

Estudio comparativo del ensayo de azul de metileno según las normas NLT-171 y UNE 83-130

F. DO PINO GONZÁLEZ (*); S. ESTERAS GONZÁLEZ (*); R. JIMÉNEZ SÁEZ (*)

RESUMEN El ensayo de azul de metileno es un método empleado para determinar y cuantificar de una forma rápida la presencia de arcillas en los áridos de uso en obras civiles, particularmente en construcción de carreteras.

El objeto del presente estudio es comparar, mediante datos experimentales, dos procedimientos normalizados para la determinación del índice de azul de metileno, NLT-171 y UNE 83-130 que, si bien se basan en el mismo principio físico-químico, su mecánica operatoria es bien diferente. Para ello se han preparado y ensayado muestras obtenidas a partir de tres arcillas (caolinita, sepiolita y bentonita sódica), mezcladas con cemento en distintas proporciones. ...

COMPARATIVE STUDY OF THE METHYLENE BLUE TEST ACCORDING TO NLT171 & UNE 83-130 STANDARDS

ABSTRACT *The methylene blue test is a method used to determine and quantify, in a rapid manner, the presence of clays in the aggregates employed in civil engineering works, particularly in road construction.*

The object of the present study is to compare, by means of experimental data, two standardised procedures, NLT-171 and UNE 83-130, for determining the methylene blue index which, whilst they are both based on the same physico-chemical principle, their operational methods are quite different. For this purpose, samples were prepared and tested using three clays (kaolinite, meerschaum, sodium bentonite) mixed with cement in distinct proportions.

Palabras clave: Áridos; Arcillas; Limpieza áridos; Azul de metileno; Actividad arcillas.

1. INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES

La determinación y control de la "limpieza" de los áridos empleados es un aspecto importante en tecnología de carreteras.

Los elementos contaminantes de los áridos pueden ser numerosos y diversos, sin embargo los más comunes e importantes son las arcillas.

Los elementos arcillosos desarrollan en presencia de agua propiedades específicas vinculadas a su "actividad". Estas son, sobre todo, la plasticidad, la cohesión, la adhesividad, el carácter expansivo, la afinidad por el agua. Tales propiedades, que confieren a estos elementos un papel fundamental y a menudo nocivo en el comportamiento de un material, son fenómenos de superficie, ligados principalmente:

- a la extrema finura de las partículas, que se traduce en una superficie específica externa muy elevada.
- a la estructura particular en capas de las partículas arcillosas, que les permite desarrollar para las especies más activas, una superficie específica interna considerable, añadiéndose a la superficie específica externa.
- y por fin, al estado de carga eléctrica de esta superficie, donde se dan fuerzas electrostáticas intensas que son, en gran parte, el origen del fenómeno de la actividad.

El estudio de un fenómeno físico-químico relacionado con los tres aspectos mencionados es de gran importancia, puesto que será indicativo de la actividad de los elementos arcillosos. La capacidad de adsorción de azul de metileno por parte de la arcilla es precisamente un fenómeno de este tipo.

- La adsorción es un proceso de superficie por excelencia y es utilizado comúnmente para medir la superficie específica externa de un material.
- La adsorción tiene lugar igualmente, cuando se produce sobre partículas dispersadas en agua, sobre la superficie interna de éstas que resulta accesible.
- La adsorción de azul de metileno depende en gran medida de los lazos químicos que las moléculas de este colorante pueden establecer a través de las cargas de superficie del material arcilloso y, por consiguiente, tiene en cuenta el estado eléctrico de dicha superficie.

El ensayo de azul de metileno es, por tanto, una forma de medir la capacidad de adsorción, a través de la cantidad de este colorante necesaria para recubrir de una capa monomolecular la superficie externa e interna de todas las partículas arcillosas presentes en una muestra de árido. Se denomina a esta cantidad "Valor de Azul" del árido. Viene expresada en gramos de azul por cada 100 gramos de material.

(*) Centro de Estudios de Carreteras del CEDEX, Ministerio de Fomento.

En España existen dos normas para determinar el índice anteriormente definido:

Norma UNE 83-130: "Ensayo de azul de metileno"

Norma NLT 171: "Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno".

La norma UNE está basada en la norma francesa NF-18-592 "Essai au bleu de méthylène. Méthode à la tache". La realización del ensayo según este procedimiento se exige en la BH-91 "Instrucción para el proyecto y la ejecución de obras de hormigón en masa o armado". Es pues, una norma desarrollada básicamente para áridos empleados en la fabricación de hormigones hidráulicos.

La norma NLT fue desarrollada en el CEAT de la Demarcación de Carreteras de Valladolid, con objeto de determinar la presencia de arcillas en finos de tamaños inferiores a 400 µm, utilizados en construcción de carreteras.

Ambas normas se basan en el mismo principio físico-químico de adsorción, aunque emplean diferentes métodos para determinar el proceso.

En estos momentos se está discutiendo la norma europea prEN 933-12 "Determination of Fines-Methylene Blue Test" en el Subcomité SC-6 "Ensayos de Áridos". Dicha norma está en período de comentarios por parte de los países miembros del comité europeo 156 "Aggregates".

A continuación se detallan diferentes estudios llevados a cabo en España teniendo en cuenta los distintos procedimientos.

J. Soriano y J.L. Baldomero publicaron en 1990 el estudio denominado "Control de la limpieza de las arenas por medio del azul de metileno".

En este trabajo se compararon resultados del ensayo de azul de metileno según los métodos UNE, NLT y otro método más propuesto por LABEIN, empleando muestras "comerciales". Se realizaron además comprobaciones del contenido de arcillas mediante difracción de rayos X, junto con otros ensayos complementarios, tales como análisis químicos, estudios mineralógicos, contenido en finos, equivalente de arena, etc. Las conclusiones más importantes se resumen en los párrafos siguientes.

"... muestras procedentes del machaqueo de rocas calizas, también pueden utilizarse en el hormigón, ya que aunque no cumplen las especificaciones relativas al equivalente de arena si se encuentran dentro de los límites establecidos para el ensayo de azul de metileno y contenido en finos"

"... el ensayo de azul de metileno pone claramente de manifiesto la presencia de minerales de la arcilla, corroborando los datos obtenidos mediante difracción de rayos X"

"... Refiriéndonos a los otros métodos (NLT y AFNOR) referidos ambos a gramos de azul/100 gramos de finos, hemos podido apreciar que la diferencia existente en los resultados se debe a la diferencia de metodología de ensayo".

"... el hecho de que el método del CEAT-MOPU se realice a una temperatura de 60° C, hace que se modifique la capacidad de adsorción de los minerales de arcilla por lo que los resultados obtenidos son, en general, más elevados que los obtenidos mediante el método

AFNOR (UNE). En el caso de arenas sin minerales de arcillas hemos constatado que los resultados obtenidos son muy similares.

En la empresa PROBISA, J.J. Potti y A. Páez (1987) realizaron el estudio "Ensayo de azul de metileno sobre algunos filleres tipo" (sin publicar). Las conclusiones del trabajo se resumen a continuación:

Se ha puesto a punto el ensayo de azul de metileno por los métodos NLT y LCPC, comprobando estadísticamente los buenos resultados obtenidos al realizar 36 análisis con cada uno de los métodos en los siguientes filleres: bentonita sódica, cal Tricalca, cemento Asland PA-350, árido Mat y mezclas de los mismos.

