:1983 Air-cooled blast-furnace slag aggregate for use in construction - Appendix B.2. Method for determination of total sulfur
- DIN 4226:Teil 3:April 1983 Zuschlag für Beton. Prüfung von Zuschlag mit dichtem oder porigem Gefüge
- DS 405.3(1978) Prfvningsmetoder for Sand-, grus- og stenmaterialer -Humusindhold
- NEN 5920:November 1988 Toeslagmaterialen voor beton. Bepaling van het gehalte aan fulvozuur
- Clemeña G.G. et al Transportation Research Record nr 651 (1977), pp.1 -6, publ. by National Academy of Sciences USA. Gran method of endpoing determination in chloride analisys by potentiometric titration
- Keil, F. Hochofenschlacke, Verlag Stahleisen M.B.H./Düsseldorf, pp 156, 163 (1949)
- Lees, T.P. C and CA Guide: Impurities in concreting aggregates, Cement and Concrete Association Publication 45.016
- Midgley, H.G. Magazine of Concrete Research: August 1958, pp, 75-78
The Staining of concrete by pyrite
- Pressle, E.E. et al Analytical Chemistry: (1956) 28, p. 896. Investigation of the FRANKE method of determining free calcium hydroxide and free calcium oxide.
- Forschungsgemeinschaft Eisenhüttenschlacken. Vorläufige technische Lieferbedingungen für LD-Schlacke in Tragschichten ohne Bindemittel (Ausgabe 1988).

AENOR Asociación Española de
Normalización y Certificación

Dirección C Génova, 6
28004 MADRID-España

Teléfono 91 432 60 00

Fax 91 310 40 32