

I. Disposiciones generales

JEFATURA DEL ESTADO

CORRECCION de erratas de la Ley 25/1964, de 29 de abril, sobre energía nuclear.

Advertido un error en el texto de la citada Ley, publicada en el «Boletín Oficial del Estado» número 107, de fecha 4 de mayo de 1964, páginas 5688 a 5696, se reproduce a continuación, rectificado debidamente, el artículo cincuenta y nueve, que es el afectado:

«Artículo cincuenta y nueve.—El Consorcio de Compensación de Seguros participará en la cobertura de los riesgos asumidos por las entidades españolas, en el caso de que no se alcanzara por el conjunto de dichas entidades el límite mínimo de la responsabilidad civil prevista en esta Ley, asumiendo la diferencia hasta el límite indicado.»

PRESIDENCIA DEL GOBIERNO

ORDEN de 9 de abril de 1964 por la que se aprueba el Pliego General de Condiciones para la recepción de Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial.

Excelentísimos señores:

El Pliego General de Condiciones para la Recepción de Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial, vigente hasta ahora en España, fué promulgado por Orden del Ministerio de Obras Públicas de 31 de diciembre de 1959, en sustitución del anterior, aprobado por Orden de 25 de febrero de 1930 y revisado en los años 1946 y 1947.

La fuerte expansión prevista en la construcción, el cambio experimentado en el mercado de conglomerantes hidráulicos, así como el estudio realizado por el Grupo de Trabajo de Calidad de la Comisión de Material de Construcción y Refractorio de la Comisaría del Plan de Desarrollo Económico y Social, formado por prestigiosos técnicos españoles, tanto de la Administración como de las empresas privadas, han puesto de manifiesto la conveniencia de revisar el vigente Pliego General de Condiciones para la Recepción de Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial.

En el estudio previo para conocer las ligeras modificaciones que convendría introducir en dicho Pliego, colaboraron el Laboratorio Central de Ensayos de Materiales de Construcción del Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas, el Instituto de Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, la Secretaría General Técnica del Ministerio de Obras Públicas, la Dirección General de Industrias para la Construcción del Ministerio de Industria y la Dirección General de Arquitectura, Economía y Técnica de la Construcción del Ministerio de la Vivienda.

Posteriormente, dichas modificaciones fueron sometidas a discusión y enmienda de una Comisión, formada por representantes de los tres Ministerios antes citados.

A la vista de todos los antecedentes mencionados y como consecuencia de ellos, a propuesta de los Ministros de Obras Públicas, Industria y Vivienda, esta Presidencia del Gobierno ha tenido a bien disponer:

1.º Se aprueba con una vigencia de cinco años, a partir de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado», el nuevo Pliego General de Condiciones para la Recepción de Conglomerantes Hidráulicos en las obras de carácter oficial, que sustituye al que fué aprobado por Orden del Ministerio de Obras Públicas de 31 de diciembre de 1959 («Boletín Oficial del Estado» de 26 de enero de 1960)

2.º El Pliego General de Condiciones a que se refiere el número anterior se considerará prorrogado sucesivamente por periodos de cinco años, salvo que por esta Presidencia del Gobierno se dispusiera lo contrario.

Lo que digo a VV. EE. para su conocimiento y efectos.

Dios guarde a VV. EE.

Madrid, 9 de abril de 1964.

CARRERO

Excmos. Sres. Ministros de Obras Públicas, de Industria y de la Vivienda.

PLIEGO DE CONDICIONES PARA LA RECEPCION DE CONGLOMERANTES HIDRAULICOS

I. Tipos y características

1.1. Definiciones y designaciones

1.1.1. Conglomerantes hidráulicos.

Se llaman conglomerantes hidráulicos aquellos productos que, amasados con agua, fraguan y endurecen sumergidos en este líquido y son prácticamente estables en contacto con él.

1.1.2. Clinker.

Se llama clinker al producto que se obtiene al calcinar, hasta fusión parcial, mezclas muy íntimas preparadas artificialmente y dosificadas convenientemente, a partir de materias calizas y arcillosas, con la inclusión eventual de otros materiales que, sin aportar elementos extraños a los de la composición normal del cemento, faciliten la dosificación de los crudos deseada en cada caso.

1.1.3. Cementos incluidos en este pliego.

Quedan incluidos en este pliego los siguientes cementos: Portland, siderúrgicos, puzolánicos, de adición naturales, Zুমaya y aluminoso.

1.1.3.1. Cementos Portland.

Los cementos Portland son conglomerantes hidráulicos que se obtienen por pulverización del clinker y sin más adición que la de piedra de yeso natural.

Eventualmente, puede darse la denominación comercial de cementos Portland a aquellos que, además de los componentes principales, clinker y piedra de yeso, contengan otras adiciones no nocivas en proporción inferior al diez por ciento (10%), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados, siempre que los cementos resultantes cumplan todas las condiciones químicas, físicas y mecánicas que se especifican para el Portland en el presente pliego.

En este pliego se distinguen las siguientes categorías de ce-

mento Portland: Portland 250 (designación P-250), Portland 350 (designación P-350) y Portland 450 (designación P-450), en las que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1311. Cementos Portland resistentes a las aguas selenitosas

Son cementos Portland con bajo contenido de aluminatos capaces de resistir mejor la acción agresiva del sulfato cálcico.

Estos cementos tendrán las designaciones: PAS-250 y PAS-350, en las que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1312. Cementos Portland blancos y coloreados.

No siendo la coloración cualidad definida en el presente pliego, los cementos blancos y coloreados que cumplan las condiciones fijadas para el Portland serán considerados como tales e incluidos en la categoría que les corresponda, según sus características químicas, físicas y mecánicas.

Los cementos Portland blancos tendrán la designación PB, seguida del número que indique la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.132. Cementos siderúrgicos en general.

Son conglomerantes hidráulicos preparados con mezclas muy íntimas constituidas fundamentalmente por escoria básica granulada, obtenida de procesos siderúrgicos, clinker de Portland y sulfato cálcico, en proporciones distintas, según la clase.

Se entiende por escoria el producto granulado obtenido por enfriamiento brusco de la ganga modificada y fundida procedente de procesos siderúrgicos.

Los cementos siderúrgicos comprenden las siguientes clases: cementos Portland siderúrgicos, cementos Portland de horno alto y cementos siderúrgicos sobresulfatados.

1.1321. Cementos Portland siderúrgicos.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clinker de cemento Portland en proporción de un 70 por 100, en peso, como mínimo, de clinker de cemento Portland, siendo el resto escoria granulada y sulfato cálcico.

El presente pliego distingue las siguientes categorías de cementos Portland siderúrgicos: Portland siderúrgico 250 (designación PS-250) y Portland siderúrgico 350 (designación PS-350), en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1322. Cementos Portland de horno alto.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clinker de cemento Portland en proporción igual o superior a 30 e inferior a 70 por 100, en peso, de clinker de cemento Portland, siendo el resto escoria granulada y sulfato cálcico. Eventualmente podrán contener adiciones de sustancias no nocivas en proporción no superior al uno por ciento (1%), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados.

El presente pliego distingue las siguientes categorías de cementos Portland de horno alto: Portland de Horno Alto 250 (designación PHA-250) y Portland de Horno Alto 350 (designación PHA-350), en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1323. Cementos siderúrgicos sobresulfatados.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y sulfato cálcico, en proporción tal que el producto resultante contenga de 5 a 12 por 100 de trióxido de azufre (SO_3), y con una adición de cal, clinker de Portland o cemento Portland en cantidad total no superior al 5 por 100.

Estos cementos tendrán la designación de SF-250, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.133. Cementos puzolánicos.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de una puzolana y clinker de cemento Portland, con la adición eventual de yeso o anhídrita para regular su fraguado.

Se entiende por puzolana para su empleo en la fabricación de cementos el producto natural de origen volcánico, que es capaz de fijar cal a la temperatura ambiente y formar compuestos de propiedades hidráulicas. Por extensión, el término puzolana se aplica también a otros productos naturales o artificiales que tienen análogas propiedades, tales como las cenizas volantes, la tierra de diatomeas y las arcillas activadas.

El presente pliego distingue las siguientes categorías de cementos puzolánicos: Puzolánico 250 (designación PUZ-250) y Puzolánico 350 (designación PUZ-350), en los que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.134. Cementos de adición.

Son conglomerantes hidráulicos preparados con mezclas íntimas de clinker y otras materias, cuyas resistencias mecánicas, regularidad y homogeneidad pueden ser inferiores a las de los anteriores.

Los cementos de adición comprenden las siguientes clases: cementos siderúrgico-clinker y cementos de adición.

1.1341. Cementos siderúrgico-clinker.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla íntima de escoria granulada y clinker, en la proporción mayor del 70 por 100 de escoria, siendo el resto clinker y sulfato cálcico. Eventualmente podrán contener adiciones de sustancias no nocivas en proporción no superior al cinco por ciento (5%), con objeto de mejorar algunas de las cualidades de los conglomerantes o de los morteros y hormigones con ellos fabricados.

Estos cementos tendrán la designación SC-150, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.1342. Cementos de adición.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por mezcla de clinker con otras materias, que pueden ser inertes o tener propiedades hidráulicas.

Se consideran como materias inertes:

- toda materia insoluble en ácido clorhídrico concentrado y posterior tratamiento con disolución de carbonato sódico al 5 por 100.
- las margas, calizas magnesianas y dolomías.

Se consideran materias hidráulicamente activas:

- las puzolanas naturales y artificiales.
- toda clase de escorias siderúrgicas, cenizas volantes y de hogar.
- conglomerantes de tipo Portland, siderúrgico y puzolánico.
- cementos naturales lentos, cales y cales hidráulicas.

No se consideran materias aptas para la preparación de los cementos de adición las siguientes:

- cementosa luminosos, naturales rápidos y siderúrgico sobresulfatados
- todas aquellas materias que, aun no estando incluidas en el apartado anterior, pudieran afectar desfavorablemente al fraguado, endurecimiento, estabilidad de volumen o durabilidad de los morteros y hormigones fabricados con estos cementos.

Los cementos de adición tendrán la designación C-150, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.135. Cementos naturales.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por pulverización de margas calcinadas, con adición posterior de un 5 por 100 como máximo de sustancias no nocivas.

El presente pliego distingue dos clases de cementos naturales: los rápidos (designación NR-20) y los lentos, dentro de los cuales se distinguen dos categorías (designación NL-30 y NL-80, respectivamente), en las que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a los veintiocho días el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LA COMPOSICION QUIMICA																			
DETERMINACIONES	PORTLAND					SIDERURGICOS					PUZOLANICOS		ADICION		NATURALES			ZUMAYA	ALUMINOSOS
	DESIGNACION					DESIGNACION					DESIGNACION	DESIGNACION	RAPIDOS LENTOS		DESIGNACION	DESIGNACION			
	P-250	P-350	P-450	PAS-250	PAS-350	PS-250	PS-350	PHA-250	PHA-350	SF-250	PUZ-250	PUZ-350	SC-150	C-150	NR-20	NL-30	NL-80	C Z	CA -350
OXIDO ALUMINICO (Al ₂ O ₃) min. %	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3 2
OXIDO CALCICO (CaO) max. %	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	55	-	-	-	-	-	-	-
OXIDO MAGNESICO (MgO) max. %	5	5	5	5	5	-	-	-	-	*	-	*	*	-	-	-	2,5	-	-
TRIOXIDO DE AZUFRE (SO ₃) max. %	4	4	4	4	4	4	4	4	4	12	-	-	4	4	-	-	-	3,5	-
PERDIDA AL FUEGO max. %	4	4	4	4	4	4	4	4	4	-	-	5	-	-	-	-	10	-	-
INSOLUBLES max. %	3	3	3	3	3	3	3	3	3	-	-	3	-	-	-	-	-	-	-
SILICATO TRICALCICO (C ₃ S) max. %	-	****	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ALUMINATO TRICALCICO (C ₃ A) max %	-	15 **	15 **	5	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
INDICE PUZOLANICO max. 7 dias ***	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	360 1-15	360 1-15	-	-	-	-	-	-	-
MATERIA INERTE TOTAL max %	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	35	-	-	-	-	-	-

* SIEMPRE QUE EN ESTOS CEMENTOS EL CONTENIDO DE OXIDO MAGNESICO SEA SUPERIOR AL 5%, LA EXPANSION EN AUTOCLAVE NO DEBERA SER SUPERIOR AL 1%

** PODRAN ALCANZAR HASTA EL 18 %, SIEMPRE QUE LA EXPANSION EN AUTOCLAVE NO SEA SUPERIOR AL 1%.

*** SI A LOS SIETE DIAS NO CUMPLIERA CON ESTE LIMITE, DEBERA REALIZARSE UN CONTRAENSAYO A 28 DIAS, TAL COMO SE INDICA EN 2733, DEBIENDO SATISFACER ENTONCES ESTA LIM-

**** TACION
EN CEMENTO PARA PRESAS NO DEBE REBASAR EL 35 POR CIENTO

PRESCRIPCIONES RELATIVAS A LAS CARACTERISTICAS FISICAS Y MECANICAS																			
ENSAYOS	PORTLAND					SIDERURGICOS					PUZOLANICOS		ADICION		NATURALES			ZUMAYA	ALUMINOSOS
	DESIGNACION					DESIGNACION					DESIGNACION	DESIGNACION	RAPIDO LENTOS			DESIGNACION	DESIGNACION		
	P-250	P-350	P-450	PAS-250	PAS-350	PS-250	PS-350	PHA-250	PHA-350	SF-250	PUZ-250	PUZ-350	SC-150	C-150	NR-20	NL-30	NL-80	CZ	CA-350
RESIDUOS MAXIMOS % SOBRE TAMICES DE 900 MALLAS/cm ²	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	17	17	17	17	-
4900 MALLAS/cm ²	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	16	16	35	35	35	35	14	-
SUPERF ESPECIFICA (BLAINE) cm ² /g	MIN 2800	3500	3500	2800	3500	2800	3500	2800	3500	-	2800	3500	-	-	-	-	-	-	3500
	MAX 3500	4200	4200	3500	4200	3500	4200	3500	4200	-	3500	4200	-	-	-	-	-	-	4200
PESO ESPECIFICO REAL MINIMO	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	2,90	2,90	2,90	2,90	-	-	-	2,85	-	-	-	-	-	3,05
FRAGUADO. PRINCIPIO DESPUES DE FINAL, ANTES DE	45 MIN	30 MIN	30 MIN	45 MIN	30 MIN	45 MIN	45 MIN	45 MIN	45 MIN	45 MIN	30 MIN	45 MIN	45 MIN	* *	35 MIN	30 MIN	* *	30 MIN	
EXPANSION MAXIMA AUTOCLAVE, %	12 H	10 H	10 H	12 H	10 H	12 H	12 H	12 H	12 H	12 H	10 H	12 H	12 H	30 H	12 H	12 H	ENTRE 5-25 MIN	7 H	
RESISTENCIA K/cm ² MINIMA a FLEXOTRAC- CION a las EDADES	1	1	1	1	1	1	1	1	1	-	1	1	-	-	-	-	-	-	
de 1 DIA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
3 DIAS	-	33	50	-	33	-	33	-	33	-	-	33	-	-	-	-	-	41	
7 DIAS	37	45	60	37	45	37	45	37	45	37	37	45	27	27	-	-	15	-	
28 DIAS	56	64	70	56	64	56	64	56	64	56	56	64	43	43	-	-	23	53	
MINIMA a COMPRESION a LAS EDADES	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
de 1 DIA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	350	
3 DIAS	-	179	275	-	179	-	179	-	179	-	-	179	-	-	-	-	-	-	
7 DIAS	167	250	375	167	250	167	250	167	250	167	167	250	94	94	13	19	50	-	
28 DIAS	250	350	450	250	350	250	350	250	350	250	250	350	150	150	20	30	80	450	

* LA FINURA DE MOLIDO PODRA DETERMINARSE POR EL ENSAYO DE TAMIZADO O POR EL DE "SUPERFICIE ESPECIFICA" SIENDO SUFICIENTE QUE LA MUESTRA CUMPLA CON CUALQUIERA DE LAS CONDICIONES DE UNO DE LOS DOS METODOS

* * A FIJAR DE ACUERDO CON EL USUARIO

* * * EL CEMENTO ZUMAYA CUYO FRAGUADO COMIENZE DESPUES DE LOS DOS MINUTOS, DEBERA CUMPLIR LOS LIMITES DE RESISTENCIA MECANICA QUE SE SEÑALAN PARA EL CEMENTO NATURAL RAPIDO. EN CASO CONTRARIO, EL CEMENTO ZUMAYA NO DEBERA ENSAYARSE CON EL METODO DADO EN ESTE PLIEGO PARA EL ENSAYO DE RESISTENCIAS MECANICAS, Y NO PODRA EXIGIRSE, POR TANTO, QUE CUMPLA LOS LIMITES DE RESISTENCIA CITADOS

1.136. Cementos Zumaya.

Los cementos de tipo Zumaya, o simplemente Zumaya, son conglomerantes hidráulicos resistentes al agua del mar, de fraguado rápido, obtenidos por calcinación de margas, sin adición alguna en crudo ni en frío, análogos a los fabricados en la región cementera de Zumaya.

Estos cementos tienen la designación CZ.

1.137. Cementos aluminosos.

Son conglomerantes hidráulicos obtenidos por fusión de una mezcla de materiales aluminosos y calizos, con un contenido total de Al_2O_3 de 32 por 100 como mínimo.

Estos cementos tendrán la designación de CA-350, en la que el número indica la resistencia mínima a compresión, en kilogramo/centímetro cuadrado, que debe alcanzar a las veinticuatro horas el mortero que se especifica en los métodos de ensayo.

1.2. Prescripciones

1.21. Prescripciones relativas a la composición química.

Los diferentes tipos, clases y categorías de cementos incluidos en este pliego cumplirán con las condiciones señaladas en el cuadro que se inserta en la página 5826 de éste periódico oficial.

1.22. Prescripciones relativas a las características físicas y mecánicas.

Los diferentes tipos, clases y categorías de cementos incluidos en este pliego cumplirán con las condiciones señaladas en el cuadro que se inserta en la página 5827 de este «Boletín Oficial del Estado».

1.23. Prescripciones especiales.

1.231 Cementos de bajo contenido en álcalis.

Se entienden como tales todos los cementos, a los que se refiere el presente pliego, que, además de cumplir las condiciones ya citadas para cada uno de ellos, tengan un contenido total de óxido sódico y óxido potásico inferior al 0.60 por 100, expresados ambos como óxido sódico.

Un gramo de K_2O equivale, a estos efectos, a 0,658 gramos de Na_2O .

La denominación de estos cementos será la que corresponda, de acuerdo con su tipo, clase y categoría, seguida de las letras B. A.

1.232. Cementos de bajo calor de hidratación.

Se entienden como tales todos los cementos a que se refiere este pliego, que, además de cumplir las condiciones ya citadas para cada uno de ellos, no presenten un calor de hidratación superior a 65 y 75 calorías/gramo a los siete y veintiocho días, respectivamente.

La denominación de estos cementos será la que corresponda, de acuerdo con su tipo, clase y categoría, seguida de las letras B. C.

1.3. Toma de muestras

La toma de muestras la efectuará el comprador al recibir el cemento, y tendrá derecho a presenciaria también la persona designada por la fábrica correspondiente, salvo en el caso de que la operación la realice el personal designado por el laboratorio oficial de ensayos, convenido por ambas partes.

Si se trata de cementos envasados, se tomará una muestra de 10 kilogramos por cada vagón de 10 toneladas. Esta muestra se formará mezclando íntimamente 10 porciones de un kilogramo, tomados de diferentes sacos de cemento. Se recomienda separar la capa externa del saco y tomar la muestra del interior del mismo.

Si el cemento está aún sin envasar o se transporta a granel, se tomará igualmente una muestra de 10 kilogramos por cada 10 toneladas, formada por la mezcla íntima de 10 porciones iguales, como mínimo. Estas porciones se tomarán en diferentes puntos y a diferentes alturas con un tubo de los usados para la toma de muestras en silos, análogo al empleado para extracción de muestras de cereales.

Las muestras deberán conservarse en recipientes cerrados, al abrigo del aire. Se enviarán al laboratorio en envase precintado y con las debidas garantías, y no deberá abrirse el recipiente hasta el momento del ensayo.

Antes de someter el material a los ensayos prescritos, se pasará la muestra por el tamiz de 1,25 milímetros de abertura (25 mallas por centímetro cuadrado) para separar así las partículas y cuerpos extraños (pajas, astillas de madera, etc.) que sean retenidos por el tamiz.

Los grumos o terrones de cemento se desharán con los dedos y se tamizará el polvo resultante.

Se separarán los terrones que no puedan deshacerse con los dedos y se determinará su tanto por ciento en peso. Este dato deberá figurar en los resultados del ensayo.

Todos los ensayos a realizar en obra deberán quedar concluidos en el plazo de veinte (20) días, a partir de la fecha de recepción del conglomerante.

Se recurrirá a un laboratorio oficial cuando una de las partes así lo solicitare.

