



UNIVERSIDAD
DE PIURA

REPOSITORIO INSTITUCIONAL
PIRHUA

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS PARA SUELOS Y AGREGADOS DE CONSTRUCCIÓN

Héctor Salvador-Jara

Piura, septiembre de 2014

Facultad de Ingeniería

Área departamental de Ingeniería Industrial y de Sistemas

Salvador, H. (2014). *Manual de procedimientos analíticos para suelos y agregados de construcción* (Tesis de pregrado no publicado en Ingeniería Industrial y de Sistemas). Universidad de Piura. Facultad de Ingeniería. Programa Académico de Ingeniería Industrial y de Sistemas. Piura, Perú.

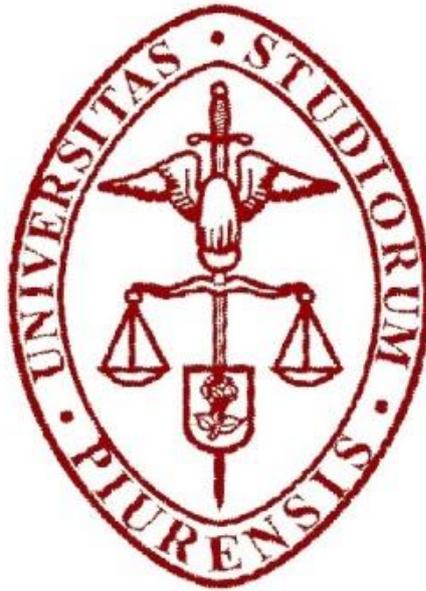


Esta obra está bajo una [licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-SinDerivadas 2.5 Perú](#)

[Repositorio institucional PIRHUA – Universidad de Piura](#)

UNIVERSIDAD DE PIURA

FACULTAD DE INGENIERÍA



**“MANUAL DE PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS PARA SUELOS Y
AGREGADOS DE CONSTRUCCIÓN”**

**Tesis para optar el Título de
Ingeniero Industrial y de Sistemas**

Héctor Walter Salvador Jara

Asesora: Dra. Ing. Fabiola Ubillús Albán

Piura, setiembre 2014

A mis padres,
quienes me impulsan cada día a ser mejor.

PRÓLOGO

En los últimos años se ha registrado un importante incremento en el sector construcción, y la región Piura no ha sido una excepción. Tanto el gobierno central, como los gobiernos regionales y municipales han emprendido grandes obras civiles viales, de saneamiento y de irrigación. El sector privado ha contribuido con obras en el campo industrial e inmobiliario. En definitiva, en los últimos años el sector construcción se ha convertido en una de las principales ruedas de nuestra economía. En la región Piura predominan las construcciones de material noble (49,3 % en 2010).

Para garantizar la calidad de estas obras es importante usar materiales de calidad adecuada y edificar sobre suelos apropiados. Esto se consigue, entre otras cosas, a través de los análisis de suelos de construcción y el control de calidad de los agregados utilizados en la fabricación de concreto y morteros. Este control de calidad pasa por evaluar los parámetros de calidad mediante procedimientos normalizados.

Actualmente existen en la región tres laboratorios acreditados, Certificaciones del Perú S.A. – CERPER, Petróleos del Perú – PETROPERÚ S.A. y SGS del Perú S.A.C, pero ninguno de ellos realiza este tipo de ensayos en suelos y agregados de construcción.

En la norma técnica peruana NTP 17025 se establecen los requisitos generales para la competencia técnica para la acreditación de ensayos de laboratorio, dentro de los cuales está el de establecer y mantener procedimientos apropiados para todos los ensayos dentro de su alcance. Estos procedimientos deben estar documentados y al alcance del personal técnico involucrado.

Surge así la necesidad, en el Laboratorio de Química de la Universidad de Piura, de documentar los procedimientos de análisis de suelos y agregados de construcción, como parte del proceso de mejora de la calidad. Estos procedimientos han sido redactados de acuerdo a las normas técnicas peruanas vigentes, adecuadas a los recursos materiales del laboratorio. Junto con los procedimientos se determinaron los tiempos de ejecución de cada análisis, con el fin de optimizar los procesos y sus costos.

Agradezco a todas las personas que hicieron posible el desarrollo de este trabajo: al Dr. José Luis Barranzuela por su orientación en la definición y alcances del estudio; a mi asesora, Dra. Fabiola Ubillús Albán, por la confianza y apoyo en la realización de la presente tesis, así como al personal técnico del Laboratorio de Química de la Universidad de Piura por las facilidades y el tiempo brindado durante la etapa de recopilación de información.

Índice

PRÓLOGO.....	i
Introducción	1
Capítulo 1. Situación actual del Laboratorio de Servicios a Terceros	3
1.1. Reseña histórica	3
1.2. Servicios que brinda.....	5
1.3. Distribución física del laboratorio	5
1.4. Personal	5
1.5. Recursos.....	6
1.6. Procedimiento de trabajo	6
1.7. Acreditación.....	8
Capítulo 2. Marco teórico: Análisis de agregados y suelos para la construcción.....	11
2.1. Agregados	11
2.1.1. Clasificación	11
2.1.2. Propiedades del agregado.....	12
2.1.3. Funciones del agregado.....	13
2.2. Suelos	14
2.2.1. Sistemas de clasificación	14
2.2.2. Tipos de suelo	14
2.3. Fundamento teórico de los análisis de suelos y agregados	15
2.3.1. Determinación de cloruros.	15
2.3.2. Determinación de sulfatos.....	16
2.3.3. Determinación de impurezas orgánicas.....	16
2.3.4. Determinación de sales solubles	16
2.3.5. Determinación de carbón y lignito	17
2.3.6. Determinación de reactividad álcali- sílice.	17
Capítulo 3. Parte experimental	19

3.1.	Introducción	19
3.2.	Diagramas de flujo de operaciones	19
3.3.	Duración de las actividades.....	44
3.4.	Diagramas de Gantt.....	54
Capítulo 4.....		65
Discusión de resultados		65
Conclusiones		75
Bibliografía		77
Anexos		79
Anexo A		81
Anexo B		89
Anexo C		91
Anexo D		93
Anexo E		98

Introducción

Desde hace algunos años vivimos en el Perú el *boom* de la construcción. Se inició en Lima y luego se expandió a provincias, siendo las del norte del país las que han mostrado un mayor crecimiento en el ramo, sobre todo en el sector vivienda, que se estima se mantendrá en el corto y mediano plazo. En la actualidad hay una creciente oferta de viviendas en nuestra ciudad, destinada a diferentes grupos socio-económicos, como podemos ver en la promoción de varios conjuntos habitacionales que se hace en los medios de comunicación locales.

La calidad de una construcción depende, además de un buen diseño técnico, principalmente de los materiales utilizados, y la única forma de saber si los materiales son o no adecuados es determinando sus características físico-químicas mediante ensayos normalizados.

Desde hace más de 30 años el Laboratorio de Química de la Universidad de Piura brinda el servicio de ensayos físico-químicos en diferentes tipos de muestras, entre las cuales se encuentran las de suelos y agregados de construcción.

Con el fin de mejorar la calidad de los servicios brindados, el laboratorio está en el proceso de adecuación para la acreditación de sus servicios de análisis en estos materiales. Para lograr este propósito se hace necesario contar con un manual de gestión y manuales técnicos. Dentro de estos últimos se hacen indispensables los instructivos de procedimientos analíticos.

De esta necesidad surge la idea de plasmar en esta tesis el estudio de cada uno de los métodos de ensayo, limitándola a los ensayos de cloruros, sulfatos y sales solubles en suelos y agregados de construcción, así como a la reactividad alcalina, porcentaje de carbón y lignito e impurezas orgánicas en agregados de construcción. Como objetivo se busca elaborar los diagramas de flujo de los distintos ensayos, el estudio de tiempos en las distintas operaciones que implica cada uno de los ensayos, las especificaciones de cada uno de los materiales e instrumentos. Todo ello formará parte del manual que estará a disposición del personal técnico, facilitándole la tarea de ejecución de los ensayos y asegurando que no habrá variación en el procedimiento entre un ensayo y otro ni entre un operario y otro.

Para tal fin, el trabajo de tesis ha sido dividido en cuatro capítulos. En el primer capítulo se hace una descripción de la situación actual en la que se encuentra el Laboratorio de Química y las razones por la cual es necesaria la elaboración de los manuales de

procedimientos de ensayo, también se hace mención de manera resumida los inicios del Laboratorio de Química, el personal y los recursos con que cuenta actualmente para su funcionamiento.

En el segundo capítulo se describen los conceptos de agregados y suelos y el fundamento en el que se basan los análisis físico-químicos de suelos y agregados, obtenidos básicamente de las normas técnicas utilizadas.

En el tercer capítulo se describe las herramientas utilizadas para realizar los manuales de procedimiento como son el diagrama de Gantt y los diagramas de flujo para describir los pasos de las operaciones en los análisis que se realizan. Además se procesaron los tiempos requeridos para cada operación y se resumieron en cuadros de tiempos de ejecución.

Finalmente en el cuarto capítulo se hace un análisis de los tiempos y de los procedimientos desarrollados en el laboratorio para el análisis de suelos y agregados. Se identifican aquellas operaciones que requieren más tiempo y se sugiere cómo mejorarlas. Igualmente se describen y explican las diferencias encontradas entre los procedimientos que realizan el personal técnico del laboratorio y la norma.

Se obtiene como resultado un primer manual de procedimientos técnicos que es de inmediata aplicación en el trabajo de análisis de suelos y agregados de construcción, que contribuirá a mejorar la calidad de los resultados de los servicios analíticos en cuestión. Este primer manual podrá ser mejorado y complementado en el futuro, tal como ocurre con todo manual de procedimientos.

Capítulo 1

Situación actual del Laboratorio de Servicios a Terceros

1.1. Reseña histórica

En el año 1969, el actual Monseñor Juan Antonio Ugarte, ingeniero químico y primer docente de química de la Facultad de Ingeniería, fundó el Laboratorio de Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Piura, cuyo primer local fue el aula 111 del Edificio Principal (Figura 1), que en 1971 se acondicionó para tal fin.

Este ambiente era una pequeña sala, que quedó a cargo del Dr. Pablo Pérez con el apoyo del Ing. Quím. Enrico Mariuz, voluntario italiano. Posteriormente, cuando en 1990 el laboratorio se trasladó a su ubicación actual, en este lugar funcionó la oficina de servicios administrativos. Actualmente este ambiente ya no existe; en su lugar hay ahora el pasillo que sirve de nexo entre el edificio principal y la Escuela Tecnológica Superior.



Figura 1. Laboratorio de química ubicado en el edificio principal
Fuente: Archivo fotográfico del Laboratorio de Química. UDEP.

En el año 1973 se retira el Ing. E. Mariuz y llega a prestar su colaboración el Ing. Quím. italiano Gabrielli.

Durante los años 1972 y 1973 los primeros universitarios que prestaron ayuda como ayudantes de práctica fueron los hoy ingenieros industriales Wilfredo Amayo y Pío Juárez. Entre 1974 y 1976 las ayudantes de prácticas fueron las hoy ingenieras industriales Ana María Vergara, Iris Wilson y Betty Jiménez, quienes se hicieron cargo del Laboratorio entre 1977 y 1983, responsabilidad que fueron alternando con estudios de postgrado en el extranjero.

En el año 1983 se incorporan los ingenieros industriales José Luis Barranzuela, Fabiola Ubillús, Nora Grados y Maricarmen Barreto. En 1984 se incorpora la Ing. Maritza Gauthier.

Fue en el año de 1986 donde se realizó una ampliación hacia la parte posterior del aula 111 (lo que actualmente es el aula 107). Ese mismo año se incorpora el Ing. Gastón Cruz y en 1987 el Bach. Jorge Clavijo.

En 1989, con la colaboración económica de la empresa minera Southern Perú Copper Corporation, se inició la construcción de la primera planta del actual edificio para el área de Química, la obra concluyó en 1990. También en este año se incorpora la Ingeniera Rosaura Vásquez, en 1991 la Dra. en Microbiología Edda Guerra y en 1993 se reincorpora la Ingeniera Ana María Vergara.

En 1994 con la colaboración económica del Gobierno Regional de Piura, se inició la construcción de la segunda planta, la cual concluyó en 1995 (Figura 2).



Figura 2. Actual edificio de química donde se encuentra el laboratorio y oficinas.
Fuente: Archivo fotográfico del Laboratorio de Química. UDEP.

En el año de 1994 hubo cambios en la organización de la Facultad de Ingeniería, y es a partir de ese año el Laboratorio de Química pasó a formar parte de la “Sección de Análisis y Procesos Industriales” de la Facultad de Ingeniería.

En el año 2012 hay un nuevo ordenamiento en la Facultad de Ingeniería y el Laboratorio de Química es adscrito al “Área Departamental de Ciencias Básicas – Sección Química” [1].

1.2. Servicios que brinda

La tarea prioritaria del laboratorio es la de complementar la actividad docente en las asignaturas de química. El Laboratorio de Química es un importante soporte didáctico en dicha materia impartida a los alumnos de los tres programas que brinda la Facultad de Ingeniería, tanto para un mejor entendimiento de los diferentes temas de las asignaturas de química como para distintas tareas que desarrollan los alumnos en otras materias pero que también tienen algún componente de esta ciencia básica.

Otra tarea que se realiza en el Laboratorio de Química es la investigación por parte de los profesionales del Área Departamental de Ciencias Básicas, principalmente en temas de interés para la región. En este laboratorio se han desarrollado a lo largo de su existencia como tal muchos trabajos de caracterización de diversos recursos naturales de la región como: minerales no metálicos de la zona de Bayóvar, fruto del algarrobo con miras a su industrialización, aceite esencial de limón, etc. Son 97 tesis de licenciatura y 28 tesis de grado académico de bachiller (“tesinas”) vinculadas a la química desarrolladas hasta la fecha en el área de química y registradas en la Biblioteca Central de UDEP.

Por último, como extensión a la comunidad, o propiamente servicios a terceros, se brindan servicios de análisis químicos a las diferentes empresas de la región que envían sus muestras de materias primas o productos terminados para análisis o mediciones en distintos ensayos físico-químicos. Los ensayos físico-químicos que el Laboratorio de Química ofrece a sus clientes se han agrupado de acuerdo al tipo de producto a analizar (suelos, agregados, agua, alimentos, etc.) y se detallan en el Anexo A.

1.3. Distribución física del laboratorio

El edificio de Química cuenta con tres áreas diferenciadas ubicadas en el primer piso destinadas a las tareas del laboratorio.

Presenta un ambiente de 150 m² destinado a laboratorio de didáctica donde se realizan los ensayos experimentales que complementan las enseñanzas de los cursos de Química General 1 y Química General 2. Otro ambiente de 100 m² implementado para química analítica donde se realizan de servicios de análisis físico-químicos a terceros; cuenta con un espacio de almacén de materiales y reactivos de 25 m². El tercer ambiente de 160 m² está destinado a equipos e instrumentos, una pequeña biblioteca especializada, oficina para profesores y para un asistente administrativo.

Podemos observar el plano de distribución en el Anexo C.

1.4. Personal

El área de servicios a terceros cuenta con el personal suficiente y capacitado para ejecutar correctamente los procedimientos analíticos descritos por las normas técnicas.

A continuación se describe el personal del área de servicios a terceros:

Jefe de Laboratorio	: Dr. Ing. José L. Barranzuela Queneche.
Jefe Técnico	: Dra. Ing ^a . Fabiola del Rosario Ubillús Albán.
Técnico de Laboratorio	: Tca. Sra. Janet Ramírez Quezada.
Asistente Administrativa	: Anal. Sist. Srta. Dalila Graciela Urizar González.

El personal antes mencionado cuenta con la experiencia y conocimientos necesarios para desempeñar sus funciones de manera eficiente y, por tanto, brindar un servicio de confianza a los clientes que requieran servicios analíticos o de consultoría.

1.5. Recursos

El Laboratorio de Química cuenta con los materiales necesarios para realizar su labor. El material de vidrio de uso común en un laboratorio de química, el material volumétrico de clases A y B según exijan las normas analíticas aplicadas reúnen las características idóneas para el trabajo que se realiza. Los materiales de clase A/AS (se encuentran dentro de los límites de error del volumen fijados por las normas DIN e ISO) y B (se encuentra dentro del doble de los límites del error de la clase A/AS), son los más adecuados para medidas volumétricas. Entre los materiales de vidrio podemos nombrar: vasos de precipitado, pipetas graduadas y volumétricas, buretas, matraces, refrigerantes, tubos de ensayo, conexiones, etc.

También cuenta con los accesorios que sirven de ayuda para un correcto uso de los materiales de vidrio como son las pinzas simples y dobles para buretas, soporte universal, pera de goma o pipeteadores, gradillas. Y con todos los materiales exigidos por las normas para la ejecución de los ensayos materia del presente estudio.

El laboratorio cuenta con más de 500 reactivos: ácidos, bases, indicadores, sales, solventes, etc., los cuales se almacenan en un lugar específico (almacén de reactivos).

Finalmente el laboratorio cuenta con el equipamiento básico para medir todo los parámetros indicados en la relación de servicios presentados en el Anexo A. La relación de dichos equipos se incluye en el Anexo B.

1.6. Procedimiento de trabajo

Las muestras que traen los clientes son recibidas por la asistente administrativa quien cotiza el servicio, de manera verbal o escrita según requiera el cliente. Si el cliente está de acuerdo, se genera una solicitud de servicio que el solicitante y el laboratorio suscriben a modo de contrato.

Posteriormente la asistente administrativa registra el trabajo a realizar, codifica las muestras y las ingresa al laboratorio con la hoja de ensayo de laboratorio o bitácora en la que se detalla el trabajo a realizar.

El personal técnico se encarga de realizar los análisis solicitados y anota los resultados de las mediciones en la hoja de ensayo de laboratorio (bitácora) y las transcribe a una hoja de cálculo para obtener los resultados a reportar al cliente.

A continuación se imprimen los resultados de la hoja de cálculo los cuales son revisados por el jefe técnico del laboratorio, quien da la conformidad de los mismos. Luego, la asistente administrativa elabora un borrador de informe final con los resultados al cliente, que es revisado y suscrito por el jefe del laboratorio para finalmente ser entregado al cliente. En la Figura 3 se presenta un diagrama de operaciones de este procedimiento.

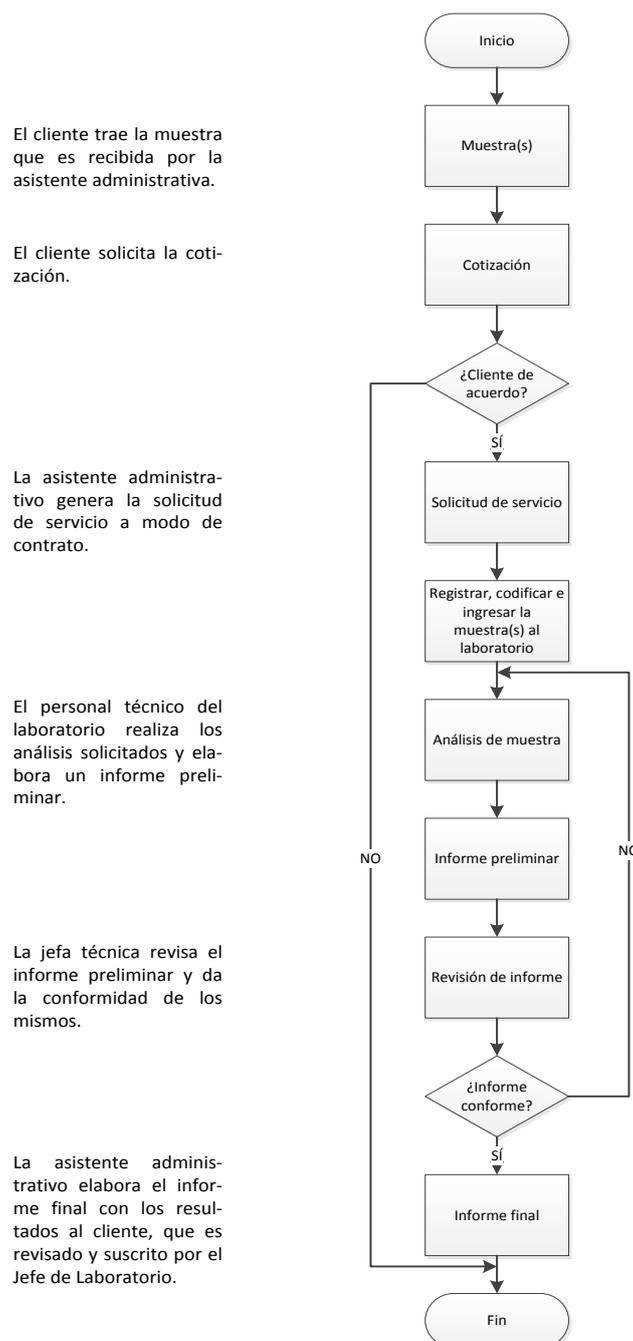


Figura. 3. Diagrama de operaciones del procedimiento de trabajo en el laboratorio de servicios a terceros.

Fuente: Elaboración propia.

1.7. Acreditación

La acreditación de laboratorios según la norma internacional ISO/IEC 17025 se utiliza para evaluar laboratorios en todo el mundo. Esta acreditación permite determinar las competencias de un laboratorio para realizar determinados tipos de ensayos, mediciones y calibraciones [2]. De esta manera los clientes pueden identificar y seleccionar servicios confiables de pruebas, medición y calibración.

Para mantener este reconocimiento, los laboratorios son re-evaluados regularmente por un organismo acreditador para asegurar el cumplimiento continuo de los procesos y para cerciorarse que mantenga sus estándares de calidad en la operación. [3]

En la actualidad el Perú cuenta con 55 laboratorios acreditados en los diferentes campos de ensayos: acústicos y de vibración, biológicos, microbiológicos, bioquímicos, químicos, físicos, eléctricos y electrónicos, de radiación ionizante, mecánicos, no destructivos, térmicos y sensoriales.

En Piura contamos con tres laboratorios acreditados:

- Certificaciones del Perú S.A. (CERPER), que solo realiza ensayos microbiológicos;
- Petróleos del Perú – Petroperú S.A. (Gerencia de Operaciones Talara), que realiza ensayos físico-químicos en hidrocarburos;
- SGS del Perú S.A.C. con sede central en Lima y una sucursal localizada en la ciudad de Paita, que cuenta con un laboratorio equipado para realizar ensayos físico-organolépticos a productos hidrobiológicos y conservas de pescado.

Podemos afirmar, por tanto, que en la ciudad de Piura no se cuenta con un laboratorio acreditado en análisis de suelos y agregados para construcción. En el Perú solo existen trece empresas acreditadas para realizar estos análisis, de las cuales dos están acreditadas en agregados y once en suelos; entre estas últimas varias están acreditadas para el estudio de la contaminación de los suelos o análisis de suelos agrícolas pero no para complementar los estudios de mecánica de suelos.

Si bien las leyes actuales no exigen ensayos acreditados en suelos y agregados de construcción, deberían existir laboratorios que den las garantías de su competencia y de su confiabilidad en este tipo de ensayos, exigidos en las obras civiles en general.

Como parte del proceso de implementación de un sistema de gestión de calidad que persigue una futura acreditación, el Laboratorio de Química realizó un ordenamiento de sus ambientes utilizando para ello el método de las 5S, el cual le permitió identificar materiales innecesarios en el laboratorio. Se dio de baja a varios equipos que estaban obsoletos y no operativos y se guardaron en el almacén general de la universidad otros equipos que no se utilizaban en las tareas habituales del laboratorio. Esta liberación de espacio permite una mejor distribución de los equipos para las tareas que se realizan. Todo ello permitirá organizar y mejorar la calidad de los procesos, desarrollar una ventaja competitiva frente a sus competidores y afianzar la relación comercial con sus clientes. A ello contribuirá el desarrollo de instructivos en los cuales se definan los procedimientos, a fin de garantizar los resultados de los análisis, en este caso de suelos y agregados para la construcción.

Como parte de este proceso y del objetivo de esta tesis se encuentra la redacción de los manuales de procedimientos de análisis de suelos y agregados de construcción que forma parte del procedimiento de implementación de un sistema de gestión de calidad en el

Laboratorio de Química. Los manuales han sido redactados conforme a las normas NTP y ASTM y adaptados a los materiales con los que se cuenta en el Laboratorio de Química.

Dentro de los beneficios que le confiere la acreditación al laboratorio podemos destacar los siguientes [3]:

- Mejora en la calidad de los resultados, pues permite al laboratorio determinar si está realizando su trabajo correctamente y de acuerdo a las normas apropiadas.
- Compromiso de todo el personal del laboratorio con el cumplimiento de los requisitos de los clientes.
- Mejora continua del trabajo de laboratorio.
- Desarrollo continuo de las competencias del personal a través de planes de formación y de evaluación de la eficacia de los mismos.
- Mejora de la imagen e incremento de la confianza y satisfacción de los clientes.
- Incremento de la productividad del laboratorio asociada a:
 - Clara identificación y revisión de los requisitos de los clientes.
 - Normas y documentación actualizada y rápidamente accesible.
- Disminución de los errores.
- Disminución de las quejas y reclamos de los clientes. [3]

Capítulo 2

Marco teórico.

2.1. Agregados

Conjunto de partículas de origen natural o artificial, que pueden ser tratados o elaborados y cuyas dimensiones están comprendidas entre los límites fijados por la norma NTP 400.011. Se les llama también áridos [4].

Los agregados son materiales constituyentes del concreto hasta en un 75 % en volumen. .

2.1.1. Clasificación

Según la norma NTP 400.011 “AGREGADOS. Definición y clasificación de agregados para uso de morteros y hormigones”, clasifica los agregados de la siguiente manera:

2.1.1.1. Por su composición granulométrica

Los requisitos de granulometría de los agregados serán establecidos en la NTP 400.012. Para el agregado fino se utilizará el tamiz de 150 μm (N° 100) hasta 4,75 mm (N° 4) y para el agregado grueso del tamiz de 9,5 mm (3/8”) hasta 100,0 mm (4”).

2.1.1.2. Por su densidad

Los agregados por su densidad se clasifican en **livianos**, los cuales son utilizados en el concreto como aislante térmico, estructural y en unidades de albañilería. Los agregados **pesados** son utilizados para la elaboración de concreto de protección reactiva. Entre ellos podemos encontrar los agregados minerales naturales de alta densidad o alto contenido de agua, los agregados sintéticos y los agregados finos consistentes de arena natural o manufacturada.

2.1.1.3. Por su constitución mineralógica

- Minerales de sílice
- Feldespatos
- Carbonatos
- Sulfatos
- Minerales de sulfuro de hierro
- Óxido de hierro

- Rocas ígneas
- Rocas sedimentarias
- Rocas metamórficas

2.1.1.4. Por la forma

- Redondeados
- Irregulares
- Laminares
- Angulares
- Alargados

2.1.1.5. Por la textura

- Vidrioso
- Liso
- Granuloso
- Rugoso
- Cristalino
- Panal de abeja

2.1.1.6. Otras

Podemos mencionar otras clasificaciones que no están descritas en esta norma:

Por su naturaleza

a) **Naturales:** provenientes de la desintegración de rocas podemos encontrar los agregados finos y gruesos.

b) **Artificiales:** son agregados fabricados a base de polímeros, patentado por la “*Société des Agregats Artificiels*” localizado en Paris, Francia. Este agregado está pensado para aligerar el concreto y aumentar sus propiedades aislantes.

Por el tamaño

a) **Agregado fino:** agregado artificial de rocas y piedras proveniente de la disgregación natural o artificial, que pasa por el tamiz normalizado de 9,5 mm (3/8”) y que cumple con los límites establecidos en la NTP 400.037 [4].

b) **Agregado grueso:** agregado retenido en el tamiz normalizado de 4,75 mm (N° 4) que cumple los límites establecidos en la NTP 400.037, proveniente de la disgregación natural o artificial de la roca [4].

2.1.2. Propiedades del agregado

2.1.2.1. Propiedades físicas

a) **Densidad:** la densidad es una propiedad física de los agregados y está definida por la relación entre el peso y el volumen. La densidad de los agregados depende tanto de la gravedad específica de sus constituyentes sólidas como de la porosidad del material mismo. Importante para los casos en que se busca diseñar concretos de alto o bajo peso unitario.

b) Porosidad: la palabra ‘poro’ define el espacio no ocupado por materia sólida en la partícula de agregado. Es una propiedad importante debido a su influencia sobre otras propiedades como la estabilidad química, resistencia a la abrasión, resistencia mecánica, propiedades elásticas, gravedad específica, absorción y permeabilidad de las partículas [5].

c) Peso unitario: resultado de dividir el peso de las partículas entre el volumen total incluyendo los vacíos conforme a lo establecido en la NTP 400.017.

d) Porcentaje de vacíos: es la medida de volumen expresado en porcentaje de los espacios entre las partículas de agregado. Se evalúa usando la norma técnica ASTM C 29.

e) Humedad: cantidad de agua superficial retenida por la partícula.

2.1.2.2. Propiedades mecánicas

a) Resistencia: depende de su composición, textura y estructura. La resistencia del concreto no puede ser mayor que la de los agregados.

b) Tenacidad: característica relacionada con la resistencia al impacto del material.

c) Dureza: resistencia del agregado al desgaste.

d) Módulo de elasticidad: medida de la resistencia del material a las deformaciones.

2.1.2.3. Propiedades térmicas

a) Coeficiente de expansión: capacidad de variación de las dimensiones de los agregados en función de la temperatura.

b) Calor específico: cantidad de calor necesario para aumentar la temperatura de la unidad de masa, 1 grado (centígrado o Kelvin).

c) Conductividad térmica: facilidad para conducir el calor, influenciada básicamente por la porosidad del agregado.

d) Difusividad: velocidad con la que se producen cambios de temperatura dentro de una masa.

2.1.2.4. Propiedades químicas

a) Reacción álcali-sílice: propiedad por la que los álcalis del cemento reaccionan con ciertos minerales (sílice) para formar un gel expansivo en ciertas condiciones de humedad y temperatura.

b) Reacción álcali-carbonatos: se produce por la reacción de los carbonatos presentes en los agregados generando sustancias expansivas.

2.1.3. Funciones del agregado

Como parte del concreto, el agregado cumple con las siguientes funciones:

- Al ser relleno de la pasta (cemento más agua), reduce el contenido de pasta por unidad de volumen (m^3).
- Proporciona al concreto las partículas capaces de resistir las acciones mecánicas o de desgaste que puedan actuar sobre el concreto.

- Reduce los cambios del volumen resultantes de los procesos de fraguado y endurecimiento de la pasta [6].

2.2. Suelos

El término “suelo” tiene diferentes significados en diferentes campos científicos. Deriva del latín *solum*. Para un científico agrícola significa “el material suelto sobre la corteza terrestre consistente en roca desintegrada con una mezcla de materia orgánica, la cual soporta la vida vegetal”. Para un geólogo significa “el material de roca desintegrada el cual no ha sido transportado de su lugar de origen”. Pero, para un ingeniero civil, el término “suelo” significa “el material inorgánico no consolidado suelto en la corteza terrestre producido por la desintegración de rocas, sobrepuesto a roca dura con o sin materia orgánica”. Todas las cimentaciones de las estructuras se ponen sobre o en tales suelos, razón por la cual es de interés para la ingeniería civil conocer su comportamiento [7].

2.2.1. Sistemas de clasificación

Existen diferentes sistemas para clasificar los suelos estos basándose en las propiedades como son la granulometría y la plasticidad. A continuación se describirá de manera resumida en que consiste cada uno de estos sistemas.

2.2.1.1. Sistema unificado SUCS

Sus siglas significan “Sistema Unificado de Clasificación de Suelos” y es el sistema más usado por los ingenieros en Estados Unidos de América. Elaborado por Arthur Casagrande para el cuerpo de ingenieros del ejército de los E.U. en 1969. Este sistema fue adoptado por la *American Society for Testing and Materials* como método estándar de clasificación de suelos para obras de ingeniería, designado con la norma ASTM D – 2487 [8].

2.2.1.2. Sistema de clasificación AASHTO

Sus siglas corresponden a “*American Association of State Highway and Transportation Officials*”; es uno de los primeros sistemas de clasificación de suelos de construcción y fue creado para evaluar los suelos sobre los cuales se construían las carreteras, es así como nace en 1945 el sistema AASHO (*American Association of State Highway and Officials*), el cual ha derivado en la actualidad como AASHTO [9].