1. Se obtienen resultados coherentes en el ensayo tanto con el método LCPC como con el NLT
2. Se observan dependencias lineales a la adsorción de azul de metileno con el contenido de cada uno de los filleres en el filler resultante de las mezclas.
3. Se puede considerar que existe igualdad práctica entre los resultados obtenidos por ambos métodos. La correlación entre los resultados responde a la ecuación:

$$LCPC = 0,2265 + 1,0306 NLT$$

$$r^2 = 0,9946$$

En 1994 el Laboratorio Oficial para Ensayos de Materiales de Construcción (LOEMCO) dirigió el "Estudio Interlaboratorio de Ensayos Prenormativos de Áridos". En este estudio, entre otros, participó el Centro de Estudios de Carreteras del CEDEX. Respecto al azul de metileno se realizaron ensayos en distintos laboratorios, según la norma UNE 83-130-90 y la propuesta de norma europea prEN 933-12, llegándose a las siguientes conclusiones:

"... Aunque se observa una correlación apreciable entre ambos métodos (Español y Europeo), el proyecto de norma CEN parece más adecuado, tanto en la fracción de ensayo correspondiente con la del equivalente de arena, como al uso de una sustancia patrón, que permite la utilización de una cantidad fija de muestra, independientemente de la proporción de finos en el material original. Esto supone una mejora sustancial de la precisión, especialmente con contenidos en finos bajos. La reproducibilidad no es muy alta, aunque es mejor en general en el prEN 933-12.

Se comprueba la relación inversamente proporcional existente con el equivalente de arena.

Es conveniente dejar constancia, de la escasa reproducibilidad de ambos métodos, lo que puede explicarse por el hecho de que la evaluación de la aureola de la mancha se atiene a un criterio difícilmente normalizable y sujeto a percepciones subjetivas".

2. ENSAYOS REALIZADOS

El objeto del estudio realizado por encargo de la Dirección General de Carreteras, y en el que se basa el presente artículo, es comparar los dos métodos operativos UNE (AENOR)

y NLT (CEDEX), ambos basados en el mismo principio físico-químico de la adsorción de colorante por parte de las arcillas, tratando en concreto de determinar los siguientes aspectos:

- Si por ambos métodos se detectan de forma parecida diferentes arcillas.
- Si se detectan diferentes cantidades de arcilla de manera análoga.
- La repetibilidad de ambos métodos.

Al tratarse de dos procedimientos diferentes, es necesario reducir al máximo las variables que pudieran influir en el resultado final. Debido a ello, se optó por el empleo de muestras de ensayo preparadas en laboratorio, en vez de áridos naturales. Para ambos métodos se utilizaron materiales <math> < 80 \mu\text{m}</math>, eligiéndose tres arcillas diferentes (caolinita, sepiolita y bentonita sódica), mezcladas con cemento (Portland II-Z/35 A), según las proporciones que se detallan a continuación:

ARCILLA %	CEMENTO %
0	100
25	75
50	50
75	25
100	0

Mediante la elección de estas tres arcillas se pretendió trabajar con materiales de diferentes características en cuanto a adsorción; así la caolinita es considerada una arcilla de baja actividad, la sepiolita posee una actividad intermedia, siendo por último la bentonita sódica una arcilla muy activa. Estos tres materiales pueden conseguirse fácilmente de forma comercial en el grado de pureza adecuado, ya que tienen un uso corriente en la industria.

A continuación se describen los aspectos esenciales de los dos métodos, tal y como figuran en las normas correspondientes.

2.1. MÉTODO UNE

Este método de ensayo consiste en ir añadiendo dosis elementales y sucesivas de una solución acuosa de azul de metileno (10 g/L) a un vaso de precipitados que contiene la muestra de árido, dispersada en agua y en agitación. Después de cada dosis, se comprueba el grado de adsorción producida, examinando la aureola en la mancha que deja una gota de suspensión depositada sobre papel de filtro.

- Tamaño de la muestra = Arena 0/4 mm.
- Cantidad de la muestra para ensayo: Viene dada en función de los finos que posee el material:

$$M_k = \frac{f'(w + 100)}{f}$$

f' = cantidad en finos que es deseable tener en la muestra de ensayo (aprox. 30 g).

f = cantidad de finos de la muestra, expresado como porcentaje de la arena.

w = contenido de agua.

- Secado de la muestra en estufa: No se precisa.

La muestra de ensayo, aproximadamente 30 gramos, se coloca en un vaso de precipitados de 500 cm³ con 200 cm³ de agua destilada. El conjunto se somete a agitación, mediante un agitador de aletas, a 73 rad/s (700 r.p.m.) inicialmente, durante un minuto y a 42 rad/s (400 r.p.m.) durante el resto del ensayo. Las aletas deben de estar colocadas a 1 cm por encima del fondo del recipiente.

Con la ayuda de una bureta se añaden en el recipiente 5 cm³ de solución de azul de metileno y se realiza el denominado "test de la mancha".

El citado "test" consiste en tomar, con la ayuda de una varilla de vidrio, una gota de suspensión y depositarla sobre un papel de filtro. La mancha así formada se compone de un depósito central de material sólido, coloreado de azul intenso, rodeado de una corona húmeda incolora.

La gota debe ser tal que el diámetro del depósito esté comprendido entre 8 y 12 mm.

El test se dice positivo si, en la zona húmeda, aparece alrededor del depósito central una aureola azul claro; se dice que es negativo si la aureola es incolora.

La adición de azul de metileno se continúa hasta que el test sea positivo. En ese momento se deja de añadir solución y se efectúa el test de minuto en minuto.

Si la aureola azul claro desaparece de la mancha antes de cinco minutos, se procede a añadir 5 cm³ más de solución, si el volumen añadido de la misma hasta el momento es igual o superior a 30 cm³, o bien 2 cm³, si este volumen es inferior a 30 cm³.

Cada adición se acompaña de los correspondientes "tests de la mancha" efectuados siempre de minuto en minuto.

Se repiten estas operaciones hasta que el test dé positivo durante cinco minutos consecutivos, considerándose entonces que la dosificación de azul está terminada.

El valor de azul (VA), expresado en gramos de azul por 100 gramos de finos, se obtiene dividiendo el volumen final en cm³ de solución añadido, entre la cantidad de muestra ensayada:

$$VA = \frac{V}{f}$$

V = volumen final de disolución en cm³.

Ventajas del método:

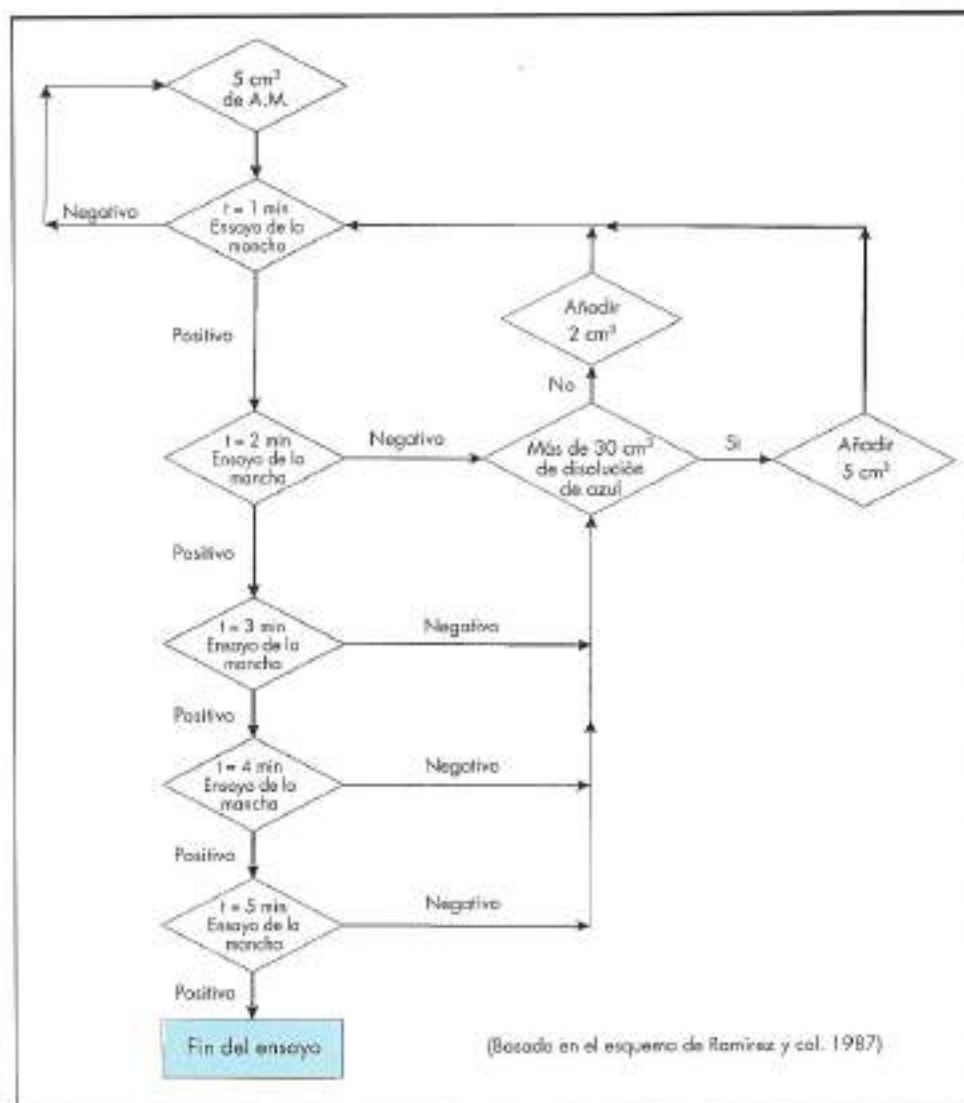
El ensayo resulta sencillo y rápido, los aparatos necesarios suelen encontrarse en todas las laboratorios, incluso los de a pie de obra.