2. Métodos de ensayo

2.1. Finura de molido

Para determinar la finura de molido de los cementos se emplean dos tamices de las siguientes características:

Denominación del tamiz	Abertura nominal mm	Tolerancia media (%) (*)	Tolerancias máximas (%)		Diámetro del hilo (mm)	
			Relativa (**)	Absoluta (***)	Mínimo	Máximo
900 mallas/centímetro cuadrado	0,200	6	20	40	0,114	0,154
4.900 mallas/centímetro cuadrado	0,090	7	35	65	0,045	0,065

Para hacer el ensayo se colocan 100 gramos de cemento, previamente desecado a $105^{\circ}C \pm 5^{\circ}$ hasta constancia de peso, sobre el tamiz de abertura mayor, debajo del cual estará el otro, convenientemente cerrado por su parte inferior con el fondo correspondiente. Se tapa el tamiz superior y se toma con las dos manos la caja formada por el conjunto de los tamices, sujetando el fondo y la tapa de manera que la posición del conjunto sea algo inclinada. Se le imprime un movimiento de valvén, al mismo tiempo que se va girando el bote, a razón de unas 225 ± 25 sacudidas de unos quince (15) centímetros de amplitud, por minuto. Después de cada 50 sacudidas se golpearán ligeramente los costados y se continuará la operación hasta que la diferencia

entre dos pesadas, consecutivas del material retenido por el tamiz más fino, sea inferior a una décima por ciento. Entre cada dos pesadas, el número de sacudidas no será inferior a 50.

Se recomienda verificar esta última fase de la operación después de haber retirado la bandeja inferior con el polvo acumulado en la misma, así como el tamiz más grueso y la tapadera, y realizar el tamizado sobre una hoja de papel blanco, con objeto de tener un índice visual de la cantidad de material que atraviesa el tamiz de 90 micrones de abertura.

Se efectuarán dos ensayos con porciones distintas de cemento y se considerarán como resultados de la prueba las medias de los pesos de los residuos retenidos por cada tamiz, expresados en tanto por ciento del peso de la muestra seca, siempre que los dos resultados obtenidos difieran del valor medio en menos del 0,5 por 100. En caso contrario, y una vez corregida, si la hubiere, cualquier deficiencia relativa al buen estado de las telas de los tamices, al ajuste de sus bastidores y a la correcta realización de las operaciones, se efectuarán cuatro ensayos en la forma indicada, después de mezclar íntimamente la muestra. Los resultados que entonces difieran en más del 0,5 por 100 del valor medio serán descartados y se recalculará la media de los valores restantes.

(*) Tolerancia media es la diferencia entre la abertura media de las mallas determinada experimentalmente y la nominal del tamiz, expresada en tanto por ciento de esta última.

(**) Tolerancia máxima relativa es la diferencia expresada en tanto por ciento de la abertura nominal, entre dicha abertura nominal y la abertura mayor observada en el 95 por 100 de las mallas que resulten ser más pequeñas, cuando se realice su medición.

(***) Tolerancia máxima absoluta es la diferencia entre la abertura mayor observada y la abertura nominal del tamiz, expresada en tanto por ciento de esta última.

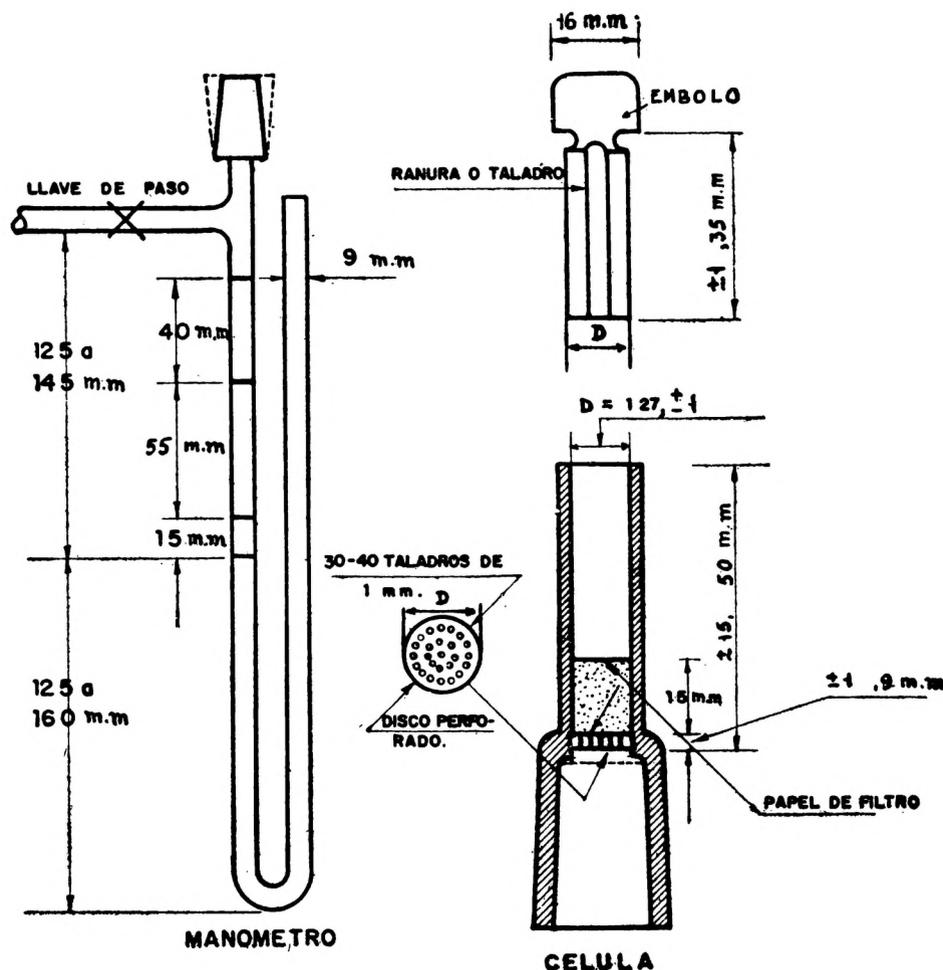


Fig.-1 Permeabilímetro de Blaine

2.2. Superficie específica (Blaine)

2.2.1. Permeabilímetro de Blaine.

El permeabilímetro de Blaine (fig. 1) consta de las siguientes partes:

a) Célula de permeabilidad.—Está constituida por un tubo de vidrio o metal inoxidable, de 13 ± 1 milímetros de diámetro interior, en su parte superior, con base troncoconica en su parte inferior.

A 50 ± 15 milímetros de su borde superior, presenta inferiormente un resalto de 0,5 a un milímetro para sujetar el disco perforado. La boca inferior de la célula formará un cierre hermético con el esmerilado del manómetro.

b) Disco perforado.—Es de metal inoxidable, de diámetro 0,1 milímetro menor que el interior de la célula de permeabilidad y de $0,9 \pm 0,1$ milímetro de espesor, y tiene uniformemente distribuidos en su superficie, de 30 a 40 agujeros de un milímetro de diámetro.

c) Émbolo.—Consta de un cuerpo cilíndrico cuyo diámetro es de 0,1 milímetro menor que el de la célula, y en su parte superior, de una cabeza más ancha.

Al introducirlo en la célula, la cabeza apoya en el borde superior de aquélla, existiendo entre el extremo inferior del émbolo y la superficie superior del disco perforado una distancia de $1,5 \pm 0,1$ centímetro. El cuerpo tiene un taladro no axial o ranura fina en toda su longitud para permitir la salida del aire, cuando entre el émbolo en la célula.

d) Papel de filtro.—Se utilizan discos de papel de filtro, de gran porosidad y de igual diámetro que el interior de la célula

de permeabilidad, de forma que se ajusten perfectamente al disco perforado sin formar arrugas ni dobleces. En todos los ensayos se empleará la misma calidad de papel.

e) Manómetro.—Es un tubo en U de brazos verticales montado sobre un apoyo rígido.

Un brazo del tubo tiene en su extremo una cabeza esmerilada de empalme con célula de permeabilidad, un tubo lateral con llave de paso a unos 50 milímetros de su inserción con el tubo en U, y lleva grabadas cuatro marcas, la inferior a una distancia de la parte superior del tubo lateral de 125 a 145 milímetros y las otras tres a 15, 70 y 110 milímetros de la primera.

f) Líquido manométrico.—El manómetro se llena hasta la marca inferior con un líquido estable no volátil, ni higroscópico y de baja viscosidad y densidad (ftalato de butilo, aceite mineral ligero, etc.).

g) Reloj.—Se utilizará un cronómetro que permita medir intervalos de tiempo con una aproximación de 0,5 segundos.

2.2.2. Calibrado del aparato.

El calibrado del permeabilímetro se realiza utilizando una muestra de cemento, de superficie específica conocida. La muestra estará a temperatura ambiente en el momento de realizarse el ensayo. Se colocan sobre el disco perforado, situado en la célula de permeabilidad, dos discos de papel de filtro y se llena la célula con mercurio, eliminando las posibles burbujas de aire que puedan quedar adheridas a su pared. Se enrasa el mercurio con el borde de la célula, utilizando para ello una pequeña placa de vidrio, se pasa el mercurio contenido en la célula a un vaso y se pesa. Se quita uno de los discos de papel de filtro y mediante un embudo se ponen en la célula 2,8 gramos de cemento.

Se coloca encima un disco de papel de filtro y se compacta con el émbolo, presionando hasta que la cabeza del émbolo haga contacto con el borde de la célula. Después se retira lentamente el émbolo y se llena el espacio libre de la célula con mercurio, eliminando las posibles burbujas de aire; se enrasa la superficie de mercurio, se pasa el mercurio a un vaso y se pesa.

El volumen aparente del cemento se calcula con aproximación de 0,005 centímetros cúbicos por medio de la fórmula:

$$V = \frac{P_A - P_B}{\gamma}$$

V = volumen aparente del cemento en centímetros cúbicos.

P_A = peso en gramos de mercurio contenido en la célula sin cemento.

P_B = peso en gramos de mercurio contenido en la célula con cemento.

γ = peso específico del mercurio a la temperatura de ensayo en gramos/centímetros cúbicos.

Se saca la muestra de cemento patrón de su envase, se coloca en un frasco, perfectamente seco, de unos 150 centímetros cúbicos de capacidad, y se agita vigorosamente durante dos minutos.

El peso de muestra patrón utilizada en el ensayo de calibrado es el necesario para producir una capa de cemento que tenga una porosidad de 0,500 ± 0,005, y se determinará por medio de la fórmula:

$$P = \gamma c \times V (1 - n)$$

P = gramos de cemento utilizado.

γc = peso específico real del cemento patrón.

V = volumen aparente de la capa del cemento en centímetros cúbicos.

n = porosidad deseada de la capa del cemento (0,500 ± 0,005).

Conocido el volumen aparente de la capa de cemento y la cantidad de muestra que es necesario utilizar para obtener una porosidad determinada, se procede a determinar las constantes del aparato, realizando un ensayo de permeabilidad con la muestra patrón. Para ello se coloca el disco perforado en la célula y sobre él un disco de papel filtro. Se pone a continuación la cantidad de cemento patrón, que se ha calculado anteriormente, pesada con una aproximación de 0,001 gramos. Se golpea ligeramente la pared exterior de la célula, con el fin de nivelar la superficie del cemento, y a continuación se coloca otro disco de papel de filtro y se comprime el cemento con el émbolo.

Se coloca la célula de permeabilidad sobre el tubo manométrico de forma que se obtenga un cierre hermético, se abre la llave de paso del brazo lateral del manómetro y se aspira por él suavemente, con el fin de desplazar el aire que haya en este brazo hasta que el líquido manométrico alcance la marca superior del manómetro. Después se cierra la llave de paso del tubo lateral. Cuando la parte inferior del menisco del líquido manométrico en su descenso alcance la segunda marca del manómetro, se dispara el cronómetro, y se detiene cuando el menisco alcance la tercera marca. El intervalo de tiempo medido se expresa en segundos, anotándose igualmente la temperatura del ensayo.

En el calibrado se efectúan como mínimo tres determinaciones, utilizando para ello tres fracciones diferentes de la muestra de cemento patrón.

La constante del aparato se obtiene por medio de la fórmula:

$$K = \frac{A_p \gamma P (1 - n_p) \sqrt{\eta P}}{\sqrt{n_p^3} \sqrt{t_p}}$$

A_p = superficie específica en centímetros cuadrados por gramo de cemento de la muestra patrón.

t_p = intervalo de tiempo, en segundos, del ensayo de la muestra patrón.

ηP = viscosidad del aire, en poises, a la temperatura en que se realiza el ensayo de la muestra patrón (tabla I).

n_p = porosidad fijada de antemano de la capa del cemento de superficie específica conocida.

γP = peso específico real de la muestra patrón utilizada en el calibrado del aparato.

Tabla I.—Densidad del mercurio, viscosidad del aire (η) y $\sqrt{\eta}$ a temperaturas dadas.

Temperatura ambiente en °C	Densidad del mercurio — gr/cm ³	Viscosidad del aire, η, en poises	$\sqrt{\eta}$
16	13,56	0,0001788	0,01337
18	13,55	0,0001798	0,01341
20	13,55	0,0001808	0,01344
22	13,54	0,0001818	0,01348
24	13,54	0,0001828	0,01354
26	13,53	0,0001837	0,01355
28	13,53	0,0001847	0,01359
30	13,53	0,0001857	0,01362
32	13,52	0,0001867	0,01366
34	13,51	0,0001876	0,01369

El aparato se volverá a calibrar:

1.º A intervalos periódicos de tiempo, con el fin de corregir posibles desgastes que se puedan producir en el émbolo o en la célula de permeabilidad.

2.º Siempre que se produzcan pérdidas del líquido manométrico.

3.º Cuando se cambie la clase de papel de filtro que se utiliza.

2.2 3. Determinación de la superficie específica de una muestra de cemento.

Se pasa una cantidad de cemento tal, que después de compacta, quede con una porosidad comprendida entre 0,495 y 0,535. La muestra de cemento estará a la temperatura ambiente.

El ensayo se realiza de forma análoga al ensayo de calibrado. La superficie específica se calculará por medio de la fórmula:

$$A = K \frac{\sqrt{n^3} \sqrt{t}}{\gamma (1 - n) \sqrt{\eta}}$$

A = superficie específica en centímetros cuadrados por gramo de muestra.

t = intervalo de tiempo, en segundos, en el ensayo de la muestra.

η = viscosidad del aire en poises a la temperatura en que se realiza el ensayo de la muestra (tabla I).

γ = peso específico de la muestra que se ensaya (para el cemento Portland se utiliza el valor de 3,15).

n = porosidad de la capa del material que se ensaya.

2.3. Peso específico real

Para realizar este ensayo se emplearán 40 gramos de cemento, previamente desecado a 105°C ± 5° hasta constancia de peso. El volumen de la muestra se determinará con un volumenómetro, y podrá utilizarse como líquido auxiliar, cuando la temperatura sea inferior a 20°C, bencina limpia o benzol. En caso contrario, es preferible emplear la fracción que se obtiene en la destilación del petróleo a 195°C ± 15°.

Para preparar el petróleo comercial que se vaya a utilizar en la destilación, se procede del modo siguiente: Se toman ocho o diez litros de petróleo; se mezclan con un litro de ácido sulfúrico concentrado y se agita la mezcla durante quince minutos, dejando sedimentar después el ácido durante una semana. Pasado este tiempo, se decanta el petróleo, pasándolo a otro frasco, donde se verifica su neutralización, para lo cual se le añade un litro de disolución de sosa cáustica al 7 por 100; se agita la mezcla durante quince minutos y se deja reposar durante otra semana. Por último, se decanta el petróleo y puede procederse a su destilación en un aparato provisto de columna.

Resultan adecuados para la determinación de la densidad real del cemento los volumenómetros Le Chatelier y Schuman.

Para realizar la determinación se empezará por colocar el volumenómetro, con la cantidad adecuada de benzol o petróleo destilado, dentro de un baño de agua a temperatura poco diferente de la del ambiente. Alcanzado el equilibrio térmico, se anotará el volumen ocupado por la bencina y se introducirá, poco a poco, en el interior del aparato, la muestra destinada a este ensayo. Durante la operación se irá agitando la mezcla con una varilla metálica acabada en espiral con objeto de que no quede ninguna partícula de cemento por encima del nivel del líquido, y eliminar, simultáneamente, las burbujas de aire que pudieran quedar ocluidas. Por último, y una vez introducida la totalidad de la muestra en el interior del volumenómetro, se anotará el volumen total de la mezcla, teniendo cuidado de que la tempe-

ratura del baño, al realizar esta segunda lectura, no difiera de la correspondiente a la primera en un valor superior a $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

Todas las operaciones que comprende esta determinación se realizarán de tal forma que el valor obtenido para el peso específico esté afectado de un error inferior a cinco centésimas (0,05)

2.4. Principio y fin del fraguado

2.41. Pasta de consistencia normal.

Para determinar la cantidad de agua correspondiente a la pasta de consistencia normal se toman 500 gramos de conglomerante; se le extiende en forma de corona sobre una superficie plana, lisa e impermeable, y se vierte en su centro, y de una vez, toda el agua que se juzgue necesaria. La mezcla se amasa durante dos minutos y medio con las manos protegidas con guantes de goma. Se toma con una mano una porción de pasta, en forma de bola, que se introduce, por la base más ancha, en el interior de un molde troncocónico de las dimensiones que más adelante se fijan. Ya lleno el molde, y sobresaliendo la pasta por la base menor, se elimina con la mano el sobrante de la bola de pasta colocada sobre la base mayor del tronco de cono. Se hace descansar entonces el molde lleno sobre una placa metálica o de cristal perfectamente limpia. A continuación se enrasa y alisa la base superior con un cuchillo o paleta hasta que la superficie de la pasta no presente irregularidades.

Inmediatamente después se coloca el conjunto debajo de una sonda cilíndrica, de un centímetro de diámetro y cuyo peso sea de 300 gramos. La sonda, que ha de estar perfectamente limpia y seca antes de utilizarla, debe poder penetrar normalmente a las bases del tronco de cono formado por la pasta, tener superficie lisa y terminar en una sección plana y normal a su eje. El extremo de la sonda se colocará en contacto con la superficie de la pasta, y se apretará el tornillo de presión para evitar que la sonda caiga. Treinta segundos después de haber terminado el amasado se aflojará el tornillo de presión y se dejará descender libremente la sonda durante treinta (30) segundos, anotando, al final de este período, la penetración de la misma dentro de la pasta.

Se dice que la masa tiene la consistencia normal cuando la penetración es de 10 milímetros \pm uno. Si el valor obtenido resulta mayor o menor al indicado, se repite la operación con menor o mayor cantidad de agua, respectivamente, cuantas veces sean necesarias, hasta conseguir una pasta en la que la penetración de la sonda esté comprendida entre los límites fijados.

Resulta conveniente, para disminuir el número de tanteos, comenzar con una proporción de agua comprendida entre el 23 y el 32 por 100 del peso del cemento.

Las dimensiones del molde serán las siguientes:

Altura, cuatro centímetros \pm 0,1; diámetro de la base superior, ocho centímetros \pm 0,3; diámetro de la base inferior, nueve centímetros \pm 0,3.

La temperatura de la sala donde se verifique la prueba, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25°C . La humedad relativa del ambiente no será inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$.

2.42. Determinación del principio y fin del fraguado.

El principio y fin del fraguado se determina con la aguja de Vicat, aparato constituido por una varilla delgada, cilíndrica, de metal pulimentado, terminada por una sección recta y lisa, de un milímetro cuadrado de superficie (1,13 milímetros de diámetro), y cargada de modo que el peso total sea de 300 gramos. La aguja debe poder penetrar normalmente a las bases de la probeta, y se limpiará y secará perfectamente antes de ser utilizada.

El ensayo se hace con una probeta de pasta normal preparada con el molde troncocónico descrito en el número 2.41 y en la forma allí indicada.

El molde con la pasta en su interior y la placa de apoyo se sumergirá en agua dulce a $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$, tan pronto como se haya enrasado la base superior de la probeta.

A intervalos de tiempo, cuya duración depende de la clase del producto que se ensaya, se saca el molde del agua con la placa y la pasta que contiene, se coloca debajo de la aguja de Vicat y se anota lo que penetra la aguja en la pasta, cuando se la permite descender suavemente dentro de la masa. Después, se retira la aguja y se sumerge inmediatamente la probeta en agua dulce. También puede realizarse la operación, si se dispone de medios para ello, sin sacar la probeta del agua.

Podrá también sustituirse lo indicado respecto a la inmersión de la probeta en agua, por su conservación en ambiente saturado de humedad.

Se dirá que ha empezado el fraguado cuando la penetración de la aguja en la probeta alcance los 35 mm y que ha terminado cuando penetra en la masa 5 mm.

Los tiempos transcurridos hasta el principio y fin del fraguado se contarán a partir del instante en que empieza el amasado de la pasta.

La temperatura de la sala donde se verifique la prueba, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25°C . La temperatura del agua de amasado y la de conservación debe ser de $21^{\circ}\text{C} \pm 2$. La humedad relativa del aire no ha de ser inferior al 50 por 100.

2.5. Expansión en autoclave

2.51. Pasta de consistencia normal.

Se seguirá el método descrito en 2.41. Si existe disconformidad en los resultados finales de expansión en autoclave, será preceptiva la repetición de los ensayos, utilizando para la determinación de la consistencia normal el molde troncocónico de las siguientes dimensiones:

Altura: 40 ± 1 mm.
Diámetro cara superior: 60 ± 3 mm.
Diámetro cara inferior: 70 ± 3 mm.

2.52. Enmoldado.

Los moldes utilizados estarán hechos de acero o un metal inatacable por la pasta de cemento y serán rígidos y estancos. Las dimensiones interiores serán las siguientes:

Longitud: 287 ± 2 mm.
Altura: $25,4 \pm 0,5$ mm.
Anchura: $25,4 \pm 0,5$ mm.

Por el centro de las caras de $25,4 \times 25,4$ mm, y perpendicularmente a ellas, pasarán unos cilindros de acero inoxidable, de 6 ± 1 mm. de diámetro, que penetrarán en el molde por igual y lo suficiente para que la distancia entre sus extremos interiores sea de $254 \pm 2,5$ mm. Estas piezas de referencia deberán poder sujetarse a los moldes por un tornillo de presión mientras se llenan éstos (*).