2.2.1.3. Sistema BS (*British Standards*)

Es el sistema de clasificación de suelos empleado en Gran Bretaña. Se basa también en el Sistema Unificado, con ligeras descripciones de grava y arena introducidas con la finalidad de conservar el sentido de otros estándares británicos [8].

2.2.2. Tipos de suelo

Los diferentes tipos de suelo que generalmente se encuentran son los siguientes:

2.2.2.1. Gravas

Son partículas de roca que pasan el tamiz de 75 mm (3”) y son retenidos en el tamiz de 4,75 mm (N° 4).

2.2.2.2. Arena

Son partículas de roca que pasan el tamiz de 4,75 mm (N° 4) y son retenidos en el tamiz de 75 µm (N° 200).

2.2.2.3. Arcilla

Es el suelo que pasa por el tamiz de 75 µm (N° 200) que puede exhibir plasticidad dentro de un rango de contenidos de humedad, y que exhibe considerable resistencia cuando se encuentra seca al aire.

2.2.2.4. Limo

Es la porción de suelo no plástico o ligeramente plástico que pasa el tamiz de 75 µm (N° 200), y que exhibe poca o ninguna resistencia cuando se encuentra seca al aire.

2.2.2.5. Arcilla orgánica

Es una arcilla con suficiente contenido orgánico para influir en las propiedades del suelo.

2.2.2.6. Limo orgánico

Es un limo con suficiente contenido orgánico para influir en las propiedades del suelo.

2.2.2.7. Turba

Es un suelo compuesto principalmente de materiales vegetales en varias fases de descomposición, usualmente con un olor característico, un color marrón oscuro a negro, con una consistencia esponjosa y una textura que varía de fibrosa a amorfa [10].

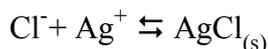
2.3. Fundamento teórico de los análisis de suelos y agregados de construcción

2.3.1. Determinación de cloruros

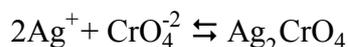
El análisis se realiza sobre una alícuota de un extracto acuoso del suelo o del agregado que contiene cloruros y otras sales solubles. Se añade a la solución 1 mL de cromato de potasio como indicador y se titula con nitrato de plata hasta que el precipitado blanco de cloruro de plata, AgCl, se tiñe de color rojo debido a la precipitación de cromato de plata, Ag₂CrO₄.

2.3.1.1. Fundamento teórico

En las primeras etapas de la titulación se forma el cloruro de plata debido a la elevada concentración de iones cloruro presente en la solución:



A medida que se acerca el punto de equivalencia, la concentración de iones cloruro disminuye y la concentración de iones plata aumenta. En el punto de equivalencia exacto las concentraciones de iones cloruro y plata van a ser las mismas, presencia de cromato de potasio la próxima adición de nitrato de plata es suficiente para formar una precipitación de cromato de plata:



Esto se debe a que el cromato de plata ($K_{ps} = 1,12 \times 10^{-12}$) es más soluble que el cloruro de plata ($K_{ps} = 1,77 \times 10^{-10}$) de modo que mientras haya presencia de iones cloruro no se formará el cromato de plata.

En la práctica se debe agregar un exceso de nitrato de plata para que sea perceptible el precipitado de color rojo del cromato de plata. El error de titulación se corrige determinando el blanco del indicador es decir determinando el volumen de solución de nitrato de plata requerido para obtener el precipitado color rojo [11].

2.3.2. Determinación de sulfatos

Este método se basa en la precipitación de sulfato de bario que es escasamente soluble; consiste en agregar lentamente una solución diluida de cloruro de bario en una solución caliente de sulfato ligeramente acidificada con ácido nítrico.

El precipitado se filtra, se lava cuidadosamente con agua caliente y se calcina para finalmente pesar el sulfato de bario.

2.3.2.1. Fundamento teórico

Una primera parte de este análisis se realiza a una temperatura elevada debido a que la sobresaturación relativa disminuye. La solubilidad del sulfato de bario aumenta pero no considerablemente (de 2,2 mg/L a 3,9 mg/L); en cualquier caso el efecto del ión común reduce la solubilidad y la influencia de la temperatura es muy pequeña.

El análisis se realiza en medio ácido para evitar la formación de sales de bario, además porque el precipitado que se obtiene está formado por cristales más grandes y por lo tanto más fácil de filtrar y disminuir la coprecipitación.

2.3.3. Determinación de impurezas orgánicas

El análisis consiste en preparar la muestra y agregar a un frasco calibrado hasta un volumen de 130 mL luego adicionar una solución de NaOH hasta un volumen de 200 mL o hasta donde indique el frasco graduado, agitar y dejar reposar por 24 horas.

Al final se compara el color del líquido sobrenadante en el frasco con el color estándar (dicromato de potasio), determinando cualitativamente la presencia de impurezas orgánicas.

2.3.3.1. Fundamento teórico

Durante el tiempo que se deja en reposo la soda cáustica (NaOH) reacciona con los compuestos orgánicos presentes en la muestra, de tal manera que estos se oxidan y por ende cambian el color de la solución en la cual está inmersa la muestra.

2.3.4. Determinación de sales solubles

Se prepara un extracto acuoso agitando por una hora una suspensión de la muestra en agua desionizada para disolver las sales presentes.

Luego se filtra y se procede a evaporar la solución hasta sequedad, sin llegar a ebullición. En el fondo del recipiente quedan los cristales de sal.

2.3.4.1. Fundamento teórico

En la primera parte del análisis se realiza la disolución de las sales presentes en la muestra.

Luego de filtrar se obtiene una solución homogénea que contiene sales disueltas.

Esta solución se lleva a evaporación, por lo tanto las concentraciones de las sales aumentan, disminuyendo su solubilidad y formando cristales que luego de la evaporación total del agua se posan en el fondo del recipiente.

2.3.5. Determinación de carbón y lignito

Este análisis consiste en separar las partículas livianas contenidas en un agregado por medio de flotación en un recipiente con cloruro de zinc (densidad 2 g/cm^3). Se vierte una cantidad específica de muestra en el medio de flotación, las partículas livianas que flotan en el líquido sobrenadante se separan por medio de una malla. Se lava la malla y se seca en estufa y finalmente se pesan las partículas de color negro y marrón oscuro.

2.3.5.1. Fundamento teórico

Este método consiste en separar las partículas livianas de las más pesadas por diferencia de densidades ya que al agregar el cloruro de zinc (densidad 2 g/cm^3) las partículas livianas flotan como es el caso del carbón, lignito y otras partículas, estas quedarán en la malla.

2.3.6. Determinación de reactividad álcali- sílice.

El análisis se realiza colocando una muestra de agregado, previamente tratada, en un contenedor de acero inoxidable con una solución de NaOH a baño maría por 24 horas. Luego se filtra y diluye a 200 mL la solución obtenida.

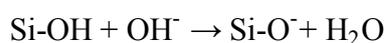
Para la determinación del álcali, la solución se titula con ácido clorhídrico (HCl) y para la determinación de sílice se transfiere una alícuota de la solución, se agrega HCl y se evapora hasta sequedad, luego se vuelve a agregar HCl y agua para digerir por 10 minutos la solución, finalmente se agrega agua, se filtra, se calcina y se pesa la cantidad de sílice disuelta en la solución.

2.3.6.1. Fundamento teórico.

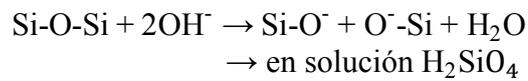
Una primera parte de esta reacción se da en el momento en que la muestra con el hidróxido de sodio se ponen a baño maría por 24 horas. Las reacciones que se producen son principalmente dos, y lo hacen simultáneamente:

- **Reacción 1:** Reacción ácido-base, neutralización de los grupos silanol (Si-OH) por la solución alcalina con soda cáustica $\text{NaOH} = \text{Na}^+ + \text{OH}^-$:

En primer lugar el grupo silanol reacciona con el OH^- , y da como producto Si-O^- , que al reaccionar con el Na^+ , produce un gel de silicato:



- **Reacción 2:** Ataque de los puentes de siloxano por la solución alcalina, lo que provoca una desintegración de la estructura y el paso de la sílice en solución al estado de iones positivos (H_2SiO_4).



Mirando la formulación de estas reacciones, podemos apreciar la importancia que tiene los iones OH^- en las mismas, porque para que se produzca es esencial la presencia de este ión.

Para que se dé la reacción álcali-sílice, es necesaria la presencia de sílice reactiva, álcalis sodio y potasio, y agua.

La reacción cesará cuando uno de los reactivos se consume o cuando la concentración de ion hidroxilo es tan baja que la sílice reactiva no es atacada [12].

Luego el álcali se determinará mediante la titulación de la solución con ácido clorhídrico para determinar la cantidad de soda que no se ha consumido durante la reacción ya antes descrita.

Para la determinación de la sílice disuelta esta se lleva a un medio ácido debido a que este medio favorece la deshidratación del SiO_2 y disminuye su solubilidad provocando su precipitación, por lo tanto durante este proceso se realiza una “doble deshidratación” del SiO_2 que luego es filtrado y lavado con agua para que finalmente sea calcinado obteniéndose la sílice.

Capítulo 3

Parte experimental

3.1. Introducción

Para poder redactar el manual de procedimientos técnicos de laboratorio se tuvo que estudiar cada una de las normas de ensayo así como los fundamentos en los que se basan. Las normas estudiadas son las siguientes:

- NTP 400.042 (2001). “AGREGADOS. Métodos de ensayo para la determinación cuantitativa de cloruros y sulfatos solubles en agua para agregados de hormigón (concreto).”
- NTP 339.177 (2002). “SUELOS. Método de ensayo para la determinación cuantitativa de cloruros solubles en suelos y agua subterránea.”
- NTP 339.178 (2002). “SUELOS. Método de ensayo para la determinación cuantitativa de sulfatos solubles en suelos y agua subterránea.”
- ASTM C 40 – 2004 “*Standard Test Method for Organic Impurities in Fine Aggregates for Concrete.*”
- ASTM C 123 – 2003 “*Standard Test Method for Lightweight Particles in Aggregate.*”
- ASTM C 289 – 2003 “*Standard Test Method for Potential Alkali-Silica Reactivity of Aggregates (Chemical Method).*”

Luego de haberse estudiado las diferentes normas se procedió a realizar los diagramas de operaciones de los diferentes análisis que se realizan en el laboratorio para suelos y agregados de acuerdo a las normas NTP y ASTM en las cuales están basados estos análisis.

3.2. Diagramas de flujo de operaciones

Cada diagrama de flujo ha sido organizado de tal manera que pueda ser leído fácilmente. Comenzando del lado izquierdo se muestran los reactivos e insumos requeridos en cada operación. En esa zona (izquierda) se colocan también notas consideradas de interés en cada determinación. Seguidamente, en la parte central va propiamente el diagrama de operaciones o diagrama de flujo, mientras que en la zona derecha de los diagramas se incluyen las cantidades y magnitudes involucradas (masas y/o volúmenes de reactivos e insumos, temperaturas, tiempos necesarios, etc.) así como los materiales y equipos requeridos en cada operación.

A continuación, en las Figuras 4 a 28 se incluyen los diagramas correspondientes a cada análisis de suelo (cloruro, sulfato, sales solubles) y agregados (cloruros, sulfatos, carbón y lignito, reactividad álcali-sílice, impurezas orgánicas).

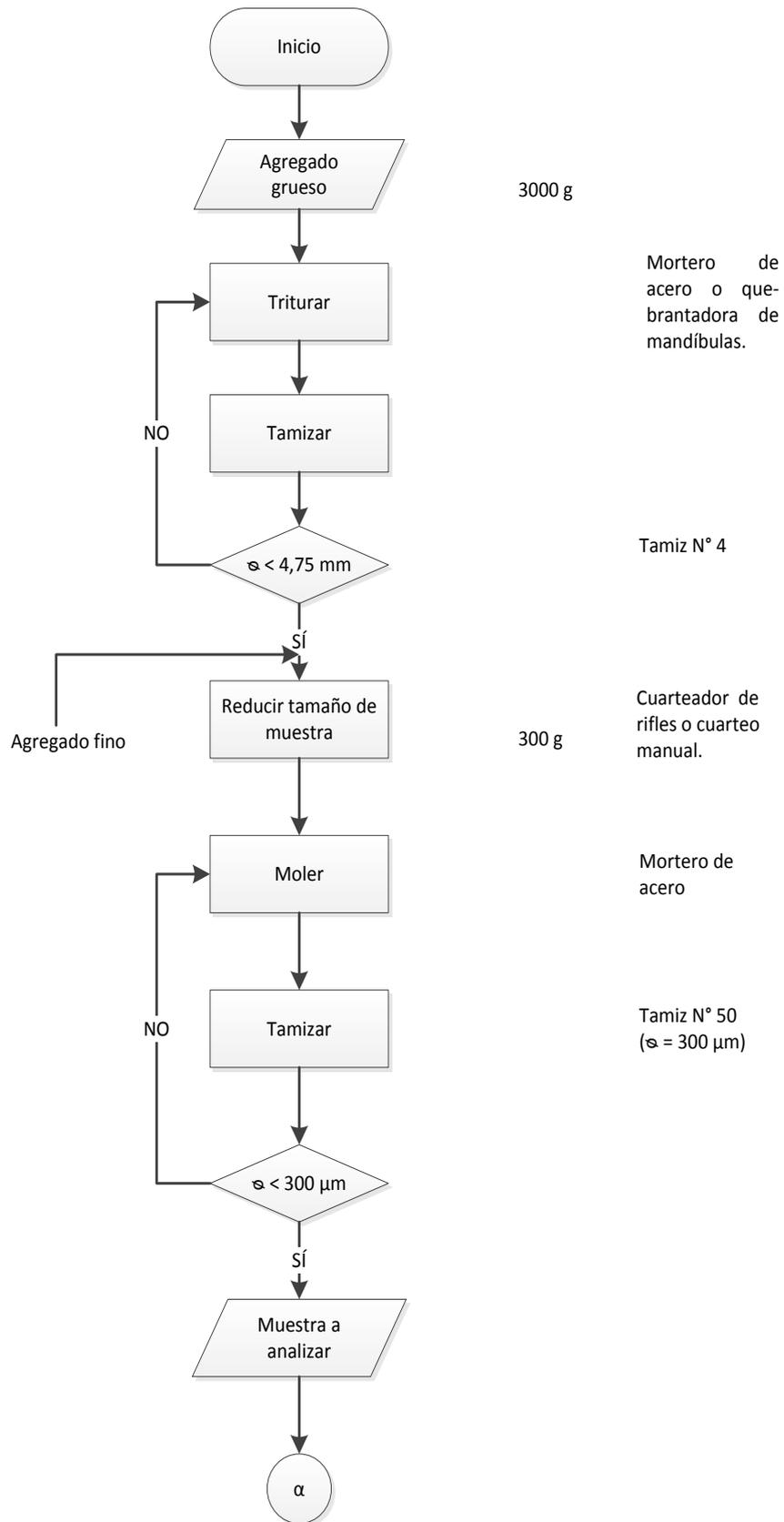


Figura 4. NTP 400.042 (2001). Agregados. Preparación de muestra para determinación de cloruros y sulfatos.

Fuente: Elaboración propia.

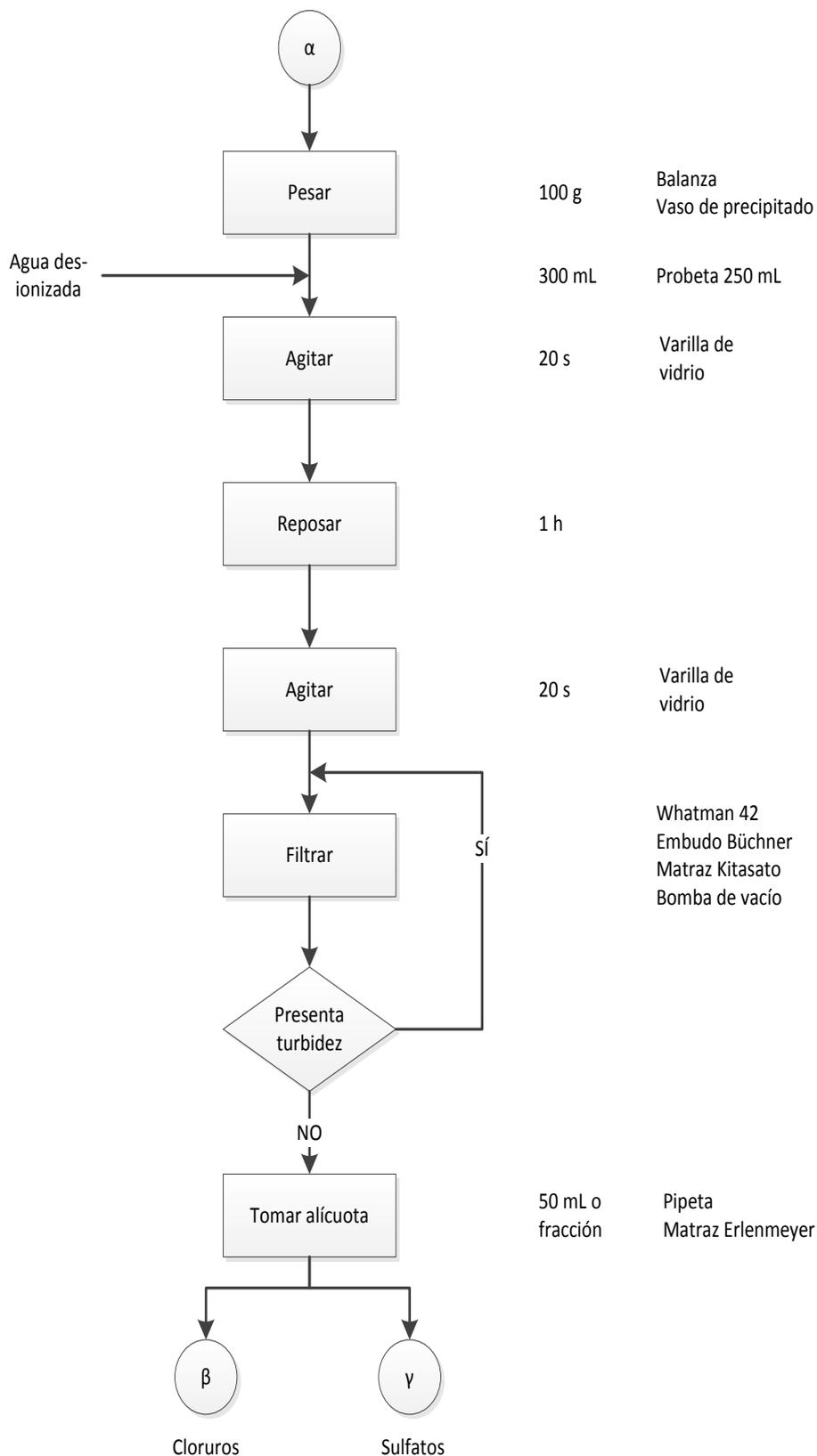


Figura 5. NTP 400.042 (2001). Agregados. Preparación de muestra para determinación de cloruros y sulfatos (continuación).
Fuente: Elaboración propia.

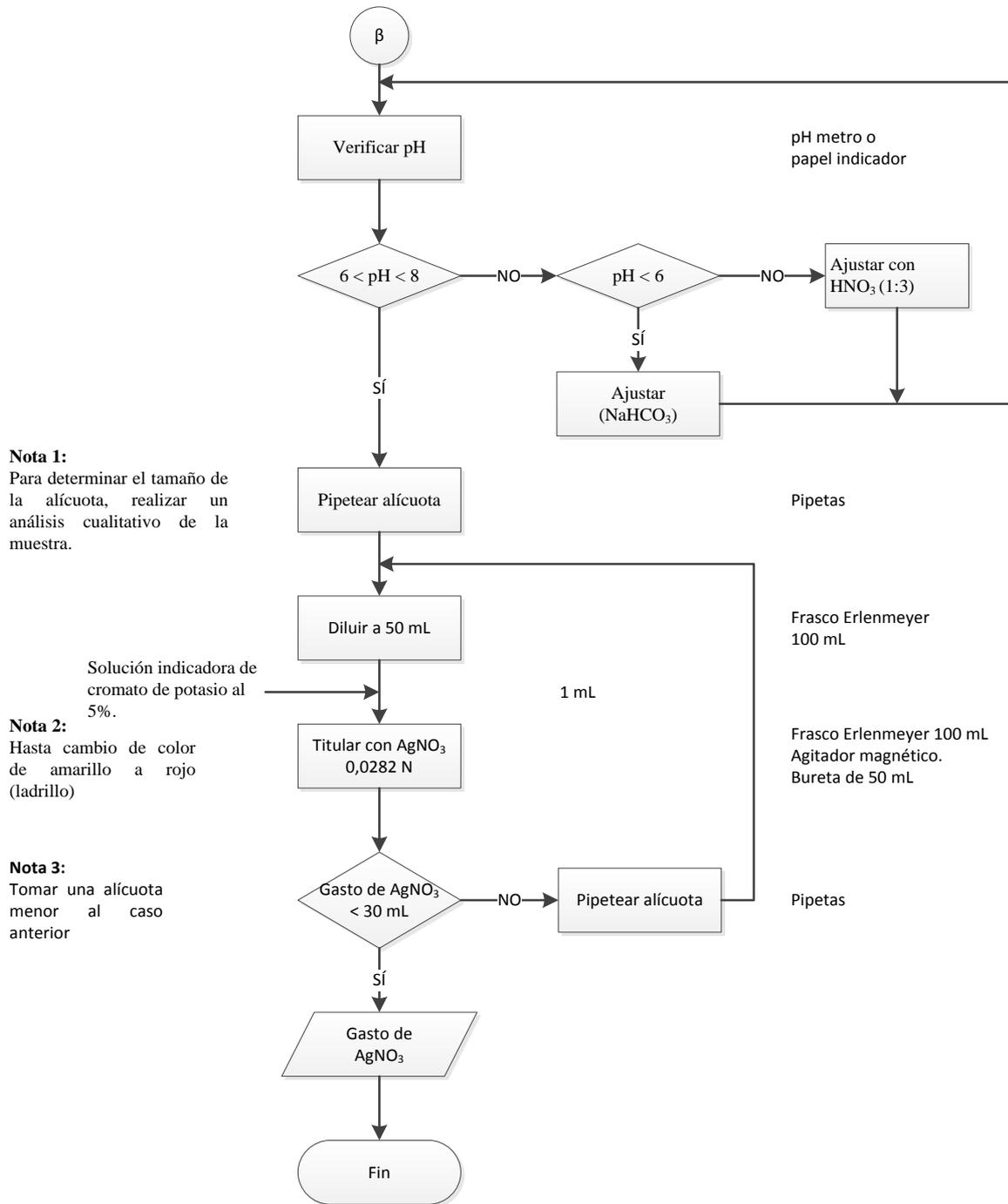


Figura 6. NTP 400.042 (2001). Agregados. Determinación de cloruros.
Fuente: Elaboración propia.

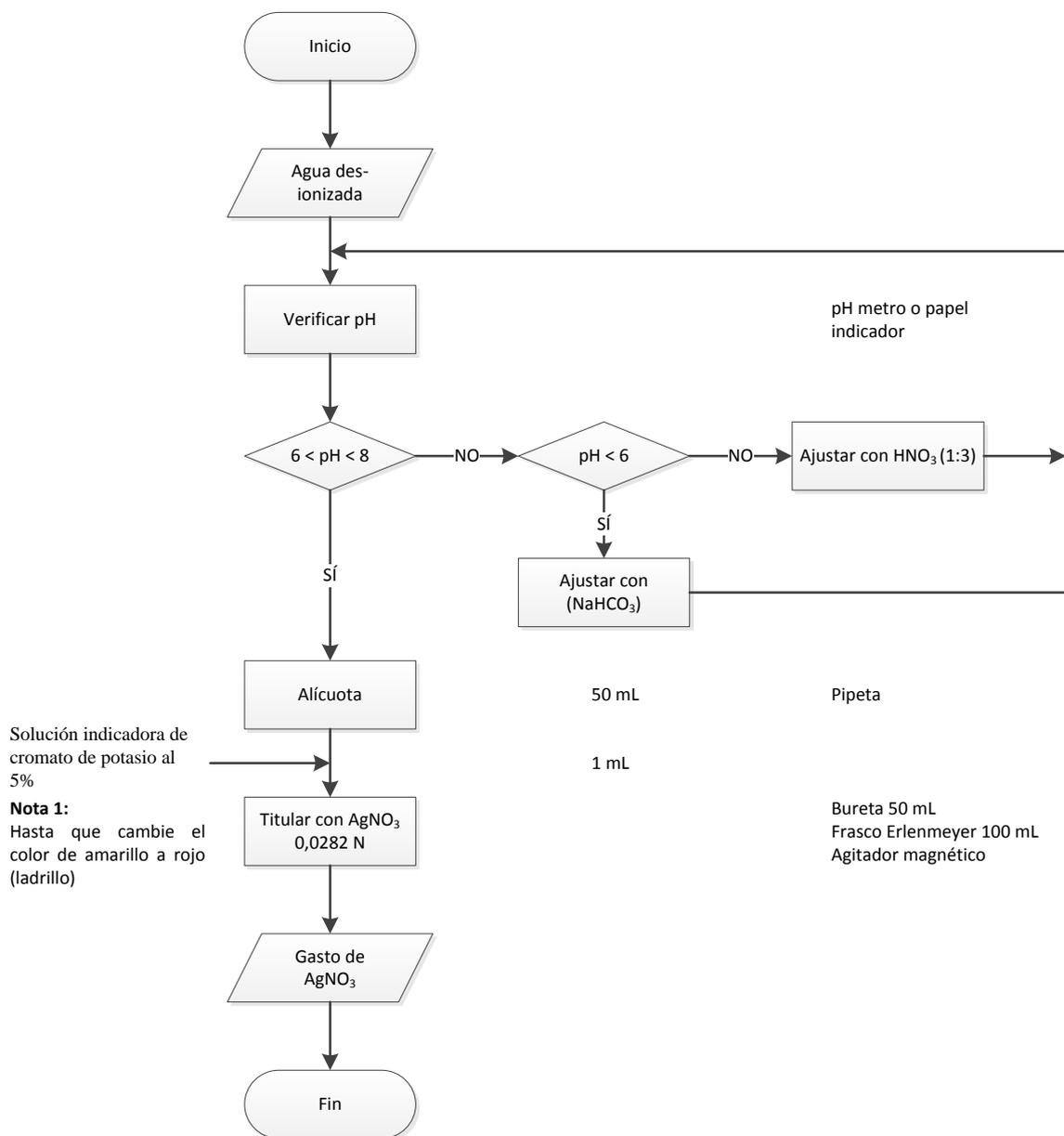


Figura 7. NTP 400.042. (2001). Agregados. Determinación de cloruros. Determinación del blanco de la muestra.

Fuente: Elaboración propia.

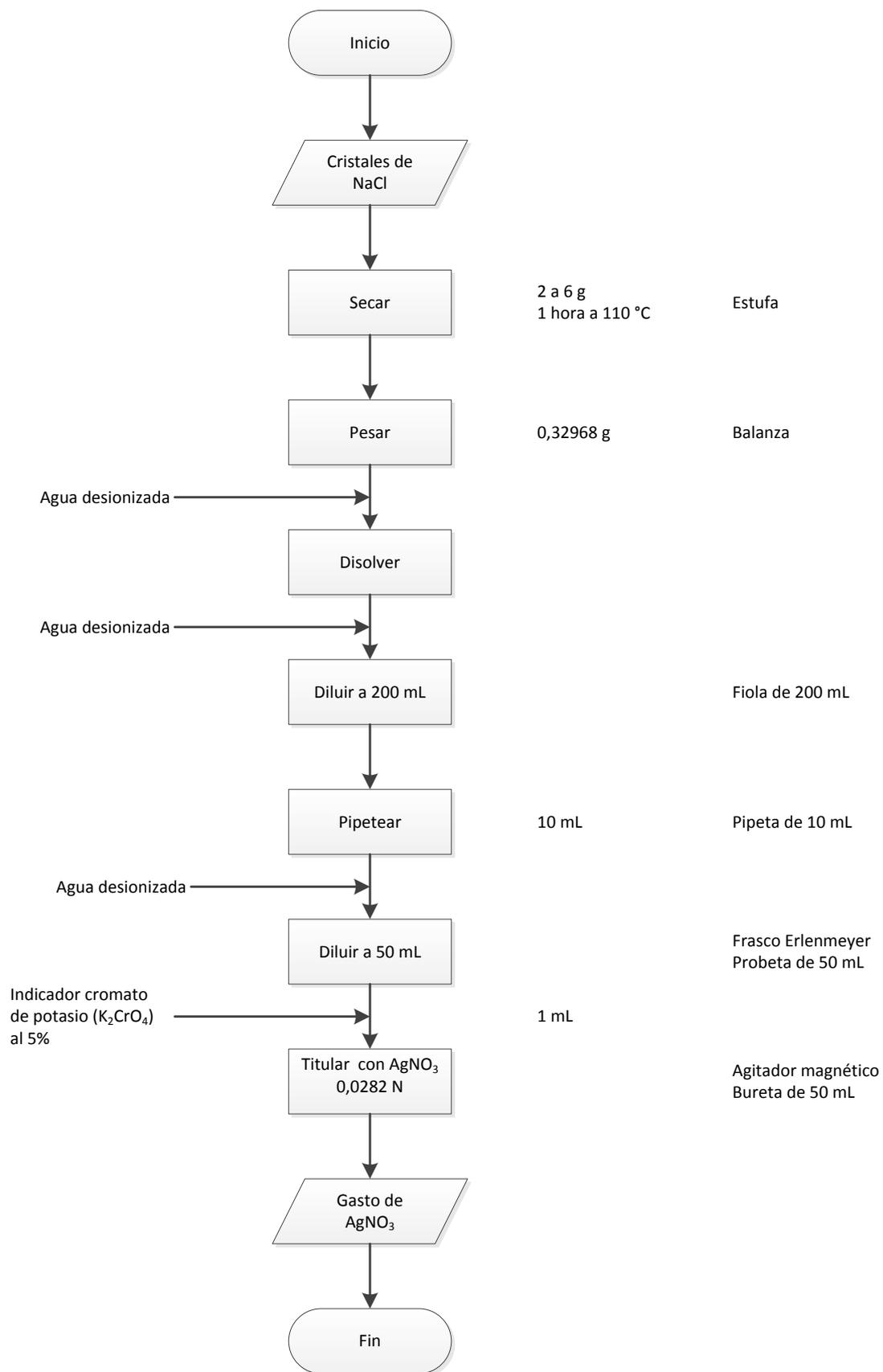


Figura 8. NTP 400.042 (2001). Agregados. Determinación de cloruros. Estandarización del nitrato de plata.

Fuente: Elaboración propia.

