

PROCEDIMIENTOS

Ensayo N° 1 – Determinación de Humedad (Pérdidas a 105° - 110° C).

Tipo: FÍSICO

Objetivo: Determinar el contenido de agua expresado como porcentaje de humedad de una muestra.

Resumen: La muestra se coloca en un crisol y se calienta en una estufa/horno a una temperatura de 105 °C a 110° C hasta peso constante. La pérdida en peso representa la humedad.

Procedimiento:

- Pesar 1 g de la muestra pulverizada en un recipiente adecuado.
- Agregar la muestra pesada en un crisol limpio, para luego pesar, anotar el peso.
- Colocar la muestra a la estufa entre 105 a 110 °C por espacios de 2 horas hasta obtener el peso constante o 24 hs.
- Retirar y colocar la muestra a un desecador para enfriar.
- Pesar la muestra.

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales:

- Balanza Analítica
- Estufa de Laboratorio
- Crisoles de Porcelana
- Desecador
- Silica Gel
- Termómetro
- Espátulas de diferentes tamaños



Objetivo: Determinar el contenido de materia insoluble incluyendo el SiO₂ de una muestra de caliza o cal. Determinar la cantidad de material insoluble en ácido (principalmente **sílice libre** - SiO₂, arcillas u óxidos metálicos no solubles-refractarios) presente en una muestra de cal o caliza, expresado como **porcentaje en peso**

Resumen: La muestra se trata con **ácido clorhídrico (HCl)** para disolver los carbonatos presentes. El residuo que **no se disuelve** representa el **contenido insoluble**, que puede incluir sílice libre y óxidos metálicos inertes. Luego de la digestión ácida, el residuo se filtra, lava, seca, calcina y se pesa. La masa del residuo se expresa como porcentaje respecto a la muestra inicial.

Procedimiento:

1. Pesada de la muestra:

- Pesar entre **1,00 y 2,00 g** de muestra pulverizada y seca (La muestra deberá ser secada previamente en una estufa a 105 °C +/- 5 °C aproximadamente unos 120 minutos o hasta peso constante).
- Registrar como **masa de muestra (M)**.

2. Disgregación con ácido:

- Colocar la muestra en un vaso de precipitados.
- Agregar **25–50 mL de HCl 1:1** (ácido clorhídrico diluido).
- Calentar suavemente (sin hervir fuerte) durante **15–30 minutos**, agitando ocasionalmente.
- Si hay efervescencia por carbonatos, esperar que cese.

3. Filtración del residuo insoluble:

- Filtrar la mezcla en caliente utilizando papel cuantitativo.
- Lavar el residuo (precipitado) varias veces con agua caliente.

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales:

- Plancha Calefactora
- Vasos de Precipitado de 250, 500, 1000 ml.
- Varillas de vidrio
- Vidrio Reloj
- Embudos
- Papeles de filtro que no producen ceniza
- Pissetas
- **HCl**



4. Secado y calcinación:

- Secar el residuo en estufa a **105–110 °C** hasta peso constante.
- Calcinar en mufla a **900–950 °C**.
- Enfriar en desecador y pesar → **masa del crisol + residuo (R)**.

5. Cálculo del residuo insoluble:

- Restar la masa del crisol vacío (C), obteniendo **masa del residuo insoluble = R - C**



Objetivo: Determinar el contenido de óxidos combinados (Fe₂O₃ + Al₂O₃), de una muestra de caliza o cal.

Resumen: En este método el aluminio y el hierro en solución son precipitados (después del filtrado de SiO₂) por medio del hidróxido de amonio. El precipitado es calcinado y pesado como óxido de los metales combinados.

Procedimiento:

- A partir de la solución de lavado obtenida en la determinación de Insolubles. Se calienta dicha solución, se agita suavemente con una varilla y se añade lentamente 15 ml de Hidróxido de Amonio (NH₄(OH)) concentrado.
- Colocar en la plancha caliente hasta ebullición y evaporar de 2 a 3 minutos.
- Retirar de la plancha y filtrar en caliente usando **papel de filtro cuantitativo medio** y recoger el filtrado en un vaso de 500 ml.
- Lavar el vaso y precipitado 3 veces con Hidróxido de Amonio diluido en caliente. Continuar lavando 2 veces con agua caliente y limpiando el vaso con varilla de vidrio.
- Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente esperando que entre una y otra termine de pasar todo el agua de lavado anterior a través del filtro para conseguir una completa eliminación de residuos de hidróxido. (Reservar el filtrado para posterior análisis de Ca y/o Mg).
- Colocar el papel filtro en un crisol de porcelana.
- Colocar en una plancha para presecado y calcinar en mufla entre 1000 °C durante unos 45 minutos hasta obtener peso constante. Enfriar en el horno de secado (105 °C) y luego en el desecador hasta enfriamiento final. Sacar y pesar.

