

Determinación de superficie específica por el método de Blaine, en cenizas volantes y cementos puzolánicos

JOSE LUIS CEBRIAN

Lcdo. en Ciencias Químicas

Jefe laboratorio de CEMENTOS HONTORIA, S. A.

FRANCISCO PISONERO

Aux. de laboratorio

EL METODO BLAINE PARA CEMENTOS PORTLAND

Universalmente admitido para la determinación de la superficie específica del cemento portland es el método de Blaine, tal como lo especifica la norma C 204 - 55 de ASTM (1). El ensayo se lleva a cabo en el permeabilímetro de aire, y el resultado se compara con otro cemento de superficie específica conocida que se toma como patrón.

La superficie específica se calcula así:

$$S = \frac{S_p \cdot D_p (1 - e_p) \sqrt{n_p} \cdot \sqrt{e^3} \cdot \sqrt{T}}{D (1 - e) \sqrt{n} \cdot \sqrt{e_p^3} \cdot \sqrt{T_p}} \quad [1]$$

Siendo:

S = superficie específica de la muestra.

D = densidad real de la muestra.

n = viscosidad del aire.

e = porosidad del lecho de cemento.

T = tiempo de bajada de la columna.

Con los subíndices p se hace referencia a las variables del patrón.

En las condiciones normales de trabajo se hacen las cosas de forma que la ecuación [1] se simplifica considerablemente hasta tomar la forma siguiente:

$$S = \frac{S_p}{\sqrt{T_p}} \sqrt{T} \quad [2]$$

Las superficies específicas halladas por el método Blaine no pretenden ser números absolutos. Otros métodos aplicados proporcionan diferentes valores para las mismas muestras. Así, un cemento portland que proporciona el N B S tiene $3.030 \text{ cm}^2/\text{g}$ si se mide con el permeabilímetro, y $1.780 \text{ cm}^2/\text{g}$ si la medición se realiza con el turbidímetro de Wagner (2).

El método que, al parecer, está llamado a dar los mejores resultados es el preconizado por Brunauer, Emmett y Teller (B E T), que se basa en la adsorción, por parte de la muestra en ensayo, de una capa monomolecular de gas nitrógeno. El sistema no está aún muy difundido, pero mediciones simultáneas por los métodos Blaine y B E T han establecido que las diferencias halladas son prácticamente constantes (3).

EL METODO BLAINE PARA MATERIALES DISTINTOS DEL CEMENTO PORTLAND

Cuando se quiere determinar la superficie específica Blaine de materiales distintos del cemento portland empleado en la calibración del permeabilímetro, o cuando la superficie específica del cemento a ensayar es notoriamente diferente a la del cemento empleado en la calibración, hay que introducir correcciones en el método para que éste siga gozando de validez. A continuación reseñamos los criterios al respecto encontrados en la bibliografía.

PLIEGO GENERAL DE CONDICIONES PARA LA RECEPCION DE CONGLOMERANTES HIDRAULICOS

El P C C H - 64, actualmente en vigor (4), no toca el tema, pero la versión editada por el Instituto "Eduardo Torroja" de la construcción y del cemento (5) lleva unas notas al margen en las que marca como criterio a seguir, cuando se trata de otros conglomerantes distintos del cemento portland, el determinar por tanteos la cantidad de material P a introducir en la célula, de forma que se obtenga un lecho de análoga dureza y firmeza que el obtenido con el cemento-patrón de calibrado, despejándose la porosidad resultante en la fórmula:

$$P = D \cdot V (1 - e) \quad [3]$$

en la que V es el volumen de la célula, y calculándose la superficie específica mediante la fórmula [1].

Este criterio ha sido adoptado por Martínez y Rivero en la determinación de superficie específica de cenizas volantes (6).