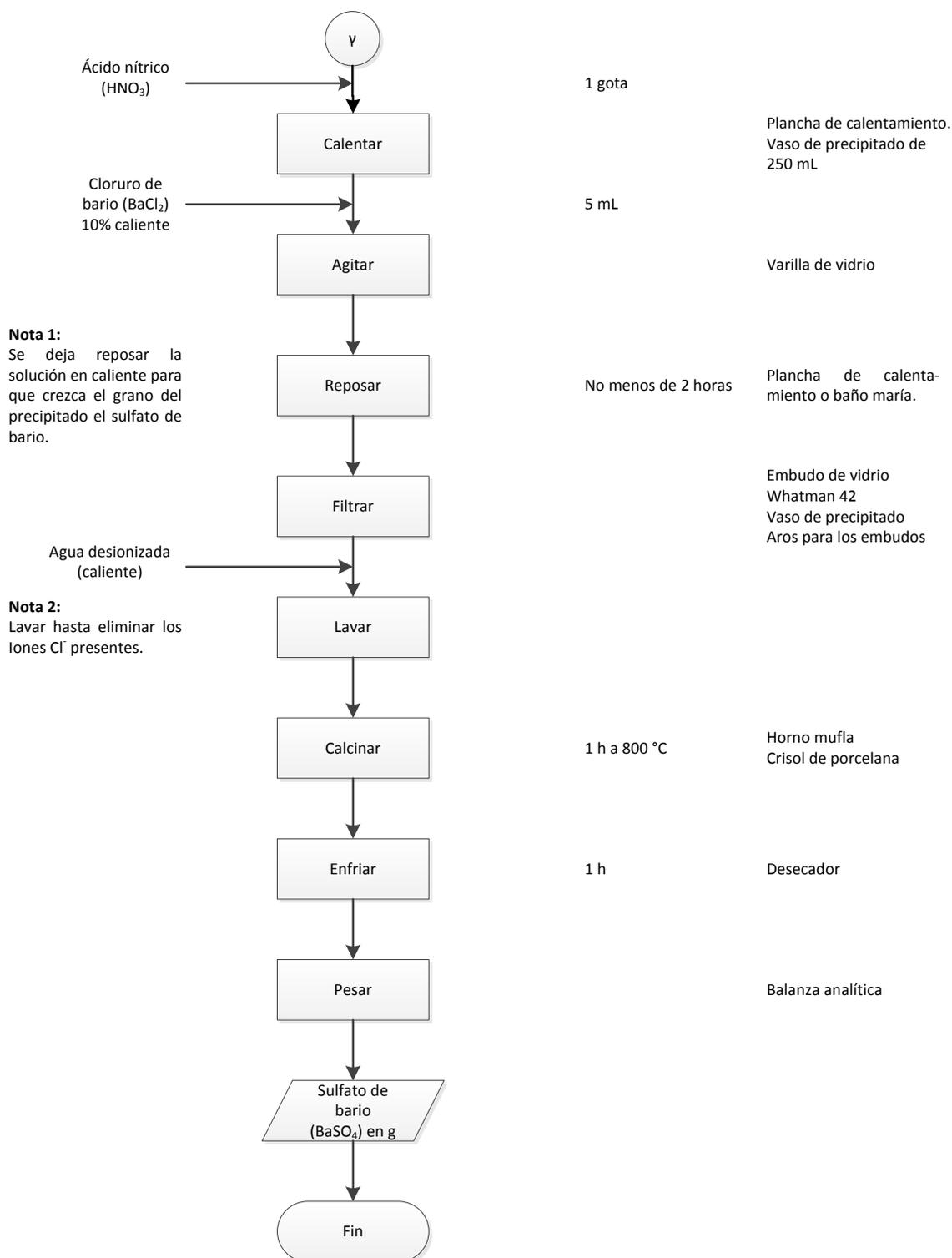


Figura 9. NTP 400.042 (2001).Agregados. Determinación de sulfatos.
Fuente: Elaboración propia.

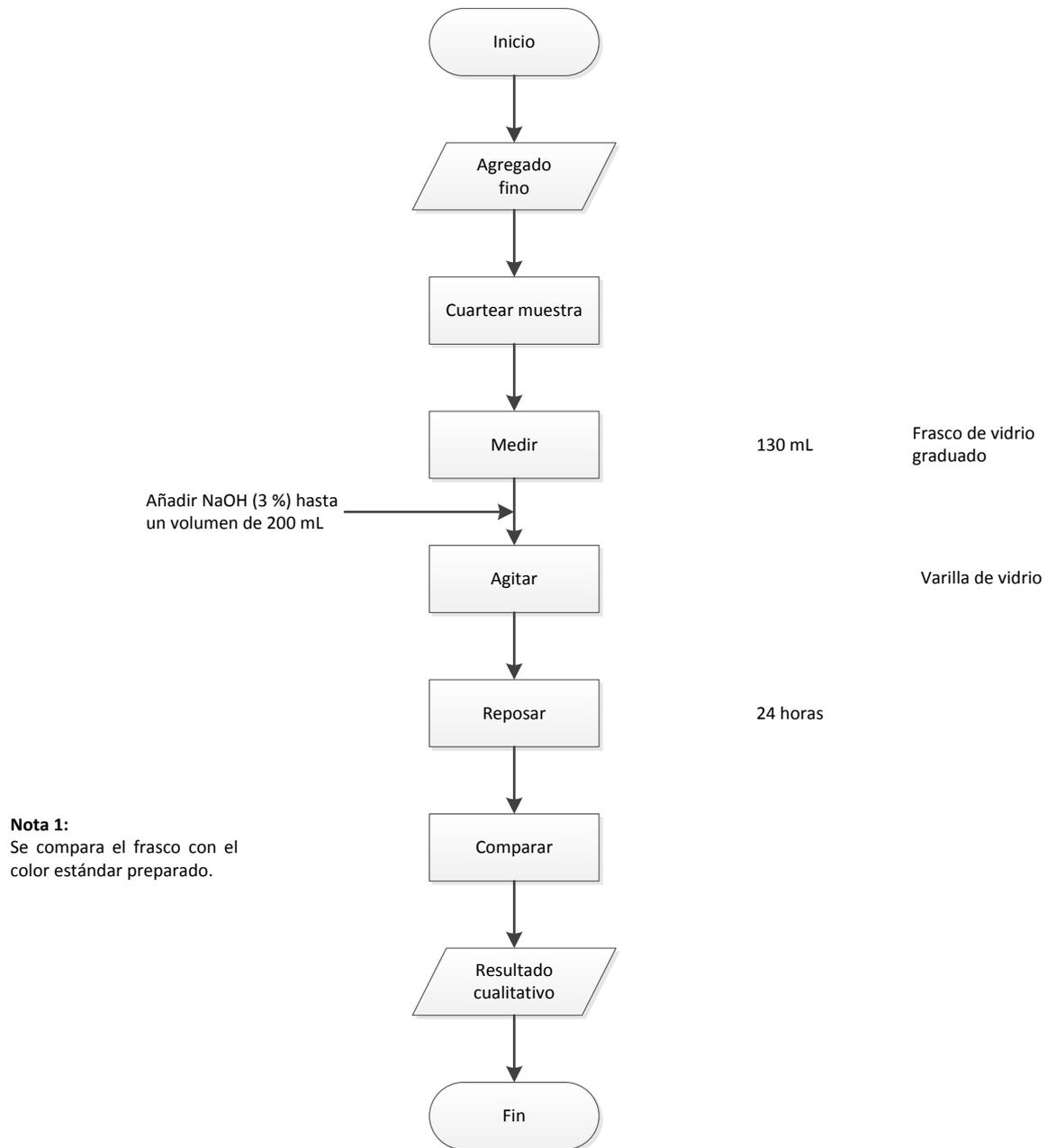


Figura 10. ASTM C40-2004. Agregados finos. Determinación de impurezas orgánicas.
Fuente: Elaboración propia.

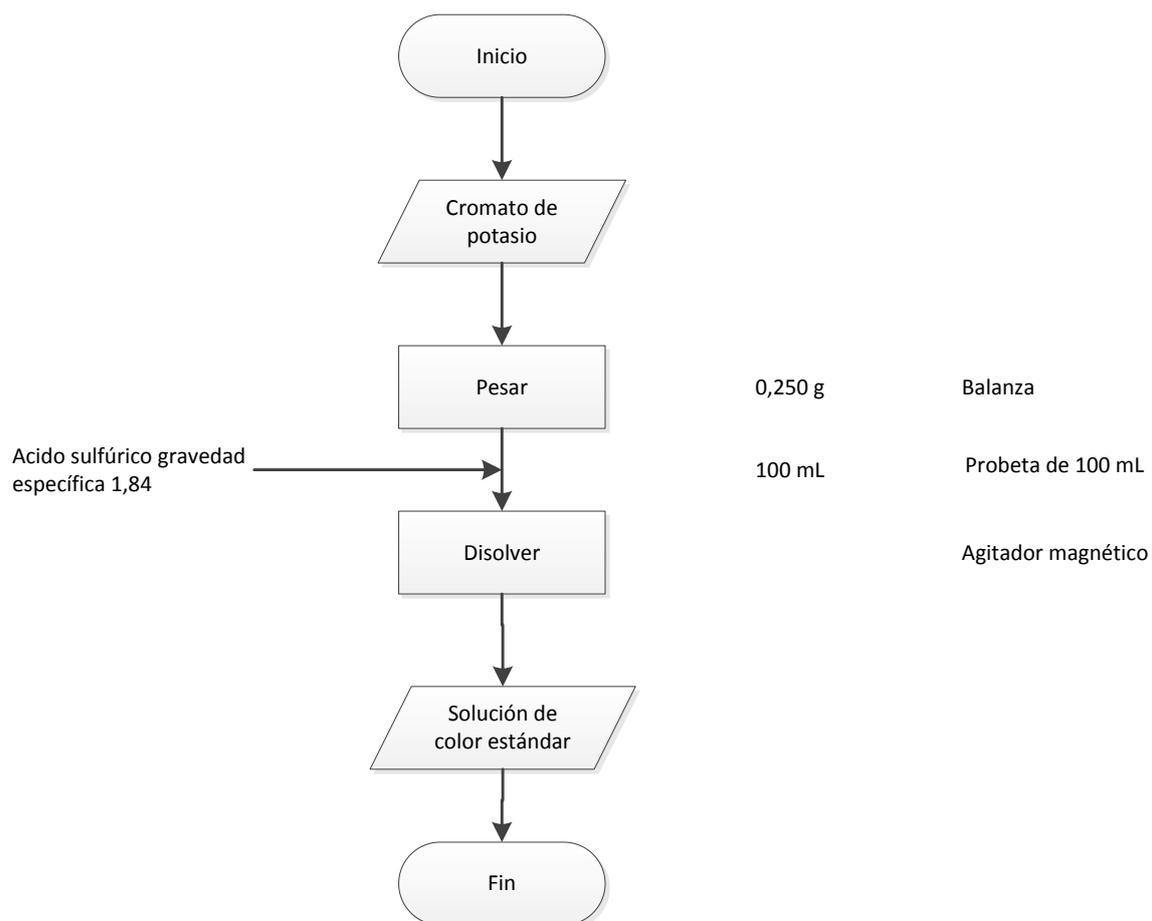


Figura 11. ASTM C40.2004. Agregado fino. Determinación de impurezas orgánicas. Preparación de solución de color estándar.

Fuente: Elaboración propia.

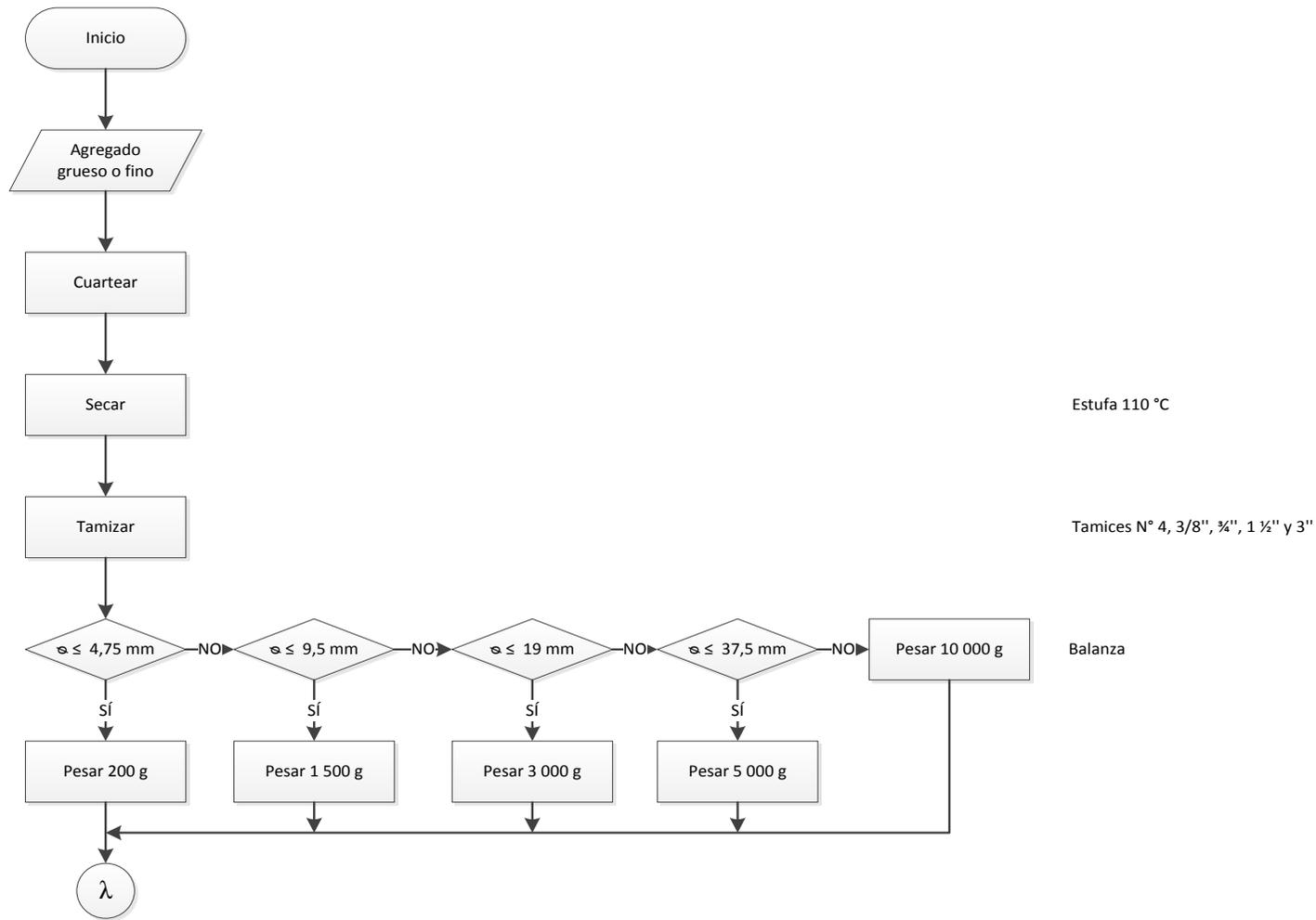


Figura 12. ASTM C123-2003. Agregados. Determinación de carbón y lignito. Preparación de muestra.
Fuente: Elaboración propia.

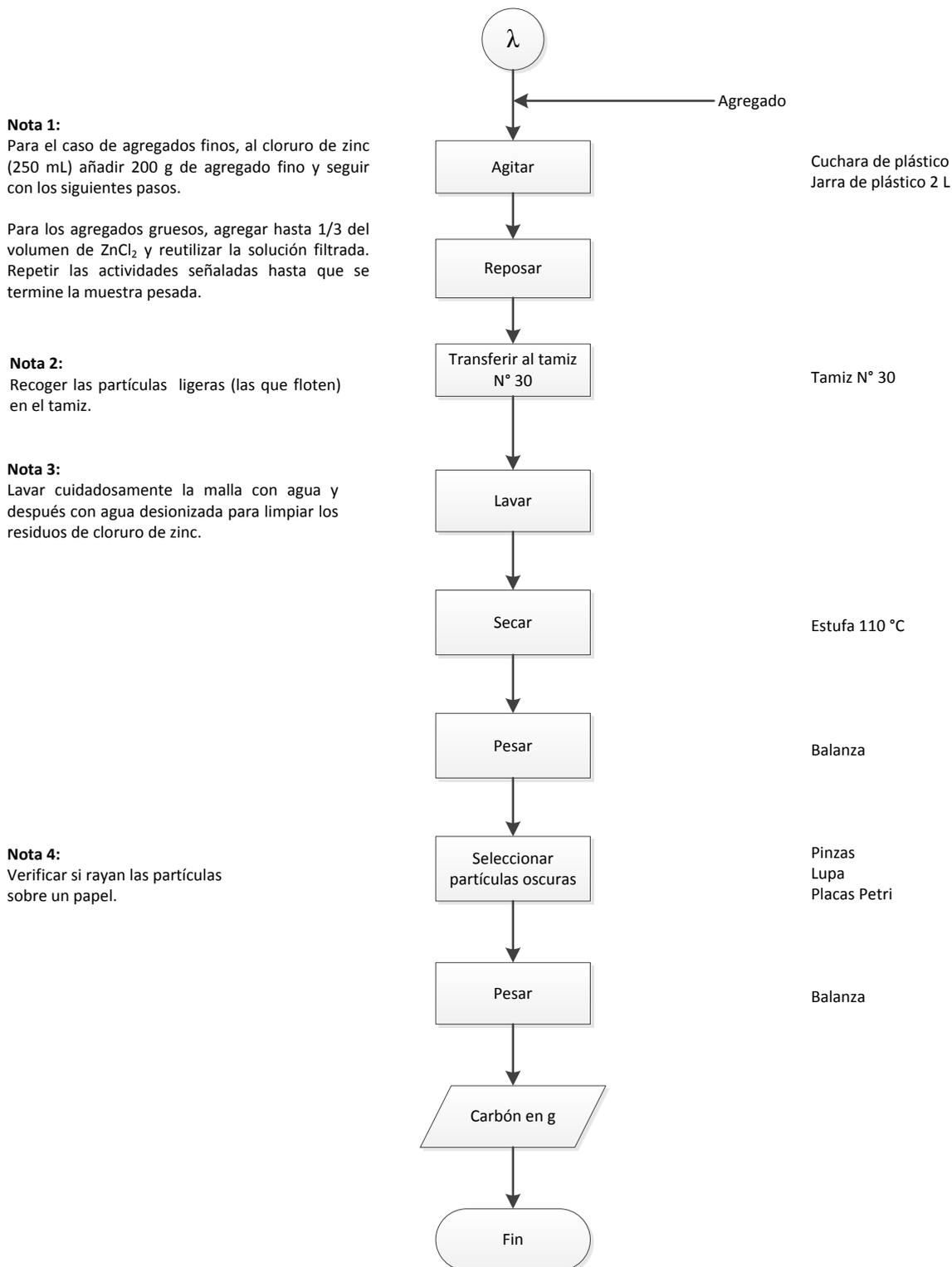


Figura 13. ASTM C123-2003. Agregados. Determinación de carbón y lignito (continuación).

Fuente: Elaboración propia.

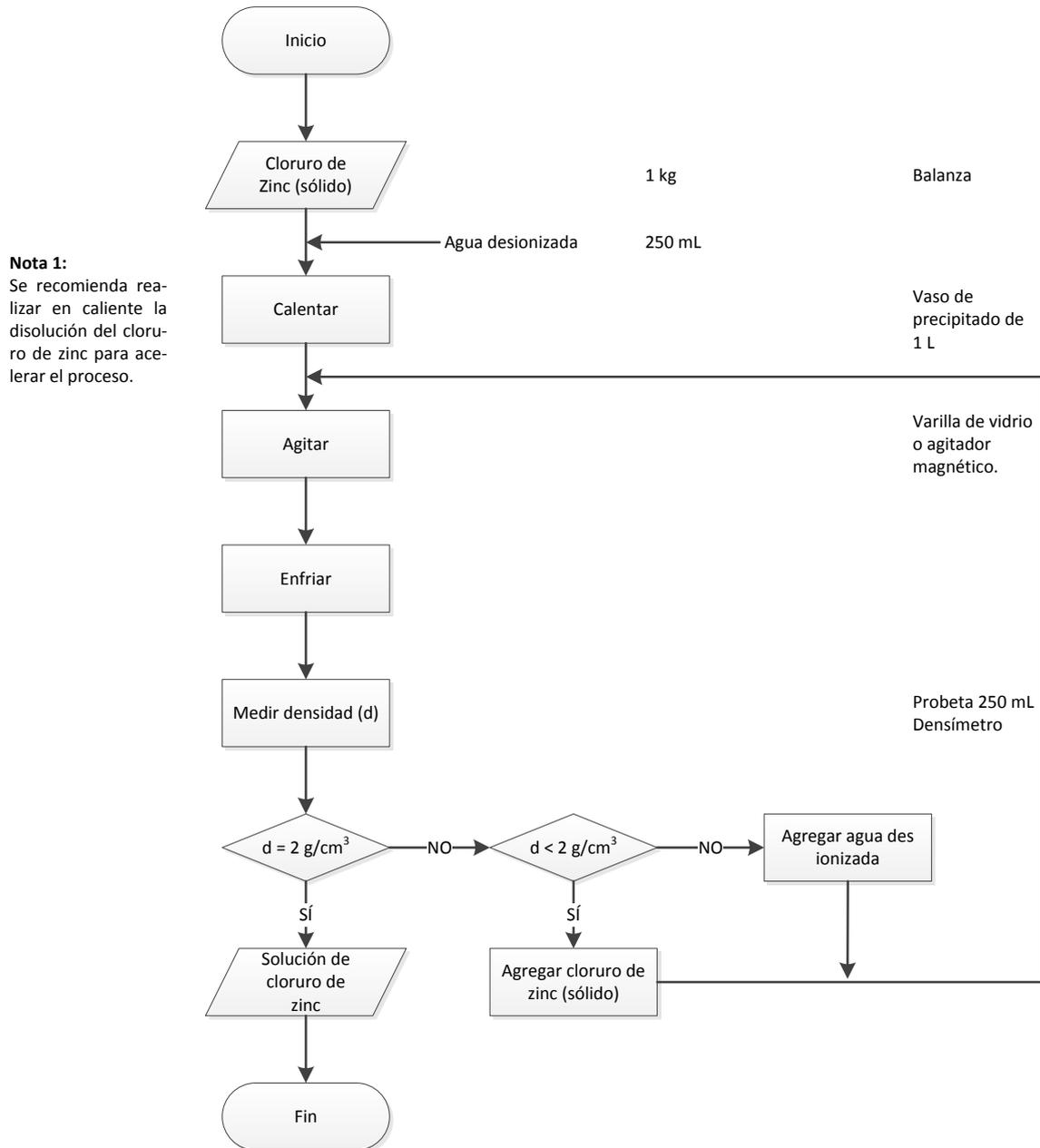


Figura 14. ASTM C123-2003. Agregados. Determinación de carbón y lignito. Preparación de solución de cloruro de zinc.

Fuente: Elaboración propia.

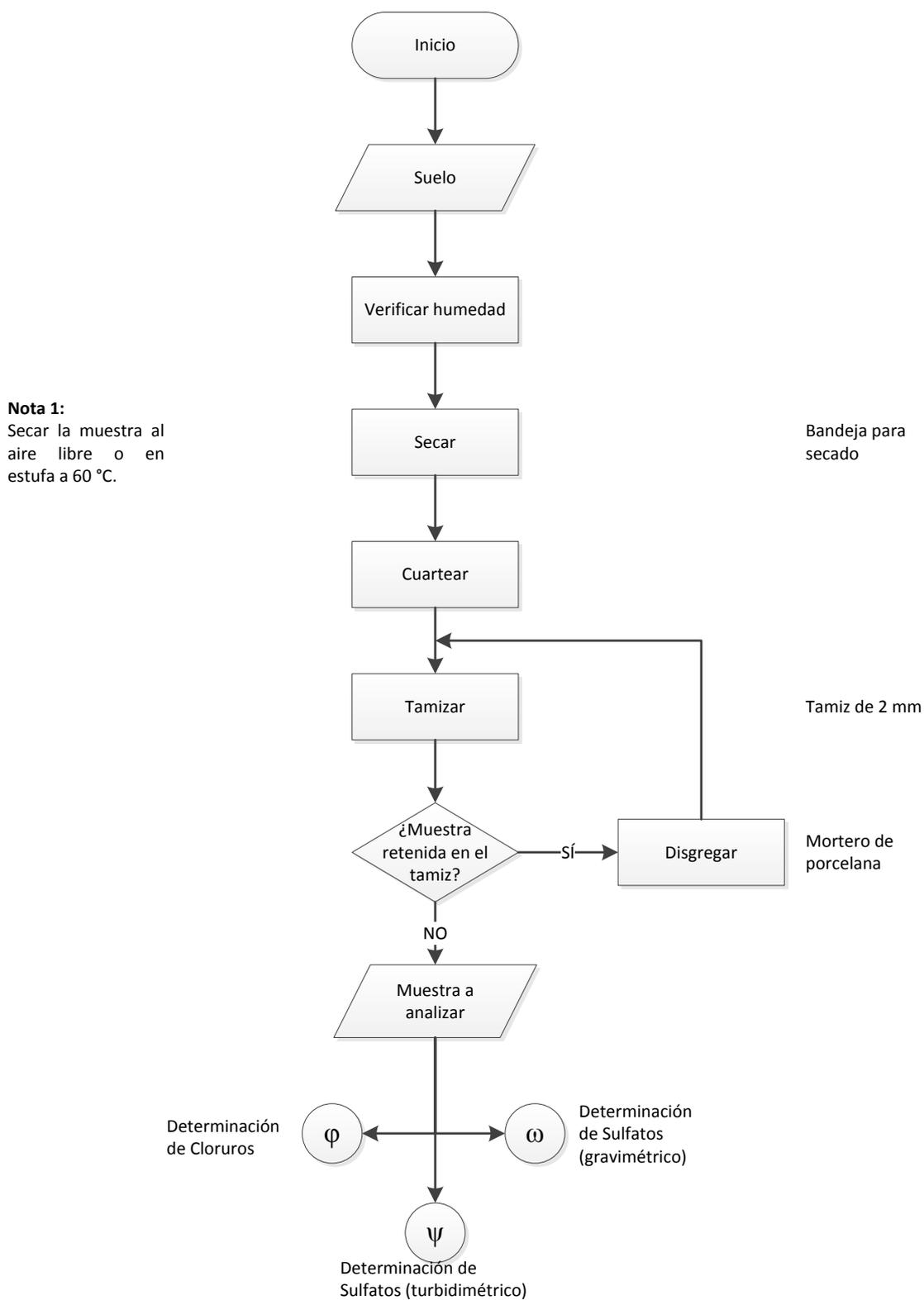


Figura 15. NTP 339.177 (2002). Suelos. Preparación de muestra para la determinación de cloruros y sulfatos.

Fuente: Elaboración propia.

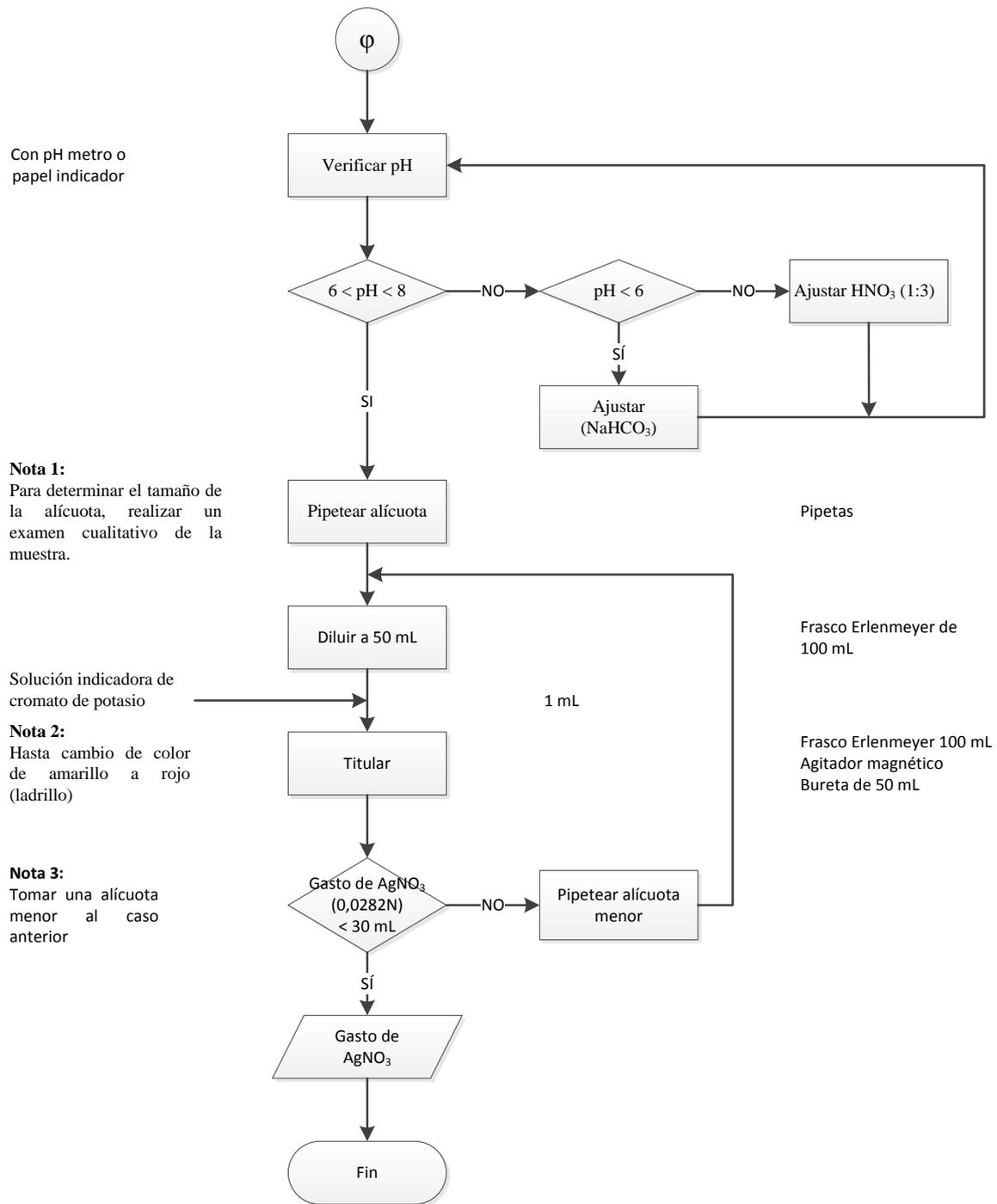


Figura 16. NTP 339.177 (2002). Suelos. Determinación de cloruros.
Fuente: Elaboración propia.

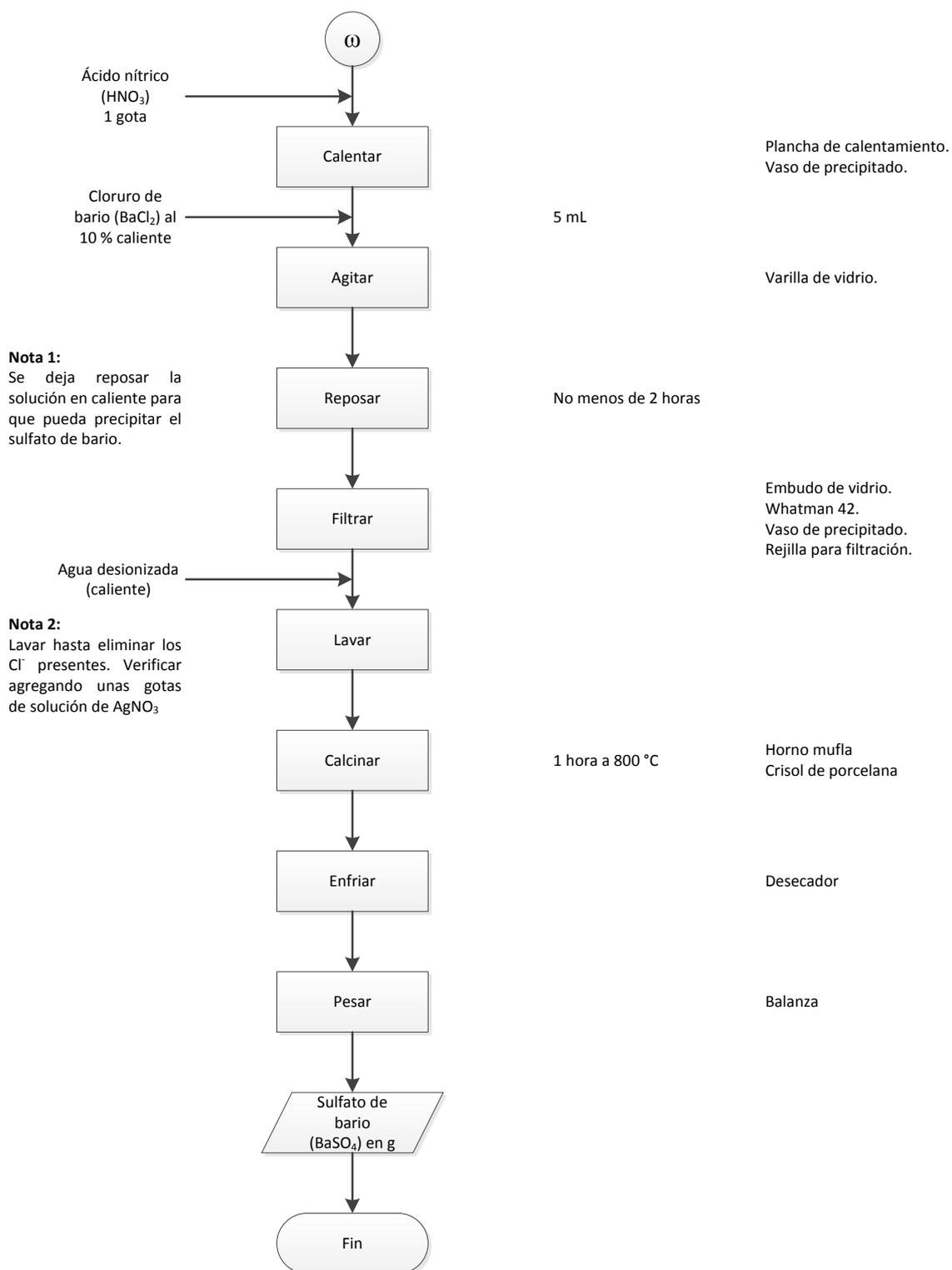


Figura 17. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos. Método gravimétrico.
Fuente: Elaboración propia.