El tamaño máximo de la muestra (4 mm) es el mismo que el del ensayo de equivalente de arena, lo que permite que ambos ensayos resulten complementarios.

Ha podido realizarse el ensayo sin excesiva dificultad, para todas las muestras objeto del estudio.

Inconvenientes del método:

Cuando el contenido de finos en la muestra es muy pequeño no puede realizarse el ensayo puesto que, en tal caso, la cantidad de muestra necesaria para realizarlo, al estar en función de dicho contenido, resulta excesiva, impidiéndose una agitación adecuada. Este problema queda eliminado en el proyecto de norma europea, ya que se utiliza una cantidad fija de un material patrón de valor de azul conocido. Este proyecto de norma europea, que en esencia es el mismo método recogido en la norma UNE, introduce además modificaciones tales como el tamaño de la muestra empleado, que deberá estar comprendido entre 0 y 2 mm.



ESQUEMA 2.1. Esquema del ensayo azul de metileno según la norma UNE.

El ensayo resulta muy subjetivo y el personal que lo realiza necesita una cierta experiencia en el mismo. Debe seguirse siempre un único criterio en cuanto a si la mancha positiva se mantiene durante el tiempo requerido (5 minutos). Con algunos materiales esto resulta complicado.

La necesidad de tener que utilizar un papel de filtro de características perfectamente definidas puede resultar un inconveniente, aunque en ocasiones se ha empleado el papel de filtro de uso habitual en laboratorio sin que, al parecer, el resultado del ensayo se haya visto significativamente alterado.

2.2. MÉTODO NLT

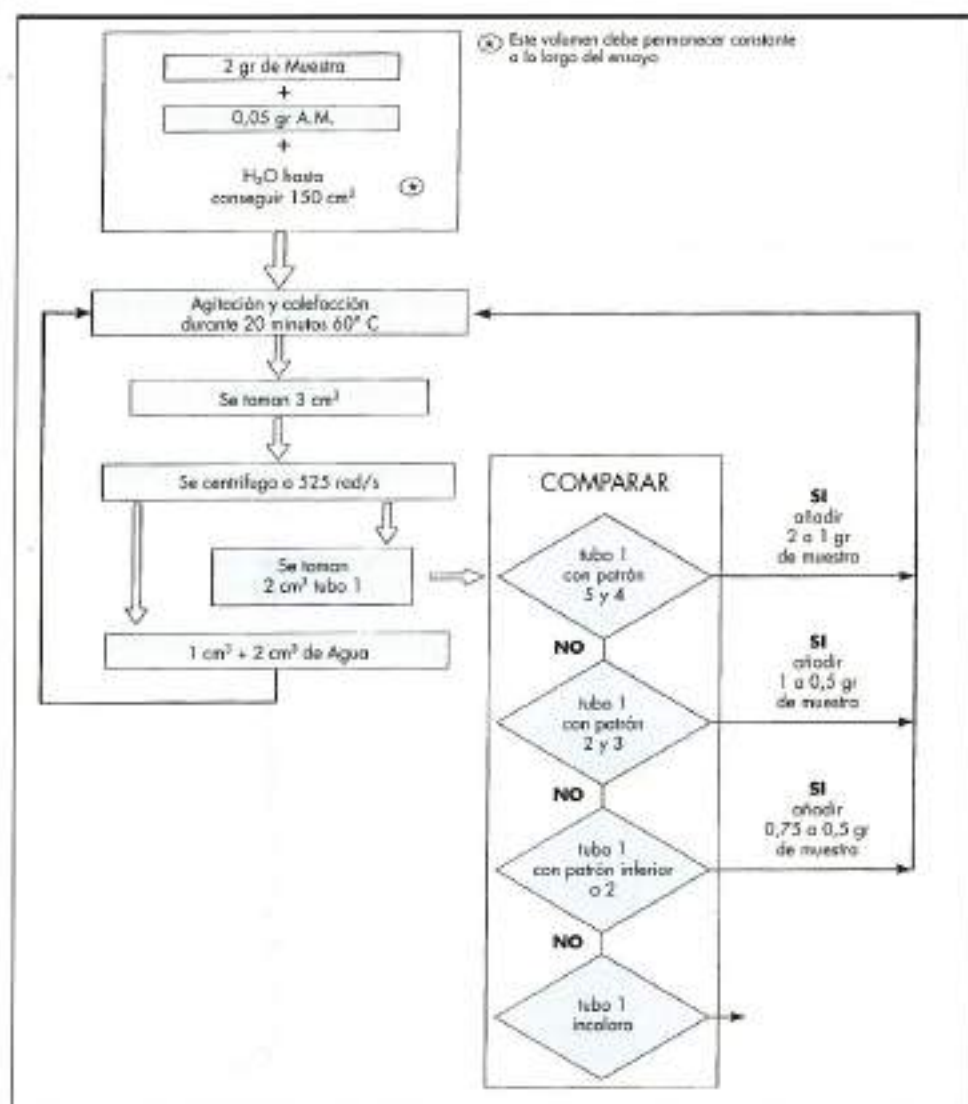
- Tamaño de la muestra: < 400 μm .
- Cantidad de muestra: 2 g.
- Secado de la muestra: En estufa entre 105-110° C.

En un vaso de precipitados de 200 cm^3 se disuelven 0,05 gramos de azul de metileno en 150 cm^3 de agua destilada. Se pesan 2 gramos de la muestra en la que se supone presencia de arcilla, secada previamente en estufa a 110° C y

tamizada por UNE 400 μm , y se vierten en el vaso con la disolución de azul de metileno.

Se calienta durante 20 minutos el vaso tapado con un vidrio de reloj sobre una placa calefactora con agitación. Se regula la calefacción de forma que en este periodo de tiempo la solución alcance una temperatura de 60° C. Al cabo de dicho tiempo, se toman en un tubo de ensayo 3 cm^3 de suspensión y se centrifugan a unos 525 rad/s (5000 r.p.m.). A continuación se trasvasan 2 cm^3 del líquido que sobrenada a otro tubo de ensayo (tubo 1), con cuidado de no arrastrar partículas sólidas del fondo del tubo empleado en la centrifugación. Se observa el color del líquido. La coloración puede variar desde el propio color azul de la solución inicial a incoloro y transparente (véase el apartado 4, "escala de colores", de la norma). Si la coloración es azul intenso, debe añadirse al vaso de precipitados entre 1 y 2 gramos de muestra y repetir el proceso anterior. Si el árido contiene arcillas, la coloración irá perdiéndose a medida que se añade más muestra. Cuando aquella haya desaparecido totalmente el ensayo se dará por finalizado.

