

VALOR DE AZUL DE METILENO EN AGREGADOS FINOS

INV E – 235 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma indica el procedimiento para determinar el valor de azul de metileno de la fracción que pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4) de la mezcla total de agregados.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E–235–07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** El ensayo consiste en añadir de manera sucesiva pequeñas dosis de una solución de azul de metileno a una suspensión de la muestra de ensayo en agua. Después de cada dosis se comprueba la absorción de solución colorante por parte la muestra, realizando una prueba de coloración sobre papel de filtro para detectar la presencia de colorante libre.
- 2.2** Una vez confirmada la presencia de colorante libre, se calcula el valor de azul de metileno, expresado en gramos de colorante absorbido por kilogramo de la fracción granulométrica ensayada.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** El valor de azul de metileno determinado mediante esta norma se puede emplear para estimar la cantidad de arcilla nociva presente en un agregado. Un valor de azul significativo indica una gran cantidad de arcilla presente en la muestra.

4 EQUIPOS Y MATERIALES

- 4.1** *Bureta* – Con una capacidad de, por lo menos, 50 ml con graduaciones de 0.1 ml.
- 4.2** *Papel de Filtro Whatman No.20.*

- 4.3** *Varilla de vidrio* – De aproximadamente 250 mm (10") de largo y 8 mm (0.3") de diámetro.
- 4.4** *Agitador de paletas* – Con velocidad de rotación variable y regulable hasta 600 ± 60 rpm con tres o cuatro paletas agitadoras de 75 ± 10 mm de diámetro.
- Nota 1: Se pueden emplear otros tipos de agitadores, si se demuestra que los resultados obtenidos con ellos son equivalentes a los que se obtienen utilizando el agitador de paletas.*
- 4.5** *Balanza* – De 500 g de capacidad, con una precisión de ± 0.1 % de la masa de la muestra de ensayo.
- 4.6** *Cronómetro* – Con una precisión de 1 segundo.
- 4.7** *Tamiz de ensayo* – Con aberturas de 4.75 mm (No. 4).
- 4.8** *Tres vasos de precipitados* – De vidrio o de plástico, con una capacidad aproximada de 1 litro.
- 4.9** *Matraz volumétrico* – Con capacidad de 1 litro.
- 4.10** *Horno* – Con ventilación forzada, termostáticamente controlado, capaz de mantener la temperatura a 110 ± 5° C (230 ± 9° F).
- 4.11** *Agua destilada o desmineralizada.*
- 4.12** *Solución colorante de azul de metileno* – De calidad estándar o técnica de 10.0 ± 0.1 g/l. Tras su preparación, la solución se deberá conservar protegida de la luz y emplear antes de 28 días.
- 4.13** *Caolinita* – Con un valor de azul de metileno conocido (VA_k). Se recomienda el empleo de caolinita con un valor de azul comprendido entre 1 y 2 g por cada 100 g de caolinita, para evitar un empleo excesivo de colorante.
- 4.14** *Espátula y escobilla.*
- 4.15** *Desecador.*

5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 5.1** Las muestras de agregado se deberán reducir de acuerdo con la norma INV E-202 para obtener una sub-muestra que contenga, como mínimo, 200 g de la fracción granulométrica que pasa el tamiz de 4.75 mm (No. 4).
- 5.2** Se seca la sub-muestra a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{F}$) hasta obtener masa constante y se deja enfriar.
- 5.3** Se tamiza la sub-muestra seca por el tamiz de 4.75 mm (No. 4), empleando un protector de tamiz si fuese necesario. Se debe utilizar una escobilla para tamiz con el fin de asegurar la completa separación y recolección de las partículas que pasan el tamiz de 4.75 mm (No. 4).
- 5.4** Se rechazan las partículas retenidas sobre este tamiz y, en caso necesario, se reduce la fracción que haya pasado a través de él, de manera de obtener una muestra de ensayo con una masa mínima de 200 g. La masa de la muestra de ensayo deberá ser igual o mayor de 200 g, sin que sea necesario que presente un valor exacto predeterminado.
- 5.5** Se pesa la muestra de ensayo y se anota su masa, M_1 , redondeada al gramo más próximo.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Descripción del ensayo de coloración:

- 6.1.1** Después de cada adición de colorante, el ensayo de coloración consiste en tomar una gota de la suspensión con una varilla de vidrio y depositarla sobre un papel de filtro. La mancha que se forme estará constituida por un depósito de sustancia situado en el centro, generalmente de color azul continuo, rodeado de una zona húmeda incolora. El tamaño de la gota deberá ser suficiente para que diámetro del depósito que se forme esté comprendido entre 8 mm (0.3") y 12 mm (0.5").
- 6.1.2** El resultado del ensayo se considerará positivo cuando se forme una aureola anular de color azul claro persistente de aproximadamente 1 mm (0.04") en la zona húmeda alrededor del depósito central (Figura 235 - 1).



Figura 235 - 1. Resultados negativo y positivo en el ensayo de coloración

Nota 2: A medida que se vaya alcanzando el punto final, la aureola que se forme podría desaparecer debido al tiempo necesario para que los minerales arcillosos puedan completar la absorción del colorante. Por ello, se debe confirmar el punto final repitiendo el ensayo de coloración a intervalos de 1 minuto, durante 5 minutos, sin añadir más solución colorante.

6.2 Preparación de la suspensión:

- 6.2.1** Se vierten 500 ± 5 ml de agua destilada o desmineralizada en un vaso de precipitados y se añade la muestra de ensayo seca removiendo bien con la espátula.
- 6.2.2** Se agita el recipiente que contiene la solución colorante y se llena la bureta con ella. Enseguida, se guarda la solución sobrante en un sitio oscuro.
- 6.2.3** Se ajusta el agitador a una velocidad de 600 rpm y se colocan las paletas a unos 10 mm por encima del fondo del vaso de precipitados.
- 6.2.4** Se ponen en marcha el agitador y el cronómetro, agitando el contenido del vaso de precipitados durante 5 minutos y, después (Ver numeral 6.3), se continúa agitando a 400 ± 40 rpm hasta la terminación del ensayo.
- 6.2.5** Si la muestra de ensayo no contiene suficientes finos para formar la aureola, se debe añadir caolinita junto con una dosis de solución colorante, del siguiente modo:
- 6.2.5.1** Se vierten en el vaso de precipitados 30.0 ± 0.1 g de caolinita secada previamente a $110 \pm 5^\circ$ C hasta masa constante.
- 6.2.5.2** Se añaden V' ml de solución colorante al vaso de precipitados, donde $V' = 30 V_{A_K}$, es el volumen de solución colorante que absorben 30 g de caolinita.

6.3 Determinación de la cantidad de colorante absorbido:

- 6.3.1** Se coloca el papel filtro en la parte superior de un vaso de precipitados vacío o sobre otro soporte adecuado, de manera que su superficie no quede en contacto con sólido o líquido alguno.
- 6.3.2** Después de agitar la muestra de ensayo durante 5 minutos a 600 ± 60 rpm, se añade una dosis de 5 ml de solución colorante en el vaso de precipitados. Se agita a 400 ± 40 rpm durante 1 minuto como mínimo y, a continuación, se realiza un ensayo de coloración (Véase numeral 6.1) sobre el papel de filtro. Si la aureola no aparece tras esta primera adición de 5 ml de solución colorante, se añaden otros 5 ml de ella, agitando durante 1 minuto y realizando a continuación otro ensayo de coloración. Si la aureola sigue sin aparecer, se continúa agitando, añadiendo colorante y realizando ensayos de coloración hasta que se forme la aureola. Alcanzado este punto, se continúa agitando y, sin necesidad de más adiciones de solución colorante, se realizan ensayos de coloración a intervalos de 1 minuto.
- 6.3.3** Si la aureola desaparece durante los primeros 4 minutos, se añaden otros 5 ml de solución colorante. Si la aureola desaparece durante el quinto minuto, se deberán añadir solo 2 ml de solución colorante. En cualquier caso, se deberá continuar agitando y realizando ensayos de coloración hasta que la aureola se mantenga durante 5 minutos.
- 6.3.4** Se anota el volumen total de solución colorante añadida hasta que se haya formado la aureola y se haya mantenido visible durante 5 minutos (V_1), redondeando al mililitro más próximo.