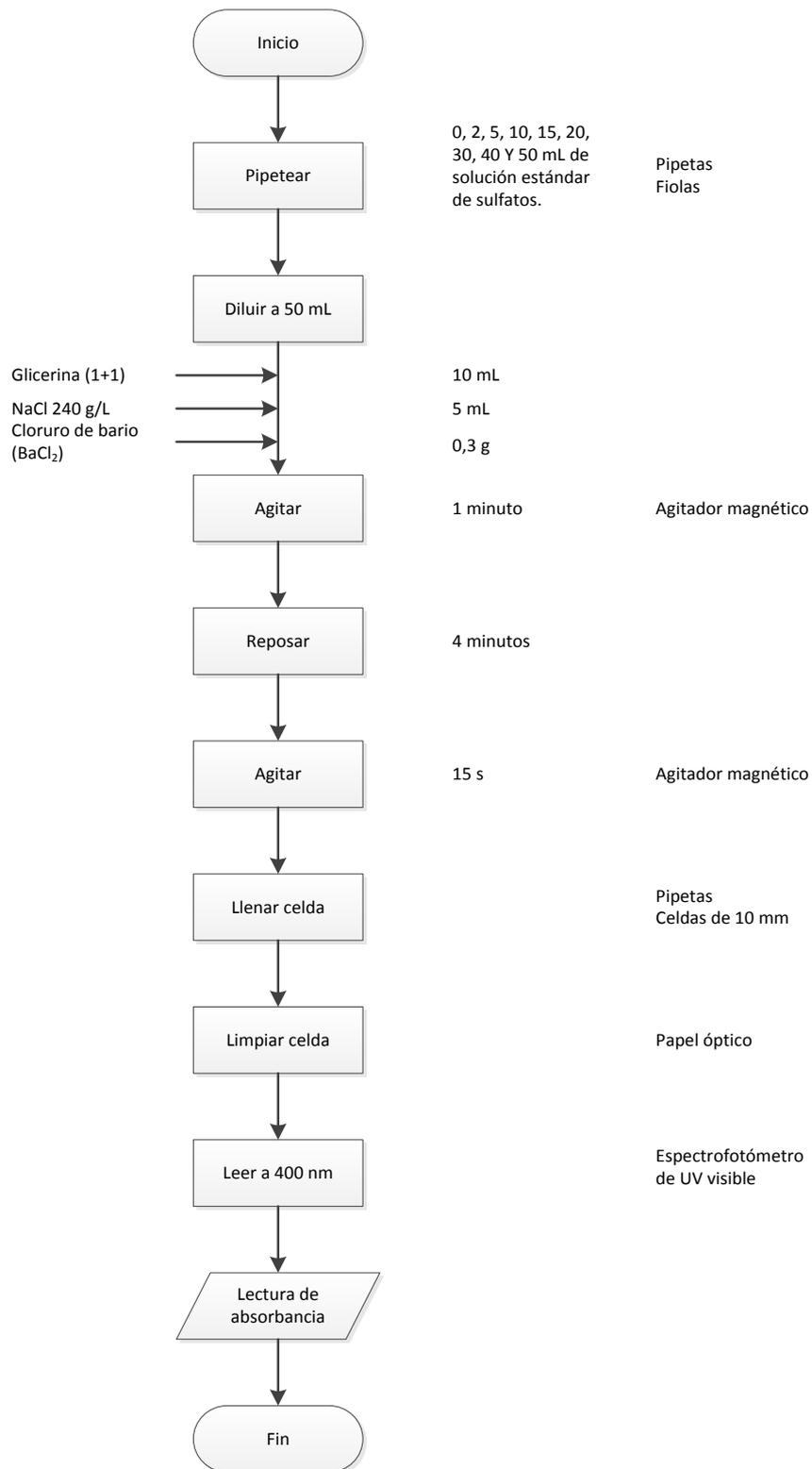


Figura 18. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos por el método turbidimétrico. Preparación de la curva de calibración.
Fuente: Elaboración propia.

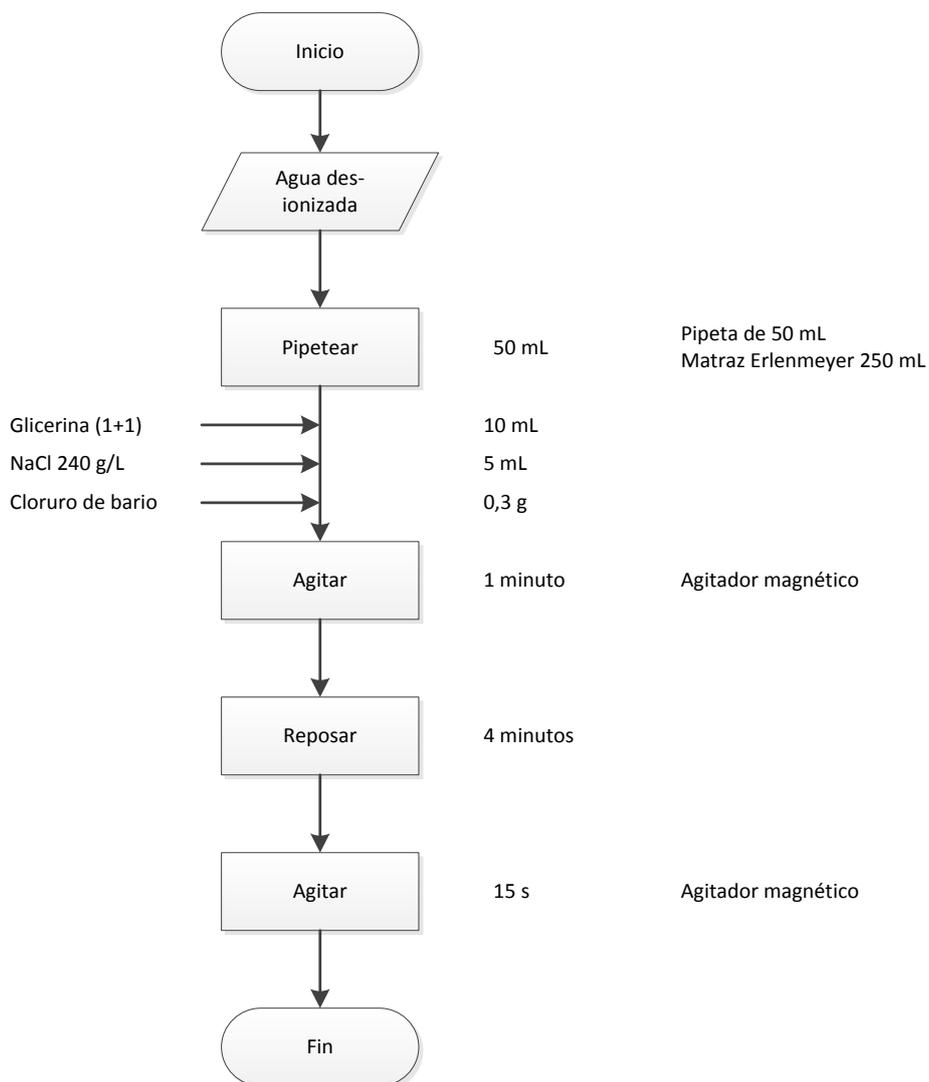


Figura 19. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos por el método turbidimétrico. Preparación del blanco.

Fuente: Elaboración propia.

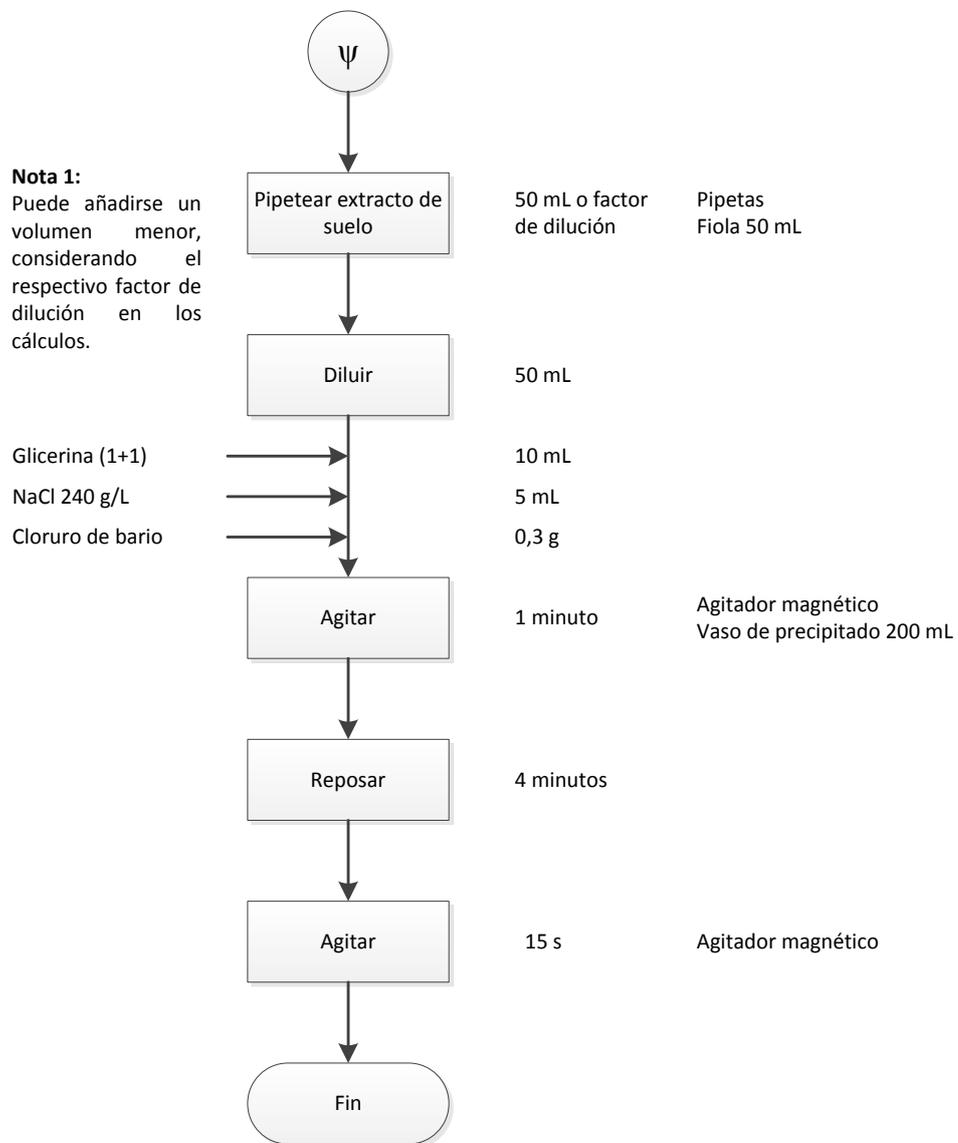


Figura 20. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos por el método turbidimétrico. Preparación de la muestra.

Fuente: Elaboración propia.

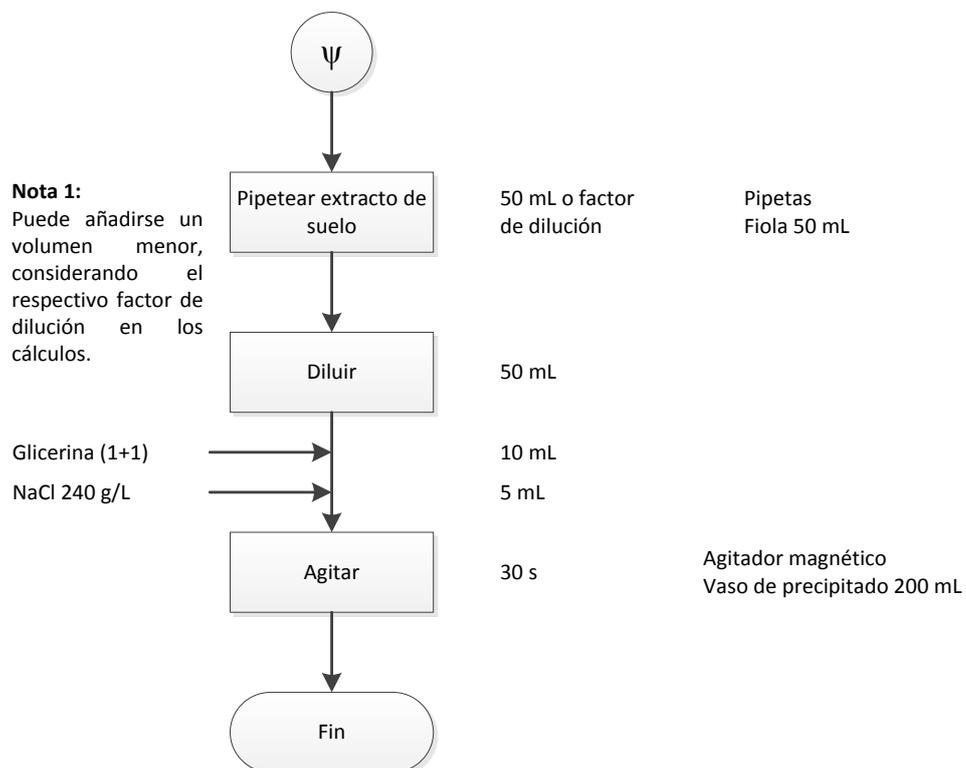


Figura 21. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos por el método turbidimétrico. Preparación del testigo.

Fuente: Elaboración propia.

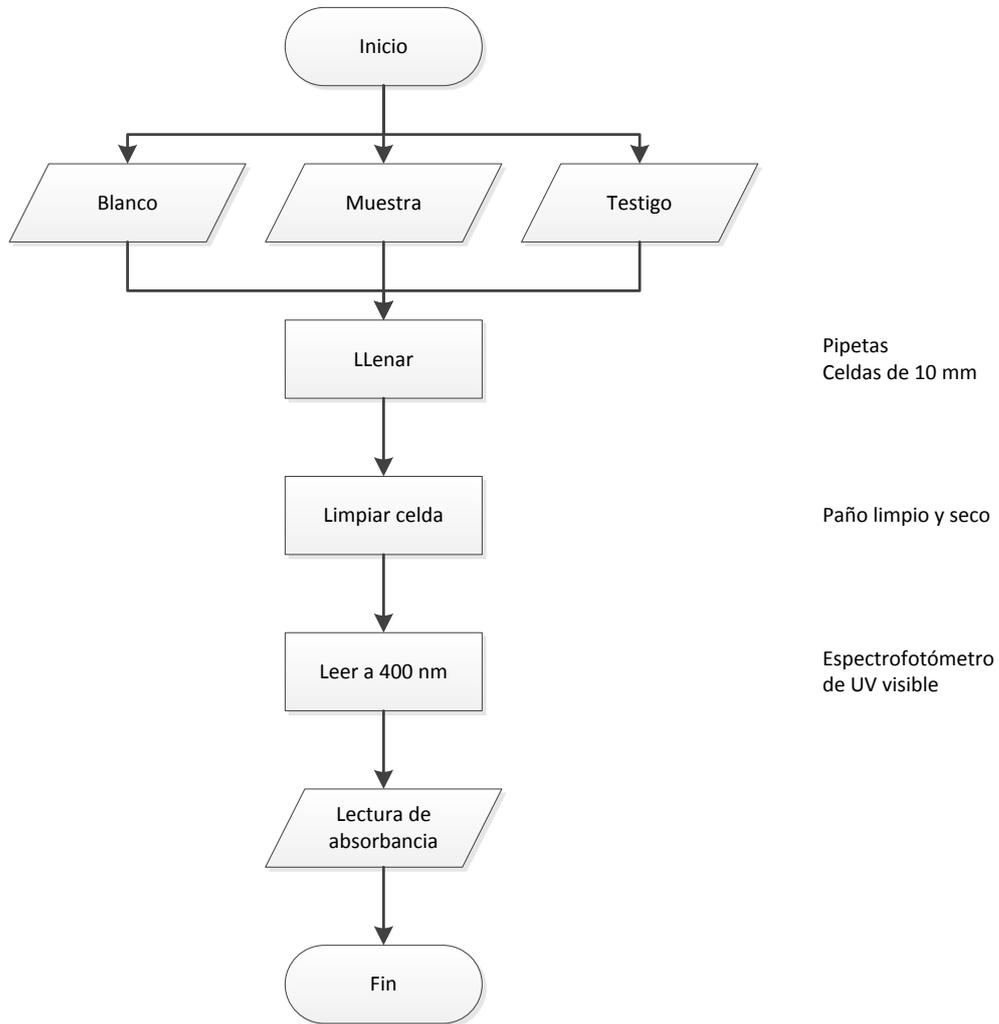


Figura 22. NTP 339.178 (2002). Suelos. Determinación de sulfatos por el método turbidimétrico. Lectura de datos.

Fuente: Elaboración propia.

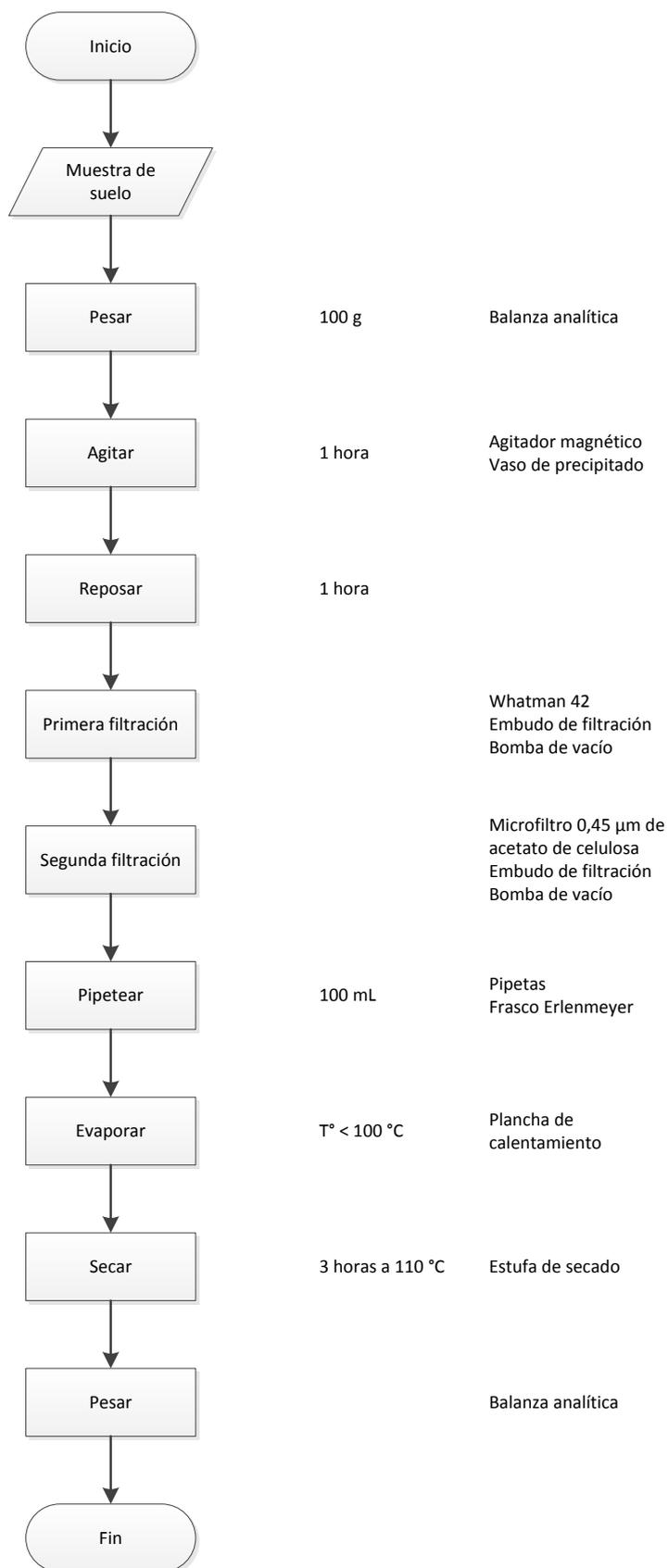


Figura 23. NTP 339.152 (2002). Suelos. Determinación de sales solubles.

Fuente: Elaboración propia.

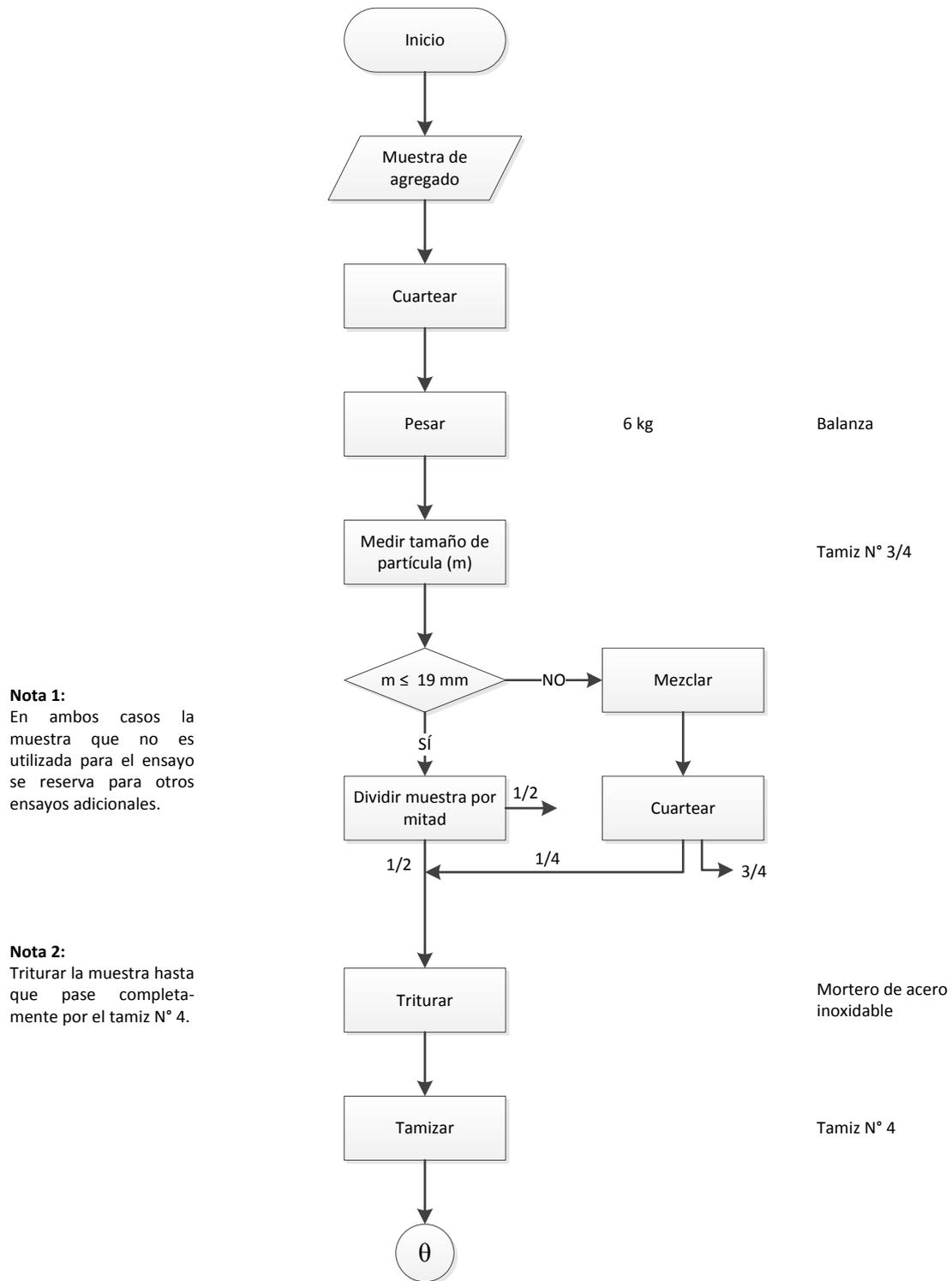


Figura 24. ASTM C289-2003. Agregados. Determinación de la reactividad álcali-sílice. Preparación de muestra.

Fuente: Elaboración propia.

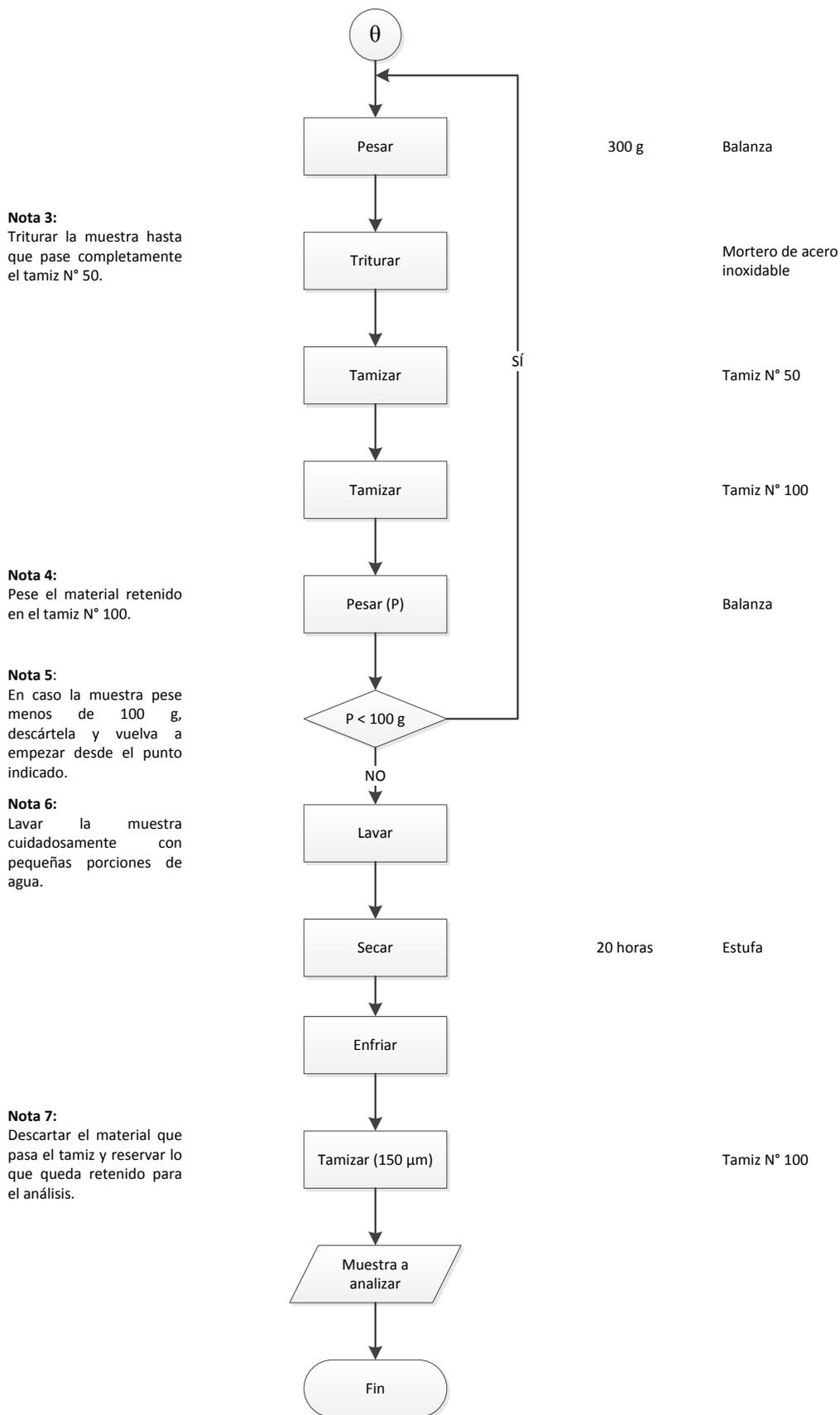


Figura 25. ASTM C289-2003. Agregados. Determinación de la reactividad álcali-sílice. Preparación de muestra (continuación).

Fuente: Elaboración propia.

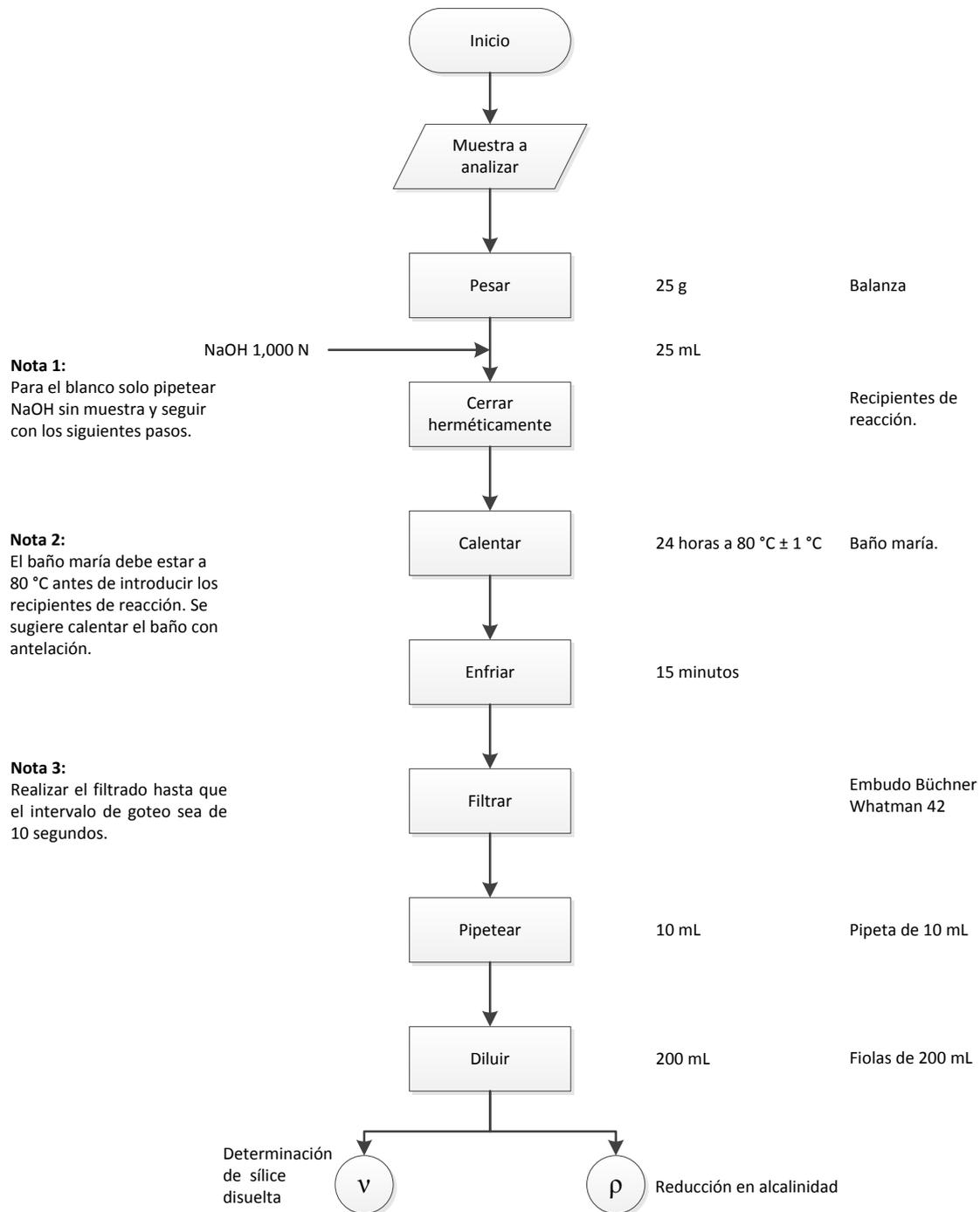


Figura 26. ASTM C289-2003. Agregados. Determinación de la reactividad álcali-sílice. Preparación de extracto acuoso y blanco.

Fuente: Elaboración propia.