El tubo de ensayo utilizado en la centrifugación se lavará con otros 2 cm^3 de agua destilada o desmineralizada, ver-



ESQUEMA 2.2. Esquema del ensayo de azul de metileno según la norma NLT.

tiendo todo el contenido nuevamente en el vaso de precipitados antes de añadir más muestra.

Previamente a la toma de muestra en el tubo de ensayo para efectuar las operaciones de centrifugación y decantación, se comprueba que el volumen del líquido en el vaso de precipitados no sea menor de 150 cm³. La evaporación producida al realizar la agitación en caliente puede hacer disminuir este volumen, con la consiguiente variación en la concentración de la solución de azul de metileno y en su intensidad de color. De ahí que se tenga que reponer con agua destilada el líquido perdido hasta las 150 cm³ iniciales.

El valor de azul (VA), expresado en gramos de azul de metileno por 100 gramos de finos, se obtiene a través de la expresión:

$$VA = \frac{A}{S} 100$$

donde A es la cantidad en gramos de azul de metileno empleada, generalmente 0,05 g y S la cantidad en gramos de muestra seca.

Ventajas del método:

El método resulta menos subjetivo que el descrito en la norma UNE, ya que utiliza unos "patrones" de colores preparados en el laboratorio. El resultado del ensayo es por ello más fácil de contrastar y determinar que a través del "test de la mancha".

Inconvenientes del método:

El empleo de un tamaño de muestra <400 μm hace que, en principio, no aporte significación el determinar la correlación de este ensayo con el de equivalente de arena. Se utiliza, en cambio, el mismo tamaño de muestra que el necesario para realizar el ensayo de límite líquido e índice de plasticidad, siendo estos dos ensayos relativos a suelos y no a áridos.

No obstante, se supone que la fracción >400 μm como tal, está prácticamente ausente de arcillas, luego el tamaño máximo de muestra 4 mm ó 0,5 mm (400 μm) tan sólo debe afectar al valor numérico del resultado, al figurar la masa de la muestra en la fórmula de cálculo del valor de azul, pero no a la sensibilidad o capacidad del ensayo para cuanti-

ficar las arcillas presentes, puesto que las partículas mayores de 0,5 mm no afectan ni por su actividad adsorbente —no son arcillas— ni por su superficie específica. En resumen, estos tamaños sólo influyen en cuanto a su masa (o volumen), pero no en el grado de adsorción de azul.

Aunque la objetividad del método es mayor que en el caso anterior, su desarrollo resulta, en general, más complejo, requiriendo un mayor número de operaciones y el empleo de equipos más costosos, tales como la centrifuga de laboratorio. La muestra debe pasar además por varios recipientes, lo que de alguna forma puede favorecer pérdidas parciales de la misma, obligando a que el control operativo deba ser mayor.

Con algunos materiales tales como el cemento utilizado en el presente trabajo no se pudo realizar el ensayo. Posteriormente se profundizará sobre este problema.

3. RESULTADOS OBTENIDOS

Los resultados obtenidos se recogen en la tabla 3.1. En total se han realizado 48 ensayos. En la última columna aparecen los valores medios.

Para poder determinar el valor de azul del cemento según el método UNE hubo que adicionar inicialmente menos de los 5 cm³ indicados en la norma, ya que tal cantidad su-

peraba con creces la escasa capacidad de adsorción de colorante que posee este material.

Según la norma UNE y con arcillas muy activas como la bentonita, la culminación del ensayo se prolongó mucho, al requerirse un gran número de adiciones de colorante para saturar completamente la arcilla presente en la muestra. En cambio, a través de la norma NLT se alcanzó en muy pocos pasos la decoloración total de la disolución. Por tanto, sería más recomendable este método frente al UNE, para arcillas muy activas o presentes en altos porcentajes, aunque proporciones tan altas de éstas en áridos empleados para carreteras no van a encontrarse en la práctica pues, en tal caso, resultarían totalmente inutilizables.

En cambio, para una situación opuesta (arcillas poco activas o en baja proporción) resulta más ventajoso el método UNE ya que, con muy pocas adiciones de azul de metileno, se llega a la saturación de la muestra. El procedimiento NLT se prolonga excesivamente en estos casos.

Para 100% de cemento y según la norma NLT, no ha podido efectuarse el ensayo, ya que se obtiene una coloración violeta que, además de no ser comparable con ninguno de los patrones, haciendo imposible por tanto la determinación del valor de azul, no se ve atenuada con adiciones posterior-

ENSAYO	TIPO DE MATERIAL	% ARCILLA	% CEMENTO	TIPO DE ENSAYO	RESULTADOS			
					1	2	MEDIA	
0	Cemento	0	100	UNE	0,10	0,13	0,12	
				NLT	—	—	—	
1	SERIOLITA	25	75	UNE	1,50	1,17	1,33	
				NIT	1,00	0,91	0,95	
3		50	50	UNE	2,83	2,50	2,67	
				NIT	2,00	1,92	1,96	
5		75	25	UNE	4,50	4,00	4,25	
				NIT	2,50	2,94	2,70	
7		100	0	UNE	7,33	7,17	7,25	
				NIT	4,00	4,55	4,26	
9		BENTONITA	25	75	UNE	4,67	4,50	4,58
					NIT	4,00	4,55	4,26
11	50		50	UNE	8,50	8,67	8,58	
				NIT	8,33	8,33	8,33	
13	75		25	UNE	14,33	14,17	14,25	
				NIT	13,64	12,50	13,04	
15	100		0	UNE	21,17	21,13	21,25	
				NIT	18,00	18,18	18,09	
17	CAOLINITA		25	75	UNE	0,33	0,37	0,35
					NIT	—	—	—
19		50	50	UNE	0,63	0,63	0,63	
				NIT	—	—	—	
21		75	25	UNE	0,90	0,87	0,88	
				NIT	—	—	—	
23		100	0	UNE	1,20	1,13	1,17	
				NIT	1,00	1,06	1,03	
24								

TABLA 3.1. Resultados del ensayo de azul de metileno.

AZUL DE METILENO SEPIOLITA 50% Y CEMENTO 50%		
ENSAYO	NORMA NLT (Índice de Azul)	NORMA UNE (Índice de Azul)
1	1,92	2,50
2	1,92	2,67
3	1,92	2,50
4	2,00	2,33
5	1,85	2,17
6	2,17	2,00
7	1,16	2,00
8	1,92	1,67
9	1,92	2,00
10	1,85	2,17
DATOS ESTADÍSTICOS	MEDIA: 1,9 DESVIACIÓN TÍPICA: 0,25 C. VARIACIÓN: 13,39 REPETIBILIDAD: 0,69	MEDIA: 2,2 DESVIACIÓN TÍPICA: 0,29 C. VARIACIÓN: 13,03 REPETIBILIDAD: 0,79

TABLA 3.2. Ensayos de repetibilidad.

VALOR DEL AZUL DE METILENO PARA 100% CAOLINITA NORMA NLT			
ENSAYOS	60° C	40° C	TEMPERATURA AMBIENTE (25° C)
1	1,13	1,08	1,06
2	1,05	1,05	1,08
3	1,11	1,11	1,06

TABLA 3.3. Variación del valor azul con la temperatura para la caolinita.

