

- 1 -

610-2 ANALISIS RAPIDO DE LOS AGLOMERANTES HIDRAULICOS UNITARIOS.

F. Ferrari.

De: "IL CEMENTO", 146, octubre, 1949.

El ingeniero italiano Fabio Ferrari, conocido porque su nombre vá unido a la invención de un determinado tipo de cementos, y por sus numerosos trabajos sobre aglomerantes, - expone, en este artículo, un método práctico y, sobre todo, rápido, para el análisis químico de clinkers de cemento y de muestras de crudo previamente clinkerizadas en el laboratorio. Los componentes a determinar son, ácidos silícico y - sulfúrico, óxidos de aluminio y hierro y cal, además de la - humedad y de la pérdida al fuego.

Toma y preparación de la muestra

Los fragmentos de clinker, bien limpios de materias extrañas, constituyen la sustancia problema. Se trituran - previamente, hasta polvo grosero en un mortero Albich y luego se reducen a polvo impalpable en mortero de ágata, hasta que no quede residuo sobre tamiz de 3.600 mallas por cm².

La muestra se divide en tres partes: En la primera se determina la humedad; en la segunda la pérdida al fuego, ácido silícico, alúmina, cal y magnesia; en la tercera, el residuo sílico insoluble, el óxido de hierro y el ácido sulfúrico.

- INSTITUTO TECNICO DE LA CONSTRUCCION Y DEL CEMENTO -

Humedad

Se pesan 10 gr. de muestra, en un crisol de tamaño adecuado, y se calienta a 100°C hasta peso constante. La diferencia entre las dos pesadas da el % de agua higroscópica.

Pérdida al fuego

Se opera sobre 1 gr. de sustancia problema, que se calienta durante 30 minutos a 950°. Como antes, la diferencia de pesadas, permite calcular la pérdida por calcinación.

Sílice total

El residuo de la calcinación anterior, se ataca con ácido nítrico muy concentrado ($d = 1,52$), añadiendo, gota a gota, hasta 4 c.c. de este reactivo, cuidando de que toda la masa quede embebida y tapando el crisol con un vidrio de reloj. Se calienta, agitando de cuando en cuando, a unos 100°, durante 30 minutos.

Terminado el ataque, se toma la masa con una pequeña cantidad de agua hirviente, acidulada con nítrico, y se filtra. El residuo se lava con la mínima cantidad de agua hirviendo, hasta que no haya acidez en el filtrado. Se agota el residuo a la trompa y se calcina, finalmente, a unos 1.000°, durante 30 minutos. El peso del calcinado da la cantidad de ácido silícico total.

Alúmina

El Al_2O_3 se determina por diferencia, una vez conoci-

do el contenido en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ y la proporción de éste último, que se deduce de la tercera parte de la muestra (ver más adelante). Para hallar la suma de alúmina + óxido de hierro, se parte del líquido filtrado de la operación anterior, al que se añaden 10 c.c. de una disolución de nitrato amónico al 10 %; se calienta la mezcla hasta ebullición y se añade un exceso de amoniaco (exento de CO_2) hasta precipitación completa. Una vez decantado el precipitado, se filtra y lava dos veces con agua hirviendo. Luego se disuelve, vertiendo sobre el mismo, ácido nítrico, gota a gota, repitiendo la precipitación con NH_3 . Se filtra otra vez, lavando el residuo muy bien con agua caliente conteniendo 1 % de nitrato amónico. Se escurre a la trompa, se deseca y pesa como $(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$.

Ca l

Los líquidos filtrados de la precipitación anterior se concentran hasta unos 150 c.c. A ebullición, se precipita el calcio con solución concentrada e hirviendo de oxalato amónico (en exceso). Se mantiene la mezcla en reposo, a unos 80°C , durante dos horas y se filtra después, lavando el precipitado con solución caliente de oxalato amónico al 1 %. El precipitado, todavía húmedo, se lleva a un crisol tarado y se calienta, aumentando gradualmente la temperatura durante media hora, hasta alcanzar unos 1.000°C . Se pesa el residuo, con todo cuidado, como CaO .

Magnesia

El líquido procedente de la precipitación del calcio con exceso de oxalato amónico, se adifica con nítrico, añadiendo después un exceso de fosfato sódico y llevando a ebullición. Se agregan 80-90 c.c. de amoniaco al 10 %, dejando reposar el precipitado formado. Después de una hora, se filtra mediante un crisol de platino de Gooch, se lava el precipitado con amoniaco al 2,5 %, se deseca y calcina a 1.000°. Se pesa el residuo como $P_2O_7 \cdot Mg_2$.

Si se carece del crisol de Gooch, puede hacerse uso de un filtro de papel, lavando el precipitado y recogiénolo sobre el filtro, llevando luego el conjunto a un crisol de platino para calcinar, según la técnica ordinaria. Calentar, al principio con llama muy pequeña.

