

Contenido de yeso en suelos

1 OBJETO

El objeto de la presente norma es describir un procedimiento analítico para determinar el contenido de yeso en suelos.

Dicho procedimiento requiere la determinación del contenido de sulfatos solubles según un procedimiento basado en la norma NLT-120.

2 NORMAS PARA CONSULTA

NLT 101 Preparación de muestras para los ensayos de suelos.

NLT 120 Contenido de sulfatos solubles en los suelos.

3 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

Todos los especificados en las dos normas antes citadas y además acetona de calidad purísima y riqueza mayor del 99%.

4 MÉTODO OPERATORIO

4.1 Preparación de la muestra

Preparar unos 10 g de suelo representativo, que pase por el tamiz nº 200 ASTM (UNE 0,080 mm), según el procedimiento descrito en la norma NLT-101/72.

Secarlos hasta masa constante en estufa a la temperatura de $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

4.2 Determinación del contenido total de sulfatos de la muestra

4.2.1 De la muestra preparada anteriormente, pesar dos porciones de 1 g con precisión de $\pm 0,001$ g para realizar por duplicado la determinación.

4.2.2 Introducir la muestra en el frasco o recipiente de agitación y añadir 500 cm^3 de agua destilada exactamente medidos con un matraz aforado.

4.2.3 Colocar el frasco en el agitador y agitar du-

rante 45 minutos.

4.2.4 Añadir 20 cm^3 de ácido clorhídrico N/20 (preparado según se indica en el punto 2.17 de la norma NLT-120/72).

4.2.5 Dejar decantar la suspensión de suelo contenido en el frasco.

4.2.6 Extraer el líquido clarificado, mediante sifón o con la pipeta de 100 cm^3 , sin perturbar el sedimento, hasta obtener 250 cm^3 de líquido claro exactamente medidos con el matraz aforado.

4.2.7 Filtrar el líquido del matraz recogiendo el filtrado sobre el vaso de 600 cm^3 .

4.2.8 Calentar a ebullición el líquido filtrado y precipitar añadiendo 40 cm^3 de cloruro bórico (Cl_2Ba) al 5%, preparado según se indica en el punto 2.18 de la norma NLT-120/72.

La disolución de cloruro bórico se añade poco a poco, por medio de una pipeta.

4.2.9 Una vez añadidos los 40 cm^3 e iniciada la ebullición, retirar el vaso de la fuente de calor.

4.2.10 Después de dejar en reposo durante 12 horas, filtrar empleando un filtro de contenido de cenizas conocido. Pasar primero el líquido claro, después arrastrar el precipitado al filtro y lavar sobre él con agua destilada y caliente hasta que el agua de lavado, después de pasar por el filtro, no de precipitado con la solución de nitrato de plata.

4.2.11 Colocar el papel de filtro húmedo con el precipitado en un crisol de porcelana previamente tarado. Cuando se dispone de horno de calcinación eléctrico, colocar el crisol con el papel dentro del horno y subir la temperatura entre 800 y 900°C , manteniéndola unos 15 minutos.

Si ha de calcinarse con mechero, calentar primero con poca llama para secar el papel lentamente, continuar hasta carbonizar el papel sin que llegue a arder en

ningún momento. Una vez carbonizado el papel, se aumenta la llama para incinerar y, una vez blanco el precipitado, se calcina hasta el rojo durante 10 minutos.

4.2.12 Dejar enfriar el crisol primero al aire y, cuando haya perdido temperatura, terminar el enfriamiento en un desecador. Finalmente, pesar con precisión de $\pm 0,001$ g.

4.3 Determinación del contenido parcial de sulfatos (no procedentes de $\text{SO}_4\text{Ca}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) de la muestra

4.3.1 De la muestra preparada inicialmente, pesar dos porciones de 1 g con precisión de $\pm 0,001$ g, para realizar por duplicado la determinación.

