

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

HORMIGON ENDURECIDO, CEMENTO Y ARIDOS. DETERMINACION DE CLORURO TOTAL POR VALORACION POTENCIOMETRICA

Concrete, Cement and Aggregates. Determination of total Chloride for
Potentiometric Titration Method

ICS: 91.100.30

1. Edición Septiembre 2003

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 37 de Hormigón Reforzado y Morteros en el que están representadas las instituciones siguientes:
 - Ministerio de la Construcción
 - Dirección de Desarrollo
 - Dirección de Normalización
 - Centro de Información
 - Centro Técnico para el Desarrollo de los Materiales de la Construcción (CTDMC-MICONS)
 - CITEC-MINFAR
 - Instituto Nacional de la Vivienda
 - UNAICC
 - Empresas del MICONS
 - ENIA
 - EPP No. 2
 - EPI Ciego de Ávila
 - Oficina Nacional de Normalización
- Es indispensable pues la determinación de Cloruros en materiales componentes es un parámetro de especial importancia para establecer los requisitos de durabilidad del hormigón armado.
- ♦ Esta Norma Cubana es una adopción modificada de la Norma ASTM C-114 volumen 04.01 1996 Cement, Lime, Gypsum, **sección 19 pág. 109 Determinación de Cloruro.**
- ♦ La Norma ASTM fue modificada en la sección 19 en los aspectos siguientes:
 - a) El título fue modificado por Hormigón endurecido, Cemento y Áridos. Determinación de Cloruro total por valoración potenciométrica.
 - b) En la sección 19.1 de esta norma se agregó además de la determinación de Cloruro total por valoración potenciométrica en Cemento y Hormigón endurecido también se agregó Áridos.
- Consta del Anexo A, informativo
 - c) En la sección de 19.5.2 se eliminó la filtración y lavado del residuo sin disolver.

© NC, 2003

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

Oficina Nacional de Normalización (NC).

Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.

Impreso en Cuba

HORMIGON ENDURECIDO, CEMENTO Y ARIDOS. DETERMINACION DE CLORURO TOTAL POR VALORACION POTENCIOMETRICA

1 Objeto

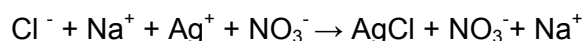
Esta Norma Cubana establece el procedimiento para efectuar la determinación potenciométrica de Cloruros totales por medio de la titración con Nitrato de Plata en muestras de hormigón endurecidos, cementos y áridos

2 Principio del método

El método se basa en la reacción que se produce entre el ión Cloruro y la solución de Nitrato de Plata a un pH entre 3 y 5 lo cual genera un salto brusco en el potencial en el punto de equivalencia.

3 Reacciones

La reacción fundamental entre el ión Cloro y el Nitrato de Plata se representa por la ecuación siguiente:



4 Reactivos

Cloruro de Sodio (NaCl) p.a.

Nitrato de Plata (AgNO₃) p.a.

Cloruro de Potasio (KCl) p.a.

Ácido Nítrico (HNO₃) 1+1

5 Preparación de soluciones

Solución normalizada de Cloruro de Sodio (NaCl) 0.05 M

Se seca el Cloruro de Sodio (NaCl) a 105-110 °C a peso constante.

Se pesan 2.9222 g del reactivo seco. Se disuelve en agua destilada y diluir exactamente a 1 L en un frasco volumétrico y se mezcla. Esta solución normalizada no requiere posterior normalización

Solución normalizada de Nitrato de Plata 0.05 M.

Se disuelven 8.4938 g de Nitrato de Plata (AgNO₃) en agua destilada. Diluir exactamente a 1 L en un frasco volumétrico y mezclar bien.

Normalizar con 5 ml de la solución normalizada de Cloruro de Sodio 0.05 M, diluir con 150 ml de agua. La normalización se hará de igual forma que el método de determinación potencio métrica de Cloruro.