Sílice insoluble (Residuo silícico).

Dos gramos de la tercera parte de la muestra problema, se calcinan durante 15-20 minutos, en cápsula de porcelana y se tratan según el método descrito para la determinación de la SiO_2 total. Como reactivo de ataque se emplea ácido clorhídrico fumante ($d = 1,19$) en lugar de nítrico. El residuo, lavado, se lleva a una cápsula de porcelana mediante disolución hirviente de carbonato sódico al 3 % manteniendo la solución a 100°, durante 20 minutos y procurando que el volumen total sea de 150 c.c. Por último, se filtra, lavando el residuo con solución de carbonato, primeramente y luego con

agua. Se deseca, calcina y pesa. La cifra obtenida, restada de la sílice total, dará la cantidad de sílice soluble o combinada, existente en el clinker.

Oxido de hierro

Esta sustancia se determina sobre la mitad del líquido filtrado procedente de la operación anterior, guardando la otra mitad para la determinación de los sulfatos.

Se agrega al líquido, ácido clorhídrico concentrado (10 c.c.) y se lleva a un volumen de 200 c.c. Entonces se hace pasar agua de cloro hasta que todo el hierro se oxide por completo. Una vez frío, y en agitación, se vá añadiendo, gota a gota, cupferrón (amonionitrosufenilhidroxilamina), en solución acuosa al 6 % (ver nota al final), fría y límpida. Se formará en seguida un precipitado rojizo característico que, aunque al principio adquiere aspecto pulverulento, pronto se vá al fondo en forma de masas cristalinas fácilmente friables. Se agrega, aún, un exceso de reactivo, teniendo en cuenta que para cada 0,01 gr. de hierro hay que emplear 0,0833 gr.: de cupferrón. Se dejan pasar 15-20 minutos, agitando después la masa con una varilla de vidrio y filtrando a la trompa, con succión suave al principio. Se lava el precipitado dos veces con agua fría acidulada con ClH y después con agua sola hasta que el líquido que pasa no sea ácido. Sobre el filtro, se lava repetidas veces con amoniaco y, finalmente, una vez con agua. Después de desecación completa, el crisol de platino cubierto, se calcina al aire. Se pesa, finalmente, el residuo como Fe_2O_3 .

- INSTITUTO TECNICO DE LA CONSTRUCCION Y DEL CEMENTO -

Anhidrido sulfúrico (Sulfatos)

La mitad de líquido reservada en la operación precedente, se lleva un volumen de 250 c.c. y, una vez hirviendo, se añaden amoníaco y carbonato amónico en exceso. Se deja precipitar, filtrando y lavando el residuo. Al líquido filtrado se añade una gota de metil-naranja, neutralizando luego con ClH. Se añade a continuación 1 c.c. de clorhídrico concentrado (D = 1,17) y se lleva a ebullición.

Manteniendo el líquido en agitación, se añaden, de un golpe, 50 c.c. de cloruro bórico al 2 %, también caliente. Después de dejar estar una hora, a 90°C, se filtra y se lava cuidadosamente con agua caliente. Se lleva el precipitado, aun húmedo, a un crisol de platino que se calienta suavemente, manteniéndolo inclinado. Se calcina finalmente y se pesa como sulfato de bario. El resultado se obtiene según:

$$SO_3 = 0,3433 \cdot SO_4Ba$$

NOTA: El reactivo Cupferron se prepara así: "Se ponen en un vaso de precipitados grande, 1000 c.c. de agua, 60 gr. de nitrobenzeno y 30 gr. de cloruro amónico. Se agita la mezcla hasta obtener una emulsión. Sin dejar de agitar, se van añadiendo lentamente porciones de 1 gr. de polvo de cinc, hasta un total de 70-75 gr. Se mantiene la temperatura de la reacción entre 16 y 18°C. Se prolonga la reducción hasta que desaparezca por completo el olor del nitrobenzeno (almondras amargas). Se filtra a la bomba, lavando el Zn (OH)₂ que queda -

sobre el filtro con una pequeña cantidad de agua. El filtrado se enfría fuertemente, con lo cual, por sobresaturación, aparece un precipitado abundante de cristales blanco-nieve. Se filtra y escurre a la trompa, secando luego el precipitado entre varios pliegues de papel de filtro. Se disuelve en 400-500 c.c. de éter etílico y se filtra la disolución por papel. Se enfría hasta 0°C y se hace pasar, durante 10 minutos, una corriente de NH_3 gaseoso y seco; después se añade un volumen igual de nitrato de amilo fresco. Por calentamiento de la mezcla, se forma una masa de amonionitrosufenilhidroxilamina, en forma de bellos cristales de aspecto nívco. Se lavan los cristales con éter y se secan entre papel, guardando el producto en frascos de cierre hermético, con algo de carbonato amónico".