Nota 3: Los recipientes se deben limpiar bien inmediatamente después de terminar los ensayos. Los restos de los detergentes empleados se deben eliminar con un buen enjuague. Se recomienda que los recipientes utilizados en el ensayo de azul de metileno se reserven exclusivamente para este ensayo.

7 CÁLCULOS

- 7.1** El valor de azul (VA), expresado en gramos de colorante por kilogramo de la fracción granulométrica pasante del tamiz de 4.75 mm (No. 4), se calcula con la siguiente expresión:

$$VA = \frac{V_1}{M_1} \times 10 \quad [235.1]$$

Donde: M_1 : Masa de la muestra de ensayo, g;

V_1 : Volumen total añadido de la solución colorante, ml;

Nota 4: El valor de azul de metileno (VA) se debe reportar redondeado a la décima de gramo más próxima de colorante empleado, por kilogramo de la fracción granulométrica pasante del tamiz de 4.75 mm (No. 4).

7.2 Si durante el ensayo se añadió caolinita, la expresión anterior se transforma en:

$$VA = \frac{V_1 - V'}{M_1} \times 10 \quad [235.2]$$

Donde: V' : Volumen de la solución colorante absorbido por la caolinita, ml.

Nota 5: El factor 10 de las expresiones anteriores, es el factor de conversión entre el volumen de la solución colorante empleada y la masa del colorante absorbido por kilogramo de la fracción granulométrica ensayada.

8 NORMAS DE REFERENCIA

NORMA EUROPEA EN 933-9

ANEXO A (Aplicación obligatoria)

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL VALOR DE AZUL DE METILENO DE LA FRACCIÓN QUE PASA EL TAMIZ DE 75 μm (No. 200)

A.1 Se prepara la muestra de ensayo como se indica en la Sección 5 de esta norma y se sigue el procedimiento de ensayo de la Sección 6, pero con una masa de muestra, M_1 , de 30.0 ± 0.1 g de la fracción granulométrica que pasa el tamiz 75 μm (No. 200).

- A.2** Se calcula el valor de azul (VA_F), expresado en gramos de colorante por kilogramo de la fracción granulométrica inferior a 75 μm , con la siguiente expresión:

$$VA_F = \frac{V_1}{M_1} \times 10 \quad [235.3]$$

Donde: M_1 : Masa de la muestra de ensayo, g;

V_1 : Volumen total añadido de la solución colorante, ml.

- A.3** Se anota el valor de azul de metileno obtenido (VA_F), redondeado a la décima de gramo más próxima de colorante empleado por kilogramo de la fracción granulométrica ensayada.

ANEXO B (Aplicación obligatoria)

PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE AZUL DE METILENO DE 10 g/l

- B.1** Se emplea azul de metileno [$C_{16}H_{18}ClN_3S$, nH_2O ($n= 2$ a 3)] de pureza igual o superior a 98.5 %.

- B.2** Se determina el contenido de agua (W) del polvo de azul de metileno, como sigue:

B.2.1 Se pesan unos 5 g de polvo de azul de metileno y se anota la masa M_h redondeada a la fracción de 0.01 g más próxima.

B.2.2 Se seca este polvo a $100 \pm 5^\circ \text{C}$ hasta masa constante. Se deja enfriar en el desecador y se pesa a continuación, anotando la masa (M_g) redondeada a la fracción de 0.01 g más próxima.

Nota B.1: Se debe tener en cuenta que el polvo de azul de metileno puede sufrir modificaciones a temperaturas por encima de 105°C .