La Molaridad exacta será calculada del promedio de tres determinaciones seguidas

$$M = 0.25 / V$$

donde:

M = Molaridad de la solución de AgNO_3

0.25 = Mili moles de NaCl (5 ml x 0.05 M)

V = Volumen de la solución de AgNO_3

Indicador Anaranjado de Metilo 0.2 %

Se prepara una solución que contenga 0.2 g por 100 ml en Alcohol Etilico al 95 %.

6 Aparatos Utensilios y medios de medición

Los matraces, buretas, pipetas, así como los medios de medición, deben estar verificados por el órgano metrológico autorizado al efecto.

Para la manipulación y uso del Ti trómetro véase el manual del equipo.

- Balanza Analítica con precisión de 0.1 mg
- Electrodo selectivo de ión Cloruro
- Electrodo de referencia (solución electrolítica de KNO_3)
- Potenciómetro con escala en mV y pH.
- Bureta de 10 o 25 ml con división de 0.05 ml

7 Preparación y conservación de las muestras

Para la preparación de las muestras para el análisis, use 100 g del material. Use Cementos y otros materiales pulverizados sin necesidad de moler. Materiales gruesos requieren molerse para que pase por el tamiz No 20. Use 5 g de muestras suponiendo que el contenido de Cloruros esté entre 0.10 y 0.50 % y para contenidos menores pese 10 g de muestra. Use proporcionalmente pesos de muestras pequeñas para materiales con altas concentraciones de Cloruros.

8 Procedimiento

El análisis químico que se establece en esta norma tiene que realizarse por duplicado. En cada análisis químico, de acuerdo con el tipo de material o sustancia analizada, se indicará el valor máximo permisible entre los resultados obtenidos. El resultado se obtendrá calculado en el valor promedio.

Las pesadas de las porciones de ensayo se harán con una aproximación de 0.0001 g. Se pesan 5 g de muestra de (hormigón, cemento o árido), previamente preparada para el análisis en un vaso de precipitado (beaker) de 25 ml.. Dispersar la muestra con 75 ml de agua y añada lentamente 25 ml de Acido Nítrico 1:1, rompa cualquier grumo con una varilla agitadora, si existiera olor a ácido Sulfhídrico (H_2S) en este punto, añada 3 ml de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2) al 30 % solución. Añada 3 gotas de indicador Metil Naranja y agite. Cubra el vaso de precipitado (beaker) con un vidrio de reloj y dejar en reposo por 1 a 2 minutos. Si un color amarillo naranja apareciera sobre la superficie del sólido sedimentado, la solución no está suficientemente ácida entonces añada Ácido

Nítrico 1:1 gota a gota hasta que aparezca un color persistente rosado o rojo. Entonces añada 10 gotas en exceso. Caliente rápidamente a ebullición manteniendo el vaso de precipitado tapado, ebulle por unos segundos. Enfriar a temperatura ambiente teniendo cuidado que el volumen de la solución no exceda de 175 ml.

Pipetear cuidadosamente 5 ml de la solución estándar de Cloruro de Sodio 0.05 N y añada a la solución de la muestra. Coloque el vaso de precipitado sobre un agitador magnético y añada una barra agitadora magnética cubierta con un forro plástico. Introduzca los electrodos dentro de la solución teniendo cuidado de que la barra agitadora no golpee los electrodos, comenzar la agitación completamente.

Se llena la bureta con la solución de Nitrato de Plata (AgNO_3) 0.05 N hasta la marca y colocar la punta de la bureta cerca de la solución a analizar y titrar gradualmente anotando el volumen de la solución de Nitrato de Plata y los saltos de potencial para cada incremento de solución añadidos teniendo cuidado que en las proximidades del punto de equivalencia los incrementos de la solución de Nitrato de Plata sean de 0.2 ml.

A medida que el punto de equivalencia se aproxima, iguales adiciones de la solución de Nitrato de Plata causarán mayores y mayores cambios en las lecturas del mili voltímetro.

