

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AZUFRE EN LOS AGREGADOS PÉTREOS

INV E – 233 – 13

1 OBJETO

- 1.1 Este método de ensayo brinda un procedimiento para la determinación cuantitativa del azufre presente en los agregados para concretos.
- 1.2 Esta norma reemplaza la norma INV E–233–07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1 Una muestra de ensayo se trata con bromo y ácido nítrico para transformar en sulfatos todos los compuestos de azufre presentes en los agregados. Los sulfatos se precipitan y pesan en forma de sulfato de bario. El contenido de azufre se expresa como porcentaje en masa del agregado seco.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1 La presencia de compuestos de azufre en los agregados, en forma de sulfatos o de sulfuros, puede dar lugar a compuestos expansivos en las estructuras de concreto, con la consecuente destrucción de la obra, además de producir eflorescencias y depósitos en la superficie.

4 EQUIPO

- 4.1 *Horno* – De ventilación forzada, termostáticamente controlado, capaz de mantener una temperatura de $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{C}$).
- 4.2 *Mufla* – Capaz de mantener una temperatura constante en el intervalo de 800°C a 1000°C , con una precisión de $\pm 25^\circ \text{C}$.
- 4.3 *Equipo de trituración y molienda* – Trituradora de laboratorio, para reducir los agregados hasta el tamaño deseado para la muestra de ensayo.

- 4.4 *Balanzas* – Una con capacidad de 10 kg y posibilidad de lectura de 1 g; otra con capacidad de 1 kg y legibilidad de 0.01 g, y una analítica, con 100 g de capacidad y lectura hasta de 0.1 mg.
- 4.5 *Placa calefactora* – Con agitador magnético.
- 4.6 *Medidor de pH* – Con escala graduada en 0.1 unidades de pH.
- 4.7 *Vasos de precipitados, matraces Erlenmeyer, embudos, papeles de filtro.*
- 4.8 *Desecador.*
- 4.9 *Tamices* – De 63 mm (2 ½"), 45 mm (1 ¾"), 31.5 mm (1 ¼"), 22.4 mm (7/8") y 125 µm (No. 120).
- 4.10 *Crisol de sílice sinterizada.*
- 4.11 *Varilla agitadora de vidrio con un extremo plano.*
- 4.12 *Baño maría* – Que se pueda regular a $80 \pm 0.1^\circ \text{C}$.
- 4.13 *Equipo para filtrar al vacío.*

5 REACTIVOS

- 5.1 *Bromo.*
- 5.2 *Ácido nítrico concentrado (HNO₃)* – De densidad 1.40 a 1.42 g/cm³.
- 5.3 *Ácido clorhídrico concentrado (HCl)* – De densidad 1.18 a 1.19 g/cm³.
- 5.4 *Indicador rojo de metilo* – Se disuelven 20 mg de rojo de metilo en polvo en 50 ml de etanol y, a continuación, se añaden 50 ml de agua.
- 5.5 *Amoniaco.*
- 5.6 *Solución de cloruro de bario (BaCl₂)* – Se disuelven 100 g de cloruro de bario (BaCl₂·2H₂O) en 1 litro de agua. Antes de usar la disolución, se filtra a través de un papel de filtro de textura media.
- 5.7 *Agua destilada.*

6 MUESTRAS

- 6.1** El muestreo del agregado se debe ejecutar de acuerdo con la norma INV E-201. La muestra deberá ser representativa, tanto en el contenido de humedad como en el de sólidos. Las muestras de agregado se deberán reducir de acuerdo con la norma INV E-202, para obtener una sub-muestra del tamaño mínimo indicado en la Tabla 233 - 1, en función del tamaño máximo nominal del agregado.