Para llenar los moldes, se empezará por engrasarlos ligeramente, después de haberlos limpiado. A continuación se colocarán y sujetarán con el tornillo de presión las piezas cilíndricas de referencia, las cuales estarán limpias y exentas de aceite. Seguidamente, se llenarán los moldes con la pasta de consistencia normal hecha con el cemento que se desea probar, comprimiendo y golpeando la masa dentro de los moldes, con las manos enguantadas, asegurándose de que no quedan huecos, especialmente en las aristas y vértices, así como debajo de las piezas de referencia. Por último, se enrasará y alisará la superficie con una regla o paleta.

La temperatura de la habitación, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, estará comprendida entre 18° y 25°C . La del agua de amasado será de $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$. La humedad del ambiente no será inferior al cincuenta por ciento (50 por 100).

2.53. Conservación.

Las probetas enmoldadas se meterán seguidamente en un cuarto o armario a $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$, con una humedad relativa no inferior al noventa por ciento (90 por 100), donde permanecerán durante veinticuatro horas \pm treinta minutos.

Transcurrido este tiempo, se sacarán las probetas de los moldes y se medirá la distancia que separa los extremos interiores de las piezas cilíndricas de referencia con un aparato que aprecie centésimas de milímetro (**).

(*) Para los ensayos de rutina también podrán utilizarse moldes con las dimensiones siguientes:

Longitud	230 mm \pm 2
Altura	25 mm \pm 0,5
Anchura	25 mm \pm 0,5
Distancia interior entre piezas de referencia.	200 mm \pm 2
Diámetro de estas piezas	6 mm \pm 1

Sin embargo, el ensayo realizado con los moldes que se citan en el texto del método será el que decida en caso de duda.

(**) Es posible medir las probetas antes y después del ensayo a una temperatura distinta de $21^{\circ}\text{C} \pm 2$, con tal de que sea la misma en ambos casos. Es incluso recomendable, aunque no estrictamente necesario, mantener sumergidas las probetas durante quince minutos como mínimo antes de medirlas, tanto al desmoldarlas como después del ensayo en autoclave, en agua a una temperatura algo superior a la de la cámara de conservación (puede ser la de $26^{\circ}\text{C} \pm 0,5$).

ENSAYO DE RESISTENCIA MECANICA DE TODOS LOS CEMENTOS
EXCEPTO LOS NATURALES RAPIDOS Y
LOS ZUMAYAS.

ZONA GRANULOMETRICA ADMISIBLE PARA LA ARENA

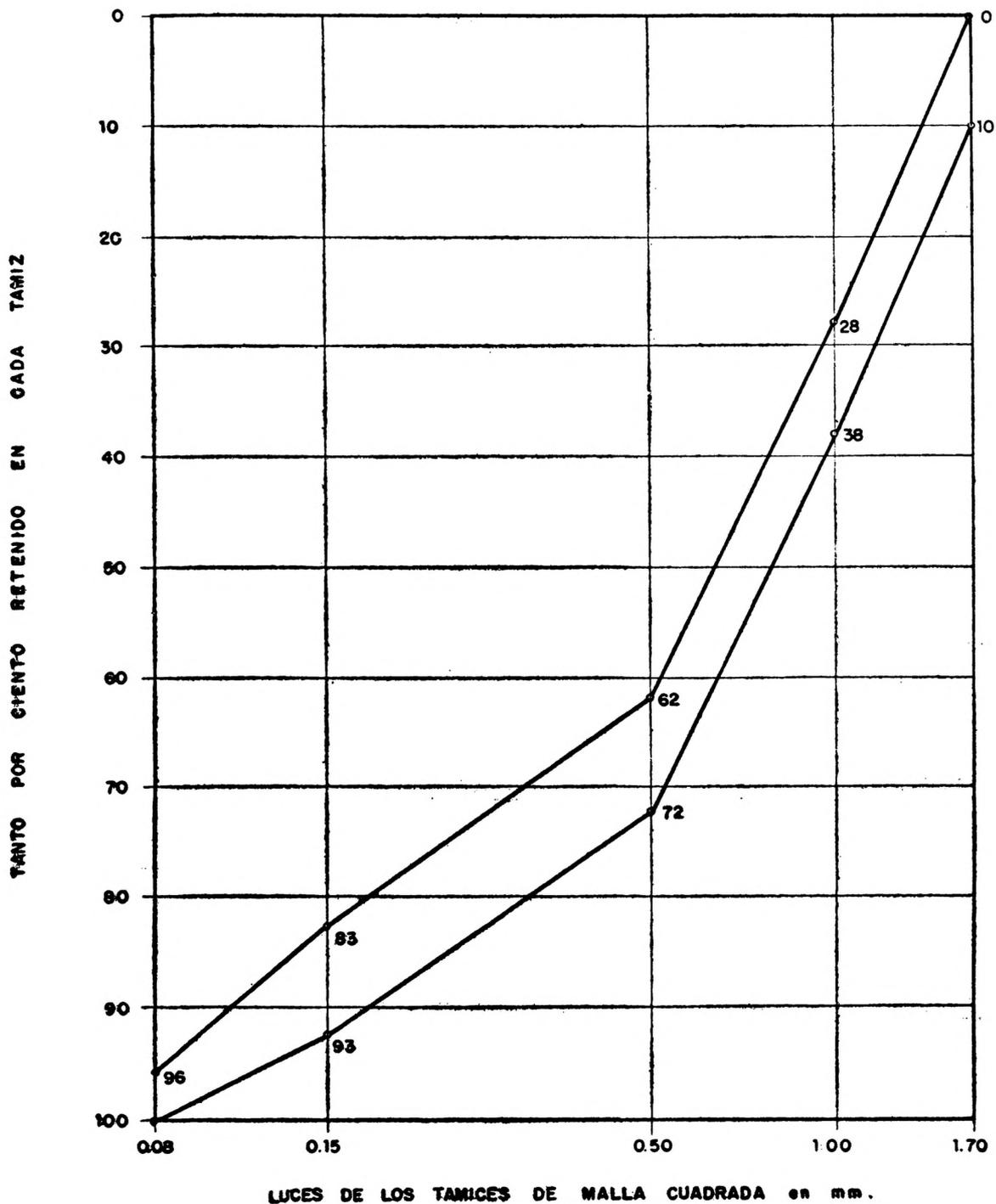


FIGURA 2

2.54. Autoclave

La calefacción del autoclave calentará la zona donde se pone el agua, y será capaz de elevar la presión hasta 21 kg/cm² en un tiempo comprendido entre una hora y hora y cuarto. Además, dispondrá de un dispositivo que permita mantener la presión en 21 kg/cm² ± 0.7. Por último, las pérdidas térmicas del aparato se podrán regular de tal forma que la presión baje desde 21 kg/cm² en una hora y media a 0.7 kg/cm².

Para realizar el ensayo, se empezará por verter el agua en el interior del aparato, introduciendo seguidamente las probetas recién sacadas de la cámara de conservación, colocadas en un bastidor que impida el contacto entre ellas y con las paredes del recipiente, y que, además, permita la libre dilatación o contracción de las mismas durante la prueba. El agua vertida en el autoclave no llegará a tocar el extremo inferior de las probetas y será suficiente para que el interior del recipiente esté saturado de vapor de agua durante la realización del ensayo.

Una vez dispuestas las probetas, se cerrará la tapa del autoclave y se dejará la llave de escape abierta, con el fin de que pueda ir saliendo el aire durante la primera parte del calentamiento. Esta llave se cerrará cuando salga ya el vapor de agua.

Cuando se hayan alcanzado los 21 kg/cm², se mantendrá esta presión durante tres (3) horas, con oscilaciones máximas de ± 0,7 kg/cm². Después se suprimirá la calefacción y se esperará a que la presión baje de 0,7 kg/cm² para abrir la llave de escape y dejar salir el vapor que queda. Seguidamente, se sacará el bastidor con las probetas y se sumergirá en agua a 95°C ± 4°, a la cual se irá añadiendo agua fría para alcanzar, en un cuarto de hora, 21°C ± 2°.

Por último, se sacarán las probetas del agua y se volverán a medir como se hizo antes del ensayo.

2.55. Resultados.

La variación de longitud (expansión o contracción) se expresará en tanto por ciento y se calculará por la fórmula siguiente

$$v = \frac{l_2 - l_1}{l_0}$$

en la que l_1 es la longitud inicial de la probeta, incluyendo los trozos exteriores de las piezas de referencia, expresada en centésimas de milímetro; l_2 , la longitud de la probeta después del ensayo, medida y expresada en la misma forma, y l_0 , la distancia entre los extremos interiores de las piezas de referencia, expresada en milímetros: es decir, doscientos cincuenta y cuatro (254) milímetros, cuando se emplee la probeta normal.

2.6. Ensayo de resistencia mecánica de los cementos

2.61. Método I, aplicable a todos los cementos incluidos en el Pliego, excepto los naturales rápidos y Zumaya.

2.611. Arena normal.

Se entiende por arena normal la arena natural con más de un 97 por 100 de sílice, procedente de Segovia, lavada, separada por tamaños y recompuesta de forma que todos los granos sean inferiores a 2 mm y que su granulometría esté comprendida entre las dos líneas que figuran en el gráfico (fig. 2). En caso de necesidad, la fracción comprendida entre 74 y 147 micras puede obtenerse por molienda de la misma arena. La humedad de ésta, en el momento que vaya a utilizarse en las pruebas que figuran a continuación, deberá ser inferior al 0,05 por 100.

AMASADORA

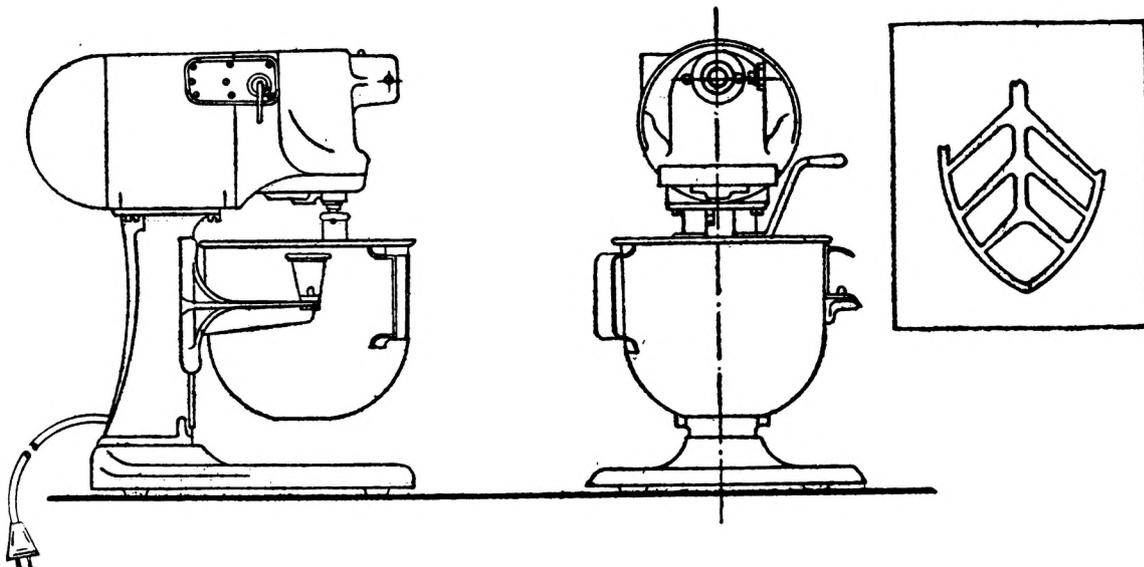
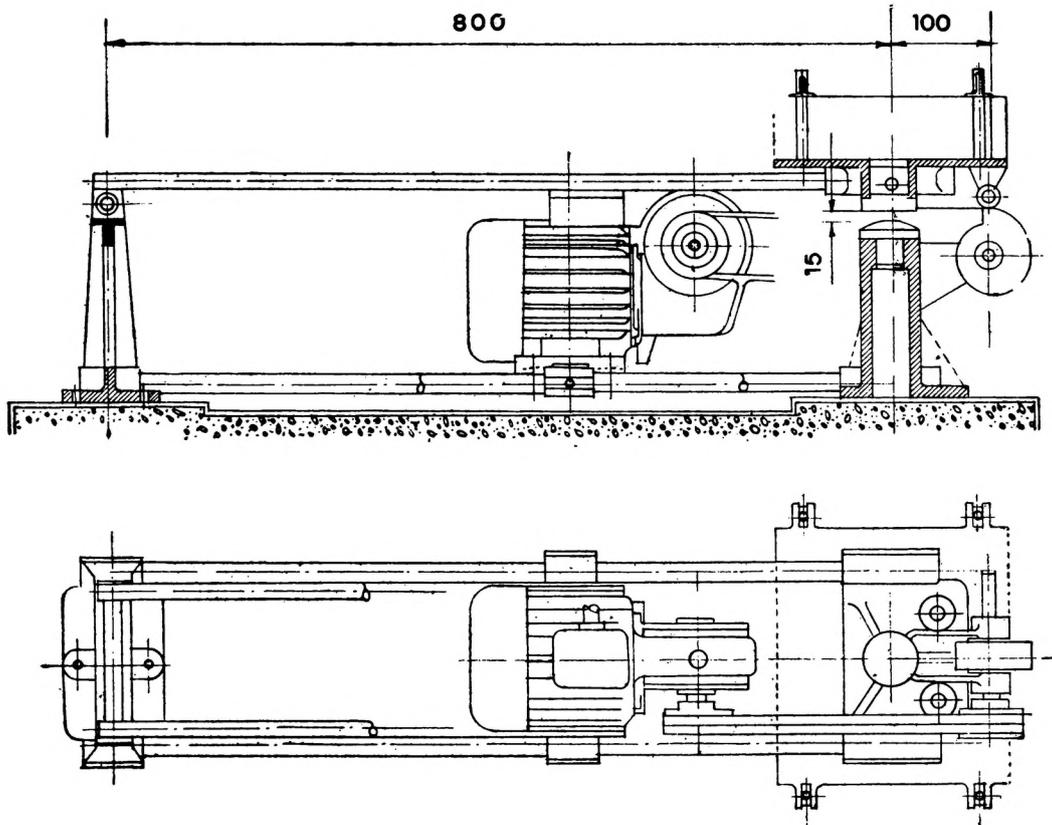


FIG. 3

COMPACTADORA



2.612. Moldes.

Los moldes deben ser de acero duro y tener tres compartimientos iguales, cuyas dimensiones interiores serán 40×40×160 milímetros. El espesor de las paredes y del fondo debe ser igual o mayor de 10 mm. Las caras interiores deben ser planas, con un error menor de 0,05 mm. Todas sus dimensiones deberán diferir en menos de ± 0,1 mm, y los ángulos serán de 90 ± 0,50. Sobre los moldes se colocará una tolva de paredes verticales, de otros 40 mm de altura. Los moldes deberán ser sustituidos cuando, por el uso, los defectos lleguen a suponer el doble de alguna de las tolerancias señaladas.

2.613. Amasadora.

El aparato consiste, esencialmente, en lo siguiente:

Un recipiente de acero inoxidable o de otro material duro e inatacable por la pasta de cemento, de 5,75 ± 0,25 litros de capacidad—con la forma que puede verse en la figura 3—y dotado de los elementos necesarios para poderlo fijar convenientemente en el aparato.

Una batidora, movida por un motor eléctrico, que hace girar la pala—que se ve en dicha figura—sobre sí misma y, además, con un movimiento planetario alrededor del eje del motor.

El aparato debe disponer de dos velocidades:

Velocidad	Vueltas por minuto de la pala sobre su eje	Vueltas por minuto del movimiento planetario
Lenta	140 ± 5	62 ± 5
Rápida	285 ± 10	125 ± 10

Entre el fondo del recipiente y el extremo inferior de la pala debe existir un espacio de 2,5 ± 0,5 mm, y otro, de 0,5 ± 0,1 entre los dos elementos, a lo largo de las paredes laterales del recipiente.

2.164. Compactadora.

El aparato se compone, esencialmente, de un tablero metálico unido por dos brazos ligeros a un eje de giro horizontal, que dista 80 centímetros del centro del tablero. En reposo, el tablero está en posición horizontal y su centro descansa por medio de una pieza de acero, cuya cara inferior es plana, sobre el centro de un yunque, cuya cara superior está redondeada.

El tablero se levanta con una leva de acero duro o cementado, que produce, cada vez que da una vuelta completa, una caída del tablero desde una altura de 15 milímetros.

Es preferible que, tanto el eje de rotación de la leva como el del tablero, vayan montados sobre cojinetes de bolas. Si no es así, el juego de estos ejes en sus cojinetes no será mayor de 0,1 milímetros.

Un motor eléctrico, de 1/3 CV. aproximadamente, con un reductor de velocidad, hace que la leva dé 60 ± 5 vueltas por minuto. Se recomienda que el aparato lleve un dispositivo automático de parada, que debe actuar cuando el tablero haya caído 60 veces.

El molde para tres probetas, con la tolva encima, se sujeta rigidamente al tablero y de forma que la mayor dimensión de los compartimientos sea perpendicular al eje de rotación de la leva. En reposo, el centro del compartimiento central del molde y el punto de choque sobre el yunque, deben estar sobre una misma vertical.

El conjunto formado por el tablero, molde, tolva y los medios de sujeción debe pesar 20 ± 1 kilogramos.

En la figura 4 aparece un dibujo que describe, a título de ejemplo, una de las disposiciones posibles.

El aparato debe ir anclado a una bancada de hormigón de un metro de longitud, 30 centímetros de anchura y 80 centímetros de altura. La placa de apoyo del bastidor del eje de rotación del tablero y la del bastidor de eje de rotación de la leva van fijadas, cada una de ellas, a la bancada por cuatro tirafondos. Se extenderá, en el momento de la sujeción del aparato a la bancada, una capa de mortero rico sobre esta última, en las zonas donde se van a apoyar las placas, con el fin de conseguir un asiento perfecto.

Para reducir el ruido, la bancada no se apoya directamente sobre el suelo, sino a través de cuatro zapatas de goma de $10 \times 10 \times 1$ cm; una en cada esquina.

2.615. Amasado del mortero.

En primer lugar, se vierten en la amasadora 250 gramos de agua y 500 gramos del cemento que se desea ensayar. Se pone en marcha el aparato a la velocidad lenta, y medio minuto después se empiezan a verter en el interior de la cuba 1.500 gramos de arena normal, operación que debe durar 30 segundos. Seguidamente, se mete la velocidad rápida y se amasa el mortero durante 30 segundos.

Entonces se para la amasadora durante un minuto y medio. Los primeros 15 segundos se utilizan para separar el mortero adherido a las paredes y empujarlo hacia el fondo. El tiempo restante debe estar el mortero en reposo y cubierto.

Por último, se pone de nuevo en marcha el aparato, a la velocidad rápida, y se vuelve a amasar el mortero durante un minuto.

La temperatura de la sala donde se realice el amasado, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25°C . La temperatura del agua de amasado debe ser de $21^\circ\text{C} \pm 2^\circ$. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100.

2.616. Enmoldado.

Cada molde debe estar, antes de utilizarlo perfectamente limpio y engrasado sin exceso. Si el ajuste de sus piezas no asegura una estanqueidad perfecta, se deben colmatar las juntas exteriores. (Por ejemplo, con una mezcla de tres partes de parafina y una de colofonia.)

Una vez fijado un molde con su tolva en la compactadora, se echan unos 300 gramos de mortero en cada uno de sus compartimientos, distribuyéndolo por igual, sin ejercer presión, y se deja caer el tablero del aparato 60 veces en otros tantos segundos. Una segunda capa se coloca y se compacta de la misma forma.

Después se quita el molde del aparato, se retira la tolva y se enrasa el mortero con el canto de una regla metálica, la cual se mantiene casi normal a la superficie y que se traslada en el sentido de la mayor dimensión del molde, mientras se le da un movimiento de vaivén.

Por último, se alisa la cara superior de las probetas con la misma regla, que se mantiene ahora inclinada, o con una paleta manejada de forma que no ejerza presión.

2.617. Conservación de las probetas.

Las probetas, una vez fabricadas, se conservarán dentro de los moldes durante un período comprendido entre 20 y 28 horas en una cámara a $21^\circ\text{C} \pm 2^\circ$ y con más de 90 por 100 de humedad relativa. Durante este período de conservación, las probetas no podrán estar expuestas a sacudidas ni vibraciones que puedan alterar la resistencia obtenida en el ensayo. Después se desmoldarán y se sumergirán en agua potable a $21^\circ\text{C} \pm 1^\circ$ hasta el momento de su rotura, evitando contacto entre ellas y apoyándolas sobre una rejilla.

2.618. Flexión.

La flexión se realiza con ayuda de tres cilindros de acero de 10 milímetros de diámetro: dos de ellos, sobre los cuales se apoyará la probeta, estarán situados en un mismo plano y a las distancias de 100 ó 106,7 milímetros, e irán provistos de la rótula necesaria para permitir una repartición uniforme de los esfuerzos; el tercero, equidistará de los dos primeros y se apoyará sobre la cara opuesta.

El esfuerzo se ejercerá sobre las caras laterales de la probeta.

Durante el ensayo, la carga central debe crecer a razón de 5 ± 1 kilogramo por segundo.

