

Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para determinar la presencia de elementos arcillosos en los materiales finos, como arenas naturales o de machaqueo, polvos minerales, etc., empleados en la construcción de carreteras.

1.2 El método se basa en las propiedades de adsorción de las arcillas, y su consiguiente efecto de colorante sobre las soluciones acuosas de azul de metileno.

1.3 El azul de metileno es adsorbido preferentemente por las arcillas, los materiales orgánicos y los hidróxidos de hierro, siendo esta capacidad de adsorción consecuencia de la actividad superficial y físico-química de estos materiales.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Balanza de 200 g de capacidad y precisión de 0,001 g.

2.2 Estufa de desecación regulable a 105-110 °C.

2.3 Tamiz UNE 400 µm.

2.4 Agitador electromagnético calorifugado y con regulador de agitación e imán plastificado incorporado. Puede utilizarse también un agitador mecánico de velocidad regulable con placa calefactora.

2.5 Vasos de precipitado graduados de 250 cm³ de capacidad y forma baja.

2.6 Vidrio de reloj de 10 cm de diámetro.

2.7 Tubos de ensayo graduados, de 10 cm³ de capacidad, y gradilla soporta tubos.

2.8 Centrífuga de laboratorio para los tubos de ensayo, capaz de dar 525 rad/s (5.000 r. p. m.).

2.9 Frasco lavador.

2.10 Agua destilada o desmineralizada.

2.11 Azul de metileno R. A.

2.12 Cronómetro.

2.13 Escala de colores, obtenida según el Capítulo 4 de esta norma.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 El ensayo se realiza sobre la fracción de la muestra que pasa por el tamiz UNE 400 µm, secada en estufa a unos 105 a 110 °C hasta pesada constante (Nota 1).

Nota 1 Secar la muestra a temperaturas superiores puede suponer la alteración de ciertas arcillas presentes y, por tanto de resultados finales del ensayo.

3.2 Se pesan en la balanza unos 2 g de muestra con precisión de 0,001 g y se colocan en el vaso de 250 cm³.

3.3 Se pesan en la balanza y con la misma precisión unos 0,05 g de azul de metileno, que se colocan en el mismo vaso junto con la muestra.

3.4 A continuación se añade al vaso agua destilada o desmineralizada, hasta conseguir un volumen total de 150 cm³. La solución obtenida será de un color azul intenso. Este volumen de 150 cm³ debe mantenerse constante durante todo el proceso, restituyendo con agua destilada o desmineralizada las pérdidas sufridas que se ocasionen.

3.5 Se coloca el vaso sobre el agitador electromagnético, se introduce el imán, se tapa con el vidrio de reloj y se pone en marcha el agitador durante 20 minutos. Se conecta a la vez el interruptor de calefacción, y se regula para que en ese período de tiempo la solución alcance una temperatura de 60 °C (Notas 2 y 3).

Nota 2 La temperatura más apropiada para activar el efecto de adsorción del azul de metileno sobre las arcillas es de unos 60 °C. Se puede utilizar un termómetro para verificarla, o también tener en cuenta que es a esta temperatura cuando aparece condensación de vapor de agua en la parte inferior del vidrio de reloj que cubre el vaso. En este instante se desconecta el interruptor de calefacción. La agitación no debe ser turbulenta, evitando las saipicaduras en las paredes del vaso y vidrio de reloj.

Nota 3 El limón plastificado sufre un desgaste con el uso, por lo que debe sustituirse cuando ello sucede para que la agitación sea la correcta. A veces se pueden ver adheridas al limón algunas pequeñas virutillas de hierro, que provienen generalmente de los medios empleados en el machaqueo del árido.

3.6 Transcurrido este tiempo, se toman en un tubo de ensayo 3 cm³ de la suspensión del vaso, se coloca el tubo con la suspensión en la centrífuga y se centrifuga durante 30 segundos a 525 rad/s (5.000 r. p. m.). A continuación se transvasan 2 cm³ del líquido que sobrenada a otro tubo de ensayo limpio, tubo 1, se observa su color y se coloca en la gradilla mientras dure el ensayo (Nota 4).

