

ANEJO 5º

Métodos de ensayo para determinar la agresividad de aguas y suelos al hormigón

1 Alcance

En el presente Anejo se describen los procedimientos que se deben seguir para la toma de muestras y el análisis químico de agua y suelo con el fin de valorar su agresividad al hormigón.

2 Toma de muestras

2.1 Introducción general

Las muestras de agua y suelo tomadas deben ser representativas, debiendo tener en cuenta las condiciones hidrológicas y geológicas locales y los cambios que suceden a lo largo del tiempo, por ejemplo variaciones estacionales apreciables del nivel freático.

2.2 Toma de muestras de agua

Las muestras se tomarán en botellas perfectamente limpias y aclaradas varias veces con el agua a analizar, llenándose lo máximo posible.

El tamaño de la muestra será como mínimo de 2 litros.

Las botellas se llenarán completamente y se sellarán. Se marcarán con el número de muestra, punto de recogida, día y hora del muestreo. A continuación se agitarán vigorosamente.

En general, la muestra debe conservarse y transportarse en una nevera a una temperatura próxima a los 4°C, debiendo estar en el laboratorio en un tiempo de 24 horas, para proceder a su análisis en el menor tiempo posible. En cualquier caso, se tendrá en cuenta lo señalado en el punto 2.3 (conservación de muestras de agua para su análisis).

2.3 Conservación de muestras de agua para su análisis

Para efectuar el análisis y conseguir que los resultados sean representativos, es indispensable que no se hayan alterado las muestras, para lo cual es importante que transcurra el menor tiempo posible desde la toma de muestras hasta su análisis. En el caso de no ser posible, en la tabla A.5.1 se citan las diversas técnicas de conservación de las muestras hasta el momento de su análisis.

Tabla A.5.1

DETERMINACIÓN	CONSERVACIÓN	TIEMPO MÁXIMO RECOMENDADO
DIÓXIDO DE CARBONO (CO ₂)	ANALIZAR LO ANTES POSIBLE	24 HORAS
MAGNESIO	FILTRAR Y AÑADIR HNO ₃ HASTA pH<2	6 MESES
NITRÓGENO: AMONÍACO	ANALIZAR LO ANTES POSIBLE O AÑADIR H ₂ SO ₄ HASTA pH < 2 Y REFRIGERAR	7 DÍAS
pH	ANALIZAR LO ANTES POSIBLE Y REFRIGERAR	24 HORAS
SÓLIDOS DISUELTOS	REFRIGERAR	7 DÍAS
SULFATO	REFRIGERAR	28 DÍAS

Refrigerar: Conservar a 4°C, en la oscuridad.

2.4 Toma de muestras de suelo

Las muestras de suelo a partir de calicatas de ensayo serán tomadas inmediatamente después de que el estrato de suelo quede a la intemperie, y las muestras de perforación inmediatamente después de que el material es extraído.

El número de muestras que se tomará dependerá de la condición de la estratificación del suelo en el terreno circundante. Cuando el estrato está intacto, será suficiente recoger una muestra de 1 a 1,5 kg de cada estrato para su ensayo y valoración. Sin embargo, cuando el estrato ha sido alterado, deberá decidirse la técnica, ámbito y frecuencia de muestreo.

En el caso de un suelo en contacto permanente con agua, no será necesaria la toma de muestra del suelo, ya que no se requiere su análisis.

En el caso del estrato de suelo que no está en contacto permanente con el agua, sino de forma intermitente, se tomarán y analizarán muestras de suelo y de agua.

3 Métodos de análisis de aguas

3.1 Valor del pH

3.1.1 Material y aparatos

pH-metro: El pH-metro a utilizar deberá ser reproducible hasta 0,1 unidades de pH con una escala de 0 a 14, y dotado de un ajuste compensador de la temperatura.

Agitador: Utilizar un agitador magnético con la barrita recubierta de teflón o equivalente.

Material de uso corriente en laboratorio.