2.619. Compresión.

Cada uno de los trozos del prisma roto por flexión se ensaya después a compresión, ejerciendo el esfuerzo en una sección de 40×40 milímetros sobre las dos caras laterales de la probeta, para lo cual se utilizarán dos placas de acero de dureza Rockwell C no inferior a 60, las cuales deben ser planas con un error menor de 0,05 milímetros y tener un espesor mínimo de 10 milímetros. El conjunto se coloca entre los platos, no mayores de 10×10 centímetros, de una prensa, cuya rótula debe estar bien centrada sobre el eje de las secciones sometidas a compresión. Si la prensa no dispone de rótula, los platos de aprieto deben estar perfectamente paralelos, con una diferencia menor de 0,1 milímetro entre las alturas medidas en los cuatro vértices de la sección de rotura.

La velocidad de carga debe estar comprendida entre 10 y 20 kilogramos/cm² por segundo; pero se reducirá en caso necesario, para que la prueba no dure menos de 10 segundos.

2.6110. Resultados.

Todas las resistencias se expresan en kg./cm².

En la rotura por flexión, y cuando la separación entre apoyos es de 106,7 milímetros, la resistencia a la tracción se define como igual a $0,25 P$, siendo P la carga central, en kilogramo, que produce la rotura. Cuando la luz sea de 100 milímetros, la resistencia viene dada por el producto $0,234 P$.

Para la compresión, la resistencia es igual a $P:16$, siendo P , como antes, la carga total en kilogramos.

Para cada edad se romperán, como mínimo, tres prismas, y se considerará que la resistencia del mortero, tanto a flexión como a compresión, viene expresada por el valor medio de los resultados obtenidos.

Si hay resultados de rotura que difieren en ± 15 por 100 del valor medio, deberá ser repetido cuidadosamente el ensayo cuantas veces sea necesario para que no aparezcan probetas anómalas, o su número no represente el 5 por 100 del número de probetas de la tanda de ensayo. En este caso serán descartados los valores discrepantes en más del 15 por 100 de la media de los valores obtenidos para la tanda y se recalculará la media con el resto de los valores.

2.62. Método II, aplicable a los cementos naturales rápidos y los Zumaya.

2.621. Arena normal.

La arena natural con más de un 97 por 100 de sílice, procedente de Segovia, se levará y cribará por tamices de malla cuadrada con aberturas nominales de $0,16 \pm 0,02$ milímetros y $0,32 \pm 0,04$ milímetros que tenga una tolerancia media del 6 por 100, otra máxima relativa del 20 por 100 y una máxima absoluta del 40 por 100 (*).

En los ensayos de resistencia que se describen a continuación se utilizará la fracción que pasa por el tamiz mayor y queda retenida por el otro.

La humedad de esta fracción, en el momento de emplearla en los citados ensayos, deberá ser inferior al 0,05 por 100 del peso de la misma.

2.622. Moldes.

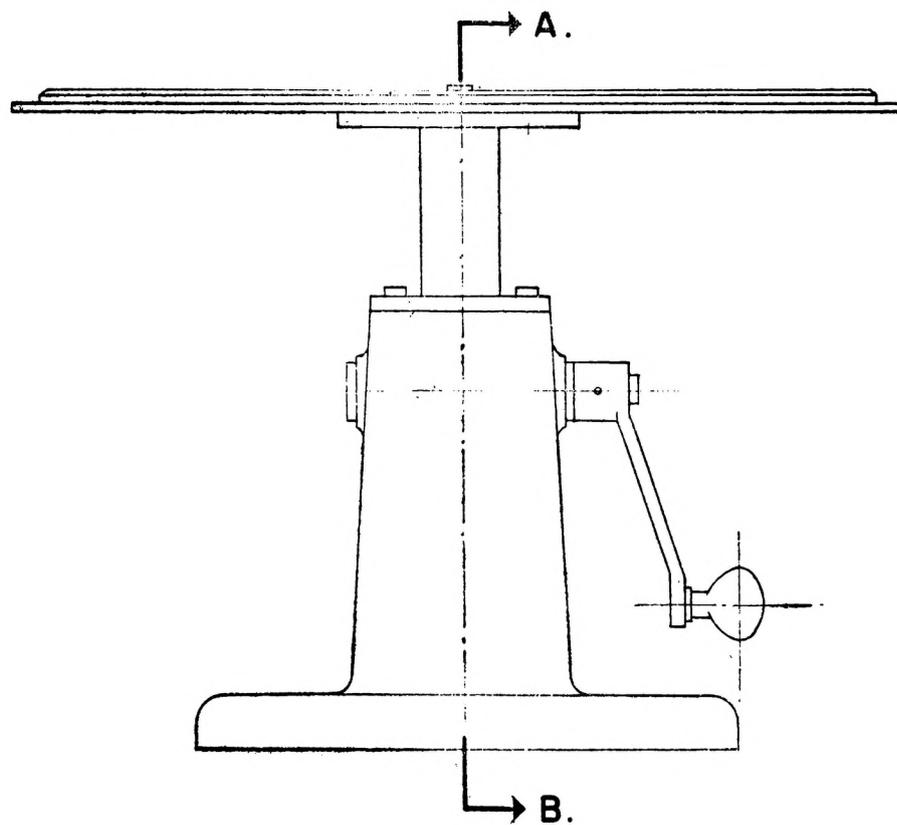
Se utilizarán los mismos moldes que en el método I.

2.623. Amasado del mortero.

Se colocan dentro de un recipiente, inacabable por el cemento, estanco no absorbente, de forma y dimensiones adecuadas y perfectamente limpio, 1.000 gramos del cemento que se desea ensayar y la cantidad de arena que sea necesaria, para que, con dicha cantidad de cemento y la de agua que se especifica después, se produzca un mortero, cuyo escurrimiento en la mesa de sacudidas indicada en el número 2.624 esté comprendido entre el 100 y el 110 por 100. Se bate seguidamente la mezcla con la paleta hasta que adquiera un color uniforme.

(*) Las definiciones de estas tolerancias están en las notas al pie de la página 5828.

MESA DE SACUDIDAS



SECCION A - B.

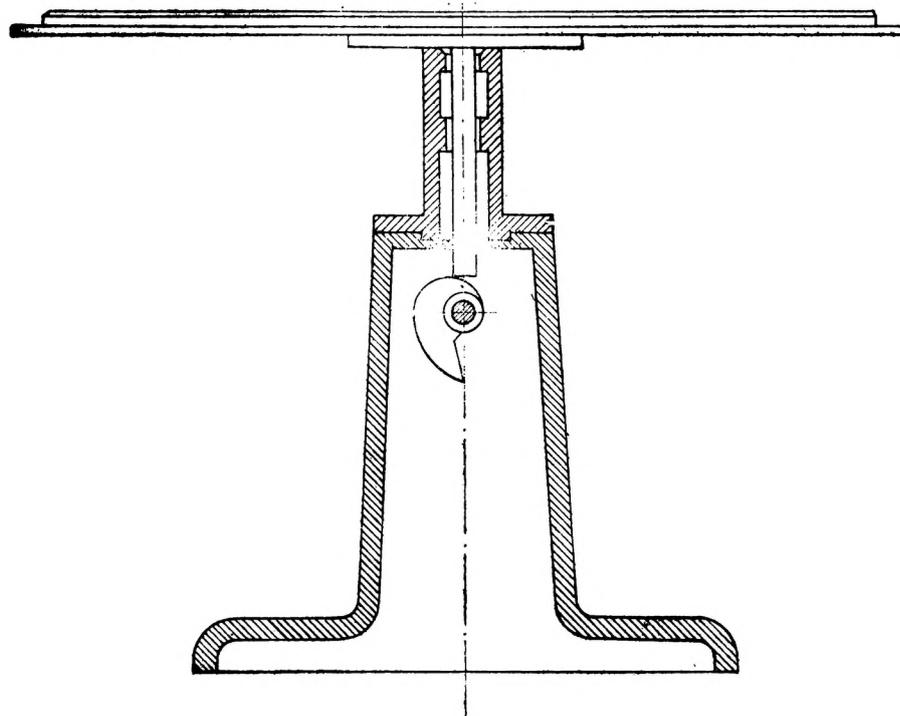


FIGURA 5

A continuación se forma una corona, se vierten en su interior, de una vez, 500 c. c. de agua, se amasa el mortero energicamente durante un minuto con las manos cubiertas con guantes de goma, y se procede, inmediatamente después, a colocarlo en los moldes en la forma que se indica en el número 2.625, relativo al enmoldado.

La temperatura de la sala donde se realice el amasado del mortero, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25°C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21°C ± 2°.

2.624. Mesa de sacudidas.

La parte móvil de la mesa pesará 3,3 ± 0,2 kilogramos y caerá desde una altura de 10 ± 0,2 milímetros.

Estará formada por un armazón colocado sobre una base rígida horizontal, que sostiene la mesa propiamente dicha; ésta pesará 3,3 ± 0,2 kilogramos y puede construirse de acero o hierro fundido, de tal forma que pueda ser levantada por medio de una leva a la altura de 10 ± 0,2 milímetros antes de dejarla caer por su propio peso (fig. 5).

Sobre la superficie superior de la mesa, y con el mismo centro de ésta, se habrá trazado una circunferencia de 100 milímetros de diámetro, la cual sirve para centrar el molde que se describe seguidamente. La mesa ira cubierta de una placa de vidrio de 7 ± 1 milímetros de espesor y 350 milímetros de diámetro, sujeta al tablero, el cual debe estar nivelado durante la realización de los ensayos. La forma del aparato puede verse en la figura 5.

El molde es un tronco de cono de 60 ± 0,5 milímetros de altura. Los diámetros de las bases superior e inferior son de 70 ± 0,05 milímetros y 100 ± 0,05 milímetros, respectivamente. Es aconsejable que esté provisto de asas y que disponga de una pequeña tolva que encaje en la parte superior del molde.

Para realizar la prueba se coloca el molde con su tolva en el centro de la mesa, apoyado por su base mayor, y se llena en dos capas, cada una de las cuales se apisona con diez golpes dados con un taco cilíndrico de madera, de 40 ± 1 milímetro de diámetro y 250 ± 10 gramos de peso. Se añade en caso necesario, algo de mortero para que rebosa, se retira la tolva—si se ha utilizado ésta—y se enrasa la superficie.

Después se eleva el molde verticalmente con precaución y se deja caer el tablero de la mesa quince veces en otros tantos segundos. Se miden dos diámetros perpendiculares de la masa extendida y se halla la media, *M*, en milímetros.

El resultado se obtiene, en tanto por ciento, por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Escurrencimiento} = M - 100.$$

2.625. Enmoldado.

Cada molde se debe encontrar, antes de llenarlo, perfectamente limpio y engrasado sin exceso.

El mortero se coloca dentro de los moldes en una sola capa, dándole, con los dedos enguantados, algunos golpes mientras se vierte en los moldes, con objeto de que entre en los vértices y aristas de los mismos. Una vez llenos, se acercan al borde de la mesa hasta que la mitad de cada molde se apoya en la misma y la otra mitad se encuentre en el aire y sujeta por su extremo por una mano del operador. Seguidamente se hace subir y bajar rápidamente este extremo del molde, de forma que el otro extremo y la parte central del molde golpeen, ligera y alternativamente, la mesa. A continuación se gira el molde y se hace lo mismo por el otro extremo. Esta operación tiene por objeto compactar el mortero y debe cesar en cuanto la lechada refluya a la superficie. Después se enrasa el mortero con una regla metálica, que se mantiene normal a la superficie del mismo mientras se traslada de un extremo al otro del molde, dándole simultáneamente un movimiento de vaivén en el sentido de la longitud de la regla. Por último, se alisa la superficie del mortero con una paleta sin ejercer presión.

La temperatura de la sala donde se realice el enmoldado del mortero, así como la de las herramientas y materiales, excepto el agua, debe estar comprendida entre 18° y 25°C. La humedad relativa del ambiente no ha de ser inferior al 50 por 100. La temperatura del agua de amasado debe ser de 21°C ± 2°.

2.626. Conservación de las probetas.

Se realizará como se indica en el método I.

2.627. Flexión.

El ensayo se realizará como se indica en el método I.

2.628. Compresión.

El ensayo se realizará como se indica en el método I.

2.629. Resultados.

Véase lo indicado en el método I.

2.7. Análisis químico.

2.71. Métodos aplicables a los cementos Portland, naturales y Zumaya.

2.711. Humedad.

Se deseca en la estufa a una temperatura entre 105 y 110°C durante media hora un frasco de pesadas de forma baja, abierto y su correspondiente tapón esmerilado; se enfria en el desecador y se pesa. Se vuelve a pesar después con 8 ó 10 gramos de cemento. La diferencia entre las dos pesadas dará la cantidad de cemento empleada. Se coloca el frasco abierto en la estufa y se mantiene entre 105 y 110°C durante ocho horas por lo menos. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar en el desecador, se tapa y se pesa. Se asegura la constancia de peso por nuevo calentamiento entre 105 y 110°C durante media hora, seguido de nueva pesada. La pérdida de peso corresponde a la humedad contenida en la muestra de cemento, a partir de la cual se calcula el tanto por ciento de humedad.

2.712. Pérdida al fuego.

Póngase un gramo de cemento en un crisol de porcelana pesado, de unos veinte (20) centímetros cúbicos de capacidad. Calientese el crisol, tapado, al rojo vivo entre 900 y 1.000°C durante quince (15) minutos en la mufla eléctrica o, en su defecto, sobre un buen mechero de gas y colocando el crisol en el agujero de un cartón de amianto, por debajo del cual venga a quedar más de la mitad del crisol. Enfríese en el desecador, pésese y calientese nuevamente durante quince (15) minutos en las mismas condiciones para asegurar la constancia del peso. La diferencia entre la última pesada y el peso del crisol con el cemento da la pérdida al fuego correspondiente a la muestra empleada.

2.713. Residuo insoluble.

Se coloca un gramo de cemento en una cápsula de porcelana de unos doce (12) centímetros de diámetro, se añaden veinticinco (25) centímetros cúbicos de agua destilada fría y cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d=1,19$) poco a poco y removiendo con la varilla de vidrio. Se calienta al baño de agua, cubriéndola con un vidrio de reloj y removiendo el contenido con la varilla frecuentemente hasta el completo ataque del cemento. Se diluye a cincuenta (50) centímetros cúbicos con agua destilada y se deja en digestión sobre el baño de agua durante quince (15) minutos. Filtrese en caliente y lávese bien el residuo con agua caliente. Los filtrados obtenidos se guardarán para la determinación del anhídrido sulfúrico (núm. 2.714). El filtro con el residuo se pasa a un vaso de precipitados de ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos, se añaden treinta (30) centímetros cúbicos de solución de carbonato sódico al cinco (5) por ciento y se mantiene a temperatura próxima a la de ebullición durante quince (15) minutos. Se filtra y se lava el residuo cuatro (4) veces con agua caliente, se vierten luego sobre el filtro unas gotas de ácido clorhídrico diluido (1:9) y, finalmente, se sigue lavando con agua caliente hasta que el agua de lavado no acuse reacción sensible a cloruros. El filtro, con el residuo que contiene, se pasa a un crisol de porcelana previamente pesado, se quema lentamente primero, se calcina después entre 900° y 1.000°C y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

2.714. Anhídrido sulfúrico.

Se diluyen a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos los filtrados ácidos procedentes de la determinación de residuo insoluble, se llevan a ebullición y se añaden gota a gota con una pipeta diez (10) centímetros cúbicos de solución hirviendo de cloruro de bario al diez (10) por ciento y se continúa la ebullición unos minutos. Déjese luego el vaso en digestión sobre el baño de agua, tapado con un vidrio de reloj entre doce y veinticuatro horas, filtrese el precipitado y lávese con agua caliente hasta la eliminación de los cloruros en las aguas del lavado. Se calcina entre 900° y 1.000°C en crisol previamente pesado y se pesa después. La diferencia de peso corresponde

al sulfato bórico, que, multiplicado por tres mil cuatrocientas treinta diez milésimas (0,3430), nos dará el peso de anhídrido sulfúrico en la muestra empleada.

2.715. Oxido férrico.

Se pesa un gramo de cemento, se coloca en un vaso de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de agua fría y poco a poco quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$), en tanto se agita con una varilla de vidrio para favorecer el ataque. Se calienta al baño de agua hasta completar dicho ataque, tapándolo con un vidrio de reloj. Se calienta a ebullición, y separado el mechero se añade gota a gota y agitando solución de cloruro estannoso hasta completa decoloración de la solución; se añade aún una gota de exceso y se enfría la solución a la temperatura ambiente. Se añaden de una sola vez diez (10) centímetros cúbicos de solución saturada y fría de cloruro mercuríco, se agita la solución con viveza y se añaden quince (15) centímetros cúbicos de la mezcla fosfórico-sulfúrica. Se agregan luego tres gotas de solución de difenilamina, y después de diluir hasta ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos con agua destilada fría, se valora con solución de dicromato potásico cinco centésimas (0,05) normal de factor conocido. Se toma como punto final de la valoración aquel en que una gota produce una coloración azul violeta intenso, que permanece invariable con posterior adición de unas gotas de la solución de dicromato.

Soluciones necesarias:

Solución de cloruro estannoso cristalizado: Se prepara disolviendo veinte (20) gramos de $Cl_2Sn \cdot H_2O$ en doscientos (200) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:3). Agréguese unos trozos de estaño granulado exento de hierro y hiérvase la solución hasta que quede clara. La solución preparada debe guardarse en una botella tapada conteniendo estaño metálico.

Solución fosfórico-sulfúrica: Viértase lentamente y agitando sobre cuatrocientos (400) centímetros cúbicos de agua destilada doscientos ochenta (280) centímetros cúbicos de ácido fosfórico ($d = 1,40$) y ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado ($d = 1,84$) y dilúyase luego con agua hasta un litro.

Solución sulfúrica de difenilamina (indicador): Se disuelve un gramo de difenilamina en cien (100) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado.

Nota.—Esta determinación podrá también acabarse por permanganometría con solución valorada en MnO_4K 0.05 N, aunque es preferible el método primero.

2.716: Anhídrido silíceo y materia insoluble.

a) Póngase cinco décimas (0,5) de gramo de cemento en una cápsula de porcelana de unos doce (12) centímetros de diámetro, añádanse diez (10) centímetros cúbicos de agua destilada fría y mientras se agita con la varilla de vidrio y se aplastan con ella los pequeños terrones que pudieran haberse formado se agregan lentamente diez (10) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$) y se deja en digestión tapado con un vidrio de reloj sobre el baño de agua hasta completar el ataque. Sepárese el vidrio de reloj y evapórese la solución a sequedad sobre el baño de agua, removiendo de vez en cuando con la varilla de vidrio. Sin prolongar el calentamiento, trátase el residuo con veinte (20) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:1). Digiérase sobre el baño de agua durante diez (10) minutos, cubriendo nuevamente la cápsula con el vidrio de reloj. Dilúyase la solución con veinte (20) centímetros cúbicos de agua destilada caliente, fíltrese en caliente y lávese el anhídrido silíceo un par de veces con ácido clorhídrico diluido (1:99) y, finalmente, con agua hirviente hasta que las aguas del lavado no se enturbien por adición de unas gotas de solución de nitrato de plata. El filtrado y las aguas del lavado se evaporan nuevamente a sequedad y se coloca la cápsula en la estufa, manteniéndola una hora entre 105 y 110°C. Se saca de la estufa, se trata el residuo con quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:1) y cubriéndolo nuevamente con el vidrio de reloj se deja en digestión diez (10) minutos. Dilúyase con quince (15) centímetros cúbicos de agua destilada caliente, fíltrese sobre otro filtro y lávese como se hizo con la porción mayor de sílice separada anteriormente.

El filtrado y aguas de lavado se guardarán para las determinaciones ulteriores. Los dos filtros con la sílice que contienen se pasan a un crisol de platino, se secan y queman los filtros a baja temperatura hasta total combustión del carbón y

finalmente se calcina entre 1.000 y 1.050°C hasta constancia de peso. Se obtiene así el peso de sílice y residuo insoluble.

Restando del peso de sílice y residuo insoluble el peso de este último, obtenido según la determinación número 2.713, se obtiene el peso de sílice soluble del cemento.

En las determinaciones en que se precise conocer exactamente la cantidad total de sílice humidézcase el residuo en el crisol de platino con unas gotas de agua, añádanse unos diez (10) centímetros cúbicos de ácido fluorhídrico y unas dos o tres gotas de ácido sulfúrico concentrado y evapórese a sequedad en una vitrina con buen tiro. Calcínese el residuo cinco (5) minutos a temperatura entre 1.000 y 1.050°C, enfríese y pésese. La diferencia entre las dos últimas pesadas da el peso de anhídrido silíceo total. El residuo se considerará formado por óxidos de hierro y aluminio.

b) Método rápido.—Mézclense cuidadosamente con ayuda de la varilla de vidrio cinco décimas (0,5) de gramo de la muestra y cinco décimas (0,5) de gramo de cloruro amónico en un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos, cúbrase el vaso con un vidrio de reloj y añádanse poco a poco cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$), dejándolo resbalar por el pico del vaso. Acabado el ataque se separa el vidrio de reloj, se añaden una o dos gotas de ácido nítrico concentrado ($d = 1,41$), se remueve la mezcla con la varilla de vidrio, se tapa nuevamente el vaso y se deja sobre el baño de agua durante treinta (30) minutos. Durante este tiempo se desmenuzan los terrones que puedan haber quedado y se remueve la mezcla al objeto de facilitar el ataque completo del cemento. Pásese el contenido del vaso sobre un filtro sin diluirlo y déjese escurrir la solución lo más completamente posible.