Nota 4 El líquido que sobrenada debe ir exento de partículas coloreadas de muestra. La presencia de dichas partículas puede producir una falsa apreciación del color de la solución. Debe cuidarse el perfecto equilibrio de los tubos de ensayo en la centrifugación.

3.7 El tubo de ensayo utilizado en la centrifugación se lava con otros 2 cm³ de agua destilada o desmineralizada, agitándolo con la mano y vertiendo todo el contenido en el vaso de precipitado, con objeto de recuperar la muestra que había en el fondo del tubo después de la centrifugación.

3.8 El líquido transvasado al tubo 1 puede presentar coloración azul más o menos intensa o quedar incoloro:

3.8.1 En el caso que presente coloración, se vuelve a colocar el vaso en el agitador durante otros 20 minutos, y se repite posteriormente la operación según el Apartado 3.6. Se compara su coloración, tubo 2, con la del tubo 1 situado en la gradilla. Si la coloración es la misma, hay que añadir una nueva cantidad de muestra siguiendo el criterio referido en el Apartado 4.2 y se repite todo el proceso indicado en los Apartados 3.5, 3.6 y 3.7. Se considerará terminado el ensayo cuando la solución, gradualmente, llega a ser incolora.

3.8.2 En el caso que el líquido transvasado al tubo 1 resulte incoloro, se pesarán otros 0,05 g de azul de metileno con precisión de ± 0,001 g, se añadirá al vaso que contiene la muestra, y se vuelve a repetir el proceso completo según los Apartados 3.5 y siguientes.

4 ESCALA DE COLORES

4.1 La escala comparativa de colores se obtiene por diferentes diluciones de azul de metileno (realizando las pesadas con precisión de ± 0,001 g) en agua destilada o desmineralizada, según la marcha siguiente:

	<u>Solución n.º</u>
0,01 g de azul de metileno y diluir en 20 cm ³	5
2 cm ³ solución 5 y diluir en 20 cm ³ .	4

	<u>Solución n.º</u>
2 cm ³ solución 4 y diluir en 10 cm ³ .	3
2 cm ³ solución 3 y diluir en 3 cm ³ .	2
2 cm ³ solución 2 y diluir en 2 cm ³ .	1
Solución incolora	0

Se tendrán en cuenta los colores intermedios, que se definirán como: 5-4; 4-3; 3-2; 2-1, y 1-0.

4.2 Como orientación para la cantidad de muestra a añadir según los colores resultantes, se puede seguir el siguiente criterio:

- Con coloración 5 y 4, de 2 a 1 g.
- Con coloración 3 y 2, de 1 a 0,5 g.
- Con coloración inferior a 2, de 0,5 a 0,1 g.

5 RESULTADOS

5.1 El resultado, denominado Índice de azul de metileno, indica la cantidad en gramos, con aproximación a una décima, de azul de metileno por 100 gramos de muestra seca, y se obtiene mediante la siguiente expresión:

$$\text{Índice de azul de metileno} = \frac{A}{S} \times 100$$

siendo:

- A = cantidad en gramos de azul de metileno utilizada
- S = cantidad en gramos de muestra seca empleada

6 PRECISION

6.1 Se repite el ensayo en otra porción de muestra, utilizando las cantidades de azul de metileno y muestra seca determinada anteriormente. El nuevo valor deberá estar incluido en el intervalo ± 0,2 del resultado obtenido anteriormente. Se promedian ambos resultados como valor del índice de azul de metileno. En caso contrario, repetir las determinaciones.

7 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

CEAT, Valladolid (MOPU), «Norma de ensayo para la valoración de arcillas en materiales finos por medio del azul de metileno».

AFNOR P 18-592 (1980), «Granulats. Essai au bleu de méthylène».