métodos de análisis químico del I. T. C. C. aplicados al cemento portland

J. CALLEJA CARRETE
doctor en ciencias químicas

En el mes de marzo de 1955, y con ocasión de una visita al Instituto Técnico de la Construcción y del Cemento por parte de Mr. R. L. Blaine, miembro del National Bureau of Standards de Washington y creador del permeabilímetro que lleva su nombre, hubo oportunidad de conseguir, por su cortesía, una muestra patrón para el análisis químico del cemento portland, procedente del citado Bureau.

Se trataba de la Standard Sample 177 (SS 177), debidamente envasada y conservada. Con la muestra nos proporcionó Mr. Blaine los datos analíticos correspondientes a la misma, según dos determinaciones distintas, hechas de acuerdo con el método Standard ASTM C 114-47.

En la fecha en cuestión era el método en vigor, ya que la edición de los ASTM Standards de 1955 no apareció hasta noviembre de dicho año, por lo que, a los efectos, no podía tenerse en cuenta todavía la revisión del método hecha en 1953. Por consiguiente, es al ASTM Standard Method C 114-47 al que nos referiremos en lo que sigue (1).

Con la muestra patrón y los datos analíticos correspondientes a la misma, nos propusimos la tarea de proceder a su análisis en nuestros laboratorios, por nuestro personal y siguiendo nuestros procedimientos, con objeto de comparar los resultados con los del N. B. S., según el citado método patrón C 114-47.

A este respecto cabe hacer las siguientes observaciones:

1.ª La pequeña cantidad de muestra disponible sólo permitió la intervención de dos operadores, cada uno de los cuales hizo dos análisis simultáneos.

2.ª Los dos operadores fueron escogidos al azar entre el personal auxiliar dedicado a las operaciones analíticas de rutina.

3.ª Ambos operadores no poseían más preparación que la recibida en un Curso de Formación de Auxiliares de Laboratorio para la Industria del Cemento (2), con una experiencia de año y medio, aproximadamente, en el desempeño de su misión.

4.ª El método comúnmente utilizado en nuestros laboratorios para el análisis del cemento portland es el descrito en la correspondiente Norma española NELC 3.01-a, del Laboratorio Central de Ensayos de Materiales de Construcción, basada en la mencionada norma ASTM (3) (4).

5.ª Los análisis efectuados en el I. T. C. C. constaron de las determinaciones normalmente llevadas a cabo en los laboratorios de las fábricas de cemento, en sus ensayos ordinarios de control, a saber: pérdida al fuego (PF), sílice (SiO_2), alúmina (Al_2O_3), óxido férrico (Fe_2O_3), cal total (CaO), magnesia (MgO) y anhídrido sulfúrico (SO_3). No incluían, por tanto, las determinaciones de óxido ferroso (FeO), bióxido de titanio (TiO_2), anhídrido fosfórico o pentóxido de fósforo (P_2O_5), óxido mangánico (Mn_2O_3), óxido de estroncio (SrO), álcalis (óxidos sódico y potásico Na_2O y K_2O) y azu-

fre en forma de sulfuros (S), consideradas en los datos analíticos facilitados por Mr. Blaine.

6.ª Con objeto de hacer comparables los resultados analíticos del National Bureau of Standards (N. B. S.) con los del Instituto Técnico de la Construcción y del Cemento (I. T. C. C.), se han tenido en cuenta los siguientes extremos:

a) Si no se determinan por separado TiO_2 y P_2O_5 , ambos componentes van incluidos en la determinación de la alúmina y se suman, por tanto, al Al_2O_3 .

b) Si no se determinan por separado FeO y Mn_2O_3 , ambos componentes van incluidos en la determinación del óxido férrico, y se suman, por tanto, al Fe_2O_3 , el primero de ellos en forma oxidada (férrica).

c) Si no se determina por separado SrO , éste va incluido en la determinación de la cal total, y se suma, por tanto, al CaO .

7.ª Los dos análisis hechos por el operador A del N. B. S. y por cada uno de los dos B y C del I. T. C. C. cumplen con los requisitos señalados en la norma C 114-47, respecto de las diferencias máximas tolerables entre dos determinaciones de un mismo componente, y que son las siguientes (4):

Componente	Diferencia máxima tolerada entre dos determinaciones
SiO_2	0,16
Al_2O_3	0,20
Fe_2O_3	0,10
CaO	0,20
MgO	0,16
SO_2	0,10
PF	0,10
Na_2O	0,03
K_2O	0,03
P_2O_5	0,03
Mn_2O_3	0,03

Tan sólo se observa una pequeña desviación en las determinaciones del Fe_2O_3 , por el operador A del N. B. S., y en las del CaO por el operador C del I. T. C. C.