PLIEGO PORTUGUES PARA LA RECEPCION DE PUZOLANAS

El Laboratorio de Ingeniería Civil de Lisboa tiene publicada una colección de normas (7) para el ensayo de puzolanas, entre las cuales está la determinación de superficie específica por el método de Blaine. Aconseja tantear la cantidad a poner de modo que el pisón entre a tope hasta el borde de la célula, pero, a la vez, que el material no quede suelto. Recomienda para el primer tanteo una porosidad de 0,530.

PROPUESTA DE NORMA U N E

La Asociación Española de Investigación Eléctrica (A S I N E L) ha publicado un excelente trabajo (8), en el que se recopila gran cantidad de información para la utilización de las cenizas volantes. Al final incluye un anexo que titula: "Cenizas volantes para la fabricación de conglomerantes puzolánicos" como propuesta de norma U N E. En él hay una referencia a la finura pero no dice nada acerca de la superficie específica.

NORMAS A S T M

Entre las condiciones que debe satisfacer el cemento puzolánico, la norma C 340 - 63 T (9) incluye la determinación de la superficie específica del mismo por el método de Blaine, indicando la variación a tener en cuenta por la diferente densidad del cemento empleado en la calibración. Esta variación consiste en preparar un lecho firme y duro en el proceso de compactación, ajustando para ello el peso de la muestra (*).

R E S U M E N

Como puede deducirse del contenido de los epígrafes inmediatamente anteriores, el criterio dominante es el de la norma A S T M C 340 - 63 T.

COMENTARIOS AL METODO PROPUESTO DE A S T M

De ordinario las normas A S T M son un modelo de precisión y ni aún los mínimos detalles están en descuido. Sin embargo, aquí no parece estar todo a la misma altura.

Porque, ¿qué es lo que se debe entender por los conceptos de dureza y firmeza de un lecho de material pulverulento?, ¿qué significado físico tienen? y, en última instancia, ¿cómo pueden medirse las dos magnitudes?

Estas cuestiones son las que surgen por la falta de rigor en su planteamiento; y debido a ello y a que dejan a la interpretación personal del operador los conceptos apuntados y la medición de los mismos, es por lo que conducen en la experimentación subsiguiente a la obtención de números discordantes.

Respecto a la dureza del lecho, en física se define la dureza de un sólido como la oposición que presenta a ser rayado. Su medición sólo es posible en forma semicuantitativa según la conocida escala de Mohs.

Así, pues, la dureza es una característica intrínseca del sólido, y no fluctúa su valor cambiando el tamaño de las partículas, ni aglomerándolas en forma diferente, ni compactando más o menos un lecho por ellas constituido, y todo ello por la razón expuesta.

¿Tiene sentido hablar de la dureza de un lecho de material pulverulento? En un sentido estricto hemos visto que no, pero si considerásemos a las partículas aglomeradas como

(*) Textualmente dice así: "... the weight of the sample shall be adjusted so that a firm, hard bed is formed by the compacting process...".

formando un cuerpo único podríamos darle la oportunidad de asignarle una dureza “de conjunto”. Vamos a ver cómo, desde un punto de vista práctico, tal suposición no tiene trascendencia alguna.

En efecto, si consideramos al lecho como un todo continuo y queremos someterle a la prueba de rayado, nos vemos obligados a extraerle de la célula. La escasa cohesión que reina entre las partículas hace siempre difícil la extracción de la pastilla entera aun cuando se ponga gran cuidado en ello. La experiencia enseña que, incluso cuando se consiga el objetivo propuesto de tener fuera de la célula el lecho entero de material, su débil cohesión —antes apuntada—, ocasiona su rotura cuando se le aplica una fuerza cortante por pequeña que sea ésta. Resulta, por tanto, inviable la medición ni aun en forma aproximada.

Por lo que a la firmeza del lecho se refiere, el planteamiento del problema es todavía más complejo, pues la mecánica ignora tal concepto. Por consiguiente, la teórica medición de una firmeza se presenta como la medición de algo que no se sabe exactamente lo que es.

Una interpretación de firmeza podría ser la resistencia al desmoronamiento bajo las condiciones de una carga externa. En tal caso se podría determinar la firmeza como la carga límite (por ejemplo en gramos) que sería capaz de soportar el lecho sin desmoronarse.