VALOR DEL AZUL DE METILENO PARA 100% SEPIOLITA NORMA NLT			
ENSAYOS	60° C	40° C	TEMPERATURA AMBIENTE (25° C)
1	4,16	4,16	3,57
2	4,54	4,16	3,84
3	4,54	3,84	3,57

TABLA 3.4. Variación del valor azul con la temperatura para la sepiolita.

res de más muestra. Lo mismo ocurre con todas las mezclas de caolinita y cemento.

Este cambio de coloración también se ha producido para otros tipos de polvo mineral con propiedades hidráulicas, tales como cenizas volantes, en las que tampoco pudo determinarse su valor de azul según la norma NLT.

Esta transformación no sucede de forma inmediata, sino transcurridos unos 90 minutos desde el comienzo del ensayo, independientemente de la muestra utilizada. No se ha podido determinar si dicho instante depende o no de la concentración de colorante presente en el medio, o de si se pudiera tratar de un fenómeno relacionado con el proceso de fraguado del cemento, o la formación de un complejo de coordinación entre el azul de metileno y algún catión presente, etc.

Si puede interpretarse, a la vista de lo ocurrido con las distintas arcillas, el que exista una competencia entre el fenómeno de adsorción de azul por parte de la arcilla y el proceso, sea cual sea, que origina el cambio de color. Según los datos experimentales, para una arcilla muy poco activa como es la caolinita, únicamente se pudo completar el ensayo NLT sin presencia de cemento en la muestra (100% de

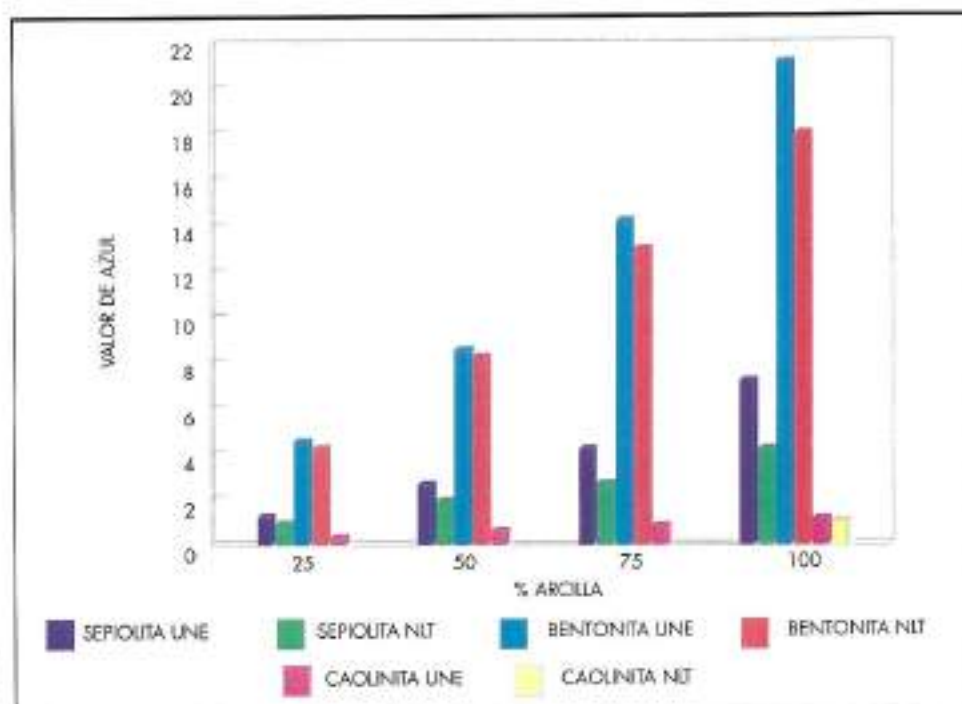
arcilla). Para el resto de dosificaciones, incluida la que contenía tan sólo el 25% de cemento, no fue posible hacerlo. Sin embargo, no existió problema alguno para las otras dos arcillas, bastante más activas que la caolinita, incluso con el 75% de cemento. El fenómeno de la adsorción está tan favorecido en estos casos, que el otro proceso competitivo se ve totalmente desplazado y no interfiere en el ensayo.

Se da además la coincidencia de que la mayor duración en la ejecución del ensayo NLT corresponde precisamente a los materiales con menor capacidad de adsorción de colorante (cemento, caolinita), existiendo así un margen de tiempo suficiente para que tenga lugar el fenómeno que ocasiona la coloración violeta.

Con el procedimiento UNE, sin embargo, no se apreció este problema en ningún caso. Además, para estos materiales poco activos, el ensayo se completa casi con la primera adición de azul, sin que se dé apenas tiempo a que se produzca el cambio de color.

En la tabla 3.2 se recogen los datos de 10 ensayos realizados para una mezcla de sepiolita y cemento al 50%. Se ha determinado la media, desviación típica, coeficiente de variación y repetibilidad. Se eligió esta mezcla como la más

GRÁFICA 4.1. Valores de azul según los dos métodos empleados.



idóneos para estas determinaciones, a la vista de los problemas encontrados con otras arcillas y para otras dosificaciones. Además, su valor de azul entra dentro del rango habitual de valores en muestras para carreteras.

En la norma NLT se especifica que el ensayo debe realizarse a una temperatura de unos 60° C, al ser éste, al parecer, el valor óptimo para que se produzca la adsorción del colorante. En la tabla 3.3 figuran los datos de variación del valor de azul para una muestra de 100% de caolinita a tres temperaturas diferentes: 60° C, 40° C y temperatura am-

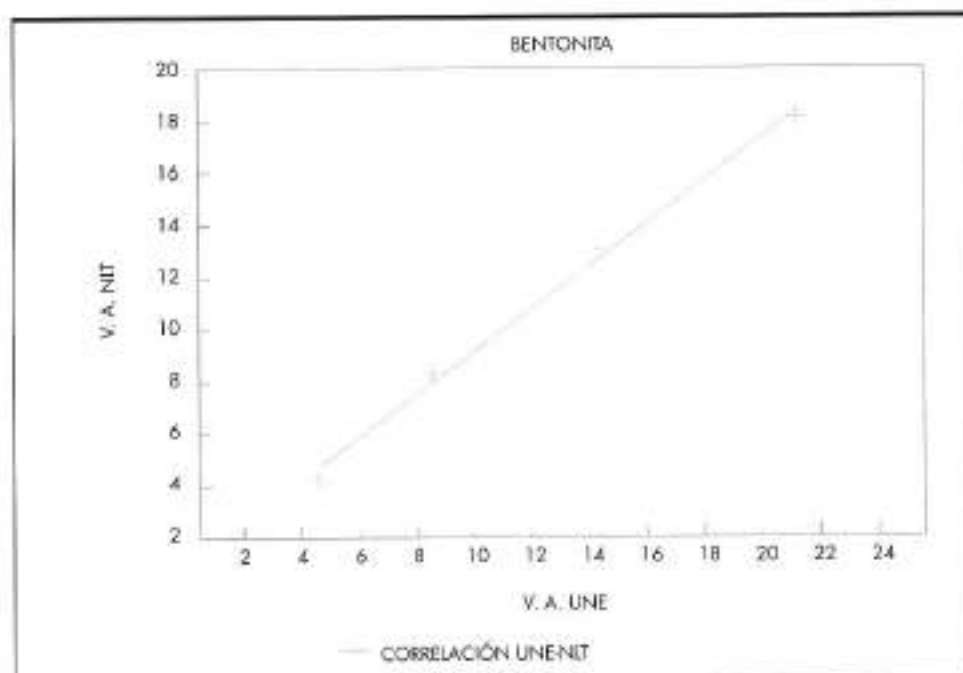
biente (aproximadamente 25° C). En la tabla 3.4 se recogen estos mismos valores para una muestra de 100% de sepiolita.

El ensayo según la norma UNE, se realiza a temperatura ambiente.

4. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

En la gráfica 4.1 se recogen los valores medios de los datos obtenidos. Se puede apreciar claramente cómo, para todas las arcillas y en todos los porcentajes estudiados, se registra

GRÁFICA 4.2. Correlación azul de metileno UNE y NLT.



un valor de azul de metileno ligeramente superior para la norma UNE que el determinado según la norma NLT.

El valor de azul de metileno es muy sensible, por ambos métodos, tanto al tipo como a la cantidad de arcilla presente.

Las dispersiones entre los dos procedimientos son tanto mayores cuanto más alto es el porcentaje de arcilla. Para porcentajes pequeños de ésta, caso de los materiales que pueden emplearse en carreteras, ambos métodos dan un resultado muy parecido.

Estas diferencias encontradas para sitios contenidos de arcilla tan sólo podrían atribuirse en este caso al distinto modo de operar, en cierto modo opuesto, de cada método. El tamaño de la muestra y su secado o no en estufa son variables que también pueden influir en el resultado aunque en este caso, dado el procedimiento de preparación de muestras empleado, dichas variables quedarían eliminadas.

En las gráficas 4.2 y 4.3 puede observarse la buena correlación que existe entre ambos métodos, para las dos arcillas con las que se pudieron completar todos los ensayos. Figuran a continuación los datos correspondientes a dichas correlaciones:

A) Sepiolita: $VA(NLT) = 0,355 + 0,545 VA(UNE)$

Resultado de la regresión:

Ordenada en el origen	0,355
Error de estimación Y	0,145
Coef. correlación (r^2)	0,993
Tamaño de la muestra	4
Grados de libertad	2
Pendiente	0,545
Error de estimación X	0,033

B) Bentonita: $VA(NLT) = 0,924 + 0,823 VA(UNE)$

Resultado de la regresión:

Ordenada en el origen	0,924
Error de estimación Y	0,530
Coef. correlación (r^2)	0,995

Tamaño de la muestra	4
Grados de libertad	2
Pendiente	0,823
Error de estimación X	0,042

Para la caolinita y, por las razones expuestas en el apartado 3 no, ha podido determinarse el valor de azul de las mezclas de esta arcilla con cemento. Para el 100% de caolinita el valor de azul es prácticamente igual a 1 a través de los dos métodos.

Siguiendo con el análisis estadístico de los resultados, la relación lineal que existe entre el porcentaje de arcilla en la muestra y su valor de azul es igualmente muy buena en ambos métodos, aunque naturalmente será distinta para cada tipo de arcilla, resultando mejores las regresiones para la bentonita, la arcilla más activa. En las gráficas 4.4, 4.5 y 4.6 se han representado estas dependencias. Sus respectivas rectas de regresión son las siguientes:

A) Bentonita:

Valor de Azul UNE vs. % Arcilla

$$VA(UNE) = -1,76 + 0,223 * \% \text{ arcilla}$$

$$r^2 = 0,9857$$

Valor de Azul NLT vs. % Arcilla

$$VA(NLT) = -0,62 + 0,185 * \% \text{ arcilla}$$

$$r^2 = 0,9977$$

B) Sepiolita:

Valor de Azul UNE vs. % Arcilla

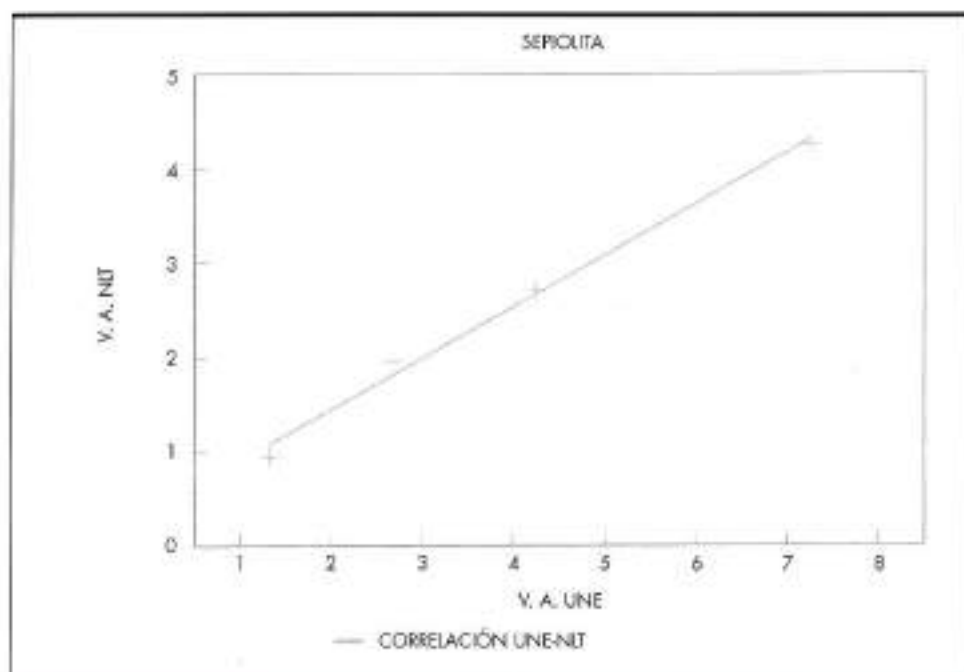
$$VA(UNE) = -0,96 + 0,077 * \% \text{ arcilla}$$

$$r^2 = 0,9610$$

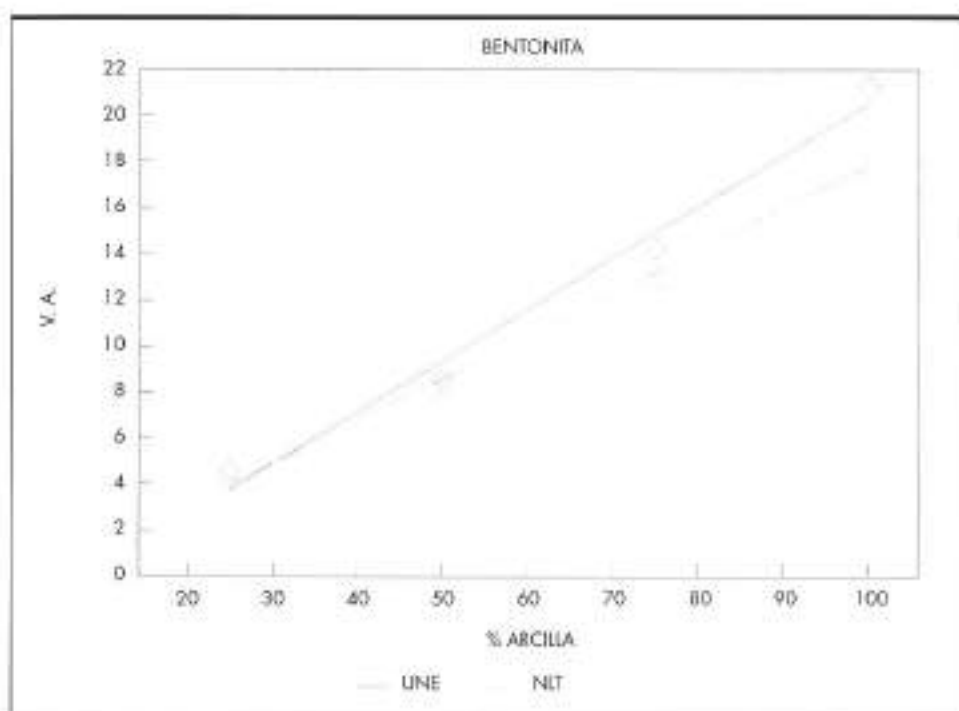
Valor de Azul NLT vs. % Arcilla

$$VA(NLT) = -0,20 + 0,043 * \% \text{ arcilla}$$

$$r^2 = 0,9768$$



GRÁFICA 4.3. Correlación azul de metileno UNE y NLT.



GRÁFICA 4.4. Variación del valor de azul con el % de Bentonita.