Con ayuda del extremo de la varilla, protegido con un trozo de goma, límpiase el vaso y lávese vaso y varilla. Lávese el filtro con dos o tres pequeñas porciones de ácido clorhídrico diluido caliente (1:99) y después con diez o doce de agua caliente, dejando escurrir siempre una porción antes de añadir la siguiente. Guárdese el filtrado para la determinación conjunta de los óxidos de hierro y aluminio (núm. 2.717).

Pásese el papel de filtro y el residuo a un crisol de platino o de porcelana de buena calidad previamente pesado, calcínese gradualmente hasta llegar a los 1.000 ó 1.050°C y manténgase a esta temperatura durante una hora. Asegúrese la constancia de peso y réstese del tanto por ciento obtenido el tanto por ciento de residuo insoluble hallado según 2.713 y considérese la diferencia como SiO_2 .

Nota.—En caso de disputa o controversia deberán tenerse en cuenta los resultados obtenidos siguiendo el método indicado en el apartado a).

2.717. Oxidos de aluminio y hierro.

Al filtrado procedente de la determinación de la sílice, llevado a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se le añaden cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$), unas gotas de rojo de metilo y se calienta a ebullición. Se añade amoníaco concentrado ($d = 0,91$) gota a gota hasta que el color de la solución pasa a amarillo marcado. Se calienta nuevamente a ebullición, se mantiene ésta un par de minutos y se deja reposar sobre el baño de agua hasta que el precipitado formado se sedimente. Se filtra y lava el precipitado cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos (2) por ciento. Se guarda el filtrado y se pasa el filtro con el precipitado al vaso donde se hizo la precipitación. Se disuelve aquél en quince (15) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico diluido (1:3) y caliente, se desmenuza el filtro con la varilla de vidrio, se diluye a cien (100) centímetros cúbicos con agua destilada caliente y se precipitan los hidróxidos como la primera vez. Fíltrese y lávese el precipitado sobre el filtro cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos (2) por ciento. El filtrado obtenido se mezcla con el anterior, guardándolos para la determinación de la cal. El precipitado se pasa a un crisol previamente pesado, se quema primero a baja temperatura hasta completa combustión del filtro y se calcina después entre 1.000 y 1.050°C hasta constancia de peso y en crisol abierto. El aumento de peso da la suma de óxidos de aluminio y de hierro. Para obtener el contenido de alumina en el cemento se resta del tanto por ciento total de óxidos de aluminio y hierro, calculados a partir de este peso, el tanto por ciento de óxido férrico determinado según 2.715.

2.718. Oxido cálcico.

Los filtrados procedentes de la determinación de los óxidos de hierro y aluminio se llevan a ebullición después de haberles

añadido unas gotas de amoníaco concentrado. Se añaden entonces veinticinco (25) centímetros cúbicos de solución hirviente de oxalato amónico al cinco (5) por ciento y se continúa la ebullición unos minutos. Se deja en reposo sobre baño de agua quince (15) o veinte (20) minutos, se filtra en caliente y se lava el precipitado sobre el filtro diez (10) veces con agua caliente sin exceder ésta de setenta y cinco (75) centímetros cúbicos. El filtrado se reserva para la determinación de óxido magnésico (según 2.719). Se separa el filtro del embudo y se adhiere desplegado, a la pared interior del vaso donde se hizo la precipitación, de forma que pueda arrastrarse fácilmente el precipitado con el chorro del frasco lavador, que contiene agua caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso se completa el volumen con agua hirviente hasta doscientos (200) centímetros cúbicos, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta iniciarse la ebullición. Se valorará añadiendo solución de permanganato potásico 0,18 N hasta color rosado persistente, y una vez alcanzado éste se deja caer el filtro en la solución y se sigue añadiendo permanganato potásico 0,18 N hasta obtener nuevamente color rosado persistente durante más de diez segundos. Con la normalidad citada corresponde muy aproximadamente un (1) centímetro cúbico de la misma por cada uno (1) por ciento de óxido cálcico. De todas formas, si no corresponde a la indicada normalidad la solución de permanganato potásico empleada, conocido el equivalente en cal de un centímetro cúbico de la solución de permanganato empleado, se calcula el tanto por ciento de cal en el cemento.

2.719. Oxido magnésico.

Después de acidificar con unas gotas de ácido clorhídrico concentrado el filtrado procedente de la determinación del óxido cálcico se concentra a doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos y se enfría a la temperatura ambiente, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de solución de fosfato diamónico al diez (10) por ciento y a continuación en pequeñas porciones treinta (30) centímetros cúbicos de amoníaco concentrado. La solución se agita energicamente con la varilla de vidrio durante la adición del amoníaco y se continúa después agitando durante diez (10) minutos. Déjese la solución en reposo hasta el día siguiente, fíltrese y lávese el residuo unas diez veces con amoníaco diluido (1:20), pásense filtro y precipitado a un crisol previamente pesado, caliéntese gradualmente hasta carbonización y combustión del filtro, calcínese luego entre 1.000 y 1.050°C y pésese el crisol, una vez frío, con el pirofosfato magnésico formado. Multiplicando el peso del pirofosfato magnésico por tres mil seiscientos veintiuna diezmilésimas (0,3621) se obtiene el peso del óxido magnésico contenido en la muestra de cemento analizada.

Nota.—En los cementos Portland cuyo contenido en magnesia sea superior al límite establecido para estos cementos, convendrá ensayar el contenido en manganeso, según 2.722, caso de ser éste notable y proceder a la separación cuantitativa del manganeso, según 2.723, para evitar su posible precipitación conjunta con el magnesio.

2.7110. Azufre total.

En general no será necesario determinar el azufre total en el cemento Portland, ya que dada la pequeña cantidad de sulfuros que ordinariamente contiene podrá calcularse a partir del anhídrido sulfúrico existente.

Si al atacar al cemento con ácido clorhídrico se produce desprendimiento del sulfuro de hidrógeno, lo que se conoce por el olor o por ennegrecer el papel de acetato de plomo, puede procederse a la determinación de azufre al estado de sulfuro, de acuerdo con lo indicado en 2.721, o realizar la determinación de azufre total por el método que sigue:

Se trata un gramo de cemento en un vaso de vidrio de forma alta, de ciento cincuenta (150) centímetros cúbicos, con una mezcla de cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua y veinte (20) centímetros cúbicos de agua de bromo saturada, se agita con la varilla de vidrio unos minutos y se deja en reposo durante la noche tapado con un vidrio de reloj. Se añaden diez (10) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado ($d = 1,19$) y se calienta a ebullición hasta completo ataque del cemento y expulsión del exceso de bromo, lo cual puede reconocerse mediante el papel de yoduro potásico y almidón. Se filtra y se lava con agua caliente.

El filtrado, cuyo volumen debe ser de unos doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se lleva a ebullición, se aña-

den con una pipeta gota a gota y agitando veinte (20) centímetros cúbicos de solución hirviente del cloruro de bario al diez por ciento (10 por 100) y se continúa la ebullición unos minutos. Se deja en digestión sobre el baño de agua tapado con el vidrio de reloj durante tres horas, se filtra el precipitado y se lava con agua caliente hasta eliminación de los cloruros.

Se pasa el filtro con el precipitado a un crisol previamente pesado, se calcina entre 900 y 1.000°C y se pesa. El peso del sulfato bórico concentrado multiplicado por mil trescientas setenta y cuatro diezmilésimas (0,1374) da el peso de azufre total en la muestra analizada, expresado en azufre. Restando del azufre total el azufre correspondiente a los sulfatos, se tendrá el azufre que existe en el cemento al estado de sulfuro.

2.7111. Oxidos sódico y potásico: Método químico.

Se pone en un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos un gramo de cemento y se ataca en análogas condiciones a las indicadas en 2.716

En el líquido filtrado llevado a ebullición, y previa la adición de cinco (5) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado y de unas gotas de rojo de metilo, se eliminan conjuntamente los sulfatos y los óxidos de aluminio, hierro y cal, para lo cual se añadirán gota a gota con una pipeta diez (10) centímetros cúbicos de solución hirviente de cloruro bórico al diez por ciento (10 por 100), amoníaco concentrado gota a gota hasta que el color de la disolución pase a amarillo marcado y la cantidad necesaria de solución al diez por ciento (10 por 100) de carbonato amónico para que la adición posterior de unas gotas del reactivo no produzcan enturbiamiento alguno. Déjese reposar el precipitado sobre el baño de agua y fíltrese. El precipitado se lava unas cuatro veces con solución caliente de nitrato amónico al dos por ciento (2 por 100) y se desecha.

El filtrado y aguas de lavado, transvasadas a una cápsula de porcelana, se concentran hasta llevarlos a la sequedad y se continuará su calefacción hasta que no se observen desprendimiento alguno de humos blancos.

Disuélvase el residuo en la menor cantidad posible de agua caliente. Lávese perfectamente las paredes de la cápsula utilizando una varilla de vidrio provista de goma en su extremo, fíltrese la solución, recójase el filtrado en un matraz aforado de cien (100) centímetros cúbicos y enrásese.

a) Oxido sódico.

Se toman en un vaso pequeño diez (10) centímetros cúbicos de la solución aforada y se evaporan a sequedad, realizando la primera parte de la operación sobre un mechero y terminando sobre un baño de agua o estufa para evitar pérdidas por salpicadura. Déjese enfriar el vaso a la temperatura ambiente y disuélvase el residuo en un centímetro cúbico de agua.

Añádanse gota a gota y mientras se agita constantemente quince (15) centímetros cúbicos recién filtrados de acetato de uranilo y cinc, continúese agitando durante unos minutos y después déjese reposar la solución de tres cuartos de hora a una hora a la temperatura ambiente, pasada la cual se filtrará con ayuda de vacío a través de una placa filtrante previamente pesada que ha sido lavada y secada en análogas condiciones a como se lava y seca el precipitado. Con pequeñas cantidades de reactivo se lavarán las paredes del vaso donde se hizo la precipitación, utilizando a tal fin una varilla provista de goma.

Pasado todo el precipitado al crisol filtrante, se lava aquél seis veces con pequeñas porciones de la solución alcohólica de lavado, cuidando de dirigir el chorro del lavador sobre las paredes del crisol, y tres veces con cinco (5) centímetros cúbicos de éter anhidro. Se continuará la aspiración hasta que el olor a éter haya desaparecido; séquese el exterior del crisol filtrante con un paño y guárdese en el desecador durante una hora (o quince minutos en vacío), pasada la cual se pesará. Realícese, simultáneamente un ensayo en blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivo, y corrija el valor obtenido en el ensayo. Multiplicando el peso en gramos del precipitado corregido por 20,15 se obtiene el tanto por ciento de óxido sódico contenido en el cemento analizado.

Soluciones necesarias.

Solución de acetato de uranilo y cinc en solución saturada de acetato de sodio, cinc y uranilo: Agítese durante una hora una mezcla de veinte (20) gramos de acetato de uranilo $[\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]$, $2\text{H}_2\text{O}$; sesenta (60) gramos de acetato de cinc $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]$, $2\text{H}_2\text{O}$; cinco (5) centímetros cúbicos de ácido acético y ciento setenta y cinco (175) centímetros cúbicos de agua caliente. Nor-

malmente aparecerá turbia la solución por la precipitación de pequeñas cantidades de la sal triple de sodio, cinc y uranilo formada con la aportación del sodio en las impurezas de los productos utilizados. Si, por el contrario, la solución queda clara, añádase una pequeña cantidad de cloruro sódico (ClNa) y agítese de nuevo. Es imprescindible que la solución esté saturada con respecto a la sal triple de acetato de sodio, cinc y uranilo, a la temperatura ambiente a que se utiliza, filtrándose la solución en el momento de emplearla.

Solución alcohólica del lavado: Añádase una pequeña cantidad de acetato triple de sodio, cinc y uranilo, a una solución de alcohol de 95° que contiene un uno por ciento (1 por 100) de ácido acético, y agítese la solución durante una hora. La solución se filtrará en el momento de utilizarla, a fin de asegurarse que esté saturada respecto a la sal triple a la temperatura ambiente.

b) Oxido potásico.

En un vaso de cincuenta (50) centímetros cúbicos se ponen diez (10) centímetros cúbicos de la solución aforada, y, previa la adición de unas gotas de rojo de metilo, se neutraliza con ácido clorhídrico N/10, que se añadirá gota a gota, hasta que el líquido tome color amarillo naranja, sin llegar al rojo. En caso de pasarse, se añadirá una gota de solución de hidróxido sódico N/10.

Se enfría en el vaso con agua corriente, y en esas condiciones se añadirán, gota a gota, y sin dejar de agitar, uno y medio (1,5) centímetros cúbicos del reactivo dipicrilaminato magnésico. Se continuará agitando durante unos segundos, y rápidamente se filtrará a través de una placa filtrante, previamente pesada y empleando la trompa de vacío. Se arrastrará todo el precipitado, utilizando el chorro del frasco lavador, que contendrá agua muy fría, y se lavará cuidadosamente el vaso donde se hizo la precipitación, de cuatro a seis veces, con solución al medio por mil (0,5 por 1.000) de dipicrilaminato potásico, también muy fría. Por último, se lavará el precipitado una sola vez sobre el filtro con una pequeña cantidad de agua fría. Se dejará escurrir bien, y se secará durante una hora en la estufa a 100°C. Se enfría y se pesa.

Multiplicando el peso obtenido por 98,7 nos da el tanto por ciento de óxido potásico contenido en el cemento analizado.

Soluciones necesarias.

Solución de dipicrilaminato magnésico: En un vaso de cien (100) centímetros cúbicos se pesan once (11) gramos de reactivo hexanitrodifenilamina, y se le añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua destilada. Se agita con una varilla de vidrio y se le añaden dos (2) gramos de carbonato magnésico. Se deja de tres a cuatro horas sobre baño de agua, agitando de vez en cuando. Pasado ese tiempo, se filtra el líquido, que tendrá un color rojo oscuro, y se lava el residuo sobre el filtro, dos veces con agua destilada, recogiendo conjuntamente filtrado y aguas de lavado.

2.7112. Oxidos sódico y potásico: Método fotométrico.

Se podrá utilizar a tal fin, un fotómetro de llama, de los distintos modelos que normalmente existen en el comercio.

a) Soluciones necesarias.

Solución reserva de cloruro cálcico.

En un vaso de 1.500 centímetros cúbicos se pesan 112,5 gramos de carbonato cálcico, en su calidad reactivo para análisis y de bajo contenido en álcalis, y se añaden 300 centímetros cúbicos de agua destilada y 500 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado. Se deja enfriar la solución a la temperatura ambiente y se filtra, recogiendo los filtrados en un matraz aforado de un litro, diluyendo con agua destilada hasta el enrase y mezclando bien.

b) Solución reserva de cloruros sódico y potásico.

Se disuelve en agua 1,8858 gramos de cloruro sódico y 1,5830 gramos de cloruro potásico, ambos de calidad reactivo para análisis y previamente desecados entre 105 y 110°C durante varias horas. La solución así preparada se diluye en un matraz aforado de un litro.

c) Soluciones patrones.

Se preparan las soluciones patrones que se indican en la tabla adjunta:

Solución número	Concentración en álcalis (expresado como N_{20} o K_2O p. p. m.)	Solución reserva de Cl, Ca cm^3	Solución reserva de N, Cl - KCl cm^3	Volumen final de solución patrón cm^3
1	100	200	200	2.000
2	75	100	75	1.000
3	50	100	50	1.000
4	25	100	25	1.000
5	10	100	10	1.000
6	0	100	0	1.000
7	100	0	100	1.000

El volumen indicado que ha de tomarse de la solución reserva de cloruro sódico-cloruro potásico, se medirá con bureta y el volumen indicado para la solución de cloruro cálcico se puede medir con probeta.

Cada solución se preparará en un matraz aforado, diluyendo con agua destilada hasta el volumen indicado y mezclando perfectamente. Estas soluciones se conservarán en recipientes de polietileno o plástico similar adecuado.

d) Calibrado del aparato.

Encendido el aparato, siguiendo las instrucciones pertinentes a cada caso, se hace pasar a través del atomizador, la solución patrón designada con el número 1, y se mueven los mandos de ajuste de forma tal que la aguja indicadora del galvanómetro coincida con la división 100 del mismo. A continuación, y después de haber pasado agua destilada por el atomizador, se pasa la solución marcada con el número 6, ajustando los mandos de forma tal que la aguja del galvanómetro, coincida con el cero del galvanómetro. Repítase estas dos operaciones hasta que al pasar a través del atomizador del aparato una u otra solución, no se necesite rectificar la posición 100 y 0 de la aguja del galvanómetro.

Se pasa a continuación a través del atomizador la solución patrón número 2, anotando la lectura que se obtenga en el galvanómetro de medida. Compruébese, a continuación la lectura 0 y 100, con las soluciones 6 y 1, respectivamente. De coincidir ambas, ello sirve para confirmar la lectura obtenida para la solución número 2. Si la lectura obtenida para el 0 y 100, difieren como máximo en una división de la escala, podrá darse por buena la lectura correspondiente a la solución patrón número 2. En caso contrario, la lectura obtenida para la solución número 2, no se tomará en consideración y será necesario volver a hacer el ajuste del aparato para las lecturas 0 y 100, como se ha indicado anteriormente. Solamente cuando las lecturas del 0 y 100, son correctas antes y después de probar una solución patrón intermedia, se pueden tomar en consideración los valores obtenidos para la misma.

De forma análoga a lo indicado, se determinan los valores correspondientes a las soluciones patrones 3, 4 y 5, comprobando en todos los casos los valores 0 y 100. Sobre un papel milimetrado se dibuja la curva patrón de forma tal que una división de la ordenada represente una unidad de la escala de lectura del aparato y cada división de la abscisa represente una concentración del óxido alcalino de un p. p. m. (0,01 por 100). Puesto que al hacer la determinación de óxido sódico o potásico de un cemento, se toma una muestra de un gramo del mismo, muestra que después de atacada se lleva a un volumen de 100 centímetros cúbicos, el 1 por 100 de N_{20} en el cemento es equivalente a una parte de N_{20} en 10.000 partes de solución, o lo que es lo mismo 100 partes por millón (p. p. m.). Por ello la solución patrón número 1 (100 p. p. m.), que contiene 0,01 por 100 de N_{20} como N_2Cl , es equivalente a un cemento que contiene 1,0 por 100 de N_{20} . De un modo análogo la solución patrón núm. 5 (10 p. p. m.) equivale a un cemento que contuviera 0,1 por 100 de N_{20} .

e) Ataque de la muestra de cemento.

Se pesa 1.000 gramos de cemento en un vaso de 150 centímetros cúbicos de capacidad y se añade de 20 a 25 centímetros cúbicos de agua destilada con el fin de dispersar lo mejor posible la muestra. Se añade de una vez cinco centímetros cúbicos de ácido clorhídrico, se agita la mezcla y se diluye a 50 centímetros cúbicos con agua. En el caso de que se observen grumos de cemento sin dispersar se deshacen con una varilla de vidrio. Se pone el vaso en digestión sobre un baño de vapor durante quince minutos, pasados los cuales se filtra y se recoge el filtrado en un matraz aforado de 100 centímetros cúbicos de capacidad. Lávese el vaso donde se hizo el ataque de la muestra, y el papel

de filtro con agua destilada. Déjese enfriar la solución y enrásese con agua hasta el nivel del matraz aforado. Mézclase bien la solución.

f) Determinación del contenido en óxido sódico.

Ajustado el aparato en idéntica forma a como se ha indicado en el apartado d), pásese la solución procedente del ataque del cemento por el atomizador y léase la lectura del indicador. Ensáyese a continuación la solución patrón cuyo contenido en álcalis sea más próximo al dado por la solución del cemento y compruébese que la lectura para la solución patrón es la correcta, debiendo coincidir con la obtenida durante el calibrado del aparato o diferir como máximo en una división. En el caso de que esto no sucediera será necesario volver a calibrar el aparato y después ensayar el cemento.

g) Determinación del contenido en óxido potásico.

Determinese el contenido de óxido potásico en la solución de ataque del cemento, de una forma análoga a como se ha indicado para el óxido sódico.

2.7113. Cal libre.

En los cementos artificiales de tipo Portland se practicará la determinación de cal libre con arreglo al siguiente método:

Se pesa en un matraz de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, perfectamente seco, un gramo de cemento, que previamente ha sido pulverizado muy finamente, utilizando para ello mortero de ágata. Se ponen en el matraz dos o tres perlas de vidrio, para facilitar la posterior ebullición. Se añaden sesenta (60) centímetros cúbicos de la mezcla glicerina-alcohol, agitando convenientemente para evitar la aglomeración del cemento. Se conecta al matraz un refrigerante de reflujo, provisto en el extremo opuesto de un tubo con cloruro cálcico, y se hierve la mezcla. La ebullición debe ser franca, pero no violenta, para evitar se produzcan proyecciones o una evaporación excesiva. Para ello pueda utilizarse un baño de aire.

Se mantiene la ebullición durante diez (10) minutos, pasados los cuales se separa el refrigerante y se valora rápidamente con la solución valorada de acetato amónico. Se coloca de nuevo el refrigerante y se vuelve a llevar la solución a ebullición, repitiendo las valoraciones a intervalos de diez (10) minutos al principio, y aumentando este período a treinta (30) minutos y a una (1) hora al final del ensayo. Es conveniente dar por terminadas las valoraciones parciales cuando todavía queda un cierto tinte rosado en la solución. La valoración se da por terminada cuando el color no reaparece, en la solución, después de una hora de continua ebullición.

Multiplicando el valor del equivalente en óxido cálcico de la solución tipo de acetato amónico empleado por el número de centímetros cúbicos totales del mismo gastados en la valoración, se obtendrá la cantidad de cal libre de la muestra analizada.

Soluciones necesarias.