Las dificultades prácticas anulan la posibilidad de sacar partido a esta hipótesis, ya que, como antes apuntábamos, es de hecho extremadamente difícil lograr la extracción de la pastilla entera sin fisuras ni roturas, y aún más difícil es que conserve su integridad en cuanto se la somete a cualquier manipulación por delicada que ésta sea, habida cuenta de su gran fragilidad.

En resumen: el método propuesto por la norma de la ASTM adolece de falta del rigor necesario para llevar a cabo con un mínimo de precisión la medición de la superficie específica de materiales distintos al cemento portland, falta que se hace ostensible a la luz de un análisis que enfoca tanto los puntos de vista teóricos en los que se basa la norma en cuestión, como las experiencias encaminadas a la determinación de los conceptos que la misma maneja.

Así, por lo tanto, el campo de las soluciones sigue abierto y por nuestra parte hemos trabajado para buscarlas.

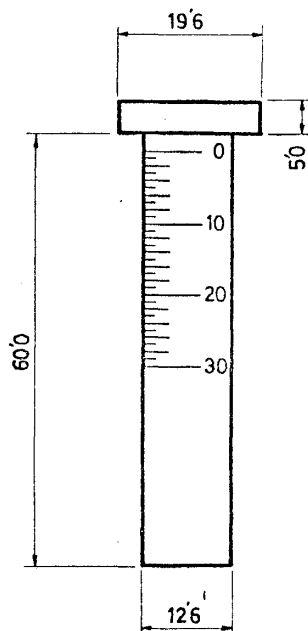
METODOS PROPUESTOS

Nuestros trabajos han conducido a la puesta a punto de dos métodos para la determinación de la superficie específica según Blaine, que podemos llamar ensayos Blaine modificados.

METODO DE CONSISTENCIA FIJA

Por este sistema se tantea la cantidad de material a utilizar para que por la acción de una carga determinada quede reducida dentro de la célula a un volumen igual al que ocupa el cemento-patrón en las mismas condiciones.

Para ello se cuenta con un émbolo que ha sido diseñado para que pueda compactar al material dentro de la célula en la forma que se describirá.



El émbolo cilíndrico se ha hecho de acero inoxidable y su peso es de $71,5 \pm 0,1$ gramos. Las dimensiones pueden leerse en el croquis adjunto y la sencillez de su construcción es fácil de apreciar. En su cabeza se pueden colocar pesas.

Se han marcado a lo largo del émbolo, y a intervalos regulares de 1 mm, unas señales que sirven para medir su penetración dentro de la célula, forma en que se mide el volumen ocupado por el lecho cuando se le somete a la acción de una fuerza exterior.

PENETRACION DEL EMBOLO DENTRO DE LA CELULA DESPUES DE COMPACTAR EL LECHO

En varias determinaciones de superficie Blaine en cementos portland y una vez extraído el pisón de material plástico que normalmente se utiliza para la compactación, se introdujo el émbolo con cuidado hasta quedar apoyado en el circulito de papel que va sobre

la pastilla. En estas condiciones se observó la marca que coincidía con el borde superior de la célula, anotándose en todos los casos el valor 14.

DETERMINACION DE LA SOBRECARGA

El paso siguiente fue la determinación de la fuerza que aplicada sobre el émbolo era capaz de lograr la compactación total del lecho de cemento-patrón. La incertidumbre que se originaba en los tanteos, por el hecho de no saber si la carga aplicada lo había sido en exceso, aconsejó el no llegar al tope sino el detener la penetración del émbolo 1/2 milímetro antes del tope, llegando, por lo tanto, a la marca 14,5.