A los efectos comparativos señalados antes, se han dispuesto los resultados analíticos en

una serie de cuadros. El cuadro 1 contiene en las columnas 1 y 2 los resultados originales de las dos determinaciones del operador A del N. B. S.; en las columnas 3 y 4 los mismos datos expuestos, de forma que puedan ser comparables con los de los operadores B y C del I. T. C. C., según las consideraciones hechas en la observación 6.ª Las restantes columnas del cuadro quedan explicadas por sí mismas.

Igual criterio se ha seguido en la exposición de los datos de los operadores B y C del I. T. C. C., en los cuadros 2 y 3.

En el cuadro 4 se exponen los valores medios de las dos determinaciones analíticas de cada operador (columnas 1, 2 y 3), las medias de dichos valores medios (columna 4), así como las diferencias y errores de las medias individuales por ciento, referidos a dichas medias totales (restantes columnas).

Puede observarse que, en general, hay mayor concordancia entre los resultados de un mismo operador que entre los de dos diferentes. Ello indica que el factor personal es distinto de unos a otros, cosa que, por otra parte, es lógica.

El esmero de los operadores viene dado por los errores medios relativos por ciento de cada uno de los tres consigo mismo, o, lo que es equivalente, por las diferencias entre los valores hallados por cada uno en particular, que, como se acaba de indicar, están dentro de los límites fijados por la ASTM. También se refleja en la concordancia entre los valores encontrados por los tres, la cual se aprecia en el cuadro 4.

Puede observarse que los errores medios relativos por ciento de los operadores A, B y C son, en general, comparables entre sí. Esto, la buena concordancia apreciable en el cuadro 4 y el hecho de que dichos errores sean, en general, inferiores a la unidad (sólo rebasan ésta en cuantía apreciable la pérdida al fuego hallada por el operador B y el óxido potásico determinado por el operador A), permite deducir que el esmero de los tres operadores es aceptable.

Los resultados individuales del operador A ofrecen un esmero y una precisión algo mayores que los de los operadores B y C. Sin embargo, los del C (cuadro 4) están más acordes con las medias de los resultados de los tres, lo que indica, estadísticamente (si se puede hablar así tratándose de sólo seis resultados), una precisión mayor.

Como conclusión, puede decirse que el gra-

do de precisión alcanzado por el personal auxiliar, no especializado, del I. T. C. C. en el análisis químico ordinario del cemento portland, está a un nivel semejante al del logrado por el National Bureau of Standards. Los errores medios relativos por ciento no rebasan, en general, la cifra del 1 %, y las determinaciones de un mismo operador no presentan diferencias superiores a los límites máximos permitidos por el correspondiente método de la ASTM.

BIBLIOGRAFIA

- (1) *Standards Methods of Chemical Analysis of Portland Cement*. ASTM. Designation: C 114-47. ASTM Standards, 1952, parte 3, pág. 62.
- (2) CALLEJA, J.: *Curso para la Formación de Auxiliares de Laboratorio en la Industria del Cemento*, tomo II, I. T. C. C., 1954.
- (3) NELC 3.01-a. *Análisis Químico del Cemento Portland*. Laboratorio Central de Ensayo de Materiales de Construcción. Publicación núm. 16, 1945.
- (4) MELC 3.04-a. *Método de Análisis Químico de los distintos tipos de Cemento*. Laboratorio Central de Ensayo de Materiales de Construcción. Publicación núm. 80, 1953.
- (5) *ASTM Standards* 1952, parte 3, pág. 64.