Mezcla de glicerina-alcohol: Se preparará una mezcla de una parte en volumen de glicerina bidestilada, cuya densidad a 25°C no será inferior a mil doscientas cuarenta y nueve milésimas (1,249), y cinco (5) partes en volumen de alcohol etílico absoluto. Si para la preparación del alcohol etílico absoluto se parte de alcohol de 95°, se hervirá, previamente, a reflujo durante ocho horas con cal viva, y posteriormente se destilará.

Por cada mil (1.000) centímetros cúbicos de la mezcla indicada se le añadirán dos (2) centímetros cúbicos de solución en alcohol absoluto, de fenoltaleína al un por ciento (1 por 100).

En el caso de que el disolvente preparado de esta forma sea incoloro, se le añadirán unas gotas de solución diluida de hidróxido sódico en alcohol absoluto hasta que aparezca un débil color rosa.

Si, por el contrario, la solución preparada presenta color rosáceo, se le añadirán unas gotas de solución valorada de acetato amónico hasta que desaparezca el color, y, entonces, unas gotas de la solución diluida de hidróxido sódico en alcohol absoluto, hasta que de nuevo tome la solución un ligero tinte rosáceo.

Solución valorada de acetato amónico: Disolver dieciséis (16) gramos de acetato amónico, desecado previamente, durante dos semanas en un desecador con cloruro cálcico, en mil (1.000) centímetros cúbicos de alcohol absoluto. Se fija la equivalencia en cal de la solución, de la siguiente forma:

En un matraz seco, de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, se pesa de cinco centésimas (0,05) a seis centésimas (0,06) de gramo de cal viva recién preparada, por calcinación entre 960 y 1.000°C hasta peso constante, de carbonato u oxalato cálcico reactivo; se ponen en el matraz dos o tres perlas de vidrio, y se añaden sesenta (60) centímetros cúbicos de disolvente glicerina-alcohol. Colocado sobre el matraz un refrigerante de reflujo, provisto en el extremo opuesto de un tubo con cloruro cálcico, se

calienta con cuidado y se mantiene la solución en franca ebullición durante diez (10) minutos, pasados los cuales se quita el refrigerante y se valora con la solución de acetato amónico hasta la desaparición del tinte rosa. Esta operación se repetirá tantas veces como sea necesario hasta que la solución no tome color después de una hora de continua ebullición.

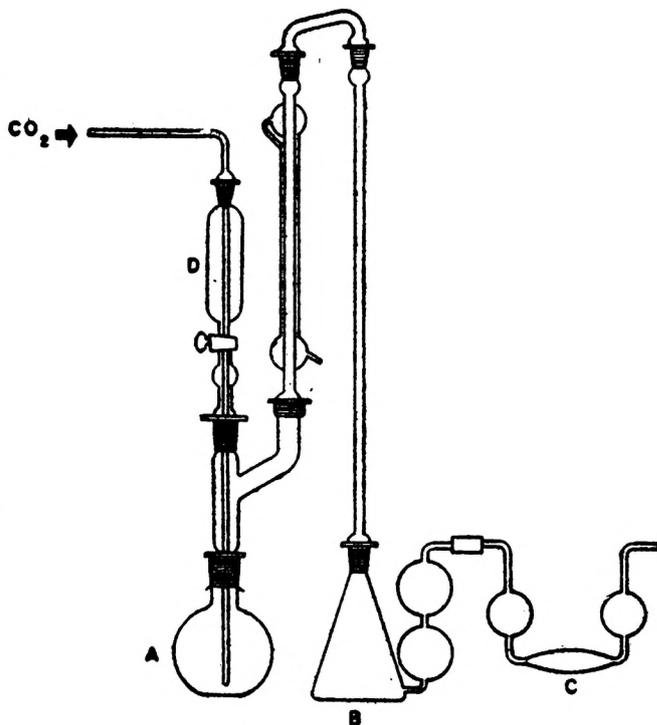


FIGURA 6

El equivalente en cal de la solución de acetato amónico, expresado en gramos por centímetro cúbico, se calculará dividiendo el peso de cal utilizada por el número de centímetros cúbicos de disolución gastada en la valoración.

2.72. Métodos aplicables a los cementos siderúrgicos.

Para el análisis químico de los cementos Portland siderúrgicos se seguirán, con la excepción de la pérdida al fuego, los métodos consignados en el 2.71, sin más variante que separar el manganeso en el filtrado obtenido al determinar los sesquióxidos de hierro y aluminio (2.717) y antes de precipitar la cal (2.718). Para esta separación se seguirá el método que se indica en 2.723. Además, se determinará el contenido de azufre de los sulfuros y el de manganeso, de acuerdo con los métodos 2.721 y 2.722. El ensayo de pérdida al fuego se sustituirá por la determinación de agua y dióxido de carbono (2.724).

2.721. Azufre al estado de sulfuro.

Se empleará en esta determinación un (1) gramo de cemento siderúrgico Portland, dos (2) gramos de cemento siderúrgico Clinker, o cinco (5) gramos de los cementos con pequeños contenidos de sulfuros.

Para la determinación de azufre se podrá utilizar el aparato Schulte-Franke, que se indica en el esquema de la figura 6, u otro análogo, y que consta de las siguientes partes:

Matraz A, en el que se coloca la muestra que se va a ensayar.

Colectores B y C, en los que se pondrán cincuenta (50) centímetros cúbicos de solución de acetato de cadmio, destinados a fijar el sulfuro de hidrógeno que se desprende por el ataque de la muestra.

Embudo D, en el que se pondrán cincuenta (50) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1 : 1) y que, por su parte superior, podrá conectarse a un generador de anhídrido carbónico.

La muestra de cemento, pesada al centímetro, se mezcla en el matraz de reacción A, con cinco décimas (0,5) de gramo de cloruro estannoso cristalizado y cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua destilada. Con el fin de evitar que se aglomere el cemento, se agitará la mezcla suavemente. Dispuesto el apa-

rato en la forma indicada en la figura, se dejará caer el ácido contenido en el embudo, D, al matraz de reacción A, y después se hace burbujear por el líquido una corriente de anhídrido carbónico, que se mantendrá durante todo el ensayo con el fin de desalojar el sulfuro de hidrógeno que se produzca en el ataque. Tan pronto como se observe que cesa la intensidad de la reacción, se calentará el matraz, lentamente al principio, hasta llegar a la ebullición, y en estas condiciones se mantendrá durante media hora. Pasado este tiempo, se desconectarán los colectores del resto del aparato. Se vierte en el primero el contenido del segundo. Se añaden veinticinco (25) centímetros cúbicos de solución de yodo 0,062 N, veinticinco (25) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1 : 1), y se valora el exceso de yodo, con solución de tiosulfato sódico 0,1 N, en presencia de almidón, que se añadirá, como de ordinario, hacia el final de la valoración. Del volumen de solución de yodo gastado, se calcula el contenido de azufre al estado de sulfuro: un centímetro cúbico de la solución de yodo equivale a una milésima (0,001) de gramo de azufre.

Soluciones necesarias.

Solución de acetato de cadmio: Se disuelven veinticinco (25) gramos de acetato de cadmio en mil (1.000) centímetros cúbicos de agua.

Solución de yodo 0,062 N: Se disuelven siete gramos con novecientos veintiocho milésimas (7,928) de yodo resublimado y veinticinco (25) gramos de yoduro potásico en mil (1.000) centímetros cúbicos de agua. Se determina el factor de la solución valorándola frente a la de tiosulfato 0,1 N utilizada en la valoración.

Solución de tiosulfato sódico 0,1 N: En un matraz aforado de un litro se disuelven veinticinco (25) gramos de $S_2O_3Na_2 \cdot 5H_2O$ y se lleva a volumen. Se determina el factor de la solución de modo habitual, frente a una solución de dicromato potásico.

Solución de almidón: La suspensión fría obtenida con uno con cinco (1,5) gramos de almidón soluble y veinticinco (25) centímetros cúbicos de agua se vierte sobre doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos de agua hirviendo y se mantiene en ebullición durante cinco minutos. Se deja enfriar la solución, se añaden uno con cinco (1,5) gramos de cloruro de cinc, disueltos en doce (12) centímetros cúbicos de agua, y se mezcla bien. Se deja en reposo durante veinticuatro horas, se decanta el líquido que sobrenada. Se añaden siete décimas (0,7) de gramo de yoduro potásico y se agita hasta disolver esta sal.

2.722. Óxido de manganeso.

Se pone en un matraz Erlenmeyer de trescientos (300) centímetros cúbicos, un gramo de cemento seco. Se añaden diez (10) centímetros cúbicos de agua y se agita para evitar que se aglomere el cemento. Se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de ácido nítrico diluido ($d = 1,20$) y se calienta hasta el ataque completo de la muestra. Sin necesidad de filtrar la pequeña cantidad de materia insoluble existente, se enfría la solución, se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de solución de nitrato de plata 0,01 N y un (1) gramo de persulfato amónico sólido, y se calienta lentamente hasta $60^\circ C$. Se mantiene aproximadamente esta temperatura durante diez (10) minutos, con lo cual el manganeso se transforma gradualmente en ácido permangánico. Deben evitarse temperaturas mucho mayores a la indicada para prevenir la posible descomposición del ácido permangánico formado.

Se enfría la solución a la temperatura ambiente, se añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de solución de cloruro de sodio 0,01 N para precipitar la plata, y se valora el líquido turbio con arsenito sódico hasta decoloración de la solución. Conocido el equivalente de la solución de arsenito sódico en MnO , se calcula el tanto por ciento de óxido de manganeso que contiene la muestra analizada.

En los cementos con cantidad grande de manganeso conviene pasar el líquido de ataque del cemento a un matraz aforado de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos, y tomar sólo veinticinco (25) o cincuenta (50) centímetros cúbicos para la determinación.

Soluciones necesarias.

Solución de nitrato de plata 0,01 N: Se disuelven uno con siete (1,7) gramos de nitrato de plata en un litro de agua. **Solución de $ClNa$ 0,01 N:** Se disuelven siete décimas (0,7) de gramo de cloruro sódico en un litro de agua.

Solución de arsenito sódico: Se disuelven en agua caliente doscientas cincuenta y nueve milésimas (0,259) de gramo de As_2O_3 , y se añade un gramo de carbonato sódico; la solución clara se diluye hasta un litro y se determina su factor frente a un acero tipo cuyo contenido en manganeso es conocido, o con una solución valorada de MnO , K, siguiendo el método descrito.

2.723. Separación del manganeso.

Se acidifican con unas gotas de ácido clorhídrico los filtrados procedentes de la separación de los hidróxidos de hierro y aluminio, y se concentran hasta un volumen de cien (100) centímetros cúbicos. A la solución hirviendo se añaden cuarenta (40) centímetros cúbicos de agua de bromo saturada y se adiciona inmediatamente amoníaco hasta que la solución sea marcadamente alcalina (como agente de oxidación, y en sustitución del agua de bromo, puede usarse también una corriente de gas cloro). Se hierve el líquido durante cinco (5) minutos por lo menos, asegurándose de que se mantenga alcalino durante todo el tiempo de ebullición. Se deja sedimentar el precipitado formado; se filtra y se lava con agua caliente. El precipitado no se utiliza para la determinación cuantitativa del manganeso. El filtrado se acidula con ácido clorhídrico y se hierve para expulsar el bromo. Se alcaliniza la solución con amoníaco, y se siguen, para la determinación de cal y magnesia, los métodos señalados para el cemento, Portland (2.718 y 2.719).

2.724. Agua y dióxido de carbono.

En las condiciones usuales del ensayo de pérdida al fuego (2.712), los cementos siderúrgicos pueden experimentar aumentos de peso debidos a la oxidación del azufre que contenga al estado de sulfuro o del hierro divalente existente en la muestra. Por este motivo, se determinará, en este caso, el agua y el dióxido de carbono en muestras distintas, siguiendo las siguientes técnicas:

2.7241. Agua.

Para esta determinación se utilizará un tubo especial llamado de Penfield (fig. 7), de las siguientes características:

Longitud total, 20 centímetros; diámetro, 0,8 centímetros. El extremo cerrado está constituido por una bola de dos centímetros de diámetro, y a unos cinco centímetros de ésta existe otro ensanchamiento en el tubo, también en forma de bola, del mismo diámetro.

Se seguirá el siguiente procedimiento:

Se lava el tubo, primero con alcohol y después con éter, y con la boca hacia abajo se deja secar en la estufa entre $105-110^\circ C$. Una vez frío se pesa.

Mediante un embudo capilar se introduce en la bola terminal una cantidad de cemento del orden de cinco décimas (0,5) de gramo, teniendo especial cuidado al sacar el embudo de no tocar las paredes del tubo. Se vuelve a pesar el tubo, y por diferencia con la pesada anterior se conocerá exactamente la cantidad de muestra empleada.

Se coloca el tubo sobre un tripode, en forma tal que el orificio de salida esté ligeramente inclinado hacia abajo, y, con el fin de reducir toda posible pérdida de agua, se introduce en la boca del tubo otro de vidrio estirado. Con un trozo de papel de filtro, que se mantendrá húmedo durante todo el ensayo, se envuelve la bola central, en la que no está colocado el cemento, y se calienta durante treinta (30) minutos, moderadamente al principio y fuertemente al final, la bola que contiene el cemento. Pasado este tiempo, se calienta el tubo por la parte que une las dos bolas, y se separa, estirando convenientemente la bola que contiene la muestra, de la otra, en la que se habrá conden-

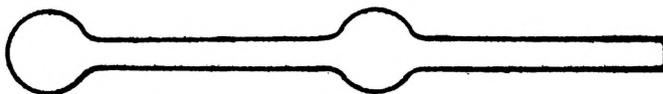


FIGURA 7

sado el agua que aquella contenga. Se deja enfriar esta parte del tubo y se pesa. Se limpia, en condiciones análogas a las iniciales, utilizando primeramente alcohol y después éter, y se seca en la estufa entre 105 y $110^\circ C$ durante una hora. Déjese enfriar y pésese. La diferencia entre esta pesada y la anterior da el contenido en agua de la muestra.

2.7242. Dióxido de carbono.

a) Aparato empleado.

En esta determinación se utilizará un aparato que se ajuste, en lo esencial, al esquema de la figura 8. Será muy conveniente el uso de uniones esmeriladas intercambiables siempre que sea posible. Dicho aparato constará de los elementos siguientes:

Matraz Erlenmeyer.—Un matraz Erlenmeyer A, de 500 centímetros cúbicos.

Refrigerante.—Un refrigerante recto, unido por su parte inferior al matraz Erlenmeyer, y cuya boca superior se cierra con un tapón atravesado por un tubo corto, para la salida de gases,

que apenas sobresale de la base inferior del tapón, y por un tubo largo, que pasa por el interior del refrigerante y llega hasta siete milímetros, aproximadamente, del fondo del Erlenmeyer, A. La parte superior de este tubo presenta una llave de tres vías, G, que permite la comunicación con el aire a través

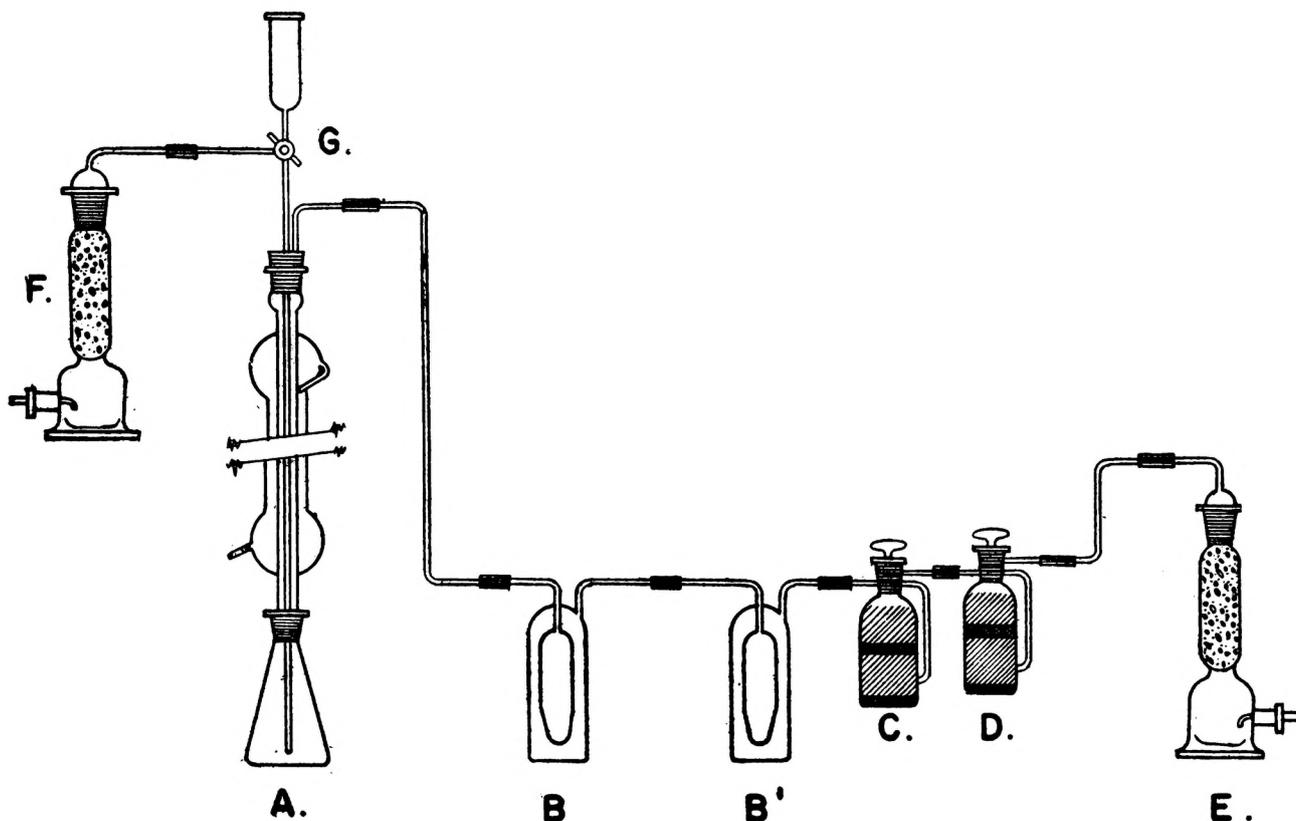


FIGURA 8.

de una torre de desecación, F, y la entrada del ácido al matraz de ataque, A.

Torre de desecación.—Una torre, F, con cal sodada, destinada a fijar el anhídrido carbónico del aire aspirado.

Frascos lavadores.—Dos frascos lavadores, B y B', de 100 milímetros, para desecar los gases, por burbujeo, a través de ácido sulfúrico concentrado.

Frascos de absorción.—Dos frascos de absorción, C y D, para la fijación cuantitativa del anhídrido carbónico de la muestra. Estos frascos se prepararán de la forma siguiente: en el fondo se colocará una pequeña capa de lana de vidrio, se llenarán sus dos terceras partes con amianto sodado puro o con cal sodada porosa, que tiene por objeto retener el anhídrido carbónico desprendido; después se pone otra capa fina de lana de vidrio y, por último, cloruro cálcico anhidro para retener el agua que se forme. En general, todo el anhídrido carbónico quedará fijado en el primer frasco. El peso total de cada frasco así preparado es de unos cien (100) gramos.

Torre de desecación.—Una torre de desecación, E, con cloruro cálcico anhidro, para evitar el paso de la humedad exterior a los frascos de absorción.

Bomba de vacío o trompa de agua.

b) Reactivos necesarios.

Para la realización de los ensayos que se prescriben, se necesitarán los reactivos siguientes:

Cal sodada o amianto sodado.

Acido sulfúrico SO_3H_2 ($d = 1.84$).

Cloruro cálcico anhidro, Cl_2Ca , puro para análisis.

Disolución de sulfato cúprico al 10 por 100.
Disolución de ácido clorhídrico 1: 1.

c) Procedimiento operatorio.

Se pesan en el matraz Erlenmeyer, A, cinco (5) gramos de cemento, y se le añaden cincuenta (50) centímetros cúbicos de agua fría, que, previamente ha sido hervida y conservada fuera del contacto del aire. Para fijar el sulfuro de hidrógeno que pudiera desprenderse por el ataque de los sulfuros que pueda contener el cemento, se ponen en el matraz Erlenmeyer dos (2) centímetros cúbicos de solución al diez por ciento (10 por 100) de sulfato de cobre.

Dispuesto el aparato tal y como se indica en la figura 8, y colocando la llave de tres vías, G, en forma tal que permita pasar el aire a través del aparato, se fuerza, aspirando con una trompa de agua, durante cinco (5) minutos, el paso de una corriente de aire con el fin de expulsar el CO_2 existente. Pasado este tiempo, se separan del aparato los frascos de absorción del dióxido de carbono y se pesan. Los empalmes del aparato se cerrarán con trozos de varilla de vidrio. Colocados de nuevo en el circuito, y utilizando convenientemente la llave de tres vías, se introducen en el matraz Erlenmeyer treinta (30) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico (1: 1) y se vuelve a colocar de nuevo la llave de tres vías en una posición tal, que pueda volver a pasar a través del aparato una corriente de aire que sirve para arrastrar totalmente el dióxido de carbono que se desprende en el ataque.

Cuando disminuye la reacción en el interior del matraz, se calienta a ebullición suave durante dos (2) minutos, en corriente más lenta de aire. Se retira el mechero y se aviva el paso de

aire durante veinte (20) minutos. Pasado este tiempo, se retiran del circuito los frascos de absorción del anhídrido carbónico y se pesan.

El aumento de peso corresponde directamente al peso del anhídrido carbónico que contenía la muestra analizada.