Tabla 233 - 1. Masa mínima de las sub-muestras

TAMAÑO MÁXIMO NOMINAL DEL AGREGADO mm	MASA MÍNIMA DE LAS SUB- MUESTRAS kg
63 (2 ½")	50
45 (1 ¾")	35
31.5 (1 ¼")	15
22.4 (7/8") o menos	5

- 6.2** Se seca la sub-muestra a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{C}$) hasta obtener masa constante y se deja enfriar. No se debe usar una temperatura superior, para evitar la oxidación de los sulfuros.
- 6.3** La sub-muestra se debe moler y reducir por etapas, hasta obtener una masa de, aproximadamente, 20 g que pasen por el tamiz patrón de $125 \mu\text{m}$ (No. 120). Se toma, aproximadamente, 1 g de este material como muestra de ensayo.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1** Se pesa la muestra de ensayo con una exactitud de 0.1 mg, se anota su masa, m_1 , y se introduce en un matraz Erlenmeyer de boca ancha provisto de un embudo de vástago corto, trabajando en un ambiente libre de corrientes de aire. Se añaden al matraz 3 ml de agua destilada y 1 ml de bromo y se agita durante 1 min para evitar la formación de grumos.
- 7.2** A continuación se añaden, a través del embudo, 15 ml de ácido nítrico concentrado exento de sulfuros. Se deja la mezcla en un baño maría durante 1 h, rompiendo periódicamente el gel con una varilla de vidrio con un extremo aplanado, dejando la varilla dentro del matraz para este fin.

- 7.3** Se agregan 30 ml de agua y se hierve la mezcla moderadamente, sobre una placa calefactora, hasta que cese el desprendimiento de vapores densos de color pardo.
- 7.4** Se añaden 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y 10 ml de agua. Se reduce nuevamente por ebullición a un volumen pequeño. Se repite la adición y se reduce nuevamente por ebullición a un volumen pequeño.
- 7.5** Se transfiere el contenido del matraz a un vaso de precipitados de 250 ml y se lava el matraz hasta que el volumen total en el vaso de precipitados sea, aproximadamente, de 100 ml.
- 7.6** Se añade un poco de pulpa de papel de filtro, se calienta casi hasta la ebullición y se alcaliniza la disolución añadiendo amoníaco. La alcalinidad se controla utilizando el indicador rojo de metilo o un medidor de pH.
- 7.7** Se hierve suavemente durante 30 min, se filtra a vacío moderado utilizando un papel de filtro de textura media y se lava una vez con un poco de agua hirviendo, guardando los filtrados.
- 7.8** Se transfiere el papel de filtro a un vaso de precipitados y se redisuelve con 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, a los cuales se les han añadido 70 ml de agua hirviendo.
- 7.9** Se repiten las operaciones anteriores (hervir, precipitar, filtrar y lavar) desechando el precipitado.
- 7.10** Se acidifican los filtrados y las aguas de lavado reunidas (que deberían ser, en total, unos 200 ml) con la adición de 1 ml de ácido clorhídrico concentrado. Se lleva a ebullición y se mantiene durante 5 min. Mientras está en ebullición, se agita vigorosamente la disolución manteniéndola casi a ebullición. Se añaden, gota a gota, 10 ml de la disolución de cloruro de bario calentada hasta una temperatura ligeramente inferior al punto de ebullición.
- 7.11** Se deja reposar, se filtra y se calcina el precipitado de sulfato de bario, colocando el papel de filtro con su contenido en un crisol de sílice sinterizada previamente tarado. Se lleva el conjunto a la mufla a una temperatura de $110 \pm 5^\circ \text{C}$ durante unos 30 minutos, después de los cuales se eleva gradualmente la temperatura hasta $925 \pm 25^\circ \text{C}$, por lo menos durante 1 hora.

- 7.12** Se retira el crisol de la mufla, se deja enfriar en un desecador y luego se pesa con exactitud de 0.1 mg. Se calcula la masa del precipitado, m_2 , descontando la masa del crisol.

8 CÁLCULOS

- 8.1** Se calcula el contenido de azufre del agregado (S), en % en masa y redondeado a 0.1 %, con la expresión:

$$S = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad [233.1]$$

Donde: m_1 : Masa de la muestra de ensayo, g;

m_2 : Masa del precipitado, g

9 INFORME

- 9.1** El informe debe contener lo siguiente:

9.1.1 Descripción de la muestra de ensayo (tipo de agregado, procedencia, tamaño máximo).

9.1.2 Contenido de azufre del agregado.

10 NORMAS DE REFERENCIA

UNE-EN 1744-1 Parte 1: Capítulo 11