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales:

- **Materiales ya mencionados**
- Matraces aforados 50, 100, 200 y 500 ml.
- Erlenmeyer 200 y 500 ml.
- **NH₄(OH)**



Objetivo: Determinar el contenido de Calcio y Magnesio empleando una valoración complexométrica con EDTA.

Resumen:

La determinación de calcio y magnesio con EDTA (ácido etilendiaminotetraacético) es un método complejo y ampliamente utilizado en análisis químico cuantitativo, especialmente en aguas, suelos, minerales, productos alimenticios y materiales calcáreos.

Procedimiento:

Determinación de Calcio-Magnesio

1. Tomar 10 ml de muestra problema con pipeta y trasvasar a Erlenmeyer de 250 ml.
2. Diluir la muestra a 20-30 ml con agua destilada y adicionar 3 ml de solución tampón (buffer) pH 10 y unos cuantos miligramos de indicador eriocromo negro T o negro de eriocromo T (NET).
3. Colocar solución de EDTA en la bureta y titular la muestra hasta el viraje de un azul constante. Tomar lectura de volumen gastado.

Determinación de Calcio

1. Tomar 10 ml de muestra problema y trasvasar a matraz Erlenmeyer.
2. Colocar 10ml solución tampón pH 12 (con NaOH fuerte) y agregar una pequeña cantidad de indicador murexida.
3. Valorar con solución de EDTA hasta el viraje de un violeta azulado. (cambia de rosa a violeta al final).
4. Tomar lectura de volumen gastado.

Observación: también suele utilizarse como indicador ácido calcón carboxílico (A.C.C.).

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales

- Soporte y pinzas de bureta
- Bureta de 25 – 50 ml
- Erlenmeyer de 250ml
- Pipetas doble aforo de 5 – 10 – 20 ml
- Pipetas graduadas
- pHmetro

Reactivos

- Indicador de (negro de eriocromo T) NET al 1% en NaCl
- Indicador de (ácido calcón carboxílico) A.C.C al 1% en Na₂SO₄.
- Indicador Murexida.
- Solución buffer o tampón pH 10 (NH₄Cl-NH₄OH)
- Solución buffer o tampón pH 12 (KOH al 25%)
- Solución EDTA 0.01M

Objetivo: Determinar el contenido de componentes volátiles (principalmente dióxido de carbono, agua de hidratación y materia orgánica) presentes en una muestra mineral, mediante su calcinación a alta temperatura y cuantificación de la pérdida de masa como porcentaje.

Resumen: la muestra se calienta a temperatura elevada (habitualmente entre **900 °C y 1.000 °C**) en un horno mufla. Durante este proceso, los compuestos volátiles (como CO₂ de carbonatos, agua de hidratación y materia orgánica) se eliminan, provocando una pérdida de masa. Esta pérdida, referida a la masa original de la muestra, se expresa como **Pérdida por Calcinación (PPC)** en porcentaje.

Procedimiento:

1. Secado previo (opcional):

- Si la muestra contiene humedad, puede secarse previamente a **105 °C –110 °C** para eliminar solo agua libre.

2. Pesada inicial:

- Colocar **aproximadamente 1 g de muestra pulverizada** en un crisol.

3. Calcinación:

- Introducir el crisol con la muestra en una **mufla precalentada a 900–1.000 °C**.
- Calcinar durante **2 a 4 horas** o hasta alcanzar masa constante.

4. Enfriamiento:

- Retirar el crisol cuidadosamente.
- Dejar enfriar en un **deseCADOR** para evitar reabsorción de humedad o CO₂.

5. Pesada final:

- Pesar la muestra calcinada.