C) Caolinita:

Valor de Azul UNE vs. % Arcilla

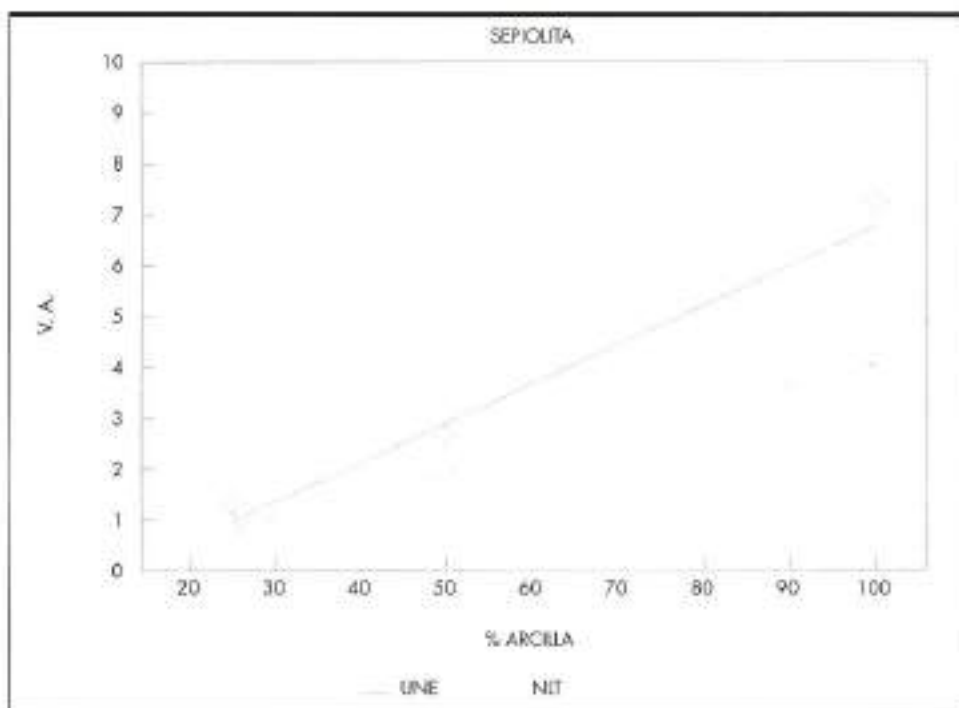
$$VA (UNE) = 0,081 + 0,011 * \% \text{ arcilla}$$

$$r^2 = 0,9993$$

Según las especificaciones existentes (Orden Circular nº 299/89 T: "Recomendaciones sobre Mezclas Bituminosas en Caliente") para el árido que va a emplearse en esta unidad de obra, se exige que el valor de azul, determinado según la

norma NLT, sea inferior a 1, siempre y cuando no se cumpla que su equivalente de arena sea superior a 50. En la Instrucción EH-91 se especifica un valor de azul inferior a 0,6 (según norma UNE) para los áridos calizos que no cumplan las especificaciones en cuanto al equivalente de arena.

De entre las muestras empleadas para el presente trabajo, tales especificaciones las cumplirían, por ejemplo, todas las dosificaciones con menos de 50% de caolinita, así como las de menos de un 25% de sepiolita.



GRÁFICA 4.5. Variación del valor de azul con el % de Sepiolita.

Respecto a la repetibilidad (ver tabla 3.2), se realizaron 10 ensayos con muestras del 50% de sepiolita y 50% de cemento, obteniéndose los resultados siguientes:

- Norma NLT: $R = 0,69$
- Norma UNE: $R = 0,79$

No se ha determinado la reproducibilidad, pero presumiblemente sería mejor la del procedimiento NLT que la del UNE, al estar la observación del resultado final más influenciada, en éste último método, por el criterio subjetivo del operador.

Respecto a la variación del valor de azul con la temperatura (según la norma NLT), se ha ensayado a 60° C, 40° C y a temperatura ambiente, sin que se observen diferencias significativas para la caolinita. Con la sepiolita, algo más activa que la anterior, la adsorción (media) a temperatura ambiente resulta ligeramente inferior que a las temperaturas superiores, en especial a 60° C (ver tablas 3.3 y 3.4). Cabe recordar que para estas determinaciones se han empleado arcillas puras, por lo que se puede suponer que en muestras reales, con contenidos bajos de arcillas activas, estas diferencias resulten aún menores o prácticamente despreciables.

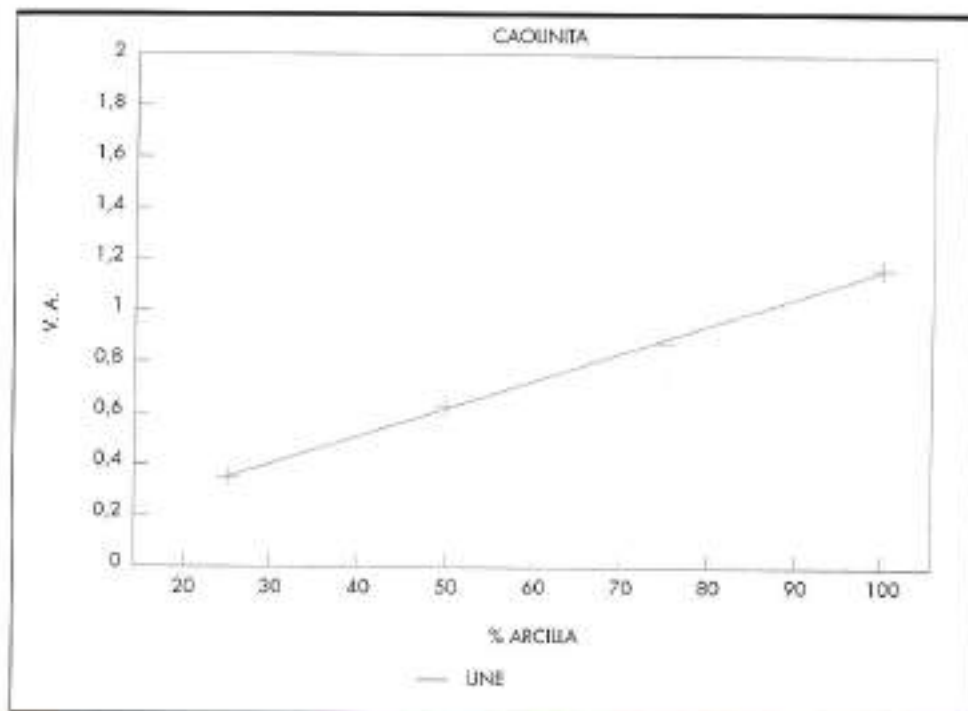
5. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se han obtenido quedan resumidas a continuación:

- Ambos métodos, basados en el proceso físico-químico de la adsorción de azul de metileno por parte de los elementos arcillosos, resultan ser muy sensibles tanto al tipo como al porcentaje de dichos materiales presente en la muestra. Se han determinado relaciones lineales entre el contenido de arcilla en las muestras y el valor del azul de metileno. Estas correlaciones se han establecido tanto para el método UNE como para el NLT, y para distintos tipos de arcillas.
- Las diferencias entre los valores de azul obtenidos con cada una de las normas se pueden atribuir a las distintas

condiciones y modos de operar propios de cada método de ensayo. En el presente estudio se han eliminado previamente algunos de los elementos diferenciadores existentes en las normas, tales como el distinto tamaño máximo y el secado o no de la muestra de ensayo. Las restantes diferencias no han impedido establecer una buena correlación entre ambos métodos.