2.73. Métodos aplicables a los cementos puzolánicos.

Se seguirán los mismos métodos señalados en el 2.71, a excepción de las determinaciones de humedad y residuo insoluble, que se harán según se indican en 2.731 y 2.732.

Además, se determinará el valor puzolánico del cemento, de acuerdo con el método indicado en 2.733.

2.731. Humedad.

Se determinará la humedad que contiene la muestra a $98^{\circ}\text{C} \pm 1$.

2.732. Residuo insoluble.

Se pesan dos (2) gramos de cemento en un matraz Erlenmeyer, se añaden cien (100) centímetros cúbicos de ácido clorhídrico de punto de ebullición constante ($d = 1,104$), esto es, del veinte con veinticuatro por ciento (20,24 por 100); se cierra el matraz con un tapón provisto de refrigerante de agua y se hierve durante una hora. Se diluye con cien (100) centímetros cúbicos de agua caliente y se filtra. Se lava con agua caliente y se pasan filtro y residuo a un vaso de precipitados de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos. Se añaden doscientos (200) centímetros cúbicos de hidróxido sódico al dos por ciento (2 por 100), se desmenuza el papel de filtro con la varilla de vidrio, se calienta y se mantiene a ebullición suave durante un (1) minuto. Se filtra inmediatamente, se lava el residuo cuatro (4) veces con agua caliente, se vierten luego sobre el filtro unas gotas de ácido clorhídrico diluido (1:9) y, finalmente, se sigue lavando con agua caliente hasta que el agua de lavado no acuse la presencia de cloruros. El filtro con el residuo que contenga se pasa a un crisol de porcelana o platino previamente pesado, se calienta suavemente, se calcina después entre 900 y $1,000^{\circ}\text{C}$ y se pesa. La diferencia de peso corresponde al residuo insoluble.

2.733. Determinación de valor puzolánico.

En un matraz Erlenmeyer de vidrio resistente a los álcalis de trescientos (300) centímetros cúbicos de capacidad se añaden con una pipeta cien (100) centímetros cúbicos de agua destilada y se coloca durante una hora en un termostato regulado a 40°C , con el fin de uniformar la temperatura del sistema.

Se añaden al matraz, por medio de un embudo, $20 \pm 0,01$ g del cemento en examen. Se tapa con un tapón de goma o de corcho parafinado que ajuste perfectamente, y se agita energicamente durante veinte (20) segundos para evitar la aglomeración de grumos en el fondo del matraz. Se tendrá especialmente cuidado de que todas las operaciones que se realicen fuera del termostato no duren más de dos (2) o tres (3) minutos.

Se deja el matraz en el termostato durante siete (7) días, asegurándose de que esté colocado sobre un plano horizontal para que la capa de cemento que sedimente sea uniforme.

Pasado este tiempo se filtra el líquido lo más rápidamente posible, utilizando a tal fin un crisol de placa filtrante. Se recoge el filtrado en un matraz provisto de tapón esmerilado, y se deja enfriar la solución hasta la temperatura ambiente. Por medio de una pipeta de precisión se toman cincuenta (50) centímetros cúbicos del extracto acuoso, se llevan a un vaso, y se determina la alcalinidad total valorando con ácido clorhídrico $0,1$ N y utilizando como indicador anaranjado de metilo. Conocido el factor del ácido empleado, se expresa el resultado de la alcalinidad total, en milimoles por litro, de acuerdo con la siguiente fórmula:

Alcalinidad total nM/l:

$$I = \frac{A \times N \times 1.000}{V}$$

en la que

A = c. c. de ClH gastados en la valoración.
N = normalidad del ClH empleado.
V = c. c. de solución acuosa analizada.

Una vez alcanzado el punto final de la valoración, se alcaliniza el líquido con unas gotas de amoníaco concentrado. Se lleva a ebullición, y se precipita la cal con solución de oxalato amónico al cinco por ciento (5 por 100). Se deja el vaso sobre el baño de María durante quince (15) minutos, se filtra el precipi-

tado y se lava el papel de filtro con el residuo utilizando agua fría. Se separa el filtro del embudo y se adhiere desplegado a la pared interior del vaso donde se hizo la precipitación, de forma que pueda arrastrarse fácilmente el precipitado con el chorro del frasco lavador que contiene agua caliente. Sin separar el filtro de la pared del vaso, se completa el volumen con agua hirviendo hasta unos doscientos (200) centímetros cúbicos, se agregan diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido (1:1) y se calienta hasta que se inicie la ebullición. Se valora añadiendo solución de permanganato potásico $0,05$ N hasta color rosado persistente, y, una vez alcanzado éste, se deja caer el filtro en la solución y se sigue añadiendo permanganato potásico $0,05$ N hasta obtener nuevamente el color rosado persistente durante diez (10) segundos.

Conocido el equivalente en cal de un centímetro cúbico de la solución de permanganato potásico empleado, se expresa la concentración de cal, en milimoles por litro, de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{CaO (nM/l)} = \frac{V \times E \times 20}{0,056}$$

en la cual:

V = c. c. de solución de permanganato gastado en la valoración.

E = equivalente en CaO de un centímetro cúbico de la solución MNO_3K empleada.

Al valor de esta expresión se le llama por convención «índice puzolánico» del cemento a la edad a que se ha realizado la determinación del óxido cálcico.

Nota.—Con objeto de que el cemento no se pegue al fondo del matraz, conviene recubrir el fondo y las paredes interiores del mismo con parafina de buena calidad (que funda a 60°C), tomando la precaución de que, en el momento de solidificarse aquélla, el matraz esté colocado sobre una superficie horizontal.

2.74. Métodos aplicables a los cementos de adición.

2.741. Cemento siderúrgico clinker.

El análisis químico del cemento siderúrgico clinker se realizará siguiendo los métodos consignados en 2.71, con la excepción de la pérdida al fuego, y sin más variante que separar el manganeso en el filtrado obtenido al determinar los sesquióxidos de hierro y aluminio (2.717) y antes de precipitar la cal (2.718). Para esta separación se seguirá el método que se indica en 2.723. Además, se determinará el contenido de azufre de los sulfuros y el de manganeso, de acuerdo con los métodos 2.721 y 2.722. El ensayo de pérdida al fuego se sustituirá por la determinación de agua y dióxido de carbono (2.724).

2.742. Cemento de adición.

El análisis químico del cemento de adición, se realizará siguiendo los mismos métodos señalados en 2.71, a excepción de la pérdida al fuego que se sustituye por la determinación de dióxido de carbono (CO_2) que se hará según se indica en 2.743.

2.743. Dióxido de carbono

a) Aparato empleado.

En esta determinación se podrá utilizar un calcimetro gravimétrico que se ajuste, en lo esencial, al esquema de la figura adjunta.

El aparato es de vidrio y consta de un pequeño matraz, E, con sus accesorios. El aparato va provisto de dos tubos angulares con sendas llaves de paso, A₁ y A₂, y ajustes esmerilados intercambiables que se adaptan a las embocaduras situadas en la parte superior de los cuerpos B₁ y B₂. Estos van soldados al bulbo del matraz, E. El B₁, a través de la llave de paso, C, se prolonga hacia el interior del matraz por medio de un tubo estrecho y curvado, D, que queda muy próximo al fondo.

El cuerpo B₂ contiene en su interior una campana de vidrio, G, comunicada con el matraz, E, por el tubo H y prolongada hacia abajo por el tubo I abierto en su extremo J.

Por último, el bulbo del matraz va provisto de una boca, F, con cierre de tapón esmerilado.

Con el aparato se conectan por los tubos con llave A₁ y A₂, sendos tubos de absorción para la retención de la humedad del aire de arrastre y de la atmósfera exterior, respectivamente.

b) Reactivos necesarios.

Cloruro cálcico anhidro para los tubos de absorción.
 Acido sulfúrico concentrado ($d = 1,84$).
 Acido clorhídrico (disolución 1:4).

c) Procedimiento operatorio.

El matraz, con sus accesorios, se lava, enjuaga y seca interiormente mediante una corriente de aire caliente y seco, y, finalmente, se deseca en una estufa entre 105 y 110°C durante el tiempo preciso y se deja enfriar en un desecador. Una vez frío y con la llave C cerrada, se pone en el interior del cuerpo B, ácido clorhídrico de concentración (1:4) y en el cuerpo B, ácido sulfúrico concentrado en cantidad que, aproximadamente, ocupe de un tercio a un medio de la altura total de dicho cuerpo. Se colocan los tubos con llaves A₁ y A₂, se cierran las llaves y se deja el conjunto en la caja de la balanza durante media hora.

Al cabo de este tiempo se abren durante un instante las llaves A₁ y A₂, se vuelven a cerrar y se pesa el matraz, utilizando otro igual como tara si la balanza es de dos platos. Se pesa aparte y de manera aproximada una cantidad de cemento previamente desecado entre 105 y 110°C hasta peso constante, muy

procedente del matraz corresponde a la cantidad de muestra utilizada en el ensayo.

Una vez asegurados todos los ajustes, se abren las llaves A₁ y A₂ y a continuación la C, haciendo que pase el ácido clorhídrico de D, al matraz.

Se produce entonces el ataque de la muestra de cemento y comienza el desprendimiento de CO₂. El gas que sale por el tubo I (la llave C se encuentra ya cerrada) se ve obligado a salir por el orificio J borbotando a través del ácido sulfúrico de B, y saliendo finalmente por A₂. La campana G sirve para evitar que el ácido sulfúrico de B, pueda pasar al matraz E, por succión al enfriarse éste; al mismo tiempo retiene en su parte externa las eventuales partículas líquidas arrastradas por el CO₂, desprendido. La humedad de éste es retenida por el ácido sulfúrico, de forma que por A₁, sólo escapa el dióxido de carbono.

Una vez producido el desprendimiento del CO₂, en frío, se calienta suavemente el matraz sobre una placa calefactora hasta completar el ataque de la muestra, ayudando con ello a la eliminación del gas.

Se retira el matraz del baño y se deja enfriar. Una vez frío se conectan con uniones de caucho flexibles y estancas a las llaves A₁ y A₂, los tubos de absorción con cloruro cálcico. Mediante vacío, o con una pera de goma se hace pasar aire seco por A₁, a través del matraz, previa apertura de las llaves A₁, C y A₂, con lo cual se expulsan los posibles restos de CO₂.

Se guarda el matraz en un desecador, se deja después en la caja de la balanza durante media hora y se vuelve a pesar como al principio. La diferencia de esta pesada con la anterior es el peso del dióxido de carbono desprendido, contenido en el peso de la muestra de cemento utilizada.

El doble de este peso es muy aproximadamente igual al peso de la suma de carbonato cálcico y de carbonato magnésico contenido en la muestra de cemento.

El peso de carbonatos en conjunto así determinado y expresado en tanto por ciento, debe sumarse al tanto por ciento hallado para el residuo insoluble, para tener el tanto por ciento total de materias inertes contenidas en el cemento.

2.75. Métodos aplicables al cemento aluminoso.

En los cementos aluminosos se efectuarán las determinaciones de humedad, pérdida al fuego, residuo insoluble, anhídrido sulfúrico y magnesia en la forma indicada en 2.711, 2.712, 2.713, 2.714 y 2.719, respectivamente, y las determinaciones de azufre de los sulfuros y de agua y dióxido de carbono, tal como se prescribe en 2.721 (con pequeño contenido de sulfuros) y 2.724, relativo a los cementos siderúrgicos.

Para las determinaciones de dióxido de silicio, suma de óxidos de hierro, aluminio y titanio, cal, óxido férrico, óxido ferroso y dióxido de titanio, se seguirán las indicaciones que figuran a continuación, en los párrafos señalados con los números 2.751, 2.752, 2.753, 2.754, 2.755 y 2.756.

Por otra parte, la determinación de residuo insoluble (que podría hacerse como en 2.713) ha de estimarse como dato adicional, y, por tanto, no puede considerarse el valor hallado como un sumando más en la composición centesimal total del cemento, por cuanto, debido al método seguido para el análisis del mismo, los componentes de dicho residuo insoluble pasan a constituir parte integrante de los diferentes óxidos determinados.

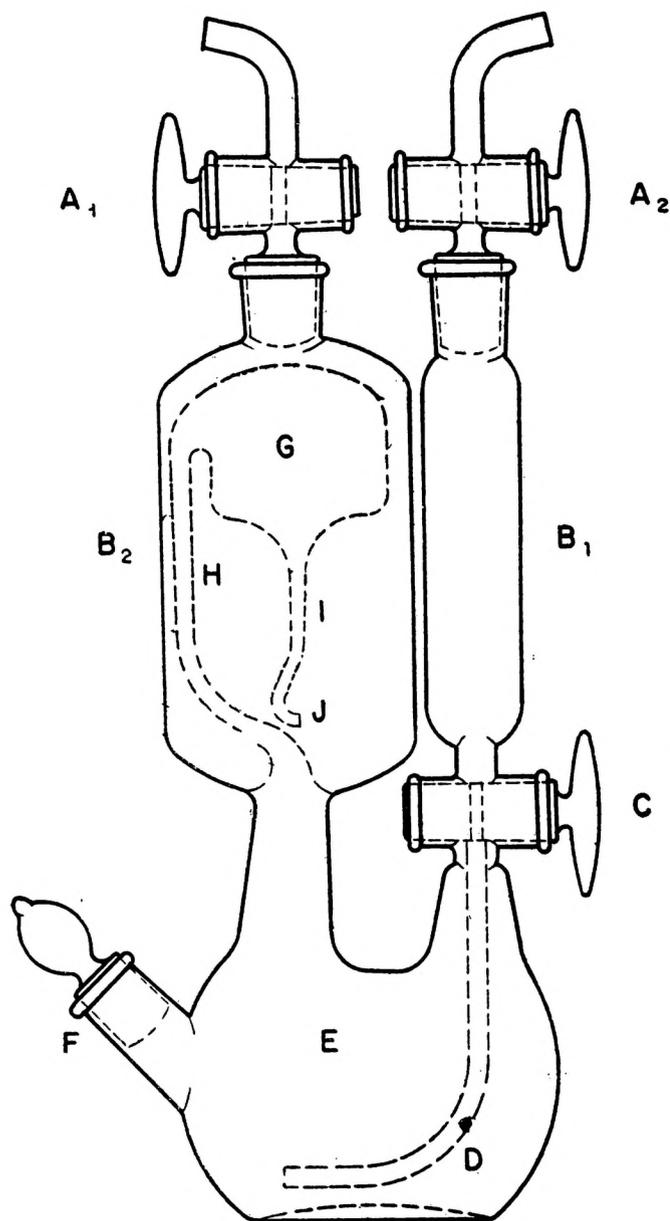
2.751. Anhídrido silícico.

Se podrá seguir uno u otro de los métodos señalados en 2.716 para las determinaciones de dióxido de silicio y materia insoluble en el cemento Portland. Se seguirán dichos métodos hasta calcinación a peso constante, en crisol de platino previamente pesado, sin más variante que pesar un (1) gramo de cemento en vez de cinco décimas (0,5) de gramo.

En cualquier caso, en los cementos aluminosos se acabará la determinación del dióxido de silicio existente de la siguiente forma: en el mismo crisol de platino en donde se calcinó, se humedece el residuo obtenido con unas gotas de agua, se añade un (1) centímetro cúbico de ácido fluorhídrico y unas dos o tres gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se evapora a sequedad en una vitrina con buen tiro. Se repite el tratamiento con cinco décimas (0,5) de centímetro cúbico de fluorhídrico y una gota de ácido sulfúrico. Después de evaporar a sequedad, se calcina gradualmente el residuo unos cinco (5) minutos a temperatura de 1.000 a 1.050°C. Se deja enfriar y se pesa.

La pérdida de peso que ha experimentado el residuo después del tratamiento con ácido fluorhídrico corresponde al dióxido de silicio total existente en la muestra analizada, que se calcula en tanto por ciento.

Se disgrega el residuo, en el crisol de platino, con una pequeña cantidad de bisulfato potásico, para los cual se calienta



poco superior a la necesaria para la determinación (en general, medio gramo). Se introduce el cemento en el matraz por la boca F, y, volviendo a cerrar ésta, se pesa de nuevo en las mismas condiciones anteriores. La diferencia entre esta pesada y la

sobre el mechero gradualmente hasta fusión tranquila. Se deja enfriar. Se disuelve la masa en ácido sulfúrico al diez por ciento (10 por 100), con ayuda de calor suave, y una vez lograda la disolución completa, se mezcla la solución resultante con los filtrados procedentes de la separación de la sílice.

Estos líquidos reunidos se pasarán a un matraz aforado de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos y se completará el volumen con agua destilada.

2.752. Bióxido de titanio.

De los doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos de solución obtenida en la determinación de la sílice (2.751), se toman cien (100) centímetros cúbicos para la determinación del bióxido de titanio.

A estos cien (100) centímetros cúbicos se le añaden de dos (2) a tres (3) gramos de ácido tartárico y dos (2) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico (1: 1); se calienta la solución a 70°C y se pasa durante diez (10) minutos una corriente de sulfuro de hidrógeno. Sin dejar de pasar la corriente de sulfhídrico se añaden a la solución treinta (30) centímetros cúbicos de amoníaco concentrado; compruébese que la solución queda alcalina y continúese el paso de sulfhídrico hasta que el precipitado formado se deposite en el fondo del vaso. Filtrese a través de un filtro rápido y lávese el precipitado con agua sulfhídrica caliente, a la que se le ha añadido un dos por ciento (2 por 100) de cloruro amónico. Recójase el líquido filtrado y las aguas de lavado.

El líquido filtrado se acidifica con diez (10) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico (1: 1). Se hierve para eliminar el exceso de sulfhídrico, y, en caso de que quede turbio, se filtra a través de un filtro rápido. Se enfría a 20°C y se le añaden treinta (30) centímetros cúbicos más de ácido sulfúrico (1: 1).

En esas condiciones se precipita el titanio añadiendo cinco (5) centímetros cúbicos de solución acuosa al seis por ciento (6 por 100) de cupferrón, agitando vigorosamente durante la adición. Se filtra el precipitado a través de un filtro rápido, se lava quince (15) veces con agua fría y se quema y calcina el papel de filtro con el precipitado en un crisol de porcelana, manteniéndolo media hora entre 1.000 y 1.050°C. Multiplicando por doscientos cincuenta (250) el peso en gramos del TiO_2 encontrado, se obtiene directamente en porcentaje el contenido en óxido de titanio del cemento.

2.753. Óxidos de hierro, aluminio y titanio.

Esta determinación se realiza a partir de cincuenta (50) centímetros cúbicos de la solución aforada de doscientos cincuenta (250) centímetros cúbicos procedente de la separación de la sílice, y se siguen, por lo demás, las indicaciones señaladas en 2.717 para la precipitación análoga de los sesquióxidos de hierro y aluminio (y pequeñas cantidades de dióxido de titanio) en el cemento Portland.

Del peso total de residuo obtenido, referido a tanto por ciento de la muestra de cemento seco, se restará el porcentaje de dióxido de titanio, determinado según 2.752, y el de óxido férrico (correspondiente al hierro total), determinado según 2.754, para obtener el contenido de óxido aluminico en tanto por ciento.

2.754. Hierro total.

En los cien (100) centímetros cúbicos restantes de la solución procedentes de la determinación de la sílice, según 2.751, se precipitan los óxidos de hierro, aluminio y titanio y se disuelven en ácido clorhídrico en igual forma que para la determinación conjunta de estos óxidos (2.753). Se lleva a ebullición, y en estas condiciones se reduce el ión férrico a ferroso, con solución de cloruro estannoso y se continúa la determinación del hierro en la forma que se señala en 2.715, relativo al cemento Portland.

El resultado se refiere a óxido férrico y se expresa en tanto por ciento.

2.755. Óxido cálcico.

Se determina, en el filtrado procedente de la determinación conjunta de los sesquióxidos de hierro, aluminio y dióxido de titanio, por el método prescrito en 2.718, relativo al cemento Portland, sin más modificaciones que emplear en la valoración final una solución 0,09 N de MnO_4K .

2.756. Hierro al estado ferroso.

Se pesan cinco décimas (0,5) de gramo de cemento y se colocan en un matraz Erlenmeyer de doscientos (200) a trescientos (300) centímetros cúbicos de capacidad; se humedecen con agua, se añaden cinco (5) gramos de carbonato sódico crista-

lizado y, poco a poco, cien (100) centímetros cúbicos de ácido sulfúrico al diez por ciento (10 por 100). Tápese con un tapón provisto de válvulas de Bunsen. Caliéntese gradualmente hasta ebullición y manténgase en estas condiciones hasta completar el ataque del cemento. Sepárese del mechero y déjese enfriar. Restablézcase la presión, destápese el matraz y valórese inmediatamente con solución 0,1 N de MnO_4K hasta color rosado persistente. Si el líquido es muy oscuro o si contiene carbón, se deberá filtrar a través de lana de vidrio antes de valorar.

2.76. Forma de expresar los resultados.

Los resultados obtenidos se expresarán en tanto por ciento, referidos a la muestra desecada, con una sola cifra decimal cuando el valor encontrado sea superior al uno por ciento (1 por 100), y en caso contrario, con dos cifras decimales.

2.8. Cálculo de la composición potencial del cemento Portland

El cálculo de la composición potencial del cemento Portland, según Bogue, puede efectuarse mediante las fórmulas:

$$\begin{aligned} C_1S &= 4,07CaO - (7,60SiO_2 + 6,72Al_2O_3 + 1,43Fe_2O_3 + 2,85SO_3); \\ C_2S &= 2,87SiO_2 - 0,754C_1S; \\ C_1A &= 2,65Al_2O_3 - 1,69Fe_2O_3; \\ C_1AF &= 3,04Fe_2O_3. \end{aligned}$$

o mediante el ábaco de Guinea, que se representa en la figura 9.