En la tabla 1 se reflejan los resultados conseguidos en tres muestras de un mismo cemento, aplicando distintas sobrecargas. La sobrecarga de 500 gramos resultó idónea:

T A B L A 1

SOBRECARGA (gramos)	P E N E T R A C I O N		
	Muestra n.º 1	Muestra n.º 2	Muestra n.º 3
0	20	20	26
200	16	15,5	15,5
500	14,5	14,5	14,5

REPRODUCIBILIDAD DE LAS MEDIDAS

Después de comprobarse la reproducibilidad de las medidas de compresión del lecho bajo la sobrecarga de 500 gramos, se extrajo el émbolo y se introdujo el pisón normalmente utilizado para compactar el lecho, lo cual así se hizo. Se colocó la célula en el permeabilímetro y se midieron los tiempos de bajada de la columna. Los resultados van en la tabla 2:

T A B L A 2

MUESTRA	TIEMPO (segundos)
N.º 1	94,7
N.º 2	95,6
N.º 3	95,0

ENSAYO DE CENIZAS VOLANTES

A la vista de los resultados satisfactorios se procedió a medir la superficie específica de una ceniza volante que se había molido en un molino de laboratorio durante períodos de 2, 4, 6, 8 y 10 horas, respectivamente.

TANTEOS DE CANTIDAD DE MATERIAL

CENIZAS MOLIDAS 2 HORAS

En la tabla 3 se detallan los tanteos efectuados y los resultados conseguidos. La inclusión en la misma de otras sobrecargas exalta la resistencia que ofrecen a la penetración del émbolo dos factores: el roce del circulito de papel con las paredes de la célula, y la falta de lisura de la superficie del lecho antes de compactarle, eliminando la posibilidad de usar sobrecargas menores de 500 gramos:

T A B L A 3

PESO DE MUESTRA	P E N E T R A C I O N			RESULTADO DEL TANTEO
	SOBRECARGA (gramos)			
	0	200	500	
2,50	20,0	17,0	16,0	EXCESIVO
2,40	20,0	16,0	15,5	EXCESIVO
2,35	18,5	16,0	15,0	EXCESIVO
2,30	18,0	16,0	< 15,0 > 14,5	LIGERO EXCESO
2,25	17,5	15,0	14,5	CORRECTO

CENIZAS MOLIDAS 4 HORAS

T A B L A 4

P E N E T R A C I O N				
PESO DE MUESTRA	SOBRECARGA (gramos)			RESULTADO DEL TANTEO
	0	200	500	
2,35	22,5	17,0	16,0	EXCESIVO
2,30	27,0	16,5	15,5	EXCESIVO
2,25	20,0	16,0	15,0	EXCESIVO
2,20	20,0	16,0	14,5	CORRECTO

CENIZAS MOLIDAS 6 HORAS

T A B L A 5

P E N E T R A C I O N				
PESO DE MUESTRA	SOBRECARGA (gramos)			RESULTADO DEL TANTEO
	0	200	500	
2,20	18,5	16,0	14,5	CORRECTO
2,15	18,0	16,0	< 14,5 > 14,0	ESCASO

CENIZAS VOLANTES MOLIDAS 8 HORAS

T A B L A 6

P E N E T R A C I O N				
PESO DE MUESTRA	SOBRECARGA (gramos)			RESULTADO DEL TANTEO
	0	200	500	
2,20	19,5	16,5	15,0	EXCESO
2,15	19,5	16,0	14,5	CORRECTO
2,10	18,5	15,5	< 14,5 > 14,0	ESCASO

CENIZAS VOLANTES MOLIDAS 10 HORAS

T A B L A 7

P E N E T R A C I O N				
PESO DE MUESTRA	SOBRECARGA (gramos)			RESULTADO DEL TANTEO
	0	200	500	
2,15	23,0	19,0	17,0	EXCESO
2,10	21,5	18,0	16,5	EXCESO
2,00	20,5	17,5	16,0	EXCESO
1,90	19,0	16,5	15,0	EXCESO
1,85	19,5	16,5	14,5	CORRECTO
1,80	20,0	15,5	< 14,5 > 14,0	ESCASO

DETERMINACION DE LA SUPERFICIE ESPECIFICA DE LAS CENIZAS

Con los pesos de muestra tanteados y las densidades reales medidas con el voluménometro de Le Chatelier se calculan las porosidades de los lechos. Los tiempos de descenso de la columna se midieron en la forma habitual, o sea compactando el lecho con el pisón hasta el tope y colocando posteriormente la célula en el permeabilímetro. En la tabla 8 consignamos datos obtenidos.