- B.2.3** Se calcula y anota el contenido de agua W , redondeado al 0.1 % más próximo, mediante la expresión:

$$W = \frac{M_h - M_g}{M_g} \times 100 \quad [235.4]$$

Donde: M_i : Masa inicial del polvo de azul de metileno, g;

M_g : Masa del polvo de azul de metileno seco, g.

Nota B.2: Se deberá determinar el contenido de agua para la preparación de cada nuevo lote de solución colorante.

- B.3** Se toma una masa de polvo de azul de metileno de $[(100 + W)/10]$ g \pm 0.01 g (equivalente a 10 g de polvo seco).
- B.4** Se calientan entre 500 ml y 700 ml de agua destilada o desmineralizada en un vaso de precipitados, hasta alcanzar una temperatura no superior a 40° C.
- B.5** Se agita el contenido del vaso de precipitados mientras se vierte lentamente el polvo de azul de metileno en el agua caliente. Se continúa agitando durante 45 minutos hasta la completa disolución del polvo; luego, se deja enfriar hasta que la temperatura de la solución sea 20° C.
- B.6** Se vierte el contenido a un matraz de 1 litro de capacidad. Se enjuaga con agua destilada o desmineralizada para asegurar el vertido completo del colorante al matraz. Se debe asegurar que el matraz y el agua se encuentren a una temperatura de $20 \pm 1^\circ$ C, para cumplir con la calibración del matraz. Se añade más agua hasta alcanzar la marca de 1 litro en la graduación del matraz.
- B.7** Se sacude el matraz para asegurar la completa disolución del polvo y se vierte el contenido en una botella de vidrio oscuro.
- B.8** En la etiqueta de la botella se deberán anotar la fecha de preparación de la solución y la fecha límite para su empleo.
- B.9** La solución de azul de metileno no podrá ser empleada después de 28 días de su preparación. La solución colorante preparada se deberá conservar en un sitio oscuro.

ANEXO C (Aplicación obligatoria)

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL VALOR DE AZUL DE METILENO DE LA CAOLINITA (VA_K)

- C.1** Se seca la caolinita a $110 \pm 5^\circ$ C hasta que presente masa constante.
- C.2** Se pesan 30.0 ± 0.1 g de la caolinita seca.

- C.3** Se introducen los 30.0 ± 0.1 g de la caolinita seca en el vaso de precipitados, junto con 500 ml de agua destilada o desmineralizada.
- C.4** Se agita durante 5 minutos a 600 ± 60 rpm con el agitador de paletas, colocando las paletas agitadoras a unos 10 mm por encima del fondo del vaso. Luego se continúa agitando a 400 ± 40 rpm hasta la terminación del ensayo.
- C.5** Se añade una dosis de 5 ml de solución colorante de 10 g/l en el vaso de precipitados y, tras agitar como mínimo durante 1 minuto a 400 ± 40 rpm, se realiza un ensayo de coloración sobre el papel de filtro.
- C.6** Si es necesario, se continúa añadiendo solución colorante en dosis de 5 ml hasta obtener un resultado positivo (sin añadir más solución). Dado que la absorción del azul de metileno no es instantánea, se deben realizar los ensayos de coloración a intervalos de 1 minuto.
- Si el anillo azul claro desaparece en la quinta coloración, se deberán añadir dosis de colorante de 2 ml. Cada adición deberá seguirse con ensayos realizados a intervalos de 1 minuto.
- Estas operaciones se deberán repetir hasta que el ensayo mantenga su resultado positivo durante 5 minutos seguidos, instante en el cual se dará por finalizada la determinación.
- C.7** Se anota el volumen total absorbido de la solución colorante W' , expresado en ml.
- C.8** Se calcula y anota el valor de azul de metileno de la caolinita VA_K , redondeado a la décima de gramo más próxima (por cada 100 g de caolinita), a partir de la expresión:

$$VA_K = \frac{V'}{30} \quad [235.5]$$

Nota C.1: Es conveniente realizar un ensayo con caolinita para conocer el valor de azul de metileno VA_K a intervalos regulares y comprobar la constancia de los resultados. Conviene que este procedimiento también sea empleado para comprobar las soluciones colorantes de nueva preparación.