Para aplicar el ábaco se entra con el tanto por ciento de SO_3 en la correspondiente escala y se lee directamente en la escala del $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ el porcentaje del yeso.

A continuación se entra con el tanto por ciento de Fe_2O_3 en su escala, y se lee, también directamente, el tanto por ciento de C_1AF en la de este compuesto.

Se sitúa el tanto por ciento de Al_2O_3 en su escala y el punto resultante con el obtenido anteriormente en la escala del C_1AF , forma una recta que corta a la escala del C_1A en un punto que corresponde al tanto por ciento de dicho compuesto.

Esta recta corta, también, a la charnela r en un punto.

Este forma, con el fijado previamente en la escala del $CaSO_4 \cdot 2H_2O$, otra recta que corta a la charnela s en un segundo punto; el cual, con el correspondiente al tanto por ciento de CaO , una vez llevado éste a su escala, forma una tercera recta que corta a la charnela t en un tercer punto (en el ábaco este punto cae fuera del gráfico en el ejemplo expuesto).

Este tercer punto, con el correspondiente al tanto por ciento de SiO_2 , situado en su escala, forma una cuarta recta que corta a las escalas del C_2S y del C_1S en dos puntos, respectivamente. Estos puntos señalan los porcentajes de ambos compuestos.

Si en el análisis químico del cemento figurase el dato de cal libre con valor significativo, se restará éste del valor hallado para la cal total, y esta diferencia es el valor que ha de tomarse al aplicar la primera fórmula de Bogue, y también el que ha de buscarse en la escala correspondiente del ábaco descrito.

2.9. Calor de hidratación de los cementos Portland y siderúrgicos.

2.91. Aparatos y reactivos empleados.

a) Aparatos.

Calorímetro.—Consistirá (fig. 10) en un vaso Dewar de unos mil (1.000) centímetros cúbicos de capacidad, provisto de tapón de corcho, que se colocará en un recipiente adecuado, con el fin de protegerlo de las variaciones de temperatura. El vaso estará revestido en su interior de una película de material resistente al ácido fluorhídrico, tal como una resina fenólica o cera virgen de abejas. Este revestimiento se conservará intacto y libre de grietas, y será renovado cuando fuere necesario.

Llenado el vaso Dewar con cuatrocientos (400) centímetros cúbicos de agua caliente, tapado y dejado en reposo durante treinta (30) minutos, no deberá descender la temperatura de aquélla en más de 0,002°C por minuto y por grado centígrado de diferencia con la temperatura de la habitación donde se realiza el ensayo.

Termómetro diferencial.—Será de tipo Beckman, graduado al menos en 0,01°C, y deberá tener, como mínimo, un intervalo de 6°C. La parte del termómetro que queda dentro del calorímetro se protegerá con un revestimiento resistente al ácido fluorhídrico análogo al que se utiliza para recubrir el interior del vaso Dewar.

El termómetro irá provisto de una lente, que servirá para poder efectuar la lectura con precisión.

ABACO PARA EL CALCULO DE LA COMPOSICION DE FASE DE CEMENTO PORTLAND

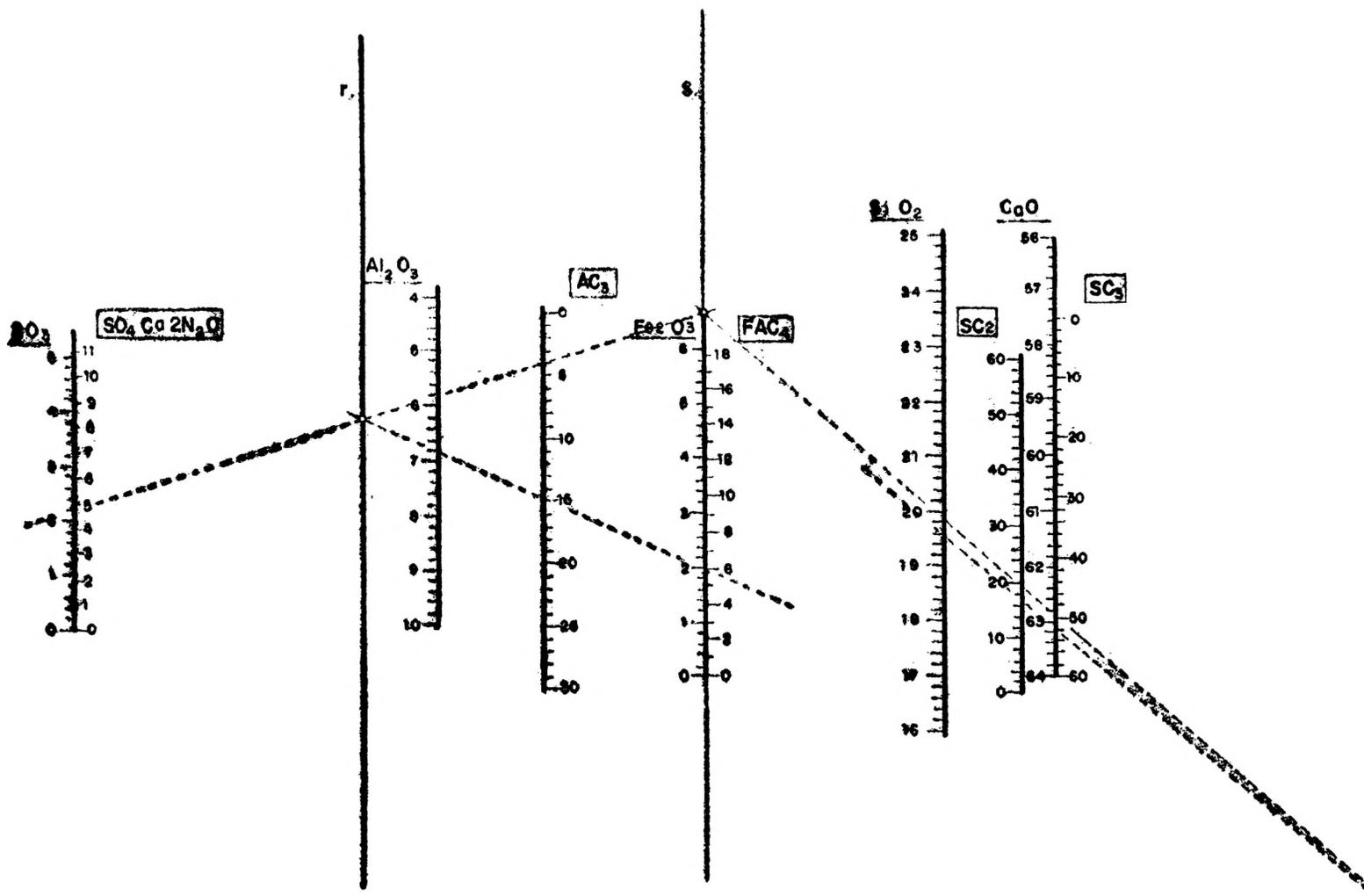


FIGURA 9.

Embudo.—El embudo a través del cual se introduce la muestra en el calorímetro será de vidrio o materia plástica. El vástago del embudo tendrá una longitud tal que, entrando a través del tapón de corcho en el vaso Dewar, no alcance la superficie del líquido que contiene.

Agitador.—Podrá ser de cualquier clase de material apropiado resistente al ácido fluorhídrico. También podrá ser de vidrio, pero en este caso se deberá recubrir la parte que ha de quedar

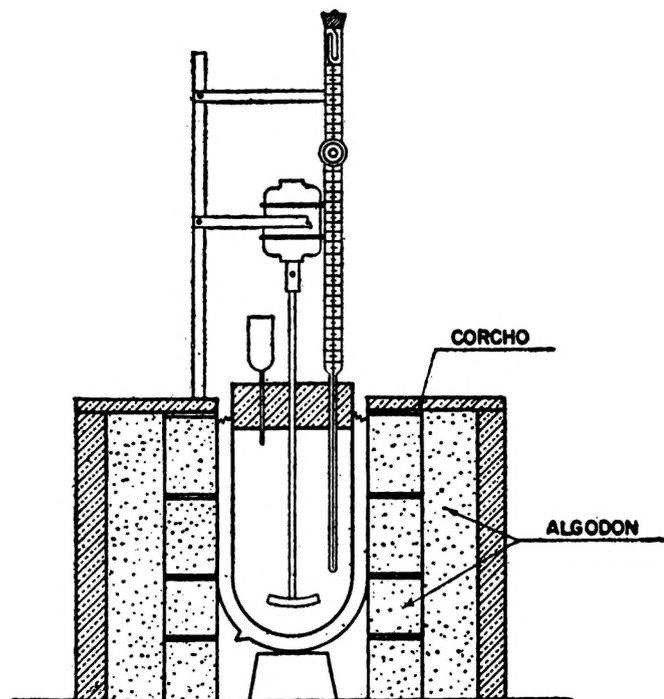


FIGURA 10

sumergida en el líquido con el mismo recubrimiento resistente al ácido fluorhídrico que se utilizó para recubrir las otras partes del calorímetro. Tendrá la longitud suficiente para que llegue a uno o dos (1 ó 2) centímetros del fondo del vaso.

El motor de agitación, que será de velocidad constante, estará provisto de los engranajes necesarios para que la velocidad de agitación esté comprendida entre 350 y 700 revoluciones por minuto.

Tubos de vidrio.—Serán aproximadamente de 10 × 2 centímetros, provistos de tapón de corcho. Se utilizarán para guardar la muestra de cemento hidratado, cuyo valor de disolución se ha de determinar a los siete (7) y veintiocho (28) días, respectivamente.

b) Reactivos.

Solución de ácido nítrico 2N: Se preparará en cantidades relativamente grandes, puesto que cada vez que sea necesario proceder a su preparación será necesario también determinar la capacidad calorífica del calorímetro.

Ciento veintisiete (127) centímetros cúbicos de ácido nítrico concentrado ($d = 1,42$) se diluyen en agua destilada, hasta completar un litro de solución.

Acido fluorhídrico: Se utilizará el ácido cuya riqueza es del euarenta y ocho por ciento (48 por 100).

Oxido de cinc (reactivo para análisis, que se someterá al siguiente tratamiento): En un crisol de porcelana se pesan del orden de cincuenta (50) gramos, que se calcinarán durante una hora entre 900 y 950°C. Se deja enfriar en un desecador, que contiene cloruro cálcico, y una vez frío se pulveriza hasta que pase íntegramente por el tamiz de 0,149 milímetros de luz. En estas condiciones se conserva en el desecador.

Para cada determinación de la capacidad calorífica del sistema, se pesan en un crisol unos ocho (8) gramos de óxido de cinc, que de nuevo se vuelve a calcinar entre 900 y 950°C durante cinco (5) minutos. Pasado este tiempo se deja enfriar en el desecador durante un tiempo no menor de dos horas y media (2,5) ni mayor de cinco (5) horas. De esta manera se toma, pesándola exactamente, la cantidad necesaria para el ensayo.

2.92. Procedimiento operatorio.

a) Determinación de la capacidad calorífica del sistema.

Comprobado que el recubrimiento interior del Dewar no presenta ningún deterioro, se mezclan en el vaso $8 \pm 0,1$ centímetros cúbicos de ácido fluorhídrico y $400 \pm 0,1$ centímetros cúbicos de ácido nítrico 2N.

El termómetro diferencial se habrá ajustado de tal forma que, al introducirlo en la mezcla, alcance el mercurio un punto próximo al límite inferior de la escala termométrica.

Después el calorímetro en las condiciones de trabajo, se agitará la mezcla mediante el dispositivo de agitación durante cinco (5) minutos, para uniformar su temperatura. Pasado este tiempo, y manteniendo la agitación durante el resto del ensayo se leerá, cada minuto, la temperatura del termómetro durante otro período de cinco (5) minutos para poder determinar la corrección inicial de enfriamiento o calentamiento del sistema.

Se introducirán por el embudo y en el espacio de uno a dos (1 a 2) minutos, siete (7) gramos (pesados al milígramo) de óxido de cinc tratados como anteriormente se ha indicado. Se tendrá el máximo cuidado en limpiar perfectamente el embudo, utilizando para ello una pequeña brocha de pelo.

Se continuará anotando la temperatura cada uno o dos (1 ó 2) minutos, y conseguida la disolución total de la muestra, lo que se pone de manifiesto por una velocidad constante de la variación de la temperatura, período que, por lo demás, no excederá de veinte (20) minutos, se continuará haciendo lecturas de temperatura de minuto en minuto, durante cinco (5) minutos más, para determinar, como al principio del ensayo, la corrección final, en enfriamiento o calentamiento del sistema. La diferencia entre el valor máximo de temperatura del período de disolución y el último valor de temperatura del período inicial, nos dará la elevación de temperatura producida por disolución de la muestra.

A esta elevación de temperatura obtenida es necesario aplicarle un factor de corrección, debido al calor producido por la agitación y a la pérdida térmica entre el interior y el exterior del calorímetro. Esta corrección se hace gráficamente de la siguiente forma:

En un sistema de coordenadas, se toma en el eje de abscisas, en sentido positivo o negativo, el valor medio de los incrementos de temperatura observados en los períodos inicial y final del ensayo, según éste sea positivo o negativo.

El eje de ordenadas se divide en grados centígrados, de acuerdo con el intervalo del termómetro diferencial.

La temperatura inicial leída en el termómetro Beckmann y el valor medio del incremento de temperaturas del período inicial fijan un punto en la gráfica. Análogamente la temperatura final del ensayo y el valor medio del incremento de temperaturas del período final determinan otro punto en la gráfica. Unidos estos dos puntos por una recta, se determinará, sobre ella, las correcciones a aplicar a cada temperatura del período de disolución. La suma de estas correcciones se sumará o restará, según su signo sea positivo o negativo, a la elevación de temperatura del período de disolución, para obtener, de esta forma, el aumento de temperatura corregida producido en ese período.

Conocido este valor, se calcula la capacidad calorífica del sistema con arreglo a la siguiente fórmula:

$$C_c = \frac{A}{B} \left[256,1 + 0,1(30,0 - \Theta) + 0,12(\Theta_0 - \Theta) \right]$$

en la que

C_c = capacidad calorífica del sistema de calorías gramo/grado de temperatura.

A = peso, en gramos, del óxido de cinc.

B = elevación de temperatura corregida.

Θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

Θ_0 = temperatura ambiente.

256,1 es el calor de disolución, en cal/gr de óxido de cinc a 30°C.

Puesto que el calor de disolución de ZnO aumenta una décima (0,1) de calorías por cada grado que la temperatura disminuye de la indicada, se introduce el factor de corrección 0,1 (30,0 - Θ).

Por otro lado, la capacidad calorífica del óxido de cinc es de 0,12 cal/gr, y, por lo tanto, el término 0,12 ($\Theta_0 - \Theta$) representa el calor requerido para llevar el óxido de cinc a la temperatura final del contenido del calorímetro.

La expresión anterior queda simplificada según:

$$C_e = \frac{A}{B} (256,1 - 0,22 \theta + 0,12 \theta_0)$$

fórmula que se utilizará para calcular la capacidad calorífica del sistema.

Será necesario determinar la capacidad calorífica del sistema cada vez que sea preciso aplicar un recubrimiento nuevo al vaso, agitador o termómetro, cuando se utilice una nueva partida de ácido, y, en general en cualquier momento que, a juicio del operador sea oportuno.

b) Calor de disolución del cemento anhidro.

Se pesan, exactamente, tres (3) gramos de cemento anhidro y se determina su calor de disolución siguiendo el mismo procedimiento descrito para determinar la capacidad calorífica del sistema, sustituyendo el óxido de cinc por la muestra de cemento.

Simultáneamente, y partiendo del orden de siete (7) gramos de cemento pesados exactamente, se determinará su pérdida al fuego calcinando la muestra a 1,000°C durante hora y media. Se calculará el calor de disolución del cemento anhidro aplicando la siguiente fórmula:

$$C_1 = \frac{C_c \times E}{P} - 0,2 (\theta_0 - \theta)$$

en la que

- C_1 = calor de disolución, en cal/gr del cemento anhidro.
- C_c = capacidad calorífica del sistema calculada previamente.
- E = elevación de temperatura corregida.
- P = peso real de muestra (descontando la pérdida al fuego).
- θ_0 = temperatura ambiente.
- θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

Puesto que el calor específico del cemento anhidro es 0,2 cal/gr, el término $0,2 (\theta_0 - \theta)$ es la corrección que se aplica al calor de disolución si la temperatura final del calorímetro es diferente a la temperatura ambiente.

Se tomará, como valor para el calor de disolución del cemento anhidro, la media de tres determinaciones.

c) Calor de disolución, a siete y veintiocho días, de la muestra de cemento hidratada.

1.º Preparación de la pasta de cemento.—Se amasa, a mano o mecánicamente, durante cinco (5) minutos, ciento cincuenta (150) gramos de cemento con sesenta (60) centímetros cúbicos de agua destilada. Se tendrá especial cuidado de que en el momento de preparar la pasta, tanto la temperatura del agua como la del cemento sea de $21^\circ\text{C} \pm 2^\circ$.

Una vez amasada la mezcla, se colocarán cantidades aproximadamente iguales de pasta, en cuatro o más tubos de vidrio, llenándolos hasta unos 2,5 centímetros del borde. Se cerrarán con tapón de corcho, que se parafinará. Se conservarán estos tubos en posición vertical a $21^\circ\text{C} \pm 2^\circ$ hasta el momento de realizar el ensayo.

2.º Preparación de la muestra, parcialmente hidratada, para determinar su calor de disolución.—A los siete (7) y veintiocho (28) días de realizado el amasado se romperá un tubo de los que contienen la muestra. Rápidamente se pulverizará la pasta de cemento hidratada sobre un mortero de porcelana, en forma tal que pueda pasar íntegramente por el tamiz de 0,59 milímetros de luz. En esta operación, y sobre todo con la muestra hidratada a siete (7) días, se tendrá el máximo cuidado de exponerla lo menos posible al aire para evitar su carbonatación o pérdida de humedad.

Las muestras pulverizadas se conservarán hasta el momento del ensayo en frascos de pesada, herméticamente cerrados.

3.º Determinación del calor de disolución.—Se pesarán al miligramo 4,2 g y 7,0 g de muestra para determinar el calor de disolución y la pérdida al fuego, respectivamente.

Para ambos períodos de tiempo, se determinará el calor de disolución de la muestra, siguiendo la misma técnica que la indicada para el cemento anhidro.

Para determinar la pérdida al fuego de las muestras hidratadas se desecarán, primeramente, en la estufa, de 105 a 110°C durante una hora, y pasado este tiempo se calcinarán a $1,000^\circ\text{C}$, por lo menos, durante cinco (5) minutos.

El calor de disolución a siete (7) y veintiocho (28) días se calculará con arreglo a la siguiente fórmula:

$$C_{7,28} = \frac{C_c \times E}{P} - 0,4 (\theta_0 - \theta)$$

en la que:

- $C_{7,28}$ = calor de disolución de la muestra parcialmente hidratada, a siete (7) o veintiocho (28) días, respectivamente.
- C_c = capacidad calorífica del aparato.
- E = elevación de temperatura.
- P = peso real de muestra (descontando la pérdida al fuego).
- θ_0 = temperatura ambiente.
- θ = temperatura final del contenido del calorímetro.

El calor específico del cemento hidratado es del orden de 0,4 calorías/gramo.

Se tomará como valor para el calor de disolución en cada uno de los períodos de tiempo, la media de tres determinaciones realizadas sobre muestras de tubos diferentes.

d) Cálculo del calor de hidratación.

El calor de hidratación del cemento vendrá dado por la expresión

$$C_h = C_1 - C_{7,28}$$

en la que

- C_h = calor de hidratación del cemento en cal/gramo.
- C_1 = calor de disolución del cemento anhidro.
- $C_{7,28}$ = calor de disolución del cemento hidratado parcialmente, a siete (7) y veintiocho (28) días, respectivamente.

Forma de expresar los resultados:

Los resultados obtenidos se expresan en cal/gramo. Los valores de disolución se expresan con una cifra decimal. El calor de hidratación se expresa con aproximación de una caloría.

Plan de Desarrollo Económico y Social para el período 1964-1967. (Continuación.)

XX. ARTESANIA

1. AMBITO DEL SECTOR

Es muy difícil delimitar el sector Artesanía dentro de la industria española. No existe norma precisa que la defina y no es procedente estimar como tal cualquier empresa industrial de pequeño número de obreros, o de trabajo manual, o con poca maquinaria, ya que ello vendría a interferir a casi todos los sectores industriales del país.

Por ello se estima únicamente como Artesanía la actividad económica que produce bienes en pequeñas series, en talleres familiares o con un máximo de cinco productores, mediante el uso de medios manuales y en que el sentido de creación artística caracteriza el producto.

2. SITUACION ACTUAL

2.1. Características del sector

La artesanía constituye, en muchos casos, el único medio de vida y trabajo, especialmente en las zonas rurales, en las cuales contribuye a subsanar los defectos estructurales del empleo agrícola, permitiendo compensar los paros estacionales.

Por otra parte, la artesanía constituye un elemento de riqueza para el país, con un valor moral y social de tradición que no es posible desconocer. El incremento del turismo, en el pasado y en el futuro, contribuye a valorar esa actividad, cuyas exportaciones invisibles, a través de nuestros visitantes extranjeros, alcanzan cifras muy superiores a las exportaciones reales. En la etapa que se abre por el Plan de Desarrollo, la artesanía habrá de dar otra manifestación importante de sus valores al constituir un