T A B L A 8

MUESTRA	PESO TANTEADO (gramos)	DENSIDAD (gramos/cm ³)	POROSIDAD	T I E M P O (segundos)
2 horas	2,25	2,52	0,523	51,2
4 horas	2,20	2,53	0,535	78,6
6 horas	2,20	2,53	0,535	86,3
8 horas	2,15	2,53	0,546	109,0
10 horas	1,85	2,53	0,609	64,3

Llevados estos datos a la fórmula general del permeabilímetro [1], se obtuvieron los resultados siguientes:

T A B L A 9

MUESTRA	SUPERFICIE ESPECIFICA (cm ² /gramo)
2 horas	3.618
4 horas	4.736
6 horas	4.965
8 horas	5.891
10 horas	6.186

Habiendo tenido en cuenta que:

$$S_p = 2.950 \text{ cm}^2/\text{gramo}$$

$$D_p = 3,15 \text{ gramos/cm}^3$$

$$e_p = 0,500$$

$$T_p = 68,6 \text{ segundos}$$

METODO DE POROSIDAD FIJA

Por este sistema se introduce en la célula la cantidad de material deducida de la fórmula [3] una vez medida la densidad real y con una porosidad igual a 0,5. Después de

compactado el lecho con el pisón se mide con el cronómetro el tiempo de descenso de la columna del permeabilímetro y se lleva el dato a la fórmula general del permeabilímetro, que en estas condiciones queda muy simplificada:

$$S_{0.5} = S_p \frac{D_p}{D} \frac{\sqrt{T}}{\sqrt{T_p}} \quad [4]$$

El método, en principio, no es muy ortodoxo pero tiene en cambio la ventaja de su facilidad de ejecución y la reproducibilidad grande de los resultados, circunstancia que en algún caso puede ser más valiosa que la exactitud del número en sí.

Si además se conoce la relación que existe entre la superficie específica medida de un modo más correcto y la determinada por este método, la sencillez de éste justifica tanto su exposición como su eventual utilización.

La presencia del subíndice 0,5 que proponemos debe acompañar a la letra S siempre que se determine según este sistema propuesto; así se evitarían hipotéticas complicaciones.

DETERMINACION DE LA SUPERFICIE ESPECIFICA DE LAS CENIZAS

Con las densidades expuestas en la tabla 8, y los tiempos registrados de descenso de la columna anotados en la tabla 10, se calcularon las superficies específicas que figuran en la misma tabla.

T A B L A 10

MUESTRA	T I E M P O (segundos)	SUPERFICIE ESPECIFICA (cm ² /gramo)
2 horas	62,8	3.579
4 horas	108,4	4.685
6 horas	124,5	5.019
8 horas	169,5	5.856
10 horas	196,5	6.306

COMPARACION DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS POR LOS DOS METODOS CRITICA DE LOS MISMOS

En la tabla 11 pueden verse los resultados obtenidos para las mismas muestras.

T A B L A 11

MUESTRA CENIZAS MOLIDAS	SUPERFICIE ESPECIFICA	
	CONSISTENCIA F I J A	POROSIDAD F I J A
2 horas	3.618	3.579
4 horas	4.736	4.685
6 horas	4.965	5.019
8 horas	5.891	5.856
10 horas	6.186	6.306

Dada la diferencia entre los criterios adaptados en los dos métodos y las técnicas aplicadas en ambos casos, la concordancia entre los valores hallados puede calificarse de satisfactoria. Esta conclusión refuerza los argumentos en pro de la utilización de cualquiera de estos dos sistemas.