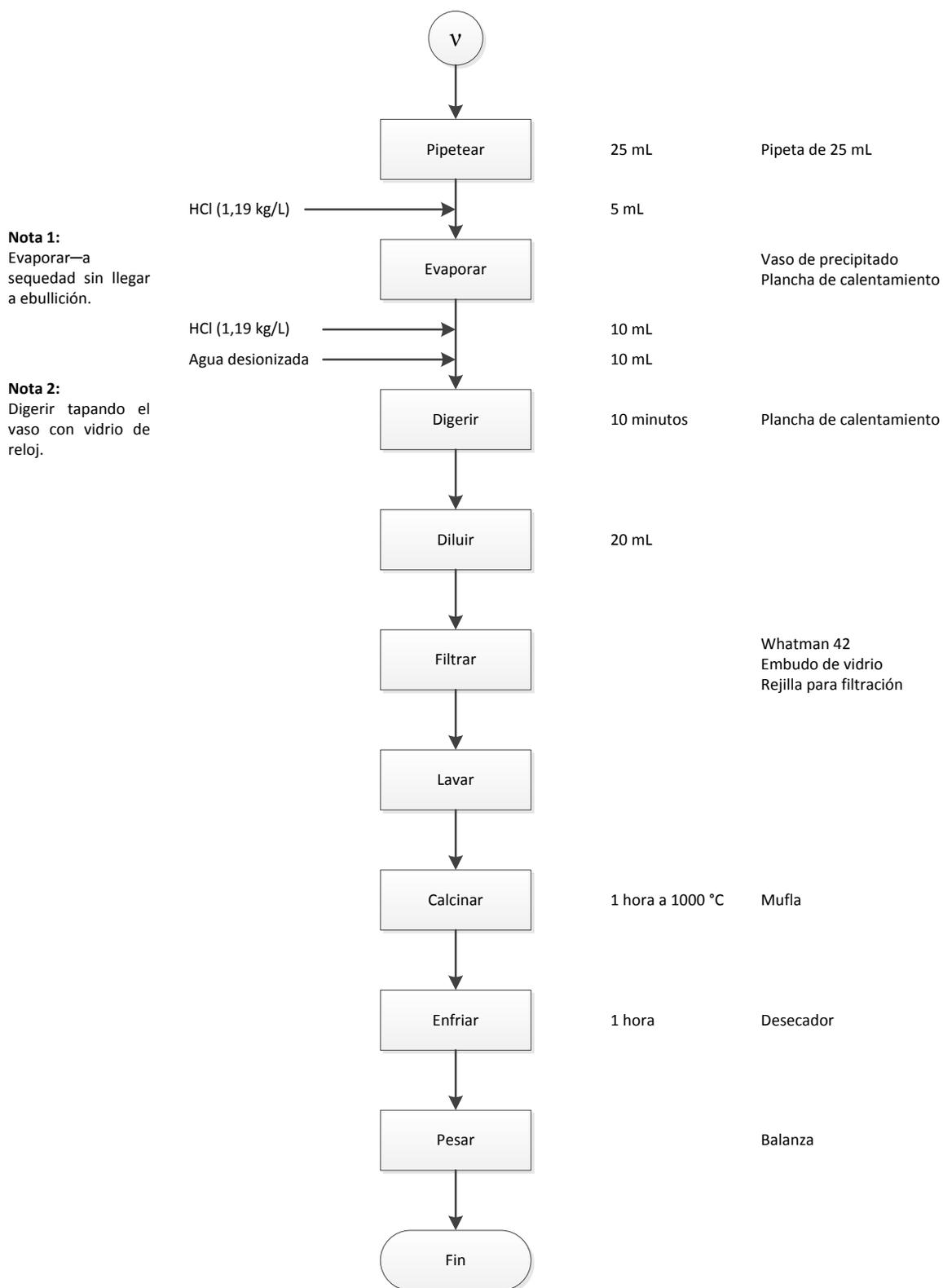


Figura 27. ASTM C289-2003. Agregados. Determinación de la reactividad álcali-sílice. Determinación de sílice.

Fuente: Elaboración propia.

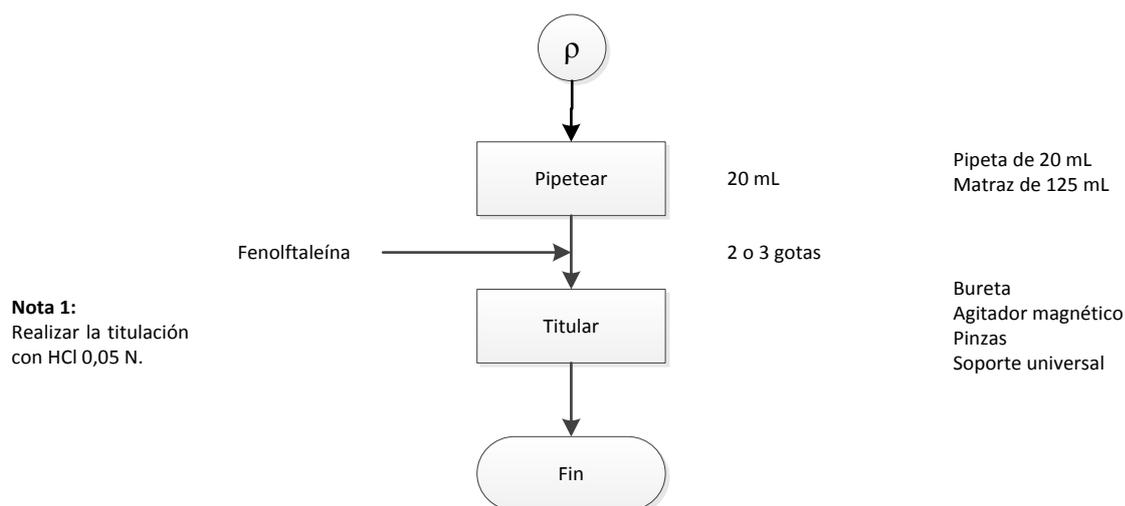


Figura 28. ASTM C289-2003. Agregados. Determinación de la reactividad álcali-sílice. Determinación de álcali.

Fuente: Elaboración propia.

3.3. Duración de las actividades

En los cuadros de actividades se enlistan todas las actividades que realizan los técnicos de laboratorio al momento de ejecutar los análisis de suelos y agregados.

Cabe resaltar la gran similitud que existe en las determinaciones de cloruros y sulfatos en suelos y agregados, que se diferencian solo en la preparación de las muestras. Esta similitud es lógica ya que las técnicas analíticas usadas son las mismas.

Las actividades corresponden a las indicadas por las normas técnicas respectivas (NTP o ASTM). Es preciso indicar que algunas actividades u operaciones observadas difieren de lo estipulado en las normas técnicas. En la Tabla 1 se especifican estas diferencias.

Tabla 1. Procedimientos de laboratorio. Diferencias respecto a normas técnicas.

Análisis	Procedimiento según normas técnicas	Procedimiento del Laboratorio
Cloruros	Agregar 2 gotas de cromato de potasio.	Se agrega 1 mL.
Reactividad álcali-sílice	Calcinar entre 1100 °C y 1200 °C.	Se realiza a 1000 °C.

Fuente: Elaboración propia.

En el caso de los materiales (ver Tabla 2), estos han sido reemplazados debido a que en el laboratorio no se cuenta con el material indicado en la norma; y también ha resultado difícil y costosa su adquisición. A pesar que el material es diferente no se afectan los resultados de los ensayos.

Tabla 2. Materiales de laboratorio sustituidos.

Análisis	Materiales según norma técnica	Sustitución
Sales solubles	Cápsulas de evaporación	Matraz Erlenmeyer 250 mL
Sulfatos	Crisol de platino	Crisol de porcelana
Reactividad álcali-sílice	Crisol de platino	Crisol de porcelana

Fuente: Elaboración propia.

Para la determinación de sulfatos, ya sea en suelos o agregados, se ha reemplazado el crisol de platino por el crisol de porcelana ya que en el laboratorio solo se cuenta con una unidad lo cual retrasaría en bastante tiempo los análisis. Los crisoles de porcelana son resistentes a temperaturas altas y generalmente son utilizados para análisis gravimétricos (sulfatos).

Para la determinación de sales solubles en suelos, la norma especifica en sus materiales el uso de cápsulas de evaporación de vidrio de alto contenido de sílice, estos han sido reemplazados por matraces Erlenmeyer los cuales cumplen con la misma función.

Después de haber tenido listos los cuadros de actividades se tomaron los tiempos que cada una de los técnicos de laboratorio tardan en realizarlas.

Cada uno de los procedimientos estudiados se ha evaluado varias veces, con cada técnico de laboratorio, a fin de optimizar los tiempos.

En las Tablas 3 a 9 se muestran los tiempos utilizados en promedio por los técnicos de laboratorio para cada uno de los ensayos estudiados.

Tabla 3. Tabla de tiempos para determinación de cloruros en suelos y agregados.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Preparación de muestras: Cuarteo de la muestra	4,12	3,63	4,50	3,60	3,92	4,13	4,50	4,33	4,90	4,65	4,23
Determinación de humedad											
Poner placas Petri en estufa por 1 hora a 110 °C	60,00										60,00
Sacar placas de estufa y dejar enfriar por 1 hora en desecador	60,00										60,00
Pesar placas Petri	0,55	0,50	0,60	0,58	0,55	0,58	0,55	0,58	0,68	0,34	0,55
Pesar 10 g de muestra para determinación de humedad	2,36	2,30	2,70	3,06	3,00	4,20	2,24	3,90	2,54	2,60	2,89
Poner muestras en estufa por 3 horas a 110 °C	180										180
Sacar muestras de la estufa y enfriar por 1 hora en desecador	65,00										65,00
Pesar muestras y calcular la humedad	0,60	0,76	1,10	1,04	0,60	0,56	1,60	1,40	0,94	2,60	0,53
Determinación de cloruros											
Tomar la muestra del estante para pesado	1,70	1,20	1,40	1,30	1,50	1,60	1,50	1,40	1,20	1,60	1,44
Pesar 100 g de muestra	1,48	1,18	1,18	1,13	1,53	1,58	1,88	1,43	1,25	1,63	1,43
Agregar 300 mL de agua destilada	0,90	1,16	1,10	1,02	1,20	1,13	1,30	0,93	0,72	1,02	1,05
Agitar 20 segundos	0,33										0,33
Reposar la mezcla por 1 hora	60,00										60,00
Preparar material para filtración de la mezcla	1,40	1,60	1,30	1,20	1,33	1,52	1,37	1,27	1,4	1,55	1,39
Filtrar la mezcla	20,87	16,80	7,03	7,87	5,90	7,45	4,42	6,98	3,68	7,80	8,88
Calibrar el pH metro	3,47	3,18	3,75	3,55	3,43	3,40	3,58	3,63	3,20	3,67	3,49
Medir el pH del extracto	0,25	0,28	0,30	0,22	0,25	0,23	0,25	0,27	0,20	0,25	0,25
Lavar y guardar material	1,67	1,63	1,78	1,58	1,70	1,63	1,65	1,75	1,57	1,60	1,66
Realizar el ensayo cualitativo de las muestras	0,46	0,54	0,44	0,80	0,54	0,66	0,44	0,60	0,44	0,50	0,54
Preparar materiales para determinar cloruros	1,42	1,45	1,40	1,42	1,50	1,30	1,40	1,42	1,48	1,52	1,43
Pipetear 50 mL	1,14	1,20	1,76	1,36	1,36	1,36	1,26	2,00	1,14	1,26	1,25
Pipetear 1mL de K ₂ CrO ₇	0,30	0,40	0,34	0,34	0,40	0,36	0,30	0,36	0,34	0,30	0,34
Llenar y enrasar bureta de 50 mL	0,82	1,27	1,20	1,12	0,92	1,08	1,12	0,90	1,17	1,25	1,09
Valorar con AgNO ₃ hasta viraje a color naranja	0,90	1,30	1,44	0,84	0,94	0,94	0,94	0,84	0,94	1,56	1,06
Ingresar datos y presentar resultados	5,33	6,38	4,90	4,20	4,80	4,50	4,20	4,70	4,70	4,60	4,83
Lavar material	11,20	11,00	10,10	10,60	11,40	12,10	12,00	11,20	11,00	12,50	11,30

Fuente: Elaboración propia

Tabla 4. Tabla de tiempos para determinación de sulfatos en suelos y agregados.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Preparación de muestras: Cuarteo de la muestra	3,63	4,10	4,50	4,16	3,63	4,50	3,60	3,92	4,13	4,50	4,07
Determinación de humedad											
Poner placas Petri en estufa por 1 hora a 110 °C	60,00										60,00
Sacar placas de estufa y dejar enfriar por 1 hora en desecador	60,00										60,00
Pesar placas Petri	1,20	1,16	1,10	1,20	0,68	0,96	1,30	0,90	1,10	1,40	1,10
Pesar 10 g de muestra para humedad	3,00	2,44	3,00	3,34	2,80	2,24	3,04	3,30	2,96	4,10	3,02
Poner placas con muestra en estufa por 3 horas	180										180
Sacar muestras de la estufa y enfriar por 1 hora en desecador	65,00										65,00
Pesar muestras y calcular la humedad	1,44	1,80	1,80	1,90	1,50	2,04	1,64	1,54	1,90	1,54	1,71
Determinación de sulfatos											
Tomar muestra del estante para pesado	1,70	1,20	1,40	1,30	1,50	1,60	1,50	1,40	1,20	1,35	1,42
Pesar 100 g de muestra	1,48	1,18	1,18	1,13	1,53	1,58	1,88	1,43	1,25	1,63	1,43
Agregar 300 mL de agua destilada	0,90	1,16	1,10	1,02	1,20	1,13	1,30	0,93	0,72	1,02	1,05
Agitar 20 segundos	0,33										0,33
Reposar la mezcla por 1 hora	60,00										60,00
Calcinar crisoles vacíos por 1 hora a 800 °C para tara	60,00										60,00
Sacar crisoles de mufla y dejar enfriar por 1 hora en desecador	65,00										65,00
Pesar crisoles	0,60	0,84	0,86	0,90	0,94	1,44	1,00	1,4	1,06	0,84	1,00
Preparar material para filtrar mezcla	1,40	1,60	1,30	1,20	1,55	1,45	1,40	1,50	1,72	1,82	1,49
Filtrar la mezcla	20,87	16,80	7,03	7,87	5,90	4,42	6,98	3,68	8,42	8,92	9,09
Medir en probeta 70 mL de muestra	0,86	0,66	0,96	0,50	1,06	0,50	1,14	1,76	2,12	2,10	1,16
Medir 20 mL de BaCl ₂	0,70	0,46	0,84	0,70	0,60	0,50	0,54	0,56	0,96	0,46	0,63
Calentar muestra y solución de BaCl ₂	7,10	9,00	8,00	10,10	10,80	9,60	8,40	10,40	9,20	8,80	9,14
Pipetear 5 mL de BaCl ₂ y agitar	0,64	1,20	1,16	0,84	0,94	1,10	0,76	0,90	1,06	1,14	0,97
Dejar reposar por 2 horas	120										120
Preparar material para filtrado	1,50	1,30	1,30	1,20	1,40	1,32	1,25	1,35	1,48	1,20	1,33
Filtrar la solución	47,00	46,83	33,73	38,40	36,90	39,10	43,80	44,50	42,70	41,60	41,46
Doblar papel filtro y poner en crisol	0,64	0,60	0,64	0,70	0,64	0,70	0,64	0,64	0,70	0,70	0,66
Poner crisoles en mufla para calcinar a 800 °C por 1 hora	60,00										60,00
Lavar material	11,40	11,20	11,90	11,20	11,90	12,40	12,00	11,20	11,40	12,40	11,70
Poner crisoles en desecador por 1 hora para enfriar	65,00										65,00
Pesar crisoles con precipitado de sulfatos	0,70	0,76	0,60	0,74	0,96	0,74	1,00	0,64	0,76	0,80	0,94
Ingresar datos y presentar resultados	7,40	7,10	7,30	7,20	6,80	6,90	6,80	7,00	6,80	7,06	7,04

Tabla 5. Tabla de tiempos para determinación de reactividad álcali-sílice en agregados.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio	
Poner crisoles en una mufla 1 hora a 1000 °C	60,00											60,00
Colocar los crisoles en desecador por 1 hora a enfriar	65,00											65,00
Tara de crisoles (pesar)	1,08	0,98	1,03	0,83	1,01	0,83	0,72	0,50	0,60	0,98		0,86
Preparación de muestra												
Cuartear muestra para envío a preparación de muestra	4,26	3,60	4,50	3,70	3,90	4,20	4,55	4,30	4,80	4,60		4,24
Tomar muestra preparada del estante para pesado	1,70	1,20	1,40	1,30	1,50	1,60	1,50	1,40	1,20	1,60		1,44
Preparar el baño maría	3,30	3,25	3,50	3,43	3,60	3,50	3,70	3,60	3,20	3,30		3,44
Pesar 25 g de muestra seca (3 réplicas)	3,66	2,58	2,55	3,04	2,46	3,48	3,12	3,48	3,60	3,30		3,13
Añadir 25 mL de solución de NaOH	3,00	1,80	1,98	2,70	3,00	1,95	2,70	2,16	1,65	1,95		2,29
Sellar recipientes de reacción	1,35	2,64	1,44	2,76	2,76	2,49	2,70	3,00	2,76	2,40		2,43
Dejar a 80 °C por 24 horas	1440											1440
Llenar el baño maría con agua blanda	0,5											0,5
Sacar del baño maría los recipientes de reacción y ponerlos a enfriar en agua fría por 15 minutos	15,00											15,00
Preparar equipo y material para filtrado	1,40	1,60	1,30	1,20	1,33	1,52	1,37	1,27	1,40	1,55		1,39
Filtrar mezcla de reacción	2,15	3,65	2,65	0,90	1,65	3,35	2,63	3,46	3,53	3,48		2,75
Pipetear 10 mL del filtrado	1,95	2,58	2,01	2,25	1,56	2,64	3,90	2,25	3,60	2,10		2,48
Diluir filtrado hasta 200 mL en un frasco volumétrico	1,08	1,05	1,05	1,05	1,08	1,02	1,05	1,04	1,07	1,03		1,05
Determinación de la sílice												
Preparar material	2,16	2,20	2,15	2,20	2,30	2,18	2,35	2,27	2,42	2,33		2,26
Pipetear 100 mL de la solución diluida	6,45	4,68	4,74	5,04	4,26	2,76	2,76	3,36	3,45	2,55		4,01
Añadir 5 mL de HCl (1,19 kg/L)	0,78	0,90	0,78	0,78	0,90	0,81	0,69	0,96	0,84	0,75		0,72
Evaporar a sequedad sobre plancha de calentamiento	146	146,9	147,5	145,9	147	146,5	146,6	147,9	146,4	148,2		146,89
Añadir 10 mL de HCl (1,19 kg/L)	0,90	0,90	0,75	0,84	1,41	1,20	1,44	1,50	1,14	0,96		1,10
Añadir 10 mL de agua	0,75	0,96	1,11	1,20	1,11	1,11	0,84	0,75	0,96	0,81		0,96
Tapar y digerir por 10 minutos	10,00											10,00
Diluir con 20 mL de agua caliente	1,56	1,41	1,65	1,71	1,44	1,56	1,65	1,74	1,56	1,50		1,57
Preparar material para filtrado	2,85	2,88	2,82	2,83	2,90	2,78	2,85	2,83	2,87	2,85		2,85
Filtrar la solución	24,48	50,67	41,82	47,20	45,80	48,00	45,60	46,20	47,80	45,40		44,30
Poner crisoles con residuos de la filtración a calcinar en mufla a 1000 °C por 1 hora	60,00											60,00
Poner crisoles en desecador para enfriar por 1 hora	65,00											65,00
Pesar crisoles	3,39	1,74	2,64	1,44	1,26	1,74	1,80	2,04	1,98	1,83		1,98

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Reducción en alcalinidad											
Pipetear 20 mL de solución	2,58	3,24	2,70	3,96	1,50	2,55	3,15	2,94	3,30	2,70	2,86
Añadir fenolftaleína (2 gotas)	0,51	0,36	0,30	0,36	0,30	0,240	0,30	0,30	0,24	0,21	0,30
Llenar y enrasar bureta de 50 mL	0,87	0,95	0,90	0,92	0,88	0,93	0,92	0,95	0,85	0,87	0,90
Valorar con HCl hasta viraje de color	5,25	5,76	7,74	7,26	5,64	6,60	7,44	6,36	7,05	7,44	6,65
Lavar materiales	16,30	19,80	16,00	18,50	17,25	18,50	15,70	17,20	18,20	19,30	17,70
Ingresar y presentar resultados	5,38	5,58	5,83	5,25	6,42	5,92	6,25	5,83	6,33	6,50	5,93

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 6. Tabla de tiempos para determinación de carbón y lignito en agregado fino.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Preparación de la solución de cloruro de zinc											
Preparación de material	1,50	1,80	1,60	1,40	1,50	1,80	1,70	1,60	1,60	1,60	1,61
Añadir 250 mL de agua des ionizada a 1 kg de ZnCl ₂	0,30	0,33	0,28	0,32	0,25	0,28	0,30	0,32	0,28	0,30	0,30
Poner en un agitador magnético hasta disolución del ZnCl ₂	108,3	109,5	108,1	110,3	109,8	108,1	108,3	109,9	108,4	109,1	108,97
Medir densidad	0,33	0,28	0,30	0,32	0,25	0,28	0,30	0,33	0,28	0,32	0,30
Determinación de carbón y lignito											
Cuartear muestra	4,16	3,63	4,52	3,22	3,43	4,30	3,87	3,20	4,30	3,22	3,79
Pasar muestra por tamiz de 4,76 mm	0,67	0,70	0,72	0,70	0,65	0,78	0,68	0,65	0,67	0,73	0,70
Pesa 200 g de muestra	1,26	0,80	1,02	0,80	1,07	1,20	0,92	1,13	1,20	1,27	1,07
Secar la muestra en estufa a 110 °C por 2 horas	120										120
Dejar enfriar la muestra	60,00										60,00
Preparar material para flotación	2,10	1,60	2,0	1,40	1,80	1,53	1,73	1,47	1,33	1,80	1,68
Medir 250 mL de solución de ZnCl ₂	0,50	0,53	0,53	0,68	0,55	0,57	0,85	0,33	0,42	0,53	0,55
Agregar muestra y agitar	2,33	1,40	2,20	2,15	2,00	2,13	1,75	0,86	0,90	1,20	1,69
Dejar reposar	15,83	9,48									12,66
Recoger el material flotante en malla	0,48	0,62	0,63	0,37	0,70	0,57	0,65	0,65	0,55	0,62	0,58
Lavar con cuidado la malla	0,68	1,27	1,33	1,50	1,45	1,35	1,42	1,52	1,58	1,20	1,33
Ingresar malla a estufa para secar	30,00										30,00
Dejar enfriar malla	15,00										15,00
Pasar las partículas de la malla a una placa Petri tarada	1,43	0,60	0,88	1,48	0,50	0,68	1,20	0,82	1,33	0,77	0,97
Pesar placa con partículas	0,88	1,13	0,98	0,93	1,25	0,97	1,13	0,95	1,28	0,85	1,04
Separar partículas de carbón (marrones y negras)	1,55	0,33	1,02	1,40	0,95	0,25	1,20	1,00	2,60	1,20	1,15
Pesar placa con partículas de carbón	0,63	0,36	0,78	0,58	0,57	0,33	0,43	0,67	0,78	0,68	0,58
Ingresar datos y presentar informe	5,83	5,60	5,70	5,90	5,47	5,80	5,70	5,33	5,93	6,07	5,73
Lavar materiales	6,10	6,50	6,20	6,90	7,20	7,50	6,50	6,70	7,40	7,30	6,83

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 7. Tabla de tiempos para determinación de carbón y lignito para agregado grueso.

Actividad	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Preparación del cloruro de zinc											
Preparar material	1,50	1,80	1,60	1,40	1,50	1,80	1,70	1,60	1,60	1,60	1,61
Añadir 200 mL de agua desionizada a 1kg de ZnCl ₂	0,30	0,33	0,28	0,32	0,25	0,28	0,30	0,32	0,28	0,30	0,30
Poner recipiente en un agitador magnético hasta disolución del ZnCl ₂	108,3	109,5	108,1	110,3	109,8	108,1	108,3	109,9	108,4	109,1	108,97
Medir densidad	0,33	0,28	0,30	0,32	0,25	0,28	0,30	0,33	0,28	0,32	0,30
Determinación de carbón y lignito											
Cuartear muestra	3,63	3,65	4,30	3,43	3,20	4,08	3,60	3,80	3,00	4,70	3,74
Pasar muestra por tamiz	1,62	1,67	2,07	1,60	1,80	1,93	1,73	2,00	1,87	1,73	1,80
Pesar muestra	3,06	2,02	1,81	3,22	3,65	3,87	3,60	3,70	3,20	3,40	3,15
Poner muestra en estufa para secar	60,00										60,00
Sacar la muestra de la estufa para enfriar	30,00										30,00
Preparar material	2,20	2,13	2,07	2,00	2,33	2,27	2,00	1,93	2,20	2,30	2,14
Poner la solución de ZnCl ₂ a un recipiente	0,83	0,87	0,90	0,80	0,82	0,75	0,78	0,85	0,87	0,82	0,83
Agregar muestra hasta 1/3 del contenido, agitar y recoger partículas flotantes en malla	20,88	35,42	39,50	31,88	19,10	33,30	29,80	20,40	21,20		27,94
Lavar malla hasta eliminar el ZnCl ₂	5,80	1,12	1,40	1,56	1,60	1,47	1,53	1,73	1,33		1,95
Ingresar malla a estufa para secar	30,00										30,00
Dejar enfriar malla	10,00										10,00
Pasar las partículas de la malla a una placa Petri	1,03	1,70	1,05	1,07	1,13	1,20	1,33	1,27	1,40	1,20	1,24
Pesar placa con partículas	0,88	1,13	0,98	0,93	1,25	0,97	1,13	0,95	1,70	1,27	1,12
Separar partículas de carbón y lignito	0,78	6,62	2,13	2,47	3,22	2,07	1,93	1,80	2,00	1,40	2,44
Pesar placa con partículas de carbón	0,38	0,40	0,43	0,38	0,45	0,35	0,38	0,40	0,42	0,38	0,40
Ingresar datos y presentar informe	6,05	5,70	5,95	5,85	5,40	6,00	5,73	5,87	5,73	6,40	5,87
Lavar materiales	7,20	6,50	6,70	7,10	6,20	7,00	6,80	6,50	6,90	6,60	6,75

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 8. Tabla de tiempos para la determinación de impurezas orgánicas en agregados.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Preparación de color estándar											
Preparar materiales	1,30	1,40	1,45	1,28	1,35	1,42	1,40	1,30	1,35	1,38	1,36
Pesar 0,250 g de K_2CrO_7	2,03	2,10	2,05	2,12	2,15	2,08	2,15	2,12	2,10	2,17	2,11
Pipetear 100 mL de H_2SO_4	1,25	1,40	1,35	1,32	1,27	1,42	1,32	1,35	1,30	1,40	1,34
Agitar y almacenar	12,27	12,17	12,38	12,4	12,2	12,33	12,4	12,35	12,3	12,42	12,32
Preparación de muestra											
Cuartear muestra	3,40	4,10	3,70	4,00	3,92	3,45	3,62	3,50	3,90	3,60	3,68
Medir un volumen de 130 mL de muestra	1,33	1,30	1,20	1,30	1,25	1,18	1,30	1,18	1,25	1,22	1,25
Añadir NaOH hasta un volumen de 200 mL	1,35	1,40	1,30	1,30	1,40	1,32	1,38	1,40	1,20	1,40	1,34
Agitar y dejar reposar 24 horas	1440										1440
Comparar color y anotar resultados	4,50	4,20	4,30	4,25	4,50	4,45	4,30	4,90	4,50	4,30	4,46

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 9. Tabla de tiempos para la determinación de sales solubles en suelos.

Actividades	Tiempos (minutos)										Tiempo promedio
Cuartear muestra	4,33	3,90	4,27	3,40	4,2	4,00	3,80	3,60	3,20	4,07	3,88
Disgregar y tamizar la muestra por malla de 2 mm	2,20	2,63	2,77	1,93	2,80	2,37	2,60	2,23	2,50	2,00	2,40
Preparar material para pesado	1,45	1,70	1,55	1,80	1,30	1,20	1,10	1,40	1,60	1,35	1,45
Pesar 100 g de muestra	3,16	2,72	2,40	2,86	3,36	3,16	3,94	2,64	2,30	2,70	2,92
Añadir 300 mL de agua destilada	2,08	2,80	1,98	1,20	1,13	2,20	1,90	1,85	2,10	1,93	1,92
Agitación mecánica por 1 hora	60,00										60,00
Reposar por 1 hora	60,00										60,00
Preparar material par filtrado de extracto	1,07	1,20	1,10	1,15	1,35	1,40	1,10	1,05	1,42	1,10	1,19
Filtrar extracto	38,03	18,67	12,86	13,25	19,50	27,20	15,75	21,20	17,70	18,40	20,26
Pipetear 100 mL	2,52	2,40	2,50	2,66	2,32	2,44	2,52	2,60	2,80	2,70	2,54
Evaporar a sequedad sobre plancha	339	354	355,7	337,7	342,8	353,1	332,5	345,4	353,1	335,1	344,84
Secar en estufa a 110°C por 3 horas	180										180
Poner en desecador a enfriar	60,00										60,00
Pesar frasco	0,92	0,80	1,04	0,72	0,96	1,06	0,80	0,96	0,84	1,16	0,93
Ingresar datos y presentar resultados	4,07	5,45	5,20	4,47	5,92	5,40	4,87	4,73	5,25	5,10	5,05
Lavar materiales	12,4	13,00	12,20	12,60	12,45	12,80	12,10	11,55	12,65	12,70	12,45

Fuente: Elaboración propia.

3.4. Diagramas de Gantt

Con los valores promedio de tiempo obtenidos para las diversas actividades de cada determinación estudiada, se han elaborado los respectivos diagramas de Gantt con la finalidad de ilustrar mejor la secuencia y duración de las mismas. De este modo se podrá optimizar los procedimientos y, en consecuencia, mejorar la rentabilidad del laboratorio y la calidad de los servicios analíticos ofrecidos por el Laboratorio de Química de la UDEP.