- Del método UNE hay que destacar los siguientes aspectos:
 - Las determinaciones por el método UNE resultan más subjetivas que a través del NLT.
 - Cuando la cantidad de arcillas es muy pequeña, la muestra de material que debe tomarse resulta tan grande que impide la realización práctica del ensayo. Este inconveniente se ha solucionado en el proyecto de Norma Europea de Azul de Metileno, añadiendo una cantidad fija de finos patrón, de valor de azul conocido.
 - El proyecto de Norma Europea sigue básicamente el método francés, en el que está también basada la norma UNE.
- En el método NLT hay que destacar los siguientes aspectos:
 - El método NLT es más objetivo, ya que utiliza unos patrones de colores preparados en el laboratorio.
 - Su inconveniente principal es que no ha podido determinarse el valor de azul de todos los materiales, debido al cambio en la coloración que tiene lugar en los casos en que la arcilla presente es poco activa, con independencia de la proporción en que está. Dicho cambio de color está relacionado probablemente con fenómenos de fraguado del cemento, acelerados por la temperatura de 60° C a que se realiza el ensayo.
 - Presenta también los inconvenientes de una mayor complejidad de realización, y la necesidad de emplear algún equipo (centrífuga) no usual en los laboratorios de obra.
 - La repetibilidad es mejor que en el método UNE y previsiblemente su reproducibilidad.



GRÁFICA 4.6. Variación del valor de azul con el % de Caolinita.

- Con porcentajes pequeños de arcillas, los resultados del valor de azul son muy similares en uno y otro método. Tales porcentajes entrarían en el rango de valores habituales propio de los materiales reales empleados en obra.
- La correlación entre ambos métodos en el intervalo de valores de azul estudiado, con aquellos materiales en que pudo establecerse, ha resultado ser muy buena.
- Como resumen de todo lo anterior, el método UNE presenta la ventaja de su mayor sencillez de realización, aunque la interpretación de los resultados es bastante subjetiva. Es también importante tener en cuenta que la Norma Europea sigue el mismo método que la UNE, si bien introduce una diferencia operativa para contenidos muy reducidos de polvo mineral. El método NLT es más objetivo que el anterior pero de realización más compleja, para la que se precisa de equipos que difícilmente se van a encontrar en los laboratorios de obra.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Dirección General de Carreteras y al Centro de Estudios de Carreteras del CEDEX por las facilidades dadas para la publicación de este trabajo, así como a los Sres. Cortés Expósito y Rodero Rentero, por su colaboración en el mismo.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) TRAN NGOC LAN. "L'essai au bleu de méthylène. Un progrès dans la mesure et le contrôle de la propreté des granulats". Bull. Liaison Lab. P.et Ch. 107 (1980).
- (2) Normas UNE 83-130-90. "Arenas para hormigones. Ensayo de azul de metileno". AENOR (1990).
- (3) Norma NLT-171/91 "Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno". CEDEX. Dirección General de Carreteras. MOPT (1992).
- (4) Norme NF 18-592 "Essai au bleu de méthylène. Méthode à la tache". AFNOR (1990).
- (5) EH-91 "Instrucción para el proyecto y la ejecución de obras de hormigón en masa o armado". MOPTMA (1994).
- (6) prEN 933-11 "Methylene Blue Test". CEN (1993).
- (7) J. SORIANO CARRILLO; J. L. BALDOMERO RODRÍGUEZ. "Control de la limpieza de las arenas por medio del ensayo de azul de metileno". Cuadernos de Investigación C36. Monografía CEDEX. Laboratorio Central de Estructuras y Materiales. CEDEX. MOPU (1990).
- (8) J. J. POTTI; A. PÁEZ. "Ensayo de azul de metileno sobre algunos filleres tipo". Trabajo no publicado. PROBISA (1987).
- (9) "Ensayos prenormativos de áridos". Laboratorio Oficial para Ensayos de Materiales de Construcción. (LOEMCO) (1994).
- (10) Orden Circular nº 299/89 T "Recomendaciones sobre mezclas bituminosas en caliente". MOPU (1989).



Ferrovial-Agromán Internacional se adjudica en firme la Autopista Temuco-Río Bueno en Chile

Es la tercera concesión en Chile y la décima en el mundo para el Grupo

Ferrovial-Agromán Internacional (F&A) ha obtenido la adjudicación definitiva del contrato de la Autopista Temuco-Río Bueno, de la carretera Panamericana de Chile, el eje principal de comunicaciones del país. La adjudicación ha sido ratificada el día 23 de octubre de 1997, a través de un Decreto Supremo firmado por el presidente de Chile, Eduardo Frei Ruiz-Tagle, el ministro de Obras Públicas y Transporte, Ricardo Lagos Escobar y el ministro de Hacienda, Eduardo Amonátegui. El proyecto consiste en el diseño, construcción, financiación, mantenimiento y explotación del tramo de 172 km de longitud entre Temuco y Río Bueno, cuenta con una inversión total de 38.000 millones de pesetas y un plazo de concesión de veinticinco años.

Esta es la tercera autopista que el Grupo Ferrovial construirá y explotará en el país y, con ella, eleva a diez el número de concesiones de transporte en el mundo, que lo consolida como uno de los líderes mundiales en la promoción de grandes proyectos de infraestructura.

El proyecto consiste en la rehabilitación y desdoblamiento de 172 km de la carretera existente, a doble calzada con características de autovía e incluye, entre otras, la ejecución de 25 estructuras, la rehabilitación de otras 23, y la construcción de 18 intersecciones a desnivel, 65 km de calles de servicio y 20 pasarelas peatonales.

Diez concesiones de transporte en el mundo

La concesión de la Autopista Temuco-Río Bueno es la tercera que se logra en Chile y se suma a las concesiones en las que el Grupo participa en todo el mundo; cuatro en España (Europistas, Eurovías, Autovía y Autopista del Sol), tres en Colombia y, con ésta, otras tres en Chile. De esta forma el Grupo Ferrovial, con treinta años de experiencia en este ámbito, se consolida como uno de los grupos líderes en la promoción de grandes proyectos de infraestructura en los mercados internacionales. En estos momentos, se estudian además proyectos de concesiones en España, Portugal, Inglaterra, Chile, Argentina, Colombia, etc., con una inversión superior a los 600.000 millones de pesetas.

SALON DEL MEDIO AMBIENTE
ENVIRONMENT EXHIBITION



smagua 98

SALON INTERNACIONAL DEL AGUA
INTERNATIONAL WATER EXHIBITION

11-14/03/1998
ZARAGOZA (ESPAÑA)

III CONGRESO NACIONAL
DEL AGUA Y MEDIO AMBIENTE


FERIA DE ZARAGOZA
C/ Reyes, 100 - 50001 Zaragoza
T. 976 344 100
F. 976 344 100


IBERIA
LÍNEAS AERIAS DE ESPAÑA



LARGO RECORRIDO
RENFE


AVIACO


ICEX
Instituto Español de Comercio Exterior

Organizado por: IBERIA, RENFE, AVIACO, ICEX

Tuberías de [®]Hostalen

una solución segura, moderna y económica



Hostalen, polietileno de alta y media densidad especialmente indicado para tuberías (CRP 100, GM5010T3, MPE 80)

- **experiencia**
más de 35 años de gran éxito en todo el mundo
- **ahorro de recursos**
evita pérdidas de agua y caudal en la red de distribución
- **sanitario**
elimina la posibilidad de contaminación
- **flexible**
se adapta a suelos irregulares
- **seguro**
sin escapes y resistente a la corrosión
- **duradero**
más de 50 años de vida útil
- **reciclable**
recuperación fácil y económica del material
- **ecológico**
protege el medio ambiente
- **económico**
material ligero, sencillo y rápido de instalar



Empresa adherida al
Compromiso de Progreso

Principales aplicaciones en canalizaciones para:

- agua potable • gas • aguas residuales • agentes químicos
- transporte de sólidos • cables • renovación por «relining»

Hostalen Polietileno, S.L.
Empresa del Grupo Hoechst
Via Augusta, 252-260 • 08017 Barcelona
Tel. 306 81 56 • Fax 306 84 64

HOSTALEN
Hostalen Polietileno S.L.