Operando a porosidad constante, la realización experimental y los cálculos posteriores se simplifican considerablemente. Asimismo está garantizada la reproducibilidad por la ausencia de manipulaciones dejadas a la habilidad personal. Sin embargo, para valores mayores de 5.000 cm²/gramo es necesario aplicar una fuerza considerable al pisón para llevar la cantidad de material calculada a ocupar el volumen designado de la célula, con la posibilidad de que se pueda deformar la placa perforada y variar en consecuencia el volumen ocupado por el lecho. No obstante, la pega más notable que ofrece este procedimiento es la falta de justificación teórica del mismo.

Las cosas suceden de otro modo si se trabaja a consistencia fija. En tal caso, la constancia de la sobrecarga aplicada así como la del volumen a ocupar implican la entrega de una cantidad igual de trabajo externo, que el lecho invertirá en aumentar su energía de trabazón y coherencia entre las partículas que lo componen; dando lugar a que su estabilidad y solidez (conceptos menos imprecisos que firmeza y dureza pero igualmente traducibles de las palabras inglesas "firm" y "hard") alcancen valores similares, por lo cual deben resistir en un grado similar la acción de una fuerza externa que tienda a su desintegración.

DETERMINACION DE SUPERFICIE ESPECIFICA EN CEMENTOS PUZOLANICOS

Los dos métodos propuestos se utilizaron para determinar la superficie específica de cuatro cementos puzolánicos preparados en el laboratorio, moliendo conjuntamente un cemento tipo portland con cantidades variables de cenizas volantes. Los resultados se exponen en las tablas 12 y 13.

METODO DE POROSIDAD FIJA

El peso se calculó por la fórmula general [3], que en este caso resultó ser:

$$P = 0,934 \cdot D$$

La superficie específica se calculó por la fórmula general [4], que aquí resultó ser:

$$S_{0,5} = 2.950 \frac{3,15}{D} \frac{\sqrt{T}}{8,28}$$

T A B L A 12

MUESTRA	DENSIDAD (gramos/cm ³)	P E S O (gramos)	T I E M P O (segundos)	SUPERFICIE ESPECIFICA (cm ² /gramo)
A	3,12	2,914	107,5	3.669
B	3,00	2,802	77,8	3.150
C	2,94	2,746	83,4	3.261
D	2,85	2,662	88,9	3.367

METODO DE CONSISTENCIA FIJA

Los valores expuestos en la tabla se calcularon con la fórmula general [1]:

T A B L A 13

MUESTRA	DENSIDAD (gramos/cm ³)	P E S O (gramos)	POROSIDAD	TIEMPO (segundos)	SUPERFICIE ESPECIFICA (cm ² /gramo)
A	3,12	2,90	0,504	105,5	3.812
B	3,00	2,95	0,476	96,0	3.281
C	2,94	2,85	0,483	89,6	3.362
D	2,85	2,75	0,485	85,0	3.410

BIBLIOGRAFIA

- (1) "Standard Method of Test for Fines of Portland Cement By Air Permeability Apparatus". *ASTM Standards*. 1964. Part. 9, page 208.
- (2) *NBS MISC. PUBL.* 260. Page 35. Octubre de 1965.
- (3) HUARTE, G.: Comunicación privada.
- (4) *B. O. E.* 6-VI-64.
- (5) *P C C H*-64. Normas y manuales del I. E. T. c. c.
- (6) MARTÍNEZ, A., y RIVERO, J.: "Comportamiento de ciertas cenizas volantes en la fabricación de cementos y en la elaboración de morteros y hormigones". Informe del laboratorio de hormigones de Salto del Sil, S. A.
- (7) *Fornecimento e Receção de Pozolanas*. Lisboa, 1960.
- (8) *Las cenizas volantes y sus aplicaciones*. Ed. por ASINEL. Madrid, 1970.
- (9) "Tentative Specifications for Portland-Pozzolan Cement". *ASTM Standards*. 1964, part. 9, page 330.