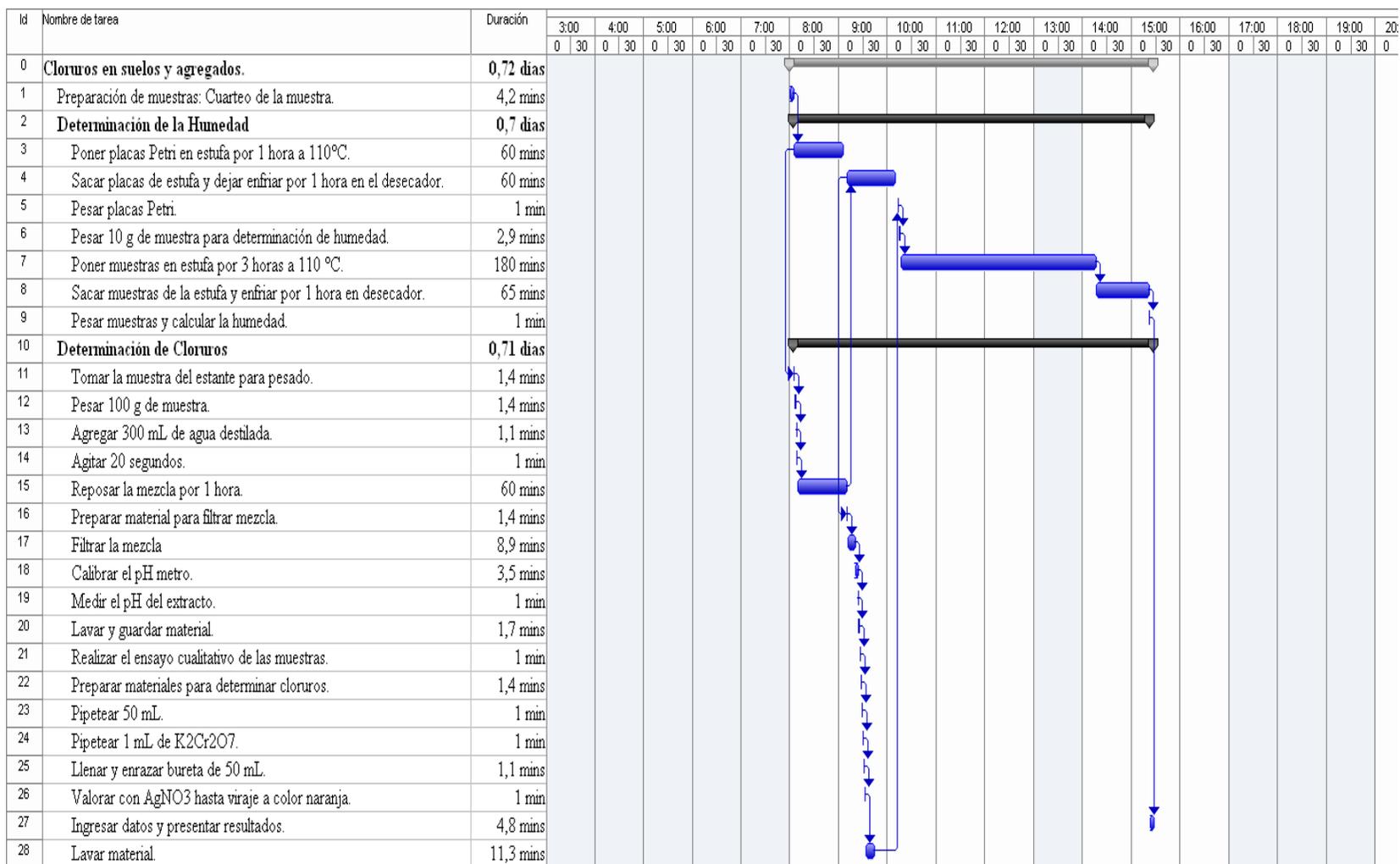


Figura 32. Diagrama de Gantt: Cloruros en suelos y agregados.
Fuente: Elaboración propia

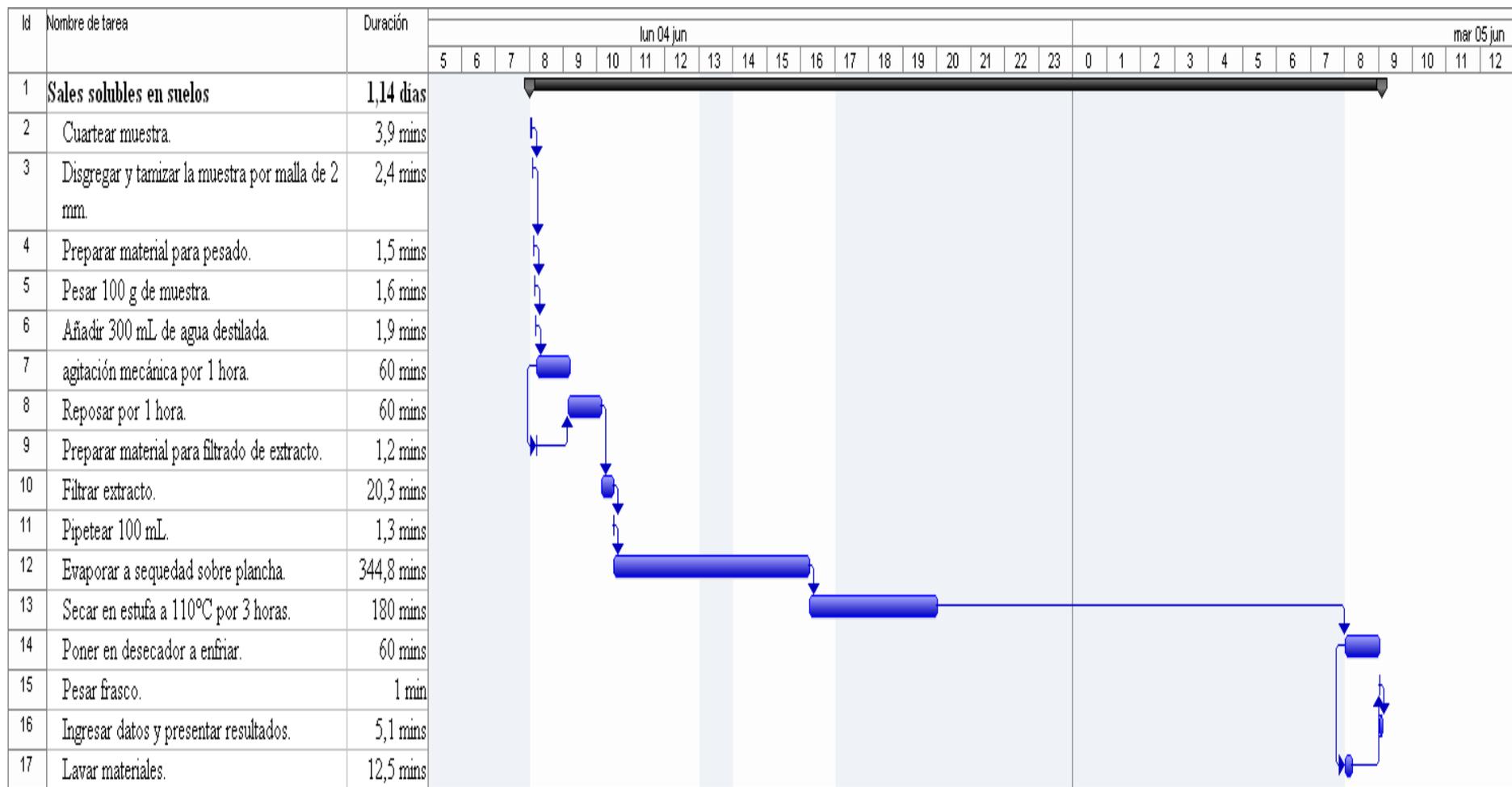


Figura 34. Diagrama de Gantt: Sales solubles en suelos.

Fuente: Elaboración propia

Una vez realizados los diagramas se pudo determinar los tiempos parciales de realización de los análisis de laboratorio. Se han llamado tiempos parciales porque éstos no comprenden los tiempos de los desplazamientos que estén relacionados directamente con los procedimientos propios del análisis, ni indicados en las normas en la cual se basan, pero que son necesarios para la realización de los análisis.

Tabla 10. Tiempos parciales de los análisis de suelos y agregados.

Análisis de laboratorio	Tiempo (horas)
Cloruros en suelos y agregados	5,76
Sulfatos en suelos y agregados	6,24
Sales solubles en suelos	9,12
Carbón y lignito en agregados finos	3,52
Carbón y lignito en agregados gruesos	5,04
Impurezas orgánicas en agregados	9,44
Reactividad álcali-sílice en agregados	14,16

Fuente: Elaboración propia.

Los tiempos en la Tabla 10 son para realizar un análisis teniendo en cuenta que todas las determinaciones se hacen por duplicado y que solo la determinación de reactividad álcali-sílice se realiza por triplicado.

Para la Tabla 11 se han tomado las siguientes consideraciones:

- De una muestra de suelo o agregado se puede determinar los cloruros, los sulfatos o ambos.
- Se han sumado los tiempos correspondientes a los desplazamientos para el pesado, ya que la balanza se encuentra en un área especial, también se han sumado los tiempos que tardan la estufa y la mufla para alcanzar la temperatura requerida, además de otros desplazamientos por materiales varios.
- No se ha tomado el tiempo correspondiente al traslado de la muestra al Laboratorio de Ensayo de Materiales de Construcción para su molienda para las ocasiones en que dicha operación tenga que ejecutarse en dicho centro.
- Finalmente se agrega el tiempo que tarda la elaboración y revisión del informe final.

Teniendo en cuenta las consideraciones anteriores los nuevos tiempos de análisis serían los siguientes:

Tabla 11. Tiempos finales para los análisis de suelos y agregados.

Cantidad	Análisis de laboratorio	Tiempo (horas)
01	Cloruros y sulfatos en suelos o agregados	7,61
01	Sales solubles en suelos	9,61
01	Carbón y lignito en agregados finos	3,64
01	Carbón y lignito en agregados gruesos	5,16
01	Impurezas orgánicas en agregados	9,56
01	Reactividad álcali-sílice en agregados	14,65

Fuente: Elaboración propia.

Los tiempos de ejecución de las determinaciones están calculados en base a las jornadas de 8 horas que trabaja el personal. Así por ejemplo en los casos de las determinaciones de impurezas orgánicas y reactividad álcali-sílice que exigen tiempos de reacción de 24 horas (toda la noche), éste tiempo no se refleja en la suma total de horas que dura la determinación.

De esta manera quedan definidos los tiempos para los diferentes tipos de análisis que se pueden realizar en suelos y agregados.

3.5. Manual de procedimientos

Un manual de procedimientos es un documento en el cual se indica detalladamente cómo deben desarrollarse las actividades de cada empresa. En la presente tesis se han elaborado los manuales de laboratorio para los análisis de suelos y agregados para la construcción.

Los manuales han sido redactados conforme a las NTP y ASTM que están asociadas a los análisis de suelos y agregados.

Este manual presenta una estructura análoga a las NTP la cual consta de:

- **Objeto:** En esta parte se menciona el objetivo del ensayo.
- **Materiales y equipos de laboratorio:** Aquí se detallan los equipos, materiales y reactivos necesarios para la realización de los análisis.
- **Reactivos**
- **Procedimientos previos:** En esta parte podemos encontrar la preparación de la muestra o estandarización de algunos reactivos.
- **Procedimientos de ensayo:** En este punto se detallan los pasos que se deben seguir para realizar los análisis de laboratorio en suelos y agregados.
- **Cálculos:** Se detalla mediante fórmulas la manera de procesar los datos experimentales para obtener el resultado del análisis.
- **Reportes de ensayo:** Se detalla cómo se deben presentar los resultados de los análisis.

Los siguientes procedimientos están numerados con su correlativo a la norma con el fin de realizar una rápida consulta.

Todo el personal del laboratorio, que está debidamente capacitado, debe proceder de acuerdo al reglamento de seguridad del laboratorio y a las MSDS (Material Safety Data Sheet), estas últimas están adjuntas a la base de datos del inventario de reactivos en versión digital. .

En el Anexo E se presenta el manual de procedimientos de análisis de laboratorio. En dicho manual se ha considerado un posible encabezado y pie de página que contienen, respectivamente, toda la información que indica el procedimiento de gestión PG-03_CD Control de la Documentación tal como se ha diseñado para el Laboratorio de Química en base a la norma ISO 17025; y el espacio para las revisiones y aprobaciones.

Capítulo 4

Discusión de resultados

4.1.Introducción

En este capítulo final se discutirá acerca del grado de aproximación entre los métodos de ensayo que actualmente se realizan en el laboratorio y aquellos descritos por las normas técnicas que los sustentan.

Los aspectos de la metodología que no se comparan con la norma en este capítulo se ejecutan de acuerdo a la norma. Por ello no se comentan.

El principal objetivo de esta comparación es destacar las operaciones críticas, que eventualmente podrían dar lugar a la necesidad de una validación de los métodos.

4.2.Determinación de cloruros y sulfatos en suelos y agregados

Al realizar una comparación entre los procedimientos que son ejecutados por los técnicos de laboratorio y los que están descritos en la norma técnica NTP 400.042 se encontraron las siguientes diferencias:

- Cuando se agrega el indicador de cromato de potasio, en la norma técnica específica que se debe agregar solo dos gotas, pero en el procedimiento se agrega 1 mL. Este cambio se introdujo debido a que no se visualizaba muy bien el cambio de color al momento de titular con nitrato de plata. Al agregar 1 mL de cromato de potasio la visualización del cambio es mejor y se puede determinar de manera más exacta los valores de la titulación.
- En la etapa de calcinación de sulfatos, éstos se realizan en crisoles de porcelana y no en crisoles de platino como lo indica la norma. Este cambio se realizó debido a la poca disponibilidad de los crisoles de platino que hay en el laboratorio, que implicaban demoras al momento de analizar varias muestras. Además se suprimió el último paso volatilización con ácido fluorhídrico de la

posible sílice ocluida en el precipitado de sulfato de bario. En la Tabla del Anexo D se muestran resultados comparados de ensayos realizados con y sin volatilización en crisol de platino. De ellos se concluye que la cantidad de sílice presente es despreciable. Simplificando este paso se abrevió el tiempo de ejecución del ensayo y permitió trabajar con más muestras a la vez.

4.3.Determinación de sales solubles en suelos

En este análisis se cambiaron las cápsulas de evaporación por matraces Erlenmeyer debido a que no se contaba con el material que especifica la norma. El cambio del recipiente no afectó al análisis de la muestra debido a que solo se necesitaban para realizar una evaporación a sequedad.

4.4.Determinación de impurezas orgánicas en agregados finos

Para este análisis al momento de realizar la comparación de la muestra con el color estándar, la solución de color estándar no era preparada antes de realizar el análisis y se utilizaba una solución almacenada por cierto tiempo, dicha solución pierde su tonalidad con el tiempo pudiendo afectar el resultado de los análisis particularmente cuando el contenido de materia orgánica es alto o se aproxima al color estándar de referencia. Vista esta observación ahora se procede a preparar un color estándar de comparación cada vez que se realiza este análisis.

Se sugiere realizar una lectura de absorbancia a distintas longitudes de onda; en primer lugar para buscar la longitud de onda donde la señal es máxima; y segundo, para determinar la deriva del color y fijar el límite de tiempo en que la solución podría ser almacenada sin poner en riesgo la calidad del resultado.

4.5.Determinación de la reactividad álcali-sílice en agregados

En este análisis no se observó ninguna variación en el procedimiento, ni cambio en los equipos con respecto a lo que dice en la norma ASTM C 289-03.

4.6.Discusión de los tiempos de ejecución de tareas

Una vez revisados los tiempos de las determinaciones se puede ver que el mayor porcentaje del tiempo es utilizado por los equipos, si se buscara optimizar los procesos se tendría que ver estos tiempos, como por ejemplo en el análisis de sales solubles el tiempo de evaporación se reduciría si se utilizaran las cápsulas de evaporación como lo indica en la norma técnica, son recipientes que permiten un área superficial más amplia en contacto con la atmósfera y por ello habría una evaporación más rápida, esto se tendría que ensayar.

En las tablas de la 12 a la 18 se puede observar los cuadros de tiempos para cada análisis, donde se aprecia el tiempo utilizado en equipos, los desplazamientos y los tiempos de mano de obra para cada análisis.

Estas tablas son importantes ya que pueden ser utilizados para determinar los costos de los análisis además de ayudar en determinar la depreciación de los equipos.

En la tabla 19 se presenta el resumen de toda esta información mostrada en las tablas antes mencionadas, donde se presenta el porcentaje que representa el uso de equipos y mano de obra para cada análisis de suelos y agregados en el laboratorio.

Otra variable que se ha tomado en cuenta en la medición de tiempos es el desplazamiento que realiza el personal técnico del laboratorio durante los análisis de los suelos y agregados. Se puede observar en la tabla 19 que el mayor porcentaje del tiempo es del uso de equipos, seguido por la mano de obra y finalmente los desplazamientos que representan un porcentaje pequeño comparado con el tiempo total de la operación. Pero si hacemos una comparación de los tiempos de desplazamiento con los tiempos de mano de obra los porcentajes aumentan; aquí se podría sugerir revisar la distribución de los ambientes del laboratorio con el fin de disminuir estos tiempos de desplazamiento.

Tabla 12. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de cloruros en suelos y agregados.

CLORUROS EN SUELOS Y AGREGADOS		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Placas Petri	2	363, 97
Estufa	1	240,00
Desecador	1	120,00
Balanza	1	5, 40
Probeta de 250 mL	1	1, 05
Vaso de precipitado	1	62, 81
Varilla de vidrio	1	0, 33
Embudo Büchner	1	8, 88
Matraz Kitasato	1	8, 88
Bomba de vacío	1	8, 88
pH metro (calibración y medición)	1	4, 04
Tubo de ensayo	2	0, 54
Pipeta (extracto)	2	1, 25
Pipeta de 1 mL	1	0, 34
Bureta de 50 mL	1	2, 15
Matraz Erlenmeyer	2	1, 06
Agitador magnético	1	1, 06
Total		830,64
Mano de obra		
Total		49, 96
Desplazamientos		17, 28

Fuente: elaboración propia

Tabla 13. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de sulfatos en suelos y agregados.

SULFATOS EN SUELOS Y AGREGADOS		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Placas Petri	2	365, 83
Estufa	1	240, 00
Desecador	1	185, 00
Balanza	1	9, 20
Probeta de 250 mL	1	1, 05
Varilla de vidrio	1	1, 30
Vaso de precipitado	1	60, 33
Vaso de precipitado (reacción)	2	129, 77
Vaso de precipitado (filtración)	2	41, 46
Mufla	1	120, 00
Crisoles de porcelana	2	185, 94
Embudo Büchner	1	9, 09
Embudo de vidrio	2	41, 46
Matraz Kitasato	1	9, 09
Bomba de vacío	1	9, 09
Probeta de 70 mL	2	1, 16
Pipeta de 20 mL	1	0, 67
Pipeta de 5 mL	1	0, 97
Total		1411,41
Mano de obra		
Total		91, 60
Desplazamientos		18, 72

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 14. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de la reactividad álcali-sílice.

REACTIVIDAD ALCALI - SILICE		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Mufla	1	120, 00
Crisoles de porcelana	3	247, 84
Desecador	1	125, 00
Balanza	1	5, 97
Vaso de precipitado (reacción)	3	165, 25
Vaso de precipitado (filtrado)	3	44, 30
Contenedores de reacción	3	1443,13
Pipeta de 25 mL	1	2, 29
Pipeta de 10 mL	3	4, 54
Pipeta de 100 mL	3	4, 01
Pipeta de 5 mL	1	0, 72
Pipeta de 20 mL	1	4, 43
Baño maría	1	1440,00
Bandeja	1	15, 00
Embudo Büchner	3	2, 75
Matraz Kitasato	3	2, 75
Bomba de vacío	1	2, 75
Fiola	3	1, 05
Plancha de calentamiento	1	156, 89
Bureta de 50 mL	1	0, 90
Agitador magnético	1	6, 65
Matraz Erlenmeyer	3	6, 65
Total		3802,87
Mano de obra		
Total		114, 16
Desplazamiento		29, 40

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 15. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de carbón y lignito en agregado fino.

CARBÓN Y LIGNITO EN AGREGADO FINO		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Probeta de 250 mL	1	0, 85
Agitador magnético	1	108,97
Densímetro	1	0, 30
Tamiz	1	0, 70
Balanza analítica	1	1, 07
Balanza de precisión	1	1, 62
Recipiente contenedor	1	181,07
Estufa	1	150,00
Vaso de precipitado	1	14, 35
Malla	1	45, 00
Desecador	1	15, 00
Placa Petri	1	2, 59
Pinza	1	0, 97
Total		522,49
Mano de obra		
Total		23, 59
Desplazamientos		7, 20

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 16. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de carbón y lignito en agregado grueso.

CARBON Y LIGNITO EN AGREGADO GRUESO		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Probeta de 250 mL	1	0,30
Agitador magnético	1	108,97
Densímetro	1	0,30
Tamiz	1	1,80
Balanza analítica	1	3,15
Balanza de precisión	1	1,52
Estufa	1	90,00
Recipiente contenedor	3	121,92
Malla	1	71,13
Placas Petri	1	2,76
Total		401,85
Mano de obra		
Total		55,71
Desplazamiento		7,20

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 17. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de impurezas orgánicas.

IMPUREZAS ORGÁNICAS		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Balanza	1	2, 11
Vaso de precipitado	1	14, 43
Pipeta de 100 mL	1	1, 34
Agitador magnético	1	12, 32
Frasco contenedor	1	1441,25
Total		1471,45
Mano de obra		
Total		15, 54
Desplazamientos		7, 20

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 18. Tiempos de uso de equipos y actividades en la determinación de sales solubles.

SALES SOLUBLES		
Actividades		
Uso de equipos y materiales	Cantidad	Tiempo (minutos)
Malla de 3 mm	1	2,40
Balanza	1	3,85
Vaso de precipitado	1	122,92
Probeta de 250 mL	1	1,92
Agitador magnético	1	60,00
Embudo Büchner	1	20,26
Matraz Kitasato	1	20,26
Bomba de Vacío	1	20,26
Pipeta de 100 mL	1	2,54
Plancha de calentamiento	1	344,84
Frasco Erlenmeyer	2	585,77
Estufa	1	180,00
Desecador	1	60,00
Total		1425,02
Mano de obra		
Total		29,68
Desplazamientos		5,78

Fuente: Elaboración propia.

Tabla 19. Resumen de tiempos de ejecución de mano de obra, equipos y desplazamientos

Análisis	Mano de obra	Equipos	Desplazamiento	Total(min)	Mano de obra (%)	Equipos (%)	Desplazamiento (%)	Desplazamiento vs. mano de obra (%)
Reactividad	114,16	3802,37	29,40	3945,93	2,89	96,36	0,75	25,75
Sales solubles	29,68	1425,02	5,78	1460,48	2,03	97,57	0,40	19,47
Carbón y lignito (g)	23,59	522,49	7,20	553,28	4,26	94,44	1,30	30,52
Carbón y lignito (kg)	55,71	401,85	7,20	464,76	11,99	86,46	1,55	12,92
Cloruros	49,96	830,64	17,28	897,88	5,56	92,51	1,92	34,59
Sulfatos	91,60	1411,41	18,72	1521,73	6,02	92,75	1,23	20,44
Impurezas orgánicas	15,54	1471,45	7,20	1494,19	1,04	98,48	0,48	46,33

Fuente: Elaboración propia.

Conclusiones

- Se logró preparar los manuales de análisis de suelos y agregados de acuerdo a las normas técnicas en las cuales se detallan los pasos a seguir y con los recursos que dispone el laboratorio para realizar los análisis de suelos y agregados. Además se realizaron los diagramas de flujo de cada análisis de suelos y agregados.
- Se han elaborado los diagramas de flujo de los distintos métodos que facilitarán el diseño de los instructivos de ensayos finales, la revisión de materiales necesarios y el cálculo de los costos de los ensayos.
- Se determinaron los tiempos de ejecución de los diferentes análisis de suelos y agregados que se realizan en el laboratorio. Estos tiempos serán de utilidad para determinar los costos de ejecución de los análisis, también para poder optimizar en qué parte del análisis se utiliza mayor tiempo para poder reducirlo y así mejorar los tiempos de ejecución.
- Se han evidenciado algunas diferencias de ejecución de los ensayos en relación a lo estipulado por la norma, que no se habían justificado técnicamente, tal como la cantidad de indicador en la determinación de cloruros.

Bibliografía

- [1] Saenz, J.J. y Urizar, D.G. (2010). Desarrollo de un sistema de gestión para el Laboratorio de Química de la Universidad de Piura utilizando ASP.NET y MVC. Piura.
- [2] Grupo ACMS. Proceso de implantación y acreditación ISO 17025. (s/f). Recuperado 21 de septiembre, 2011, de http://www.grupoacms.com/consultora_iso_17025.php.
- [3] ILAC. (2010). International laboratory accreditation cooperation: Ventajas en el uso de un laboratorio acreditado. Recuperado de http://www.ilac.org/documents/Bro_spanish/ES_the_advantages_of_being.pdf.
- [4] INDECOPI. (2008). Agregados: Definición y clasificación de agregados para uso en mortero y hormigones (concreto). (2ª ed). Lima.
- [5] Rivva, E. (2000). Naturaleza y materiales del concreto. Lima: ACI Perú.
- [6] Torre, A. Tecnología de los materiales. (s/f). Recuperado de <http://es.scribd.com/doc/52675877/CAPITULO-II-Agregados>. Capítulo VI.
- [7] Geotechnical Engineering. (s/f). Recuperado de <http://www.newagepublishers.com/samplechapter/001206.pdf>.
- [8] Sistema de clasificación de suelos (s/f). Recuperado de <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/7312/Capitulo2.pdf>
- [9] Duoc UC. (2005). Mecánica de suelos: clasificación de suelos. Recuperado de http://biblioteca.duoc.cl/bdigital/esco/Ing_construccion/40025.pdf.
- [10] Coucha-Fernandez, A. Práctica estándar para la descripción e identificación de suelos. (s/f). Recuperado de http://www.asocem.org.pe/SCMroot/bva/norm/ponencias/Construccion_ExpoGeo01.ppt.

- [11] Whitten K.W., Davis, R.E, Peck, M.L. (1998). Química General (5^a ed). España: Mc. Graw Hill.
- [12] Segarra, J. (2005). Envejecimiento de presas por reacciones expansivas en hormigón. Catalunya.

Anexos

Anexo A

Relación de servicios analíticos ofrecidos por el Laboratorio de Servicios a Terceros

Determinación	Norma o método
ACEITES COMESTIBLES	
Acidez o índice de acidez	Titulación
Cold test	AOAC 28.116
Fósforo	NTP 209.004/AOCS Official Method Ca 12-55 - 1989
Humedad y materia volátil	AOCS Official Method Aa 3-38 - 1898
Índice de peróxidos	AOAC Method 28.022
Índice de saponificación	NTP 209.058/ASTM D 1962/AOAC Method 613.25
Índice de yodo	AOCS Official Method Cd 1-25
Índice hidroxilo	AOAC Method 28.016
Materia insaponificable	AOAC Method 26.071 / NTP 209.057 1969
Materia insoluble (en hexano)	
ACEITES ESENCIALES	
Aceites esenciales en jugo	Destilación por arrastre de vapor
Citral (constituyentes carbonilados)	NTP 319.078 1971
Densidad relativa	NTP 319.081 1974 (Picnómetro) / ISO 279-1981
Índice de refracción	ISO 280-1976 / NTP 319.075 1971
Residuo de evaporación	NTP 319.089 1971
Rotación óptica	NTP 319.076 / ISO 592-1981
Solubilidad en etanol	ISO 875-1980 / NTP 319.084 1974
ACEITES LUBRICANTES Y COMBUSTIBLES	
Cenizas	ASTM D 482-03
Contenido de agua	Método Fina
Contenido de arena	Gravimetría
Densidad relativa	Picnómetro
Gravedad API	Picnómetro
Material particulado (en combustible)	ASTM D 2276-2005
Material particulado (en lubricante)	ASTM D 2276-84
Viscosidad	Viscosímetro de rotor concéntrico
Viscosidad cinemática	Viscosímetro de rotor concéntrico
AGREGADOS Y ESTUDIO DE SUELOS	
Cal útil vial	MTC E215-2000
Carbón y lignito (agregado fino)	ASTM C123-03
Carbón y lignito (agregado grueso)	ASTM C 123

Determinación	Norma o método
Carbonatos (cualitativo) en el concreto con fenolftaleína	
Cloruros	NTP 339.177
Cloruros	NTP 400.042
Distribución granulométrica	
Humedad	
Impurezas orgánicas (en agregado fino)	ASTM C 40
Partículas livianas	ASTM C123
Partículas livianas	ASTM C123
Pérdidas por calcinación (a 1000 °C)	Calcinación a 1000 °C
Preparación de muestra (agregado fino)	Molienda y humedad
Preparación de muestra (agregado grueso)	Molienda y humedad
Reactividad potencial álcali-agregado en agregado grueso	ASTM C 289
Reactividad potencial álcali-agregado en agregado fino	ASTM C 289
Retenido malla N° 325	-
Riedel Weber (adhesividad de bituminosos a áridos finos)	MTC E220-1999
Sales solubles	NTP 339.152
Sales solubles MTC	MTC E219
Sulfatos	NTP 339.178
Sulfatos	NTP 400.042
AGUA (FÍSICO-QUÍMICOS)	
Aceites y grasas	Extracción líquido-líquido
Alcalinidad total	Volumetría
Bicarbonatos	Volumetría
Carbonatos	Volumetría
Carbonatos y bicarbonatos	Volumetría
Cloruros	Volumetría
Conductividad eléctrica	Conductivímetro
Dureza total	Volumetría
Fósforo	Colorimetría
Materia orgánica	Volumetría
Nitratos	Colorimetría
Nitrógeno amoniacal	Destilación
Nitrógeno total	Kjehldahl
Oxígeno disuelto	Titulación
pH	pH-metro
Sales solubles	NTP 339.152
Sólidos en suspensión	Gravimetría
Sólidos totales	Gravimetría
Sulfatos	Turbidimetría
AGUA PARA CONCRETO - NTP 339.088	
Aceites y grasas	

Determinación	Norma o método
Acidez o índice de acidez	Volumetría
Alcalinidad	Volumetría
Álcalis (Na + K)	ASTM C -114.04
Cloruros	NTP 339.076
Materia orgánica	Volumetría
pH	pH-metro
Sólidos totales	ASTM .C 1603
Sulfatos	NTP 339.074
ALGARROBINA	
Sólidos solubles	NTP 209.600 - 2002
Sólidos solubles	AOAC 932
ALGODÓN (SEMILLA Y DERIVADOS)	
Gosipol libre	
Gosipol total	
Pasta de algodón	NTP 209.156:1981
Pasta de algodón	NTP 209.156:1981
ALIMENTOS (GENERAL)	
Arena	Calcinación y digestión ácida
Cenizas - Materia orgánica	Calcinación
Densidad por compactación	Compactación
Envase y rotulado	
Evaluación organoléptica	
Fibra cruda	NTP 205.003:1980- En cereales y menestras
Fibra cruda	AOAC 16.023
Fósforo	Colorimetría
Grasa total	Extracción Soxhlet
Hidratos de carbono	
Humedad	AOAC 934.06
Humedad	NTP 209.264
Índice de refracción (°Brix)	Refractometría
pH (alimentos líquidos y sólidos)	
Proteína bruta	Kjeldahl
Proteína soluble (agua)	Kjeldahl
Proteína soluble (ETOH)	Kjeldahl
Proteína soluble (KCl)	Kjeldahl
Proteína soluble (KOH)	Kjeldahl
Punto de fusión	NTP 208.026 2003
Rendimiento de taza - Café	Goteo
TVN (TBVN) Bases volátiles nitrogenadas	
ANÁLISIS POR AAS	
Hierro	AAS
Magnesio	AAS
Manganeso	AAS
Plata	AAS

Determinación	Norma o método
Oro	AAS
Cobalto	AAS
Niquel	AAS
Bario	AAS
Aluminio (Nitroso/acetileno)	AAS
Bario (Nitroso/acetileno)	AAS
AAS : Ti, Mo, Sn Si (Nitroso/acetileno) c/elemento	AAS
Calcio	AAS
Cobre	AAS
Potasio	AAS
Sodio	AAS
Zinc	AAS
Metales pesados: Cd, Cr, Pb	
Prep. muestra - Minerales	Fusión de crisol de Pt
Prep. muestra - Aceros	Digestión ácida
Prep. muestra - Aguas	Digestión ácida
Prep. muestra - Aleaciones base-cobre	
Prep. muestra - Humus, alimentos, alimentos balanceados, algas, etc.	Calcinación + digestión ácida
Preparación de muestra - Metales pesados en baritinas, lodos, suelos contaminados, etc.	Digestión ácida
Preparación de muestra - Óxido de tubería	Digestión ácida
ANÁLISIS POR AAS-ANÁLISIS ELEMENTALES (Aceros, aleaciones base cobre)	
AAS (Aire/acetileno) c/elemento: Cr, Ni, Mg, Pb,Cu, Mn, Zn, Fe	
AAS (Nitroso/acetileno) c/elemento: Al, Ti, Mo, Sn	
Fósforo ()	Colorimetría
Si	Colorimetría
ARENA PARA ARENADO	
Aceites y grasas	SI3-22-22 (Abril 2). PETROPERÚ
Carbonatos	Acidimetría
Cloruros	NTP 339.177
Dureza	SI3-22-22 (Abril 2). PETROPERÚ
Granulometría	SI3-22-22 (Abril 2). PETROPERÚ
Humedad	SI3-22-22 (Abril 2). PETROPERÚ
pH	SI3-22-22 (Abril 2). PETROPERÚ
Sales solubles	ASTM D 4940
Sulfatos	NTP 339.178
AZÚCAR Y JARABES AZUCARADOS	
Color	AOAC 207.009
Color + turbidez (en una misma muestra)	
Turbidez	
BEBIDAS ALCOHÓLICAS	
Acidez	NTP 211.040 2003
Densidad	NTP 210.002 1966 - Picnómetro