Se continua la titración con incrementos de 0.2 ml.. se anotan las lecturas de la bureta y los correspondientes lecturas del milivoltímetro en las columna 1 y 2 de cuatro columnas de anotación (véase Anexo A).

Pasado el punto de equivalencia los cambios en el milivoltímetro por incrementos decrecerán. Se continúa la titración hasta tres lecturas pasado el punto de equivalencia.

En la titración es necesario dejar entre cada adición el suficiente tiempo para que los electrodos alcancen el equilibrio con la solución de la muestra (5 segundos a 1 minuto) con el fin de obtener lecturas aceptables de mV.

Calcular la diferencia de lecturas en mV entre sucesivas adiciones de la solución de Nitrato de Plata y coloque el valor en la columna 3 y calcule la diferencia entre valores consecutivos de la columna 3 y coloque el valor en la columna 4. El punto de equivalencia de la titración será el máximo mV en la columna 3. El punto de equivalencia preciso puede ser interpretado del listado de datos de la columna 4 como se muestra en el anexo.

Análisis substrayendo el blanco

Blanco- Se hace una determinación en blanco usando 75 ml de agua destilada y el mismo volumen de HNO_3 diluido que se usó para la muestra, se sigue el mismo procedimiento que en la titración de la muestra. Se corrigen los resultados obtenidos en el análisis substrayendo el blanco.

9 Expresión y cálculo de los resultados

$$\text{Cl} = \frac{3,5453 (VE-V) M- (0,25)}{P} \quad (\%)$$

Donde:

3,5453 = Mili moles de Cloro por 100 (0,035453 x 100)

VE = Volumen equivalente de la solución de Nitrato de Plata 0.05 M consumidos en la titración de la muestra según Anexo.

V = volumen de la solución de AgNO_3 consumido en el blanco.

M = Molaridad exacta de la solución de Nitrato de Plata (0,05 M).

0,25 = Mili moles de la solución de Cloruro de Sodio añadidos (5,0 ml x 0,05 M)

P = peso en gramos tomado de la muestra.

NOTA: Para expresar los resultados en % de NaCl se multiplica el % de Cl hallado por 1,647

Anexo A
(informativo)

Ejemplo para la determinación del volumen equivalente (VE) de la solución de Nitrato de Plata 0.05 M en el punto de equivalencia

AgNO ₃ ml (1)	potencial mV (2)	(E) (3)	Δ E (4)
5,0	26	4	
5,5	30	4	0
6,0	34	8	4
6,5	42	4	4
7,0	46	8	4
7,5	54	6	4
7,7	60	4	2
7,9	64	3	1
8,1	67	5	2
8,3	72	24	19 E ₁
8,5	96	18	6 E ₂
8,7	114	6	12
8,9	120		

El punto de equivalencia exacto se encuentra entre 8,3 y 8,5 ml para este incremento de 0,2 y se calcula de Δ^2 mV (columna 4) como se describe a continuación.

La fórmula para calcular VE es la siguiente:

$$VE = V + \left(\frac{\Delta^2 E_1}{\Delta^2 E_1 + \Delta^2 E_2} \right) \times \Delta V$$

Donde:

VE = volumen equivalente

V = volumen donde se produce el mayor salto de potencial

$\Delta^2 E_1$ = segunda diferencia de potencial E_1

$\Delta^2 E_2$ = segunda diferencia de potencial E_2

ΔV = diferencia de volumen (incremento)

$$VE = 8,3 + \left(\frac{19}{19+6} \right) 0,2 = 8,45 \text{ ml}$$

Bibliografía

USA. ASTM C- 114 volumen 04.01 1996. Análisis Químico, Cemento, Cal y Yeso.

USA. ASTM C- 12 volumen 04-02 1996 Cementos y Agregados.

Suizo. Metrohm AG CH-9100 Herisau “Modo de empleo y Instrucciones para el uso”.

USA. Análisis Instrumental por Paul Delahay. 1967