4.3.2 Introducir la muestra en el frasco o recipiente de agitación y añadir 100 cm^3 de acetona (calidad purísima y riqueza mayor del 99%), medidos por medio de una probeta graduada.

4.3.3 Colocar el frasco en el agitador y agitar durante 45 minutos.

4.3.4 Añadir 5 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado.

4.3.5 Seguidamente filtrar la solución con precaución para que no se derrame. Recoger el líquido clarificado y añadir 100 cm^3 de agua desmineralizada, medidos con probeta graduada.

4.3.6 Calentar a ebullición el líquido filtrado y precipitar añadiendo 40 cm^3 de cloruro bórico (Cl_2Ba) al 5%, preparado según se indica en el punto 2.18 de la norma NLT-120/72.

La disolución de cloruro bórico se añade poco a poco, por medio de una pipeta.

4.3.7 Una vez añadidos los 40 cm^3 e iniciada la ebullición, retirar el vaso de la fuente de calor.

4.3.8 Pasar primero el líquido claro, después arrastrar el precipitado al filtro y lavar sobre él con agua destilada y caliente hasta que el agua de lavado, después de pasar por el filtro, no de precipitado con la solución de nitrato de plata.

4.3.9 Colocar el papel de filtro húmedo con el precipitado en un crisol de porcelana previamente tarado. Cuando se dispone de horno de calcinación eléctrico, colocar el crisol con el papel dentro del horno y subir la temperatura entre 800 y 900°C , manteniéndola unos 15 minutos.

Si ha de calcinarse con mechero, calentar primero con poca llama para secar el papel lentamente, continuar hasta carbonizar el papel sin que llegue a arder en

ningún momento. Una vez carbonizado el papel, se aumenta la llama para incinerar y, una vez blanco el precipitado, se calcina hasta el rojo durante 10 minutos.

4.3.10 Dejar enfriar el crisol primero al aire y, cuando haya perdido temperatura, terminar el enfriamiento en un desecador. Finalmente, pesar con precisión de $\pm 0,001$ g.

5 OBTENCIÓN DE RESULTADOS

5.1 Cálculo de los porcentajes de iones sulfato en las dos disoluciones

5.1.1 Determinar el contenido de iones $\text{SO}_4^{=}$ en las dos disoluciones obtenidas según se ha descrito en 4.2 y 4.3, según el procedimiento siguiente:

$$\text{gramos de } \text{SO}_4^{=} = 0,412 \cdot \text{gramos de } \text{SO}_4\text{Ba}$$

siendo:

g. BaSO_4 la masa del precipitado de BaSO_4 determinado según se indica en el punto 4.1 de la norma NLT-120/72.

5.1.2 Calcular seguidamente el contenido de iones $\text{SO}_4^{=}$ por medio de

$$\% \text{SO}_4^{=} = \frac{g \text{SO}_4^{=}}{P_m} \cdot 100$$

siendo:

$$P_m = \frac{a}{A} \cdot g$$

con:

a = cm^3 de solución analizada (250 cm^3 en el caso de la determinación del contenido total de sulfatos y 100 cm^3 en el caso de la determinación del contenido parcial).

A = cm^3 de agua en el frasco (500 cm^3 en el primer caso y 100 cm^3 en el segundo)

g = gramos de suelo en el frasco (1 g en ambos casos).

5.1.3 Calcular el valor medio de los dos valores obtenidos en las dos determinaciones, siempre que la diferencia entre ambos valores sea inferior a $0,020\text{ g}$.

En caso contrario hay que repetir el proceso.

5.2 Determinación del contenido de yeso en la muestra

5.2.1 Determinar el contenido de yeso en la muestra de la forma siguiente:

$$(\% \text{SO}_4\text{Ca}\cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1,792 [(\% \text{SO}_4^{=})_{\text{total}} - (\% \text{SO}_4^{=})_{\text{parcial}}]$$

— • • • —