Determinación	Norma o método
Densidad relativa	NTP 210.002 1966 - Picnómetro
Destilación	NTP 210.024:2003 - No rectificado
Ésteres	NTP 211.003:2003
Grado alcohólico (bebidas destiladas)	NTP 211.004:2004
Grado alcohólico (otras bebidas)	NTP 211.004:2004
Rotulado	NTP 210.027:2004
CÁSCARA DE LIMÓN DESHIDRATADA	
Granulometría	GRINDSTED-MEXICO
Humedad	GRINDSTED-MEXICO
Sólidos solubles	GRINDSTED-MEXICO
FERTILIZANTES	
Nitrógeno	Microkejdahl
Fósforo	Colorimetría
pH	Potenciometría
Potasio	AAS
MADERA	
Humedad	NTP 251.010:2004
MARIGOLD	
Granulometría (en harina)	
Humedad	Gravimetría
Oleoresinas	Extracción con solvente
Xantofilas	AOAC 13.018 - 43.023
MIEL DE ABEJA	
Acidez	NTP 209.174 – 1999
Azúcares reductores	NTP 209.172 – 1999
Cenizas	NTP 209.175 – 1980
Diastasa	NTP 209.177 – 1980
Glucosa comercial	Método de Fiehe
HMF	NTP 209.176 – 1999
Humedad (Índice de refracción)	NTP 209.171-1999
PASTA DE AJÍ	
°Brix	°Brix
Acidez o índice de acidez	Titulación
Cloruros	Titulación Mohr
Coliformes totales	AOAC 991.14
Mohos y levaduras	Cap 18. Bacteriological Analytical Manual <i>Online</i> – FDA
pH	Potenciometría
Recuento total de mesófilos	AOAC 966.23
Sólidos totales	Gravimetría
ROCA FOSFÓRICA	
Cadmio (Incluye preparación-muestra)	AAS
Calcio (CaO)	Volumetría

Determinación	Norma o método
Flúor	Volumetría
Granulometría	
Hierro + aluminio ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	AAS- Volumetría y gravimetría
Humedad	Gravimetría
Materia insoluble (en ácido)	Gravimetría
Pentóxido de fósforo (P_2O_5)	Volumetría
Sílice (SiO_2)	Volatilización
Sulfato	
SAL COMÚN	
Bicarbonatos	NTP 209.017
Calcio	NTP 209.017 (1991)
Carbonatos	NTP 209.017
Cloruro de potasio	NTP 209.017 (1991)
Cloruro de sodio (pureza)	NTP 209.017 (1991)
Fosfatos	NTP 209.017 (1991)
Granulometría	NTP 209.017 (1991)
Humedad	NTP 209.017 (1991)
Magnesio	NTP 209.017 (1991)
Materia insoluble (en agua)	NTP 209.017 (1991)
Potasio	AAS
Sodio	AAS
Sulfatos	NTP 209.017 (1991)
Yodo	Valoración con tiosulfato
SUELOS AGRÍCOLAS	
Calcio	AAS
Carbonatos	Acidimetría
Carbono	Cálculo a partir de M.O.
Cenizas	Calcinación
Cloruros	NTP 400.042 (titulación Mohr)
Conductividad	Conductivímetro
Fósforo	NTP 311.225 (colorimetría)
Gravedad específica (densidad real)	Picnómetro
Hidrocarburos (en suelos contaminados)	Extracción Soxhlet
Humedad	Gravimetría
Magnesio	AAS
Materia orgánica	Método de Walkley - Black
Nitrógeno (N)	NTP 311.011 (Kjeldahl)
pH	NTP 339.176 (Potenciometría)
Potasio	AAS
Potasio intercambiable	Fotometría de llama
Preparación de la muestra	Secado y tamizado
Sales solubles	NTP 339.152 (gravimetría)
Sodio	AAS
Sulfatos	Turbidimetría, NTP 339.178
Textura	Hidrómetro de Bouyoucus

Determinación	Norma o método
SULFATO DE ALUMINIO	
Aluminio total soluble	311.095
Fierro total soluble	311.095
Insolubles	311.095
VARIOS	
Ácido carmínico (cochinilla)	NTP 011.208:1988 (Espectrofotométrico)
Cloro activo (hipoclorito sódico)	Yodometría
Granulometría (café verde)	NTP ISO 4150:2005
VINAGRE	
Acidez fija	NTP 209.024 – 1970
Acidez volátil por cálculo	NTP 209.023 – 1970
Alcalinidad de las cenizas	NTP 209.025 – 1970
Cenizas	NTP 209.022 – 1970
Definición/clasificación y metodos ensayo y requisitos	NTP 209.020 - 1970
Extracto seco (total)	NTP 209.021 – 1970
Fermentación acética	NTP 209.061:1974 Reacción de Kraszewski
Presencia de ácidos minerales u orgánicos distinto del acético	NTP 209.062 – 1974
YESOS	
Agua combinada a 230 °C	ASTM C471 M-01
Agua libre (humedad) a 45 °C	ASTM C471 M-01
CaO	NTP 334.139:2003
Cloruros	NTP 334.139 2003
Contenido de yeso (pureza con agua combinada)	NTP 334.139 2003
Dióxido de silicio y otra materia insoluble en ácido	ASTM C471 M-01
Fe ₂ O ₃	NTP 334.139 2003
Granulometría	
Gravedad específica	NTP 334.139 2003
MgO	NTP 334.139 2003
Muestreo	
Preparación de la muestra	
Preparación de la muestra - Bloque de mina	
Sodio	AAS
Trióxido de azufre	ASTM C471 M-01

Anexo B
Laboratorio de Servicios a Terceros.
Relación de equipos

Equipo	Marca	Modelo
Estufa de ventilación forzada	Memmert	ULM500
Estufa	Memmert	S40
Incubadora	Memmert	BE 400
Horno mufla	Thermolyne	F6010
Digestor de nitrógeno Kejdahal	Büchi	435
Unidad de destilación Kejdahal	Büchi	K-314
Espectrofotómetro de absorción atómica	Perkin Elmer	1100 B
Espectrofotómetro de UV visible	Spectronic	Genesys Series
Cuenta colonia	Stuart Scientific	
Centrífuga	Hettich	Universal 16
Tamizador	Retsch	S200
Des-ionizador de agua	Rovic	330
Agitador magnético con calentamiento	Thermolyne	SPA1025B
Agitador orbital	Gesellschaft	3005
Agitador por vórtice	Thermolyne	M63210-26
Baño termorregulador -20 °C a 30 °C	Techne	RB-5A
Rotavapor a vacío	Büchi	R110
pH - metro	Hanna instruments	HI 9025
Bomba de vacío	Vacumbrand	MZ2C
Balanza analítica	OHAUS	Discovery
Balanza de precisión	CAS	SW-1W

Anexo C

Laboratorio de Servicios a Terceros. Distribución física

O.S.T.
OFICINA DE
SERVICIOS
TECNICOS

Av. Ramón Mujica 131
 Urbanización San Eduardo
 Piura - Perú
 Teléfono 073-264500

Esta construcción cumple e supera los requisitos de seguridad de este plano para ser utilizada en su totalidad. Se recomienda la implementación de medidas de seguridad de acuerdo a las normas vigentes en el momento de la construcción y en el momento de la explotación de la obra.

PLAN DE SEGURIDAD - UDEP

PROY: UNIVERSIDAD DE PIURA

QUÍMICA

PLANO: ARQUITECTURA

FECHA: ENERO 2012

ESCALA PLOTEO: 1 : 100

COORD: I.L.P.D.

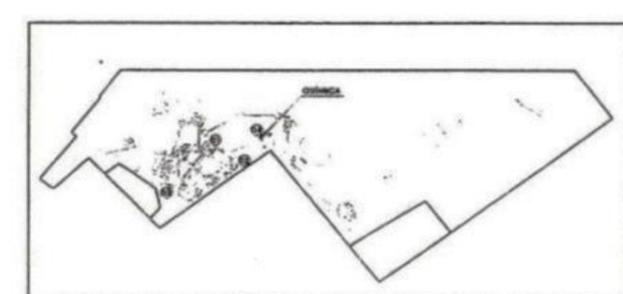
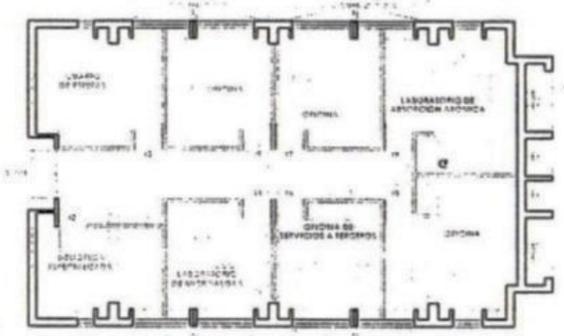
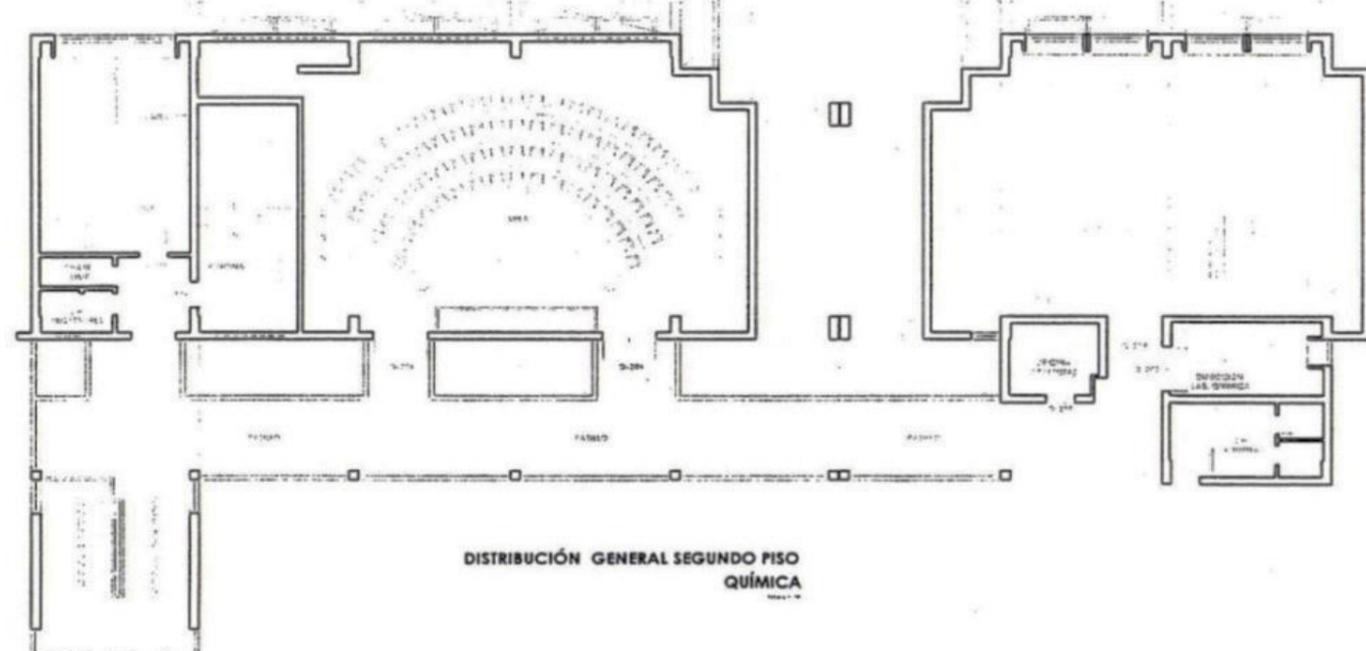
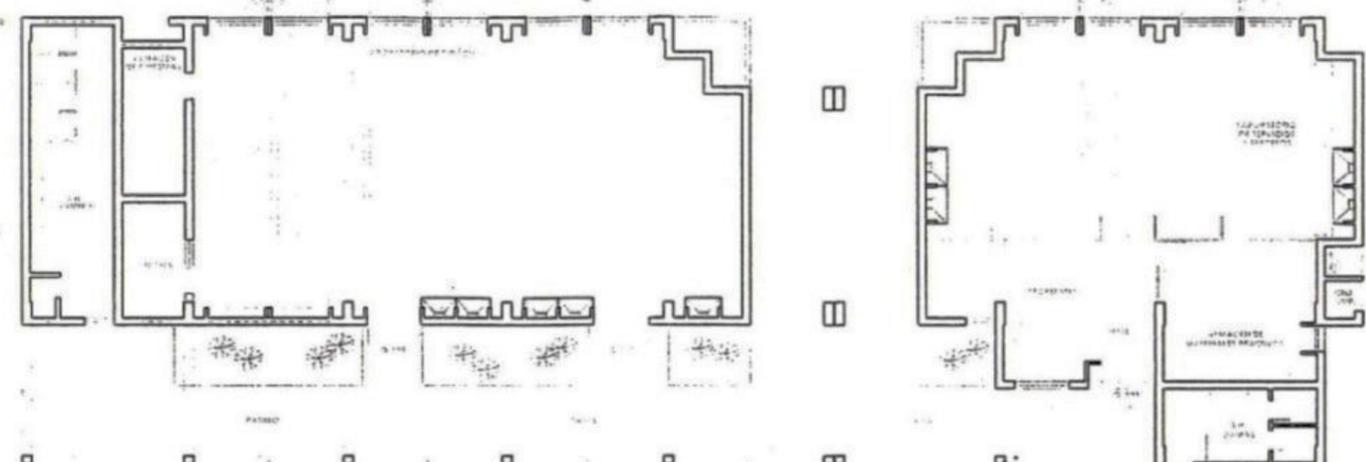
REVISIÓN: O.S.T.

DIBUJO: G.A.C.A.

ARCHIVO:

LÁMINA:

A-Q-01



Anexo D

Ensayos comparativos para la determinación de sulfatos con y sin volatilización en crisol de platino.

Muestras	629	626	627	628
Peso de muestra	100,1732	100,1076	100,1178	100,7016
Gramos de muestra utilizada	10,0173	10,0108	10,0118	10,0702

Sulfatos	629/06	629'/06	626/06	626'/06	627/06	627'/06	628/06	628'/06
crisol Pt (g)	21,8587	21,8584	21, 8581	21, 8585	21, 8589	21, 8580	21, 8577	21, 8577
crisol Pt + BaSO ₄ + imp	21,9813	21,9815	21, 8612	21, 8616	21, 8693	21, 8604	21, 8602	21, 8603
Variación 1	0,1226	0,1231	0, 0031	0, 0031	0, 0104	0, 0024	0, 0025	0, 0026
Volatilización (g)	21,9813	21,9817	21, 8620	21, 8619	21, 8696	21, 8605	21, 8604	21, 8604
Variación 2	0,0000	0,0002	0, 0008	0, 0003	0, 0003	0, 0001	0, 0002	0, 0000
BaSO ₄ (g)	0,1226	0,1231	0, 0031	0, 0031	0, 0104	0, 0024	0, 0025	0, 0026
(mg/kg)	5034,6240	5058,8606	125,7837	127,4279	426,6344	99, 0548	101,3410	106, 2446
(mg/kg promedio)	5046,7423		126,6058		262,8446		103,7928	
(%)	0,5047		0,0127		0,0263		0,0104	
BaSO ₄ (volatilización)(g)	0, 1226	0 ,1233	0, 0039	0, 0034	0, 0107	0, 0025	0, 0027	0, 0026
(mg/kg)	5035,8564	5066,6655	159,0793	139,7596	441, 0200	102,3429	110,7396	108,2878
(mg/kg promedio)	5051, 261		149,4195		271,6815		109,5137	
(%)	5, 0513		0,0149		0,0272		0,0110	

Error	0, 0002	0, 0015	0, 2093	0, 0882	0, 0326	0, 0321	0, 0849	0, 0189
Error (%)	0, 02	0, 1540	20, 9302	8, 8235	3, 2619	3, 2129	8, 4871	1, 8868
Error (% medias)	0,0895		15,2682		3,2526		5,2239	
Desviación estandar	3,1952		16,1317		6,2486		4,0453	
Desviación estandar 1	0, 8714	5, 5190	23, 5436	8, 7199	10, 1721	2, 3251	6, 6458	1, 4447

Comparaciones (mg adicionales despues de la volatilización)	0, 03	0, 19	0, 81	0, 3	0, 35	0, 08	0, 23	0, 05
(mg/kg) sin volatilización	5034,6240	5058,8606	125, 7837	127, 4279	426, 6344	99, 0548	101, 3410	106, 2446
(mg/kg) con volatilización	5035,8564	5066,6655	159, 0793	139, 7596	441, 0200	102, 3429	110, 7396	108, 2878
% silice o impurezas adicional	0, 0006	0, 0038	0, 5092	0, 2147	0, 0794	0, 0782	0, 2077	0, 0462
% de silice o impurezas adicional promedio	0,0022		0,3619		0,0788		0,1269	

Muestras	27	28	29	68
Peso de muestra	100,3195	100,3176	100,2752	100,1484
Gramos de muestra utilizada	10,0320	10,0318	10,0275	10,0148

Sulfatos	027/06	027'/06	028/06	028'/06	029/06	029'/06	068/06	068'/06
crisol Pt (g)	21, 8754	21, 8748	21, 8748	21, 8746	21, 8745	21, 8749	21, 8744	21, 8740
crisol Pt + BaSO₄ + imp	21, 8799	21, 8793	21, 8807	21, 8818	21, 8782	21, 8774	21, 8766	21, 8767
Variación 1	0, 0046	0, 0045	0, 0058	0, 0072	0, 0037	0, 0025	0, 0022	0, 0027
Volatilización (g)	21, 8799	21, 8794	21, 8816	21, 8820	21, 8789	21, 8776	21, 8773	21, 8770
Variación 2	0, 0000	0, 0001	0, 0009	0, 0002	0, 0007	0, 0002	0, 0007	0, 0003
BaSO₄ (g)	0, 0046	0, 0045	0, 0058	0, 0072	0, 0037	0, 0025	0, 0022	0, 0027
(mg/kg)	187,4566	185,4056	238,3246	295,7522	150,6060	102,5927	89, 1632	110,1186
(mg/kg promedio)	186,4311		267,0384		126,5993		99,6409	
(%)	0,0186		0,0267		0,0127		0,0100	
BaSO₄ (volatilización)(g)	0, 0045	0, 0046	0, 0068	0, 0074	0, 0044	0, 0027	0, 0029	0, 0030
(mg/kg)	186, 6362	187,8668	277,2933	303,9561	179,7423	111,6208	118,7473	124,4997
(mg/kg promedio)	187,2515		290,6247		145,6816		121,6235	

(%)	0,0187		0,0291		0,0146		0,0122	
-----	--------	--	--------	--	--------	--	--------	--

Error	-0,0044	0,0131	0,1405	0,0270	0,1621	0,0809	0,2491	0,1155
Error (%)	-0,4396	1,3100	14,0533	2,6991	16,2100	8,0882	24,9135	11,5512
Error (% medias)	0,4381		8,1157		13,0986		18,0743	
Desviación estandar	0,5801		16,6781		13,4932		15,5441	
Desviación estandar 1	0,5801	1,7403	27,5551	5,8011	20,6025	6,3839	20,9191	10,1690

Comparaciones (mg adicionales despues de la volatilización)	-0, 02	0, 06	0, 95	0, 2	0, 71	0, 22	0, 72	0, 35
SO₄ (mg/kg) sin volatilización	187,4566	185,4056	238,3246	295,7522	150,6060	102,5927	89, 1632	110,1186
SO₄ (mg/kg) con volatilización	186,6362	187,8668	277,2933	303,9561	179,7423	111,6208	118,7473	124,4997
% silice o impurezas adicional	-0, 0107	0, 0319	0, 3426	0, 0658	0, 3950	0, 1971	0, 6063	0, 2811
% de silice o impurezas adicional promedio	0,0106		0,2042		0,2961		0,4437	

Muestras	69	70	369	370
Peso de muestra	100,2966	100,7797	100,1893	100,0346
Gramos de muestra utilizada	10,0297	10,0780	10,0189	10,0035

Sulfatos	069/06	069'/06	070/06	070'/06	369/06	369'/06	370/06	370'/06
crisol Pt (g)	21,8740	21,8742	21,8734	21,8733	21,8670	21,8666	21,8664	21,8665
crisol Pt + BaSO₄ + imp	21,9051	21,9066	21,9091	21,9071	21,8687	21,8705	21,8714	21,8711
Variación 1	0,0311	0,0324	0,0357	0,0338	0,0017	0,0039	0,0050	0,0046
Volatilización (g)	21,9061	21,9066	21,9105	21,9074	21,8689	21,8712	21,8721	21,8721
Variación 2	0,0009	0,0000	0,0013	0,0003	0,0002	0,0007	0,0007	0,0010
BaSO₄ (g)	0,0311	0,0324	0,0357	0,0338	0,0017	0,0039	0,0050	0,0046

(mg/kg)	1277,2113	1330,9584	1458,9143	1379,7010	69,0014	160,1818	206,5016	190,8700
(mg/kg promedio)	1304,0848		1419,3077		114,5916		198,6858	
(%)	0,1304		0,1419		0,0115		0,0199	
BaSO₄ (volatilización)(g)	0,0321	0,0324	0,0371	0,0341	0,0019	0,0046	0,0057	0,0056
(mg/kg)	1315,3676	1330,9584	1514,0371	1390,3172	75,9837	186,8787	234,8852	230,3603
(mg/kg promedio)	1323,1630		1452,1771		131,4312		232,6228	
(%)	0,1323		0,1452		0,0131		0,0233	

Error	0,0290	0,0000	0,0364	0,0076	0,0919	0,1429	0,1208	0,1714
Error (%)	2,9008	0,0000	3,6408	0,7636	9,1892	14,2857	12,0841	17,1429
Error (% medias)	1,4419		2,2635		12,8125		14,5889	
Desviación estandar	13,4903		23,2422		11,9074		23,9971	
Desviación estandar 1	26,9806	0,0000	38,9776	7,5068	4,9372	18,8776	20,0703	27,9239

Comparaciones (mg adicionales despues de la volatilización)	0, 93	0, 0000	1, 35	0, 26	0, 17	0, 65	0, 69	0, 96
(mg/kg) sin volatilización	1277,2113	1330,9584	1458,9143	1379,7010	69, 0014	160, 1818	206,5016	190, 8700
(mg/kg) con volatilización	1315,3676	1330,9584	1514,0371	1390,3172	75, 9837	186, 8787	234,8852	230, 3603
% silice o impurezas adicional	0, 0707	0, 0000	0, 0892	0, 0187	0, 2237	0, 3478	0, 2938	0, 4167
% de silice o impureza adicional promedio	0,0354		0,0539		0,2858		0,3552	

Muestras	371	372
Peso de muestra	100,2366	100,2252
Gramos de muestra utilizada	10, 0237	10, 0225

Sulfatos	371/06	371'/06	372/06	372'/06
crisol Pt (g)	21, 8665	21, 8663	21, 8658	21, 8656
crisol Pt + BaSO₄ + imp	21, 8711	21, 8711	21, 8764	21, 8712
Variación 1	0, 0046	0, 0048	0, 0106	0, 0056
Volatilización (g)	21, 8714	21, 8715	21, 8771	21, 8718
Variación 2	0, 0004	0, 0004	0, 0007	0, 0006
BaSO₄ (g)	0, 0046	0, 0048	0, 0106	0, 0056
· (mg/kg)	188,8432	197,8748	435,2099	230,3328
(mg/kg promedio)	193,3590		332,7713	
(%)	0,0193		0,0333	
BaSO₄ (volatilización)(g)	0, 0050	0, 0052	0, 0113	0, 0062
(mg/kg)	203,2117	212,6539	464,3608	253,3250
(mg/kg promedio)	207,9328		358,8429	
(%)	0,0208		0,0359	

Error	0,0707	0,0695	0,0628	0,0908
Error (%)	7,0707	6,9498	6,2776	9,0762
Error (% medias)	7,0089		7,2654	
Desviación estandar	10,3052		18,4354	
Desviación estandar 1	10,1601	10,4504	20,6128	16,2580

Comparaciones (mg adicionales despues de la volatilización)	0,35	0,36	0,71	0,56
(mg/kg) sin volatilización	188,8432	197,8748	435,2099	230,3328
(mg/kg) con volatilización	203,2117	212,6539	464,3608	253,3250
% silice o impurezas adicional	0, 1722	0, 1693	0, 1529	0, 2211
% de silice o impurezas adicional promedio	0,1708		0,1870	

Anexo E

Manual de procedimientos de análisis de laboratorio.

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01
	Determinación de cloruros en suelos (NTP 339.177)	Revisión:00 Página: 1 de 4

1. Objeto

Determinar cuantitativamente la concentración del ión cloruro soluble en agua contenido en suelos.

2. Referencias normativas

Ver norma.

3. Campo de aplicación

Aplicable a muestras de suelo y agua subterránea.

4. Preparación de la muestra

- 4.1 Seque al aire libre o en estufa a una temperatura de 60 °C, en caso la muestra exhiba humedad evidente
- 4.2 Cuartee la muestra hasta reducirla a aproximadamente 1 kg y pásela por el tamiz de 2 mm. Disgregue el material aglomerado y deleznable con un rodillo hasta que todo pase por el tamiz.

Blanco del indicador

Determine el blanco del indicador de la siguiente manera:

- 4.3 Pipetee 50 mL de agua desionizada utilizada para la preparación de la muestra en un matraz Erlenmeyer.
- 4.4 Verifique el pH con el papel indicador, si está en el rango de 6 a 8 continúe con el punto 5.3. Si el pH está por debajo de 6 agregue bicarbonato de sodio para ajustar, si está por encima de 8 añada ácido nítrico para ajustar al rango deseado.
- 4.5 Añada 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio.
- 4.6 Realice la titulación con solución de nitrato de plata hasta que el indicador vire de amarillo a rojo.
- 4.7 Registre el volumen de AgNO₃ como el blanco de ensayo.
- 4.8 El título (T) de la solución de nitrato de plata se expresa en la siguiente ecuación:

$$T = \frac{\text{mg Cl}^- \text{ utilizado}}{\text{mL AgNO}_3 - \text{Blanco}}$$

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01
	Determinación de cloruros en suelos (NTP 339.177)	Revisión:00 Página: 2 de 4

4.9 Si los títulos (T) de las soluciones de AgNO_3 no son exactamente 1, 2 ó 5 mg de Cl^- por mL de AgNO_3 , valore la solución de AgNO_3 .

Estandarización de la solución de AgNO_3

- 4.10 Seque de 2 a 6 g de cristales de cloruro de sodio (mínimo 99,5 %) a $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ durante una hora y enfríe en desecador a temperatura ambiente.
- 4.11 Pese 0,32968 g de cristales de NaCl. Transfiera los cristales a una fiola de 200 mL, disuelva, diluya y mezcle completamente.
- 4.12 Pipetee una alícuota de 10 mL de solución de NaCl para la estandarización de AgNO_3 y diluya a 50 mL con agua desionizada. Para concentraciones más altas, utilice una alícuota de 50 mL de solución de NaCl para estandarizar la solución de AgNO_3 (2 mg Cl^-/mL), diluya a 100 mL con agua des ionizada. Utilice 100 mL de solución de NaCl para estandarizar la solución de AgNO_3 más concentrada (5 mg Cl^-/mL).
- 4.13 Añada 1 mL de solución indicadora al 5 % y titule con AgNO_3 hasta la aparición del color.
- 4.14 Realice los ensayos por duplicado.

6. Materiales y equipos

- Balanza analítica.
- Estufa de convección.
- Agitador magnético y barras de agitación.
- Bureta de 50 mL con graduaciones de 0,1 mL.
- Pipetas de 5 mL, 10 mL, 25 mL, 30 mL y 50 mL.
- pH-metro o papel indicador.
- Kitasato de 1 L.
- Vasos de precipitado de 500 mL.
- Matraz Erlenmeyer de 100 mL.
- Recipiente plástico para pesado.
- Embudo Büchner de porcelana.
- Papel Whatman 42.
- Fiola de 200 mL.
- Tamiz de 2 mm.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01
	Determinación de cloruros en suelos (NTP 339.177)	Revisión:00 Página: 3 de 4

- Placas Petri (previamente taradas a 110 °C por una hora en estufa).

7. Reactivos

- Solución estándar de nitrato de plata (equivalente a 1 mg Cl⁻/mL).
- Solución estándar de nitrato de plata (equivalente a 2 mg Cl⁻/mL).
- Solución estándar de nitrato de plata (equivalente a 5 mg Cl⁻/mL).
- Solución indicadora al 5 % de cromato de potasio.
- Bicarbonato de sodio (NaHCO₃) en polvo.
- Ácido nítrico (HNO₃) 1 + 19.
- Cristales de cloruro de sodio (NaCl, pureza mínima 99,5 %).

8. Procedimiento de ensayo

- 8.1 Pese 10 g de muestra preparada en una placa Petri, previamente tarada a 110 °C, para determinar humedad. Póngalas en estufa por 3 horas a 110 °C.
- 8.2 Pese 100 g de muestra preparada en un recipiente de plástico. Vierta el contenido en vaso de precipitado de 500 mL y agregue 300 mL de agua desionizada, agite vigorosamente por 20 s, tape y deje reposar por una hora. Vuelva a agitar antes de filtrar.
- 8.3 Filtre la mezcla a través del papel Whatman 42, acelerando la filtración con una bomba de vacío y recogiendo el extracto en un Kitasato.
- 8.4 Verifique el pH y realice un ensayo cualitativo en un tubo de ensayo para determinar el tamaño de alícuota a de ensayo.
- 8.5 Si el pH está en el rango de 6 a 8 continúe con el punto 7.6. Si está por debajo de 6 añada bicarbonato de sodio para regular el pH, si está por encima de 8 añadir ácido nítrico para regularlo.
- 8.6 Pipetee una alícuota en función del ensayo cualitativo en un matraz Erlenmeyer de 100 mL y enrase hasta 50 mL con agua desionizada.
- 8.7 Añada 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio.
- 8.8 Titule con la solución de nitrato de plata hasta que el indicador vire del color amarillo a rojo. Si la titulación consume más de 30 mL tome una alícuota menor y repita el proceso a partir del punto 6.6.
- 8.9 Registre el volumen de AgNO₃ empleado hasta llegar al punto final.

9. Cálculos:

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01
	Determinación de cloruros en suelos (NTP 339.177)	Revisión:00 Página: 4 de 4

9.1. El contenido de ión cloruro en muestras de suelo se calcula como sigue:

$$\text{Contenido de Cl}^- \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ ó ppm} = \frac{\text{mL AgNO}_3 \text{ utilizado} - B * T * 1000}{M} * D$$

Donde:

T: título, mg Cl⁻/mL de AgNO₃

B: consumo del blanco del indicador

M: g de la muestra de suelo titulada

$$\frac{100 \text{ g muestra}}{S} = \frac{300 \text{ mL de agua}}{50 \text{ mL de alícuota}}$$

S = 16,67 g

D: factor de dilución

9.2. Para expresar el contenido de cloruro en base seca, determine el porcentaje de humedad (punto 8.1) y reajuste los cálculos obtenidos anteriormente como sigue:

$$\text{Contenido Cl}^-, \text{ mg/kg (base seca)} = \frac{\frac{\text{mg Cl}^-}{\text{kg}} \text{ secado al aire} * 100}{100 - \% \text{ humedad}}$$

10. Reporte

10.1. Para las muestras de suelo el contenido de ión cloruro se reportará como señala el apartado 9.2, sobre una base libre de humedad en miligramos por kilogramo (mg/kg).

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 4
	Determinación de sulfatos en suelos (NTP 339.178)	

1. Objeto

Determinación del contenido de ión sulfato soluble en agua contenido en suelo. Se consideran dos métodos: gravimétrico y turbidimétrico.

2. Referencias normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Se aplica a muestras de suelo y agua subterránea

4. Preparación de muestra

- 4.1 Verifique la humedad de la muestra y secar al aire libre o en estufa a una temperatura de 60 °C.
- 4.2 Cuartee la muestra hasta reducirla a aproximadamente 1 kg y pásela por el tamiz de 2 mm. Disgregue el material aglomerado y deleznable con un rodillo hasta que todo pase por el tamiz.

5. Método gravimétrico

5.1 Aparatos

- Balanza analítica (de acuerdo a los requisitos NTP 334,079).
- Bureta 100 mL.
- Pipetas de 5, 10, 20 y 30 mL.
- Horno mufla.
- Crisoles de porcelana (previamente tarados a 800 °C por una hora en estufa).
- Embudo de vidrio o de plástico.
- Papel Whatman 42.
- Vaso de precipitado.
- Probeta de 250 mL.
- Plancha de calentamiento.