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales

- Horno Mufla
- Elementos de uso común de Pérdidas de Humedad

Objetivo: Determinar el contenido total de azufre en una muestra de cal o caliza mediante su transformación en sulfato (SO_4^{2-}) y posterior precipitación como sulfato de bario (BaSO_4), utilizando técnicas gravimétricas

Resumen: El método se basa en la descomposición de la muestra con ácido clorhídrico para liberar los compuestos de azufre presentes (principalmente azufre elemental, sulfuros o sulfatos solubles). Luego, el azufre es oxidado a sulfato mediante un agente oxidante (ácido nítrico HNO_3 o peróxido de hidrógeno H_2O_2). Finalmente, el sulfato es precipitado como BaSO_4 agregando cloruro de bario (BaCl_2) en medio ácido y caliente. El precipitado se filtra, seca, calcina, pesa y, a partir de su masa, se calcula el porcentaje de azufre en la muestra original.

Procedimiento:

1. Preparación de la muestra:

- Pesar entre **0,5 g a 1 g** de muestra finamente pulverizada (cal o caliza).
- Colocar en un vaso de precipitados.

2. Disolución y oxidación:

- Agregar **10-20 mL de HCl concentrado**.
- Calentar suavemente hasta que la muestra se disuelva.
- Añadir **unas gotas de HNO_3 o H_2O_2** para oxidar todo el azufre a sulfato.

3. Filtración:

- Si hay sílice insoluble, filtrar la solución antes de precipitar.

4. Precipitación del sulfato de bario:

- A la solución caliente, agregar lentamente una solución caliente de **BaCl_2** agitando constantemente.
- Mantener la solución caliente ($\sim 90^\circ\text{C}$) durante 30-60 minutos.

Reactivos

- Cloruro de Bario
- Materiales de otros ensayos

5. Maduración del precipitado:

- Dejar reposar caliente durante una hora para que el precipitado madure completamente.

6. Filtración y lavado:

- Filtrar el BaSO_4 con papel filtro cuantitativo.
- Lavar con agua caliente desionizada varias veces.

7. Secado y calcinación:

- Secar a 105–110 °C.
- Luego calentar a 800–900 °C en mufla durante 1–2 h.

8. Pesada:

- Enfriar en desecador y pesar el precipitado de BaSO_4 .

Ensayo N° 7 – Densidad compactada aparente de la cal hidratada, cal viva y piedra caliza pulverizada.

Tipo: FÍSICO

Objetivo: Determinar la densidad aparente de una muestra de cal hidratada, cal viva o piedra caliza pulverizada.

Resumen: Este método determina la densidad compactada o consolidada de la cal hidratada, cal viva y piedra caliza pulverizada. Está enfocado en la determinación del volumen mínimo ocupado por una masa dada de estos materiales.

Procedimiento:

- Pesar 25 g de una muestra de material en polvo con una aproximación de 0.1 g y transferir la muestra a la probeta graduada.
- Dejar sedimentar el polvo, golpeando suavemente la probeta sobre una superficie con amortiguamiento, como una revista gruesa o una tabla para escribir, para que la compactación se realice sin esponjamiento.
- Registrar el volumen de la cal después de cada 100 golpes y continuar golpeando hasta que el cambio de volumen compactado sea inferior a 0.5 ml/100 golpes.
- Calcular la densidad.

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales:

- Molino de barras
- Probeta graduada.
- Balanza



Ensayo N° 8 – Análisis granulométrico por tamizado en seco

Objetivo: Separar y clasificar por tamaños las partículas que componen una muestra.

Resumen: Esta clasificación se lleva a cabo determinando la cantidad de granos de distintos tamaños, expresada como porcentaje del peso total de la muestra.

Procedimiento:

- Introducir las muestras cargadas en bandejas en un horno de secado, a una temperatura de 105°C (+5°C), hasta peso contante.
- Muestrear usando alguna técnica hasta obtener una cantidad de muestra representativa de aproximadamente 200 g.
- Pesar la muestra a ensayar.
- Formar la torre de tamices. El tamiz que tiene la apertura mayor se coloca arriba, a continuación los demás en orden decreciente en tamaño de abertura, y finalmente un recipiente al fondo para contener todas las partículas pequeñas que pasan el tamiz de menor apertura.
- Colocar la torre de tamices en la tamizadora o equipo vibrador.
- Colocar la muestra en la torre de tamices.
- Extraer en recipientes el material retenido en cada tamiz con ayuda de brochas/pinceles.
- Pesar retenido en cada tamiz
- Realizar cálculos.

Tipo: FÍSICO

Aparatos , Materiales y Reactivos Generales:

- Balanza Analítica.
- Torre de Tamices
- Tamizadora
- Espátulas/palas
- Brochas/pinceles