CUADRO 1

	1	2	3	4	5	6	7
	ANÁLISIS QUÍMICO						
Conceptos analíticos	N. B. S. Operador A		N. B. S. referido a I. T. C. C. Operador A		Medias de las columnas 3 y 4	Diferencias entre las columnas 3 y 4 y la 5	Errores medios relativos % calculados sobre las medias 5
	Análisis 1	Análisis 2	Análisis 1	Análisis 2			
SiO ₂	21,88	21,91	21,88	21,91	21,895	± 0,015	± 0,0685
Al ₂ O ₃	5,28	5,26	5,61	5,52	5,565	± 0,045	± 0,8086
Fe ₂ O ₃	2,26	2,40	2,443	2,44	2,4415	± 0,0015	± 0,0614
PbO	0,12	—	—	—	—	—	—
TiO ₂	0,28	0,26	—	—	—	—	—
P ₂ O ₅	0,05	—	—	—	—	—	—
Mn ₂ O ₃	0,05	0,04	—	—	—	—	—
CaO	64,35	64,29	64,398	64,29	64,344	± 0,054	± 0,0839
SrO	0,048	—	—	—	—	—	—
MgO	2,42	2,43	2,42	2,43	2,425	± 0,005	± 0,2061
Na ₂ O	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	± 0,000	± 0,000
K ₂ O	0,57	0,54	0,57	0,54	0,555	± 0,015	± 2,7027
SO ₃	1,58	1,59	1,58	1,59	1,585	± 0,005	± 0,3154
S	Indicios	—	Indicios	—	—	—	—
PF	1,10	1,12	1,10	1,12	1,11	± 0,01	± 0,9009

CUADRO 2

	1	2	3	4	5
	I.		T.	C.	
Conceptos analíticos	ANÁLISIS QUÍMICO				Errores medios relativos % calculados sobre las medias 3
	Operador B				
	Análisis 1	Análisis 2	Medias de las columnas 1 y 2	Diferencias entre las columnas 1 y 2 y la 3	
SiO ₂	21,84	21,86	21,85	± 0,010	± 0,0457
Al ₂ O ₃	5,33	5,48	5,405	± 0,075	± 1,3876
Fe ₂ O ₃	2,42	2,42	2,42	± 0,000	± 0,0000
CaO	64,07	64,18	64,125	± 0,055	± 0,0857
MgO	2,52	2,57	2,545	± 0,025	± 0,9823
SO ₃	1,61	1,60	1,605	± 0,005	± 0,3115
PF	0,91	0,95	0,93	± 0,020	± 2,1505

CUADRO 3

	1	2	3	4	5
Conceptos	I.	T.	C.	C.	Errores medios relativos
analíticos	ANÁLISIS QUÍMICO		Medias de las columnas 1 y 2	Diferencias entre las columnas 1 y 2 y la 3	% calculados sobre las medias 3
	%				
	Operador C				
	Análisis 1	Análisis 2			
SiO ₂	21,79	21,79	21,79	± 0,000	± 0,0000
Al ₂ O ₃	5,63	5,53	5,58	± 0,050	± 0,8960
Fe ₂ O ₃	2,51	2,46	2,485	± 0,025	± 1,0060
CaO	64,11	64,43	64,27	± 0,160	± 0,2489
MgO	2,48	2,44	2,46	± 0,020	± 0,8130
SO ₃	1,59	1,61	1,60	± 0,010	± 0,6260
PF	1,07	1,04	1,055	± 0,015	± 1,4218

CUADRO 4

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Conceptos	I.	T.	C.	C.	Y			N.	B.	S.
analíticos	ANÁLISIS QUÍMICO %			Medias de los operadores	Diferencias con la columna 4 de las columnas			Errores medios relativos %, calculados sobre las medias de la columna 4, de los operadores		
	Medias de los operadores									
	A	B	C	A, B y C	1	2	3	A	B	C
SiO ₂	21,895	21,850	21,790	21,8450	+ 0,0500	- 0,0050	- 0,0550	+ 0,2288	+ 0,0228	- 0,2517
Al ₂ O ₃	5,565	5,405	5,580	5,5166	+ 0,0484	- 0,1116	+ 0,0634	+ 0,8773	- 2,0229	+ 1,1492
Fe ₂ O ₃	2,4415	2,420	2,485	2,4488	- 0,0073	- 0,0288	+ 0,0362	- 0,2981	- 1,1760	+ 1,4782
CaO	64,344	64,125	64,270	64,2463	+ 0,0977	- 0,1213	+ 0,0237	+ 0,1520	- 0,1888	+ 0,0368
MgO	2,425	2,545	2,460	2,4766	- 0,0516	+ 0,0684	- 0,0166	- 2,0835	+ 2,7618	- 0,6702
SO ₃	1,585	1,605	1,600	1,5966	- 0,0116	+ 0,0084	+ 0,0034	- 0,7265	+ 0,5261	+ 0,2129
PF	1,110	0,930	1,055	1,0316	+ 0,0784	- 0,1016	+ 0,0234	- 7,5998	- 9,8487	+ 2,2683