3.1.2 Reactivos

- a) Disolución patrón de ftalato ácido de potasio ($C_6H_4C_2O_4HK$) 0,05 M. Secar la sal durante dos horas a $110^{\circ}C$. Disolver 10,21 g de la sal en agua destilada y diluir a 1.000 ml. Como conservador, añadir a la disolución patrón 1 ml de cloroformo o un cristal de timol. Esta disolución tiene un pH de 4,00 en el intervalo de temperatura de 15 a $30^{\circ}C$.
- b) Disolución patrón de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) 0,025 M y fosfato disódico (Na_2HPO_4) 0,025 M. Secar las dos sales durante dos horas a $110^{\circ}C$. Disolver 3,44 g de fosfato monopotásico y 3,55 g de fosfato disódico en agua destilada y diluir a 1.000 ml. Como conservador, añadir 1 ml de cloroformo o un cristal de timol. Esta solución tiene un pH de 6,90 a $15^{\circ}C$; de 6,88 a $20^{\circ}C$; de 6,86 a $25^{\circ}C$ y de 6,85 a $30^{\circ}C$.
- c) Disolución patrón de bórax (borato de sodio decahidratado ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)) 0,01 M. Disolver 3,81 g de la sal en agua hasta 1.000 ml. El pH de esta disolución es de 9,22 a $20^{\circ}C$.

3.1.3 Procedimiento operatorio

3.1.3.1 Calibrado del pH-metro

En un vaso de precipitados, colocar un volumen adecuado de la disolución patrón de fosfatos (apartado b). Introducir en ella los electrodos y agitar durante un minuto, procediendo a la lectura pasados otros dos minutos. El valor del pH obtenido deberá ser el indicado en el reactivo del apartado b) entre 15 y $30^{\circ}C$, corrigiéndose en caso necesario, de acuerdo con las instrucciones particulares del aparato utilizado.

A continuación, sumergir los electrodos en la disolución patrón, apartado a), después de enjuagarlos convenientemente con agua destilada. Si el valor del pH obtenido no corresponde al teórico de la solución, corregirlo como en el caso anterior.

3.1.3.2 Realización de la medida

Calibrado el aparato según 3.1.3.1, medir el pH de las muestras operando igual que para las disoluciones patrón. Las muestras deberán estar a una temperatura lo más próxima posible a aquella en que se calibró el pH-metro.

Si alguna muestra alcanza un pH superior a 8,30, deberá repetirse la determinación, previo calibrado del pH-metro con la disolución patrón de borax, apartado c).

3.1.4 Expresión de los resultados

En unidades de pH con precisión de 0,1 a la temperatura en que se efectuó la medida.

3.2 Residuo seco a $110^{\circ}C$

3.2.1 Material y aparatos

De uso corriente en laboratorio.

3.2.2 Procedimiento operatorio

Tarar la cápsula previamente desecada a 110° C. Evaporar en baño de agua hasta sequedad 100 ml de muestra exactamente medida, empleando un matraz aforado. En el caso de que se obtenga un residuo cuyo peso sea inferior a 50 mg utilizar el volumen adecuado para que dicho residuo sea como mínimo de 50 mg. A continuación, desecar el residuo en la estufa a 110° C durante veinticuatro horas. Dejar enfriar en el desecador y pesar.

3.2.3 Cálculos y expresión de los resultados

$$\text{Residuo seco} = \frac{P_1 - P_2}{V} 1000$$

donde:

- P_1 Peso, en mg, de la cápsula conteniendo el residuo.
 P_2 Peso, en mg, de la cápsula vacía.
 V Volumen, en ml, del agua evaporada.

3.3 Contenido en sulfatos

3.3.1 Material y aparatos

De uso corriente en laboratorio.

3.3.2 Reactivos

- Disolución de cloruro de bario al 10%: disolver 100 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.
- Disolución de ácido clorhídrico al 10 %: diluir 10 ml de HCl concentrado a 1000 ml con agua destilada.
- Disolución de nitrato de plata, aproximadamente 0,1 N: disolver aproximadamente 16,9 g de AgNO_3 en un litro de agua destilada.

3.3.3 Procedimiento operatorio

Tomar, en vaso de 500 ml, de 100 a 250 ml de agua, según el contenido previsible de sulfatos, completándolo a 250 ml si es necesario. Añadir 10 ml de ácido clorhídrico, apartado b). Filtrar por papel de poro medio capaz de retener partículas de 5 a 10 μm . Llevar el líquido a ebullición y agregar, poco a poco y agitando, 10 ml de disolución caliente de cloruro de bario, apartado a), hasta precipitación completa aparente, añadir entonces 2 ml de BaCl_2 en exceso. Mantener en ebullición durante unos cinco minutos. A continuación, pasar al baño de vapor y mantener en digestión durante unas tres horas (preferentemente durante toda la noche). Dejar enfriar y mezclar una pequeña cantidad de pulpa de papel de filtro sin cenizas con el precipitado de BaSO_4 , filtrar por papel de poro fino y sin cenizas, capaz de retener precipitados finos de menos de 5 μm , recogiendo el precipitado. Lavar con agua destilada caliente hasta que las aguas de lavado no acusen reacción de cloruros con la disolución de nitrato de plata, apartado c). Colocar el papel de filtro con el precipitado en un crisol de porcelana o platino, previamente tarado, incinerar procurando que no se inflame el papel y calcinar posteriormente a 800° C durante una hora. Dejar enfriar en un desecador y pesar.

3.3.4 Cálculo y expresión de los resultados

$$\text{Sulfatos} = \frac{0,416 P}{V} 1000, \text{ en mg /l}$$

donde:

- P* Peso, en mg, del precipitado de sulfato de bario.
V Volumen, en ml, de la muestra.

3.4 Contenido de magnesio

Se puede realizar, o bien mediante el empleo de un método complexométrico (método A), o bien mediante un método espectrofotométrico de absorción atómica (método B).

3.4.1 Método (A): valoración complexométrica

La determinación de magnesio por volumetría complexométrica se realiza con ácido etilendiaminotetraacético (AEDT). Si existe calcio en la muestra, este ion reacciona con el AEDT de manera idéntica al magnesio; por consiguiente, para el cálculo de la concentración de magnesio debe deducirse del volumen de reactivo total consumido, el correspondiente al calcio.

3.4.1.1 Material y aparatos

El de uso corriente en técnicas volumétricas.

3.4.1.2 Reactivos

- Disolución de AEDT 0,01 M: disolver 3,723 g de la sal disódica dihidratada del ácido etilendiaminotetraacético y diluir a un litro con agua destilada.
- Disolución reguladora de pH 10: disolver 67,5 g de cloruro de amonio en 570 ml de amoníaco concentrado; añadir 5 gramos de sal magnésica de ácido etilendiaminotetraacético y enrasar a un litro.
- Indicador negro de eriocromo T. Disolver 0,2 g del indicador en 15 ml de trietanolamina y 5 ml de alcohol etílico absoluto. Esta solución es estable unos seis meses.
- Indicador sólido: obtenido de una mezcla pulverizada de 400 mg de ácido calconcarboxílico y 100 mg de cloruro de sodio.
- Disolución de hidróxido de sodio 1 N: disolver 40,0 g de NaOH en 1000 ml de agua destilada.

3.4.1.3 Procedimiento operatorio

Primeramente hay que valorar el calcio presente, en su caso. Para ello, añadir a 50 ml de la muestra un volumen suficiente de disolución de hidróxido de sodio, apartado e) para obtener un pH de 12 a 13, y una pequeña cantidad de indicador sólido, apartado d), y valorar con la disolución de AEDT, apartado a), hasta viraje de rosa a azul turquesa. El volumen consumido V corresponde a la valoración del calcio. A continuación añadir 2 ml de disolución reguladora, apartado b), y dos o tres gotas de indicador, apartado c), y valorar con AEDT 0,01M, apartado a), hasta que el color rojo vira a color azul.

3.4.1.4 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido de magnesio expresado en mg por litro vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\text{Magnesio} = 4,864 (V' - V) , \text{ en } \text{mg} / \text{l}$$

donde:

- V Volumen, en ml, de AEDT 0,01 M consumidos en la valoración del calcio, según el punto 3.4.1.3.
- V' Volumen, en ml, de AEDT 0,01 M consumidos en la valoración del calcio y magnesio, según el punto 3.4.1.3.

3.4.2 Método (B): Valoración mediante espectrofotometría de absorción atómica

Esta técnica es aplicable a la determinación de magnesio mediante el método directo de llama de aire-acetileno.

3.4.2.1 Instrumental

Espectrofotómetro de absorción atómica y equipo asociado con el quemador recomendado por el fabricante.

3.4.2.2 Reactivos

- Aire. Purificado y secado a través de un filtro apropiado que elimina aceite, agua y otras sustancias extrañas. La fuente puede ser un compresor o gas embotellado o comercial.
- Acetileno, calidad comercial estándar. Se evitará que la acetona, que puede estar presente en los cilindros de acetileno, entre y estropee el cuerpo del mechero.
- Agua libre de metales. Utilizar agua libre de metales para preparar todos los reactivos así como de agua de dilución. Destilar el agua del grifo utilizando uno de los siguientes procedimientos, según la concentración de metal en la muestra: destilación simple, bidestilación o sub-ebullición. Comprobar que el agua desionizada o destilada está exenta de magnesio.
- Acido nítrico, HNO_3 , al 2 %, 1:1 y concentrado.
- Disoluciones patrón de magnesio. Disolver 0,1658 g de MgO en una cantidad mínima de HNO_3 1:1. Añadir 10 ml de HNO_3 conc. y diluir con agua hasta 1.000 ml. 100,00 ml de esta disolución equivalen a 100 μg de Mg. A continuación preparar una serie de

disoluciones patrón de magnesio en un intervalo óptimo de concentraciones por dilución apropiada. Secar cuidadosamente los reactivos antes de emplearlos. Es necesario utilizar reactivos de la máxima pureza. Si se trata de hidratos, utilícense reactivos recientes.

3.4.2.3 Procedimiento operatorio

- a) Preparación de la muestra. La muestra se preparará para medir únicamente el Mg disuelto. En todas las muestras hay que cerciorarse de que las concentraciones de ácido y modificadores de la matriz son iguales en muestras y patrones.

a.1 Tratamiento preliminar de muestras

Las muestras que contienen partículas o materia orgánica, requieren, en general, un tratamiento previo antes del análisis.

Las muestras incoloras, transparentes (principalmente agua potable), pueden analizarse directamente por espectroscopía de absorción atómica sin digestión. Para una comprobación posterior o si se encuentran cambios en las matrices existentes, hay que confrontar muestras digeridas y no digeridas para asegurarse de que los resultados son comparables.

a.2 Filtración preliminar

Para determinar el magnesio disuelto, filtrar la muestra con un dispositivo filtrante de plástico preacondicionado mediante vacío o presión y que lleve un soporte de filtro de plástico o TFE haciéndola pasar por un filtro de membrana (policarbonato o acetato de celulosa) de 0,40 a 0,45 μm de diámetro de poro, prelavado y sin rejilla. Antes de usarlo, filtrar un blanco de agua de calidad para reactivos, para asegurar la ausencia de contaminación.

- b) Estandarización. Seleccionar al menos tres concentraciones de la disolución patrón de Mg (preparada como en el apartado e) de 3.4.2.2) para establecer límites para la concentración esperada del metal de una muestra. Hacer aspirar un blanco y poner a cero el instrumento. Hacer aspirar entonces cada patrón sucesivamente en la llama y registrar la absorbancia.

Preparar una curva de calibración trasladando a un papel de gráfica lineal la absorbancia de los patrones en función de sus concentraciones. Este paso no es necesario en instrumentos equipados con lectura directa de las concentraciones.

- c) Análisis de muestras. Enjuagar el nebulizador aspirando agua con 1,5 ml de HNO_3 conc. por litro. Atomizar un blanco y ajustar a cero el instrumento. Atomizar la muestra y determinar su absorbancia.

3.4.2.4 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración del ion Mg^{2+} en miligramos por litro, utilizando la curva de calibración apropiada preparada según el apartado c de 3.4.2.3. Alternativamente, leer en directo la concentración en el instrumento si éste va equipado de lectura de salida. Si se ha diluido la muestra, multiplicar por el factor apropiado de dilución.

3.5 Dióxido de carbono libre (CO₂)

3.5.1 Material y aparatos

Material de uso corriente en laboratorio.

3.5.2 Reactivos

- Disolución valorada de hidróxido de sodio 0,02 N. Diluir 20 ml de NaOH 1N en 1000 ml de agua destilada, que previamente se ha hervido un tiempo no inferior a quince minutos para expulsar el dióxido de carbono y enfriarlo a la temperatura ambiente. Preparar diariamente y proteger del dióxido de carbono atmosférico en un frasco *pyrex* hermético. Titular con la disolución valorada de bicarbonato de sodio, apartado c).
- Disolución indicadora de fenolftaleína. Disolver 0,5 g de fenolftaleína en 50 ml de alcohol etílico de 96° y agregar 50 ml de agua destilada que previamente se ha hervido por un período no menor de quince minutos, para expulsar el dióxido de carbono y enfriarlo a la temperatura ambiente. Agregar, a continuación, la disolución valorada de hidróxido de sodio, apartado a), gota a gota hasta que aparezca una muy ligera coloración rosa.
- Disolución valorada de bicarbonato de sodio 0,01 N. Pesar exactamente 0,84 g de NaHCO₃ anhidro y diluir en 1000 ml de agua destilada que previamente se ha hervido no menos de quince minutos, para expulsar el dióxido de carbono y enfriarlo a la temperatura ambiente. Precipitar inmediatamente antes de usarlo.

3.5.3 Procedimiento operatorio

Llenar una probeta de 100 ml pipeteando la muestra mediante tubo de goma, hasta que derrame. Verter el exceso de agua mediante sacudidas.

Añadir cinco o diez gotas de la disolución indicadora de fenolftaleína, apartado b). El viraje de la muestra a color rosado, indica la ausencia de dióxido de carbono libre; si la muestra se mantiene incolora, indica la presencia de dióxido de carbono libre. En este caso, titular rápidamente con la disolución valorada de hidróxido de sodio, apartado a), agitando suavemente con una varilla de vidrio hasta que el color rosa característico observado a través de todo el espesor de la muestra persista por lo menos treinta segundos.

3.5.4 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el dióxido de carbono libre, expresado en miligramos por litro, mediante la fórmula:

$$CO_2 \text{ libre} = \frac{880 V_1 f}{V_2}, \text{ en mg } \ell$$

donde:

- V_1 Volumen de hidróxido de sodio gastado, en ml, apartado a).
 f Factor de corrección del hidróxido de sodio, apartado a) hallado mediante su titulación con la disolución de bicarbonato de sodio, apartado c).
 V_2 Volumen de la muestra, en ml.

3.6 Contenido de amonio (NH_4^+)

3.6.1 Material y aparatos

De uso corriente en laboratorio.

- Espectrofotómetro de UV-Visible, con filtro de 660 nm.

3.6.2 Reactivos

- Disolución reserva de amonio (de aproximadamente 1 g de NH_4^+ /l). Pesar, en balanza analítica, 2,97 g de cloruro de amonio deshidratado y desecado en estufa, disolver en 500 ml de agua destilada, enrasar a 1000 ml en matraz aforado y guardar en nevera en frasco topacio.
- Disolución patrón de amonio (de aproximadamente 10 mg de NH_4^+ /l). Diluir 2,5 ml de la disolución reserva, apartado a), tomados con pipeta a 250 ml en matraz aforado y guardar en nevera en frasco topacio.
- Disolución de ajuste (de aproximadamente 0,4 mg de NH_4^+ /l). A partir de la disolución patrón de amonio, apartado b), diluir 2 ml, tomados con pipeta, en 50 ml de agua destilada, mediante un matraz aforado. Hay que tener la precaución de preparar esta disolución cada vez que se realicen análisis.
- Disoluciones de calibración (0-1,0 mg NH_4^+ /l). Por procedimiento análogo al del apartado c): preparar, usando pipetas y matraces, 50 ml de cada uno de los patrones de calibrado, con arreglo a la siguiente tabla A.5.2.

Tabla A.5.2

ml de disolución de ajuste (c)	0	1	2	3	4	5
Volumen del matraz	50	50	50	50	50	50
Concentración (mg/l)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1

- Disolución Tampón. Pesar 25 g de tartrato sódico potásico, 7 g de fosfato disódico anhidro y 12 g de hidróxido sódico. A continuación disolver y llevar a 500 ml con agua destilada y guardar en frasco topacio.
- Disolución de salicilato-nitroprusiato. Pesar 100 g de salicilato de sodio, disolver en 100 ml de agua destilada. Añadir 0,3 g de nitroprusiato sódico, disolver, llevar a 250 ml con agua destilada y guardar en frasco topacio y nevera.
- Disolución de hipoclorito sódico. Tomar 20 ml de lejía comercial de 25 g de Cl_2 /l, sin aditivos, llevar a 100 ml con agua destilada, y guardar en frasco topacio. Es necesario valorar la lejía cuando se empiece una botella nueva.

3.6.3 Procedimiento operatorio

Antes de comenzar el análisis, si la muestra ha sido acidulada se neutralizará con hidróxido sódico.

3.6.3.1 Desarrollo del color

En tubos Nessler de 50 ml, disponer 50 ml de las muestras, blanco y disoluciones patrón que vayan a usarse para la medida o calibración, y numerar.

Añadir a cada tubo los siguientes reactivos:

- 2 ml de disolución tampón, apartado e). Agitar.
- 2,5 ml de disolución de salicilato-nitroprusiato, apartado f). Agitar.
- 1,25 ml de disolución de hipoclorito, apartado g). Agitar.

Entre cada adición mantener los tubos tapados. Mantener en estufa a 50°C durante 20 minutos.

3.6.3.2 Condiciones instrumentales

Para la lectura de absorbancia de las muestras, se ajustarán las condiciones de lectura del instrumento a las siguientes:

- Longitud de la cubeta: mínimo 1 cm, máximo 4 cm.
- Longitud de onda analítica(λ): 660 nm.

Si se dispone de espectrofotómetro de doble haz: Colocar en el haz de referencia una cubeta de la misma longitud que la empleada para las medidas y rellenar con una alícuota del blanco con el color desarrollado.

3.6.3.3 Preparación de la curva de calibrado.

Usar la tabla de patrones A.5.2, siguiendo los pasos del apartado 3.6.3.1 para el desarrollo del color en los mismos y las condiciones instrumentales descritas en el apartado 3.6.3.2.

3.6.3.4 Realización del análisis.

- Para la realización del análisis, además de la muestra a analizar, hay que disponer un tubo o matraz con el blanco de agua destilada y otro con la disolución de ajuste, de 0,4 mg NH_4^+ /l apartado c).
- Realizar el desarrollo del color según el punto 3.6.3.1 y ajustar las condiciones instrumentales según el punto 3.6.3.2.
- Para el ajuste del cero: colocar en el haz de lectura la cubeta conteniendo una alícuota del blanco preparado con agua destilada y el color desarrollado.
- Para el ajuste de patrón: colocar en el haz de lectura la cubeta conteniendo una alícuota de disolución de ajuste del apartado c, del punto 3.6.2, con el color desarrollado. En instrumentos con programa incorporado de ajuste, introducir los datos de concentración calculada para la disolución de ajuste de 0,4 mg NH_4^+ /l descrito en el apartado c) del punto 3.6.2, y ejecutar dicho procedimiento. En el resto de instrumentos, medir la absorbancia del patrón de ajuste y anotarla.
- Para la medida de la muestra: colocar en el haz de lectura la cubeta conteniendo una alícuota de la muestra a analizar con el color desarrollado. En instrumentos