5.2 Reactivos

- Solución de cloruro de bario (100 g/L).
- Ácido nítrico (gravedad específica 1.42)

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma: Fecha:	Firma: Fecha:	Firma: Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 4
	Determinación de sulfatos en suelos (NTP 339.178)	

5.3 Procedimiento de ensayo

- 5.3.1 Pesar 10 g de muestra preparada en una placa Petri para determinar humedad. Poner en estufa por 3 horas a 100 °C.
- 5.3.2 Pesar 100 g de muestra preparada en un recipiente de plástico. Vertir el contenido en un vaso de precipitado de 500 mL y agregar 300 mL de agua desionizada, agitar vigorosamente por 20 s, tapar y dejar reposar por una hora. Volver a agitar antes de filtrar.
- 5.3.3 Filtrar la mezcla a través del papel Whatman 42, ayudándose con una bomba de vacío y recogiendo el extracto en un Kitasato.
- 5.3.4 Pipetear 60 mL del extracto filtrado en un vaso de 250 mL.
- 5.3.5 Calentar la solución acidificada a ebullición en una plancha de calentamiento y lentamente añadir 5 mL de solución caliente de BaCl₂, agitar bien. Mantener la temperatura justo por debajo del punto de ebullición hasta que el líquido comience a clarificarse y los precipitados hayan sedimentado completamente.
- 5.3.6 Filtrar la suspensión de BaSO₄ sobre un papel de filtro Whatman 42, librar de ceniza y lavar el precipitado con agua caliente hasta que se encuentre libre de cloruros.
- 5.3.7 Colocar el papel filtro y contenidos en un crisol de porcelana previamente tarado y carbonizar lentamente hasta consumir el papel sin dejar arder. Calcinar el residuo a 800 °C por una hora.

5.4 Cálculo

- 5.4.1 Calcule la concentración del ión sulfato de la siguiente manera:

$$\text{Sulfato } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = (W * 411500) / S$$

Donde:

W: gramos de BaSO₄

S: gramos de muestra utilizada

- 5.4.2 Contenido del ión sulfato en base seca:

$$\text{SO}_4^{2-} \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ libre de humedad} = \frac{\text{SO}_4^{2-} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ tal como es recibido} \right)}{100 - \% \text{ humedad}} * 100$$

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 3 de 4
	Determinación de sulfatos en suelos (NTP 339.178)	

5.5 Resultados

Reporte como en el punto 6.2.

6. Método turbidimétrico

6.1 Aparatos

- Fotómetro o espectrofotómetro: conforme a la norma ASTM E60 y ASTM E275.

6.2 Reactivos

- Cloruro de bario
- Solución de glicerina (1 + 1)
- Solución de cloruro de sodio (240 g/L)
- Solución estándar de sulfato (1 mL = 0,100 mg SO₄⁻²)

6.3 Calibración

6.3.1 Prepare estándares, por dilución con agua de 0,0 mL, 2,0 mL, 5,0 mL, 10, 0 mL, 15 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL y 50 mL de solución estándar de sulfatos hasta un volumen de 50 mL en fioles de 50 mL. Estas soluciones tendrán concentraciones de ión sulfato de 0,0 mg/L, 4,0 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 30 mg/L, 40 mg/L, 60 mg/L, 80 mg/L y 100 mg/L respectivamente.

6.4 Procedimiento

- 6.4.1 Pipetee en un vaso de 200 mL, 50 mL o menos de la muestra clara del extracto de suelo. Diluya a 50 mL con agua des ionizada si fuera necesario. Añada 10 mL de solución de glicerina y 5 mL de solución de NaCl.
- 6.4.2 Agregue 0.3 g de cristales de BaCl₂.2H₂O, agite suavemente la solución por un minuto. Deje reposar por cuatro minutos y agite otra vez por 15 segundos. Esta será la muestra a medir.
- 6.4.3 Prepare el testigo de la misma manera que el punto anterior pero sin agregar los cristales de BaCl₂.2H₂O. La muestra (punto 10.2) y el testigo deben tener el mismo factor de dilución.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX Edición: 01
	Determinación de sulfatos en suelos (NTP 339.178)	Revisión:00 Página: 4 de 4

6.4.4 Prepare el blanco pipeteando en un vaso de 200 mL, 50 mL de agua des ionizada, añada 10 mL de glicerina y 5 mL de solución de NaCl. Luego añada 0,3 g de cristales de BaCl₂.2H₂O, agite suavemente la solución por un minuto. Deje reposar por cuatro minutos y agite otra vez por 15 segundos.

6.4.5 Llene las celdas de 10 mm con las soluciones preparadas, limpielas con un paño limpio y seco y colóquelas en el compartimiento de celda. Ajuste el colorímetro a CERO de absorbancia y realice lecturas a 400 mm.

6.5 Cálculos

6.5.1 Convierta las lecturas obtenidas del fotómetro con la muestra a miligramos por litro de ión sulfato (SO₄⁻²), utilizando la curva de calibración descrita en el apartado 6.3.1.

6.5.2 Calcule el contenido de ión sulfato en muestras de suelo como sigue:

$$\text{SO}_4^{-2} \frac{\text{mg}}{\text{kg}}, \text{ no corregido por la humedad} = \frac{100 \text{ g de suelo} * (\text{ppm de la curva})}{M}$$

Donde:

M: gramos de muestra de suelo utilizado

Ejemplo:

$$\frac{100}{M} = \frac{300 \text{ mL de agua}}{50 \text{ mL o factor de dilucion}}$$

$$\text{SO}_4^{-2} \frac{\text{mg}}{\text{kg}}, \text{ corregido por la humedad} = \frac{\text{sulfatos} \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ con humedad} * 100}{(100 - \% \text{ humedad})}$$

6.6 Reporte

En el caso de las muestras de suelo, reporte el contenido del ión sulfato como se ha calculado en el apartado 6.5.2 (base seca) en mg/kg. Redondee el valor al entero.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 2
	Determinación de sales solubles en suelos (NTP 339.152)	

1. Objeto

Este método de ensayo tiene como alcance los procedimientos para la preparación de un extracto acuoso de suelo y la determinación de su contenido de sales solubles.

2. Referencias normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Aplica a muestras de suelo y agua subterránea

5. Aparatos

- Balanza analítica (precisión de 0,1 mg)
- Equipo de filtración al vacío.
- Embudo de filtración (tipo Büchner de 110 mm de diámetro interno).
- Whatman 42.
- Filtro de micro fibra de vidrio de 0,45 µm.
- Agitador magnético y barras de agitación.
- Matraces Erlenmeyer de 250 y 500 mL.
- Pipetas de 25, 50 y 100 mL.
- Plancha de calentamiento.
- Desecador con sílica gel.
- Estufa de secado.

6. Preparación de muestra

6.1 Verifique la humedad de la muestra y secar al aire libre o en estufa a una temperatura de 60 °C.

6.2 Cuartee la muestra hasta reducirla a aproximadamente 1 kg y pásela por el tamiz de 2 mm. Disgregue el material aglomerado y deleznable con un rodillo hasta que todo pase por el tamiz.

6.3 Pese 100 g de muestra ya preparada para análisis en un vaso plástico de precipitado de 600 mL.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma: Fecha:	Firma: Fecha:	Firma: Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código:XXX
	Determinación de sales solubles en suelos (NTP 339.152)	Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 2

6.4 Añada 300 mL de agua des ionizada y ponerlo en agitación mecánica por 1 hora y al finalizar dejar reposar por 1 hora más.

6.5 Filtre la mezcla a través del papel whatman 42. Luego realice una segunda filtración por el filtro de micro fibra de 0,45 µm.

Preparación de matraces Erlenmeyer

6.6 Seque dos matraces Erlenmeyer de 250 mL a 110 °C por una hora en la estufa.

6.7 Guarde en desecador hasta el momento de ser usados y pesados inmediatamente antes del uso (m₁).

7. Procedimiento de ensayo

7.1 Pipetee a los matraces Erlenmeyer de 250 mL un volumen de 100 mL de solución de ensayo.

7.2 Evapore a sequedad sobre una plancha de calentamiento.

7.3 Seque en estufa a 110 °C por tres horas, luego poner en desecador a enfriar y pesar (m₂).

9. Cálculos

$$SS = \frac{m_2 - m_1 * D}{E} * 10^6$$

Donde:

SS : total de sales solubles en ppm (mg/kg).

(m₂-m₁) : peso del residuo de evaporación en g.

D : Relación de la mezcla suelo: agua. Ejemplo: si la mezcla de 1: 3;

D= 3.

E : Volumen de extracto acuoso evaporado mL.

10. Reporte de ensayo

Se reportará como se indica en el punto 9.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 4
	Determinación de cloruros en agregados (NTP 400.042)	

2. Referencias Normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Se aplica a los agregados empleados en la elaboración de mezclas de hormigón (concreto) y morteros.

5.1 Objeto

Esta norma tiene como alcance los procedimientos de ensayo para la determinación del contenido del ión cloruro soluble en agua en los agregados.

5.4 Aparatos:

- Balanza analítica (de acuerdo a las requisitos NTP 334,079)
- Estufa de convección ($110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$)
- Agitador magnético y barras de agitación.
- Bureta de 50 mL con graduaciones de 0,1 mL.
- Pipetas de 5 mL, 10 mL, 25 mL, 30 mL, y 50 mL.
- pH-metro o papel indicador.
- Kitasato de 1 L.
- Vasos de precipitado de 500 mL.
- Matraz Erlenmeyer 100 mL.
- Vaso plástico para pesado.
- Embudo Büchner de porcelana.
- Papel whatman 42.
- Placa Petri.¹

5.5 Reactivos:

- Solución estándar de nitrato de plata (1mL de solución es equivalente a 1mg de cloruro)
- Solución estándar de nitrato de plata (equivalente a 2 mg Cl/mL).
- Solución estándar de nitrato de plata (equivalente a 5 mg Cl/mL).
- Solución indicadora al 5 % de cromato de potasio.

¹ Previamente tarados a 110 °C por una hora en estufa.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 4
	Determinación de cloruros en agregados (NTP 400.042)	

- Bicarbonato de sodio en polvo (NaHCO_3).
- Ácido nítrico 1 + 19 (HNO_3).
- Cristales de cloruro de sodio (mínimo 99,5%).

5.6 Preparación de muestra:

- 5.6.1 Verifique la humedad de la muestra y seque al aire libre o en estufa a una temperatura de 60 °C.
- 5.6.2 Cuartee la muestra, para los agregados gruesos pesar 3000 g y luego triturar hasta pasar por el tamiz N° 4 (4,75 mm) y luego reducir la muestra a 300 g. Los 300 g finales de agregado grueso o fino serán molidos hasta pasar el tamiz N° 50 (300 μm).

Blanco

Determina el blanco del indicador de la siguiente manera:

- 5.6.3 Pipetee 50 mL de aguas des ionizada utilizada para la preparación de la muestra en un matraz Erlenmeyer.
- 5.6.4 Verifique el pH con el papel indicador, si está en el rango de 6 a 8 avanzar con el siguiente paso. Si el pH está por debajo de 6 agregar bicarbonato de sodio para ajustar, si está por encima de 8 añadir ácido nítrico para ajustar el rango deseado.
- 5.6.5 Añada 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio.
- 5.6.6 Realice la titulación con solución de nitrato de plata hasta que el indicador vire de amarillo a rojo.
- 5.6.7 Registre el volumen de AgNO_3 como el blanco de ensayo.
- 5.6.8 El título (T) de la solución de nitrato de plata se expresa en la siguiente ecuación:

$$T = \frac{\text{mg Cl}^- \text{ utilizado}}{\text{mL AgNO}_3\text{-Blanco}}$$

- 5.6.9 Si los títulos (T) de las soluciones de AgNO_3 no son exactamente 1, 2, 5 mg de CL por mL de AgNO_3 , valore la solución de AgNO_3 .

Estandarización de la solución de AgNO_3

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX
	Determinación de cloruros en agregados (NTP 400.042)	Edición: 01 Revisión: 00 Página: 3 de 4

- 5.6.10 Seque de 2 a 6 g de cristales de cloruro de sodio (mínimo 99.5%) a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante una hora y enfríe en desecador a temperatura ambiente.
- 5.6.11 Pese 0,32968 g de cristales de NaCl. Transfiera los cristales a una fiola de 200 mL, disuelva, diluya y mezclar completamente.
- 5.6.12 Pipetee una alícuota de 10 mL de solución de NaCl para la estandarización de AgNO₃ y diluir a 50 mL con agua des ionizada. Para concentraciones más altas, utilice una alícuota de 50 mL de solución de NaCl para estandarizar la solución de AgNO₃ (2 mg Cl/mL), diluya a 100 mL con agua des ionizada. Utilice 100 mL de solución de NaCl para estandarizar la solución de AgNO₃ más concentrada (5 mg Cl/mL).
- 5.6.13 Añada 1 mL de solución indicadora al 5% y títule con AgNO₃ hasta la aparición del color del punto final.
- 5.6.14 Realice los ensayos por duplicado.

5.7 Procedimientos de ensayo

- 5.7.1 Pese 10 g de muestra preparada en una placa Petri para determinar la humedad. Seque en estufa por tres horas a 100 °C.
- 5.7.2 Con un vaso de plástico pese 100 g de muestra preparada. Vierta la muestra pesada en un vaso de precipitado de 500 mL y agregue 300 mL de agua des ionizada, agite vigorosamente por 20 s, tape y deje reposar por una hora.
- 5.7.3 Filtre la mezcla utilizando un papel Whatman 42, acelerando la filtración con una bomba de vacío y recogiendo el extracto en un Kitasato.
- 5.7.4 Verifique el pH y realice un análisis cualitativo en un tubo de ensayo para determinar el tamaño de alícuota a extraer.
- 5.7.5 Si el pH está en el rango de 6 a 8 continuar con el siguiente paso. Si está por debajo de 6 añada bicarbonato de sodio para ajustar el pH, si está por encima de 8 añada ácido nítrico para ajustarlo.
- 5.7.6 Pipetee una alícuota en un matraz Erlenmeyer de 100 mL y enrase hasta 50 mL con agua des ionizada.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 4 de 4
	Determinación de cloruros en agregados (NTP 400.042)	

- 5.7.7 Añada 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio.
- 5.7.8 Titule con la solución de nitrato de plata hasta que el indicador vire del color amarillo a rojo. Si la titulación consume más de 30 mL tome una alícuota menor y repeta el proceso a partir del punto 6.6.
- 5.7.9 Registre el volumen de AgNO₃ empleado hasta llegar al punto final.

5.8 Cálculos:

- 5.8.1 Calcule el contenido de cloruro de la siguiente manera:

$$\text{Contenido de cloruro } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = \text{mL de AgNO}_3 \text{ utilizado} - B * T * \frac{1000}{S}$$

Donde:

T: Título, mg Cl⁻/mL AgNO₃

B: Blanco del indicador.

S: g de muestra titulada

$$\frac{100 \text{ g muestra}}{S} = \frac{300 \text{ mL de agua}}{30 \text{ mL de alícuota}}$$

$$S = 10 \text{ g}$$

- 5.9 Para expresar el contenido de cloruro en base seca, determine el porcentaje de humedad (punto 6.1) y reajuste los cálculos obtenidos anteriormente como sigue:

$$\text{Contenido Cl}^- \text{ en } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ base seca} = \frac{\frac{\text{mg Cl}^-}{\text{kg}} \text{ así recibido} * 100}{100 - \% \text{humedad}}$$

5.10 Reporte de resultado:

Para muestras de agregado el contenido de ión cloruro se reportará como señala el apartado 8.2, sobre una base libre de humedad en miligramos por kilogramo (mg/kg).

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 3
	Determinación de sulfatos en agregados (NTP 400.042)	

2. Referencias Normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Se aplica a los agregados empleados en la elaboración de mezclas de hormigón (concreto) y morteros.

6.1 Objeto

Esta norma tiene como alcance los procedimientos de ensayo para la determinación del contenido del ión sulfato soluble en agua en los agregados.

6.4 Aparatos

- Balanza analítica (de acuerdo a los requisitos NTP 334.079).
- Bureta 100 mL.
- Pipetas de 5, 10, 20 y 30 mL.
- Horno mufla.
- Crisoles de porcelana.²
- Embudo de vidrio o de plástico.
- Papel Whatman 42.
- Vaso de precipitado.
- Probeta de 250 mL.
- Plancha de calentamiento.

6.5 Reactivos

- Solución de cloruro de bario (100 g/L).
- Ácido nítrico (gravedad específica 1,42)

6.6 Preparación de muestra

6.6.1 Verifique la humedad de la muestra y secar al aire libre o en estufa a una temperatura de 60 °C.

6.6.2 Cuartee la muestra y pesar 300 g.

² Previamente tarados a 800 °C por una hora en estufa.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma: Fecha:	Firma: Fecha:	Firma: Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX
	Determinación de sulfatos en agregados (NTP 400.042)	Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 3

6.6.3 Triture la muestra pesada (agregado grueso) hasta que pase en su totalidad por el tamiz N° 4, luego volver a triturar (agregado fino) hasta que pase por el tamiz N° 50.

6.7 Procedimiento de ensayo

- 6.7.1 Pese 10 g de muestra preparada en una placa Petri para determinar humedad. Poner en estufa por 3 horas a 100 °C.
- 6.7.2 Pese 100 g de muestra preparada en un recipiente de plástico. Verter el contenido en un vaso de precipitado de 500 mL y agregar 300 mL d agua des ionizada, agitar vigorosamente por 20 s, tapar y dejar reposar por una hora. Volver a agitar antes de filtrar.
- 6.7.3 Filtre la mezcla a través del papel Whatman 42, ayudándose con una bomba de vacío y recogiendo el extracto en un Kitasato.
- 6.7.4 Pipetee 60 mL del extracto filtrado en un vaso de 250 mL.
- 6.7.5 Caliente la solución acidificada a ebullición en una plancha de calentamiento y lentamente añadir 5 mL de solución caliente de BaCl₂, agitar vigorosamente. Mantenga la temperatura justo por debajo del punto de ebullición hasta que el líquido comience a clarificarse y los precipitados hayan sedimentado completamente.³
- 6.7.6 Filtre la suspensión de BaSO₄ sobre un papel de filtro Whatman 42, libre de ceniza y lave el precipitado con agua caliente hasta que se encuentre libre de cloruros.⁴
- 6.7.7 Coloque el papel filtro y contenidos en un crisol de porcelana previamente tarado y carbonice lentamente hasta consumir el papel sin dejar arder. Calcine el residuo a 800 °C por una hora.

6.8 Cálculo

6.8.1 Calcular la concentración del ión sulfato de la siguiente manera:

$$\text{Sulfato } \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = (W * 411500) / S$$

³ En ningún caso el periodo de sedimentación puede ser menor a 2 horas.

⁴ Evitar el exceso de lavado. Si algo de BaSO₄ pasa a través del filtro, vaciar el filtrado al papel a fin de filtrar por segunda vez.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 3 de 3
	Determinación de sulfatos en agregados (NTP 400.042)	

Donde:

W: gramos de BaSO₄

S: gramos de muestra utilizada

6.8.2 contenido del ión sulfato en base seca:

$$SO_4 \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ libre de humedad} = \frac{SO_4 \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \text{ tal como es recibido} \right)}{100\% \text{ humedad}} * 100$$

6.9 Resultados

Reportar como en el punto 6.6.2.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma: Fecha:	Firma: Fecha:	Firma: Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 4
	Determinación de la reactividad potencial álcali – sílice en agregados (método químico) (ASTM – C 289 – 03)	

1. Objeto

Esta norma tiene como alcance los procedimientos para la determinación química de la reactividad potencial de un agregado con álcalis en concreto de cemento Portland.

2. Referencias normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Aplica a los agregados utilizados en la elaboración de concreto.

4. Aparatos

- Balanza analítica.
- Mortero de acero.
- Tamices 300 μm , 150 μm y 4,75 mm.
- Recipientes de reacción.
- Baño maría
- Pipetas 2, 4, 5, 10, 15, 20 y 50 mL.
- Bureta 50 mL.
- Vasos de precipitado de 250 mL.
- Embudos de vidrio.
- Matraces de 100 mL.
- Papel filtro (grado analítico rápido)
- Embudo de porcelana Büchner ($\varnothing = 8,5$ cm)
- Bomba de vacío (9 mBar máximo).
- Matraz Kitasato de 250 mL y 1000 mL.
- Agitador magnético.
- Crisoles de porcelana.⁵

5. Reactivos

⁵ Previamente tarados a 1000 °C por una hora en estufa.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma: Fecha:	Firma: Fecha:	Firma: Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX
	Determinación de la reactividad potencial álcali – sílice en agregados (método químico) (ASTM – C 289 – 03)	Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 4

- Agua desionizada.
- Ácido clorhídrico (1,19 kg/L).
- Ácido clorhídrico estándar (0,05 N).
- Ácido clorhídrico (1 + 1).
- Solución indicadora de fenolftaleína.
- Solución estándar de hidróxido de sodio (1,000 ± 0,010 N).

6. Preparación de muestra

6.1 Cuartee y pesar 6 kg de muestra.

6.2 calibre el tamaño de partícula, si es 19 mm o menos divida la muestra por mitad, utilizando una mitad para el ensayo y la otra para ensayos adicionales. Si es mayor a 19 mm, mezcle y cuartee la muestra utilizando una cuarta parte para el ensayo y el resto para ensayos adicionales.

6.3 Triture la muestra usando porciones pequeñas hasta que pase por completo por el tamiz de 4,75 mm (N° 4) y reducir la muestra hasta 300 g ± 5 g por división de acuerdo a la práctica ASTM C 702.

6.4 Tamice los 300 g de muestra, descartando todo el material que pase la malla de 150 μm (N° 100). Para minimizar el material que pasa la malla de 150 μm, triture o muele el remanente y tamice por la malla de 300 μm (N° 50) hasta que todo el material pase la malla de 300 μm y sea retenido en la malla de 150 μm. Si la cantidad de material retenido en la malla de 150 μm (N° 100) es menor a 100 g, descarte la muestra y vuelva a repetir el proceso a partir del punto 3.3.

6.5 Para asegurarse que todo el material más fino que la malla de 150 μm (N° 100) haya sido removido lave la muestra sobre el tamiz de 150 μm (no lave más de 100 g a la vez). Seque la muestra lavada a 105 °C ± 5 °C por 20 h ± 4 h. Enfríe la muestra y tamice nuevamente sobre la malla de 150 μm. Reserve la porción retenida en la malla para el ensayo de muestra.

7. Procedimiento de reacción

7.1 Pese tres porciones de 25 g de la muestra seca preparada. Coloque cada porción en cada uno de los tres recipientes de reacción y añada con una

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX
	Determinación de la reactividad potencial álcali – sílice en agregados (método químico) (ASTM – C 289 – 03)	Edición: 01 Revisión: 00 Página: 3 de 4

pipeta 25 mL de solución de NaOH 1,000 N. A un cuarto recipiente de reacción añada 25 mL de la misma solución de NaOH para que sirva como blanco. Agite ligeramente para eliminar el aire atrapado y cierre los cuatro recipientes.

- 7.2 Inmediatamente después los, coloque los recipientes en el baño maría a 80 °C por 24 horas.
- 7.3 A continuación saque los recipientes del baño y póngalos a enfriar por 15 minutos en agua a temperatura ambiente.
- 7.4 Después que los recipientes han sido enfriados, ábralos y filtre la solución del residuo del agregado. Use un embudo de porcelana con un disco de papel filtro de grado analítico rápido (cortado a la medida del fondo del embudo). Sin agitar el recipiente decante el líquido dentro del embudo, cuando se haya completado la decantación del líquido transfiera el sólido remanente al embudo y apriételo con la ayuda de una espátula. Continúe la filtración hasta alcanzar velocidades de goteo de una gota cada 10 segundos.⁶
- 7.5 Filtre el blanco de acuerdo al procedimiento descrito en 7.4.
- 7.6 Una vez completada la filtración, agite el filtrado para homogeneizarlo; luego tome una alícuota de 10 mL de filtrado y dilúyala con agua desionizada hasta 200 mL en una fiola.
- 7.7 Si el filtrado diluido no se analizará dentro de las 4 horas siguientes, transferir a un recipiente seco de polietileno y cierre el recipiente por medio de un tapón muy ajustado.

8. Determinación de la sílice disuelta por el método gravimétrico.

8.1 Procedimiento

- 8.1.1 Transfiera 100 mL de la solución diluida en 4.6 a un vaso de precipitado de 250 mL, añada 5 mL de HCl (1,19 kg/L) y evapore a sequedad (sin llegar a ebullición) en una plancha de calentamiento. Sin calentamiento adicional, agregue 10 mL de HCl (1,19 kg/L) y luego una misma cantidad de agua (o bien una sola vez con 20 mL de HCl (1+1) sobre el residuo). Tape el vaso y digiera por 10 minutos

⁶ Tratar en lo posible de utilizar el mismo tiempo de filtrado para todas las muestras en conjunto.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX
	Determinación de la reactividad potencial álcali – sílice en agregados (método químico) (ASTM – C 289 – 03)	Edición: 01 Revisión:00 Página: 4 de 4

sobre la plancha calefactora. Diluya la solución con 20 mL de agua caliente y filtre inmediatamente a través del papel filtro Whatman 42 (o Whatman banda azul 589/3) y lave la sílice con agua caliente y reserve el residuo.

8.1.2 Transfiera el papel que contiene el residuo a los crisoles de porcelana y calcine en mufla por una hora a 1000 °C. Deje enfriar en desecador y pese.

8.2 Cálculos

8.2.1 Calcule la concentración de SiO₂ de la solución filtrada de NaOH a partir del material agregado, como sigue:

$$S_c = 3330 *W$$

Donde:

S_c: concentración de sílice en mmol/L en el filtrado original.

W: gramos de sílice encontrados en 100 mL de solución diluida.

13. Reducción en alcalinidad

13.1 Procedimiento

13.1.1 Pipetee una alícuota de 20 mL de la solución diluida en 4.6 a un matraz de 125 mL, añada 2 ó 3 gotas de fenolftaleína y titule con HCl 0,05 N hasta el punto final de la fenolftaleína.

13.2 Cálculos

13.2.1 Calcule la reducción en alcalinidad como sigue:

$$R_c = \frac{20*N}{V_1} (V_3 - V_2) *1000$$

Donde:

R_c: reducción en alcalinidad mmol/L.

N: normalidad del HCl usado en la titulación.

V₁: mililitros de la solución diluida usada en 4.6.

V₂: mililitros de HCl usados para alcanzar el punto final de titulación en la muestra.

V₃: mililitros de HCl usados para alcanzar el punto final de titulación en el blanco.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 3
	Determinación del porcentaje de carbón y lignito en agregados (ASTM C 123 – 03)	

1. Objeto

Esta norma tiene como alcance los procedimientos para la determinación del porcentaje de partículas livianas en agregados.

2. Referencias normativas

Ver norma

3. Campo de aplicación

Aplica a los agregados utilizados en la elaboración de concreto.

5. Aparatos

- Balanza de precisión (clase de precisión III).
- Dos jarras de plástico.
- Canastilla.
- Tamiz N° 50.
- Estufa de convección.
- Agitador magnético con calentamiento y barras de agitación.
- Vaso de precipitado 500 mL y 1 L.
- Densímetro (0 a 2 g/cm³).
- Probeta de 250 mL.
- Placas de Petri.⁷

6. Reactivos

- Cloruro de zinc (sólido).

6.1 Preparación del cloruro de zinc

6.2 Pese 1000 g de ZnCl₂ y viértalos al vaso de precipitado. Agregue 250 mL de agua desionizada.

6.3 Coloque el vaso con el contenido sobre el agitador magnético con calentamiento⁸ y agite hasta que todo el contenido de ZnCl₂ se haya disuelto. Deje enfriar.

⁷ Previamente tarados a 110 °C por una hora en estufa.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 2 de 3
	Determinación del porcentaje de carbón y lignito en agregados (ASTM C 123 – 03)	

6.4 Vierta el $ZnCl_2$ líquido en una probeta de 250 mL y mida la densidad.

6.5 Si la densidad es 2 g/cm^3 continuar con el punto 4. Si la densidad es menor que dos agregue $ZnCl_2$ sólido y agite para homogeneizar la densidad. Si la densidad es mayor a dos, agregue agua desionizada y agite para homogeneizar la densidad.

8. Procedimiento de ensayo

8.1 Agregado fino

- 8.1.1 Seque en estufa a $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ por una hora y luego pese 200 g de muestra.
- 8.1.2 La muestra seca se vacía en un vaso de 500 mL conteniendo 250 mL de $ZnCl_2$ líquido, de tal manera que el sobrenadante sea $\frac{2}{3}$ del volumen total, se agita y se deja reposar.
- 8.1.3 El $ZnCl_2$ se debe vaciar a un segundo recipiente pasándolo a través del tamiz N° 50.⁹
- 8.1.4 Lave cuidadosamente la malla con las partículas para remover el $ZnCl_2$.
- 8.1.5 Seque la malla en estufa a $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ por 15 minutos.
- 8.1.6 Pese las partículas decantadas en la malla.
- 8.1.7 Con ayuda de una lupa, separe las partículas oscuras y pésalas.

8.2 Agregado grueso

- 8.2.1 calibre el tamaño de partícula para determinar el tamaño mínimo de muestra a analizar como se indica en el siguiente cuadro:

Tamaño máximo nominal del agregado		Muestra mínima de masa (g)
9,5 mm	3/8 in	1500
19,0 mm	¾ in	3000
37,5 mm	1 ½ in	5000
75,0 mm	3 in	10000

⁸ Para acelerar el proceso de disolución del cloruro de zinc.

⁹ Tener cuidado para que solamente las partículas que flotan se vacíen con el líquido.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 3 de 3
	Determinación del porcentaje de carbón y lignito en agregados (ASTM C 123 – 03)	

- 8.2.2 Sequer y pese el tamaño de muestra seleccionada en estufa a una temperatura de $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ por una hora.
- 8.2.3 En una jarra agregue ZnCl_2 líquido y luego agregue cuidadosamente una porción de muestra de tal manera que el sobrenadante sea $2/3$ del volumen total. Agite.
- 8.2.4 Pasar el líquido a un segundo recipiente pasándolo a través de la malla N° 50.¹⁰
- 8.2.5 Vaciar la muestra en una espumadera.
- 8.2.6 Repita los puntos (4.2.3 al 4.2.5) hasta pasar toda la muestra pesada.
- 8.2.7 Lave cuidadosamente la malla con las partículas para remover el ZnCl_2 .
- 8.2.8 Seque la malla a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 15 minutos.
- 8.2.9 Pese las partículas decantadas en la malla.
- 8.2.10 Con ayuda de una lupa separe las partículas oscuras y péselas¹¹

9. Cálculos

9.1 Calcule el porcentaje de carbón y lignito de la siguiente manera:

$$\% \text{ Partículas livianas} = \frac{\text{Peso de partículas decantadas}}{\text{Peso de muestra}} * 100$$

$$\% \text{ Carbón y lignito} = \frac{\text{Peso de partículas oscuras}}{\text{Peso de muestra}} * 100$$

10. Reporte

Se reportará de la siguiente manera:

- El tipo de muestra.
- Porcentaje de carbón y lignito.
- Características de las partículas decantadas en la malla.

¹⁰ Tener cuidado para que solamente las partículas que flotan se vacíen con el líquido.

¹¹ Se verifica si las partículas son carbón, si estas rayan en papel.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

Universidad de Piura - UDEP Laboratorio de Química	PROCEDIMIENTO TÉCNICO	Código: XXX Edición: 01 Revisión:00 Página: 1 de 1
	Determinación de impurezas orgánicas en agregados finos (ASTM C40-04)	

1. Objeto

Esta norma tiene como alcance los procedimientos para la determinación aproximada de la presencia de impurezas orgánicas perjudiciales en los agregados finos que se usan en morteros de cemento o concreto.

4. Aparatos

- Frasco de vidrio graduado.

5. Reactivos y solución de color estándar

- Solución de hidróxido de sodio (3 %).
- Cromato de potasio K_2CrO_7 (0,250 g /100 mL de ácido sulfúrico).

8. Procedimiento

8.1 Cuartee la muestra.

8.2 En un frasco de vidrio graduado agregue la muestra hasta un volumen de 130 mL.

8.3 Adicione la solución de hidróxido sódico hasta que el volumen del agregado fino y líquido después de agitar sea aproximadamente 200 mL o hasta la marca indicada en el frasco.

8.4 Tape el frasco, agite vigorosamente y dejar reposar por 24 horas.

8.5 Después del periodo de reposo, llene un frasco de vidrio hasta el nivel de 75 mL de cromato de potasio¹² y compare el color con el líquido sobrenadante. Anote si el color del líquido sobrenadante es más claro, más oscura o igual que el color de la solución de color estándar o de referencia.

10. Interpretación de resultados

4.1 Cuando la muestra sometida da un color más oscuro que el color estándar¹³ se debe considerar que el agregado fino ensayado posiblemente contiene impurezas orgánicas dañinas al concreto. Se recomienda realizar ensayos complementarios.

¹² Solución de color estándar, recientemente preparada (no más de dos horas antes).

¹³ Plato orgánico N° 3 (estándar de color Gardner N° 11), en caso el procedimiento se realice con el vidrio de color estándar.

CONFIDENCIAL: Prohibida su reproducción sin autorización de la Jefatura del Laboratorio		
ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha:	Fecha:	Fecha: