Materiales de Construcción Vol. 10 nº 100
Octubre, noviembre, diciembre de 1960

617 - 74

determinación de la sílice en cementos y arcillas, por insolubilización con gelatina

BERNARDO BACLE GONZALEZ
Perito Industrial Químico, de la Sección de Análisis y Ensayos del Instituto Técnico de la Construcción y del Cemento

Introducción

La determinación de la sílice por floculación de su coloide, en medio fuertemente ácido, producida por la adición de gelatina, no es un procedimiento reciente. El I. T. C. C., a través de su Departamento de Análisis y Ensayos, ha comprobado la exactitud, rapidez y sencillez del método, ya que se puede tener la sílice dispuesta para ser calcinada, en quince minutos, a partir del ataque de la muestra.

El objeto del presente artículo es divulgar este método en nuestro país, particularmente en la industria cementera, ya que se ha comprobado que es bastante desconocido, a pesar de su bondad.

Esta forma de determinación de la sílice se basa en la propiedad que tiene una disolución de gelatina, de flocular el coloide formado en el ataque ácido de un silicato. La sílice así precipitada es fácil de filtrar. De esta manera se evita el tiempo de las evaporaciones y tratamientos que exige el método clásico, para lograr que la totalidad de la sílice sea retenida por el filtro.

La gelatina que se emplea se expende en el comercio; pero como existen diversas calidades, se debe emplear la que tenga un grado de pureza tal, que deje un residuo despreciable al calcinar en un crisol una muestra de unos 10 gramos de ella.

Reactivos

Disolución de gelatina: Se prepara al 2,5 % en agua destilada a temperatura inferior a 70° C, agitando con una varilla hasta la completa disolución de la cantidad pesada. Para lograr su estabilidad, puede añadirse ácido salicílico al 1 %; de otra forma, se descompone a los siete días.

Disolución de lavado: Contiene 2 ml de ácido clorhídrico y 2 ml de la disolución de gelatina, por litro.

Acido nítrico, de densidad 1,33.

Acido clorhídrico, de densidad 1,19.

Práctica del método aplicado a clínker y cemento

Se pesa un gramo de cemento y se pone en un vaso de 100 ml de capacidad, de forma alta. Con unas gotas de agua se humedece la muestra y, a continuación, se procede al ataque mediante 25 ml de ácido clorhídrico concentrado, que se añade poco a poco, de forma que la disolución del cemento sea progresiva. Se aplastan, con una varilla, los grumos formados, y, cuando no se vean partes sin atacar, se añaden 5 gotas de ácido nítrico concentrado. Se cubre el vaso con un vidrio de reloj y se lleva a ebullición lenta durante cinco minutos. Una vez que ha transcurrido este tiempo, se aparta el vaso del calor. Se miden, con una probeta, 15 ml de agua destilada fría, y con ésta se lava, sobre el vaso, el vidrio de reloj.

Se lleva el contenido del vaso a 70° ± 5, y se añaden, gota a gota y agitando, 5 ml de la disolución de gelatina, previamente calentada a la misma temperatura.

La floculación debe ser inmediata. La sílice queda depositada en el fondo del vaso, mientras el líquido que sobrenada aparece claro y transparente. Si queda turbio, puede añadirse más cantidad de disolución de gelatina, pero sin pasar de 10 ml en total.

Una vez lograda la precipitación de la sílice, se deja en reposo durante cinco minutos a la temperatura ambiente. Se filtra con papel banda negra, Schleicher Schull Nr. 589[1] o Albet Nr. 238, haciendo que pase la totalidad del precipitado al filtro con ayuda del frasco lavador que contiene la disolución de lavado, caliente a 60 ó 70° C. Se lavan después, un número suficiente de veces, el filtro y el precipitado. El líquido filtrado, junto a las aguas de lavado, se puede utilizar para determinar los restantes elementos.

La sílice así tratada se seca y calcina, de forma que quede completamente blanca. Para lograr esto, es conveniente calcinar en un mechero, antes de calcinar en el horno hasta constancia de peso. De esta forma, obtenemos la suma de sílice y residuo insoluble, mediante la fórmula:

$$\% (SiO_2 + \text{Rdo. Ins.}) = \frac{p \times 100}{p'},$$

en la que:

p = peso del crisol, calcinado previamente, más sílice y residuo calcinados.

p' = peso de la muestra de cemento.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es

Descontando, de la cifra obtenida, el porcentaje de residuo insoluble, obtenido por el procedimiento clásico, tenemos el tanto por ciento de sílice.

Método aplicado a arcillas

Se toma una muestra de arcilla de un peso comprendido entre 0,5 y 1 g y se disgrega en crisol de platino con un peso de carbonato sodo-potásico que sea siete u ocho veces el de la muestra, bien mezclados arcilla y carbonato, y poniendo una capa de este último en el fondo del crisol y otra encima de la mezcla. La disgregación puede hacerse en la llama de un mechero, con el crisol cubierto con su tapa, y subiendo gradualmente la temperatura hasta completa fusión de la muestra. Una vez la masa en estado líquido, se toma el crisol con unas pinzas de platino y se le imprime un movimiento circular inclinándolo para conseguir juntar a la masa principal las partículas que hayan quedado adheridas a las paredes.

Se aparta el crisol de la llama, y en el momento en que se solidifica la masa líquida, se introduce, con cuidado de no mojar el interior, en un vaso o cápsula que contenga agua fría. De esta manera se consigue que se despegue la masa enfriada del crisol. La mayor parte de las veces hay que añadir un poco de agua destilada y remover con una varilla para lograrlo.

El producto de la disgregación se pasa a una cápsula de porcelana de unos 200 ml de capacidad; se añaden 100 ml de agua destilada, y después de cubrir con un vidrio de reloj se le agrega el ácido clorhídrico suficiente para completa disolución de la masa, que se consigue en el baño maría. Seguidamente, se retira el vidrio de reloj, que se lava sobre la cápsula con agua destilada, así como la tapa del crisol de platino que se limpia con ácido y agua caliente. Una vez realizadas estas operaciones, se evapora a sequedad el contenido de la cápsula en el baño maría.

Se añaden 35 ml de ácido clorhídrico concentrado, vertiéndolo lentamente por las paredes de la cápsula para arrastrar y disolver todas las sales; se hierve durante cinco minutos cubriendo la cápsula con un vidrio de reloj; se añaden 2 ml de ácido clorhídrico y 15 ml de agua destilada, con la que se lava el vidrio sobre la cápsula; se precipita la sílice, como en el caso de los cementos, a 70° C de temperatura, por adición de la disolución de gelatina, gota a gota y agitando con una varilla de vidrio. Cuando el líquido que sobrenada esté claro, se suspende la adición de gelatina, se deja cinco minutos a la temperatura ambiente y se filtra por papel sin cenizas, de filtración rápida, banda negra, Schleicher Schull Nr 589[1] o Albet Nr 238. Se pasa todo el precipitado al filtro; se lava varias veces con la disolución de lavado, como se ha dicho en el caso de los cementos, y se seca y calcina en crisol de platino. Se pesa el crisol con la sílice calcinada y se comprueba la pureza de ésta, para lo cual se humedece en el fondo del crisol con unas gotas de agua, se añaden dos o tres gotas de ácido sulfúrico y, aproximadamente, 7 ml de ácido fluorhídrico. Se evapora lentamente hasta eliminación de humos blancos. Después se calcina al rojo unos minutos, con objeto de descomponer los sulfatos que pudieran haberse formado. Se deja enfriar en un desecador, y se pesa. El contenido de sílice se obtiene por la fórmula:

$$SiO_2\ \% = \frac{(P - p) \cdot 100}{p'},$$

en la cual:

P = Peso crisol más sílice impura.

p = Peso crisol calcinado, después del tratamiento con el ácido fluorhídrico.

p' = Peso de la muestra.

Resultados obtenidos siguiendo los métodos descritos

	Sílice en tanto por ciento determinada por el procedimiento clásico			Media	Sílice en tanto por ciento determinada por el procedimiento de insolubilización con gelatina						Media
Cemento n.° 1 ...	20,47	20,50	20,59	20,52	20,43	20,52	20,55	20,59	20,62	20,62	20,55
Cemento n.° 2 ...	24,35	24,38	24,50	24,41	24,32	24,36	24,39	24,39	24,39	24,42	24,38
Clínker n.° 1... ...	20,59	20,66	20,73	20,66	20,60	20,65	20,66	20,72	20,73	20,75	20,68
Arcilla n.° 1	62,31	62,44	62,58	62,44	62,34	62,36	62,49	62,50	62,56	62,66	62,48

Bibliografía

1.—L. Burglen et P. Longuet: Méthodes nouvelles d'analyse chimique rapide des ciments. Revue des Matériaux de Construction. Marzo 1955, núm. 474, pág. 59.

2.—G. Charlot et D. Bezier: Méthodes Modernes d'analyse Quantitative Minérale, Masson, 1949, pág. 572.

3.—I. A. Voinovitch: Analyse de la silice dans les silicates, Chim. Analt., Vol. 40, núm. 9, septiembre 1958, página 332.

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://materconstrucc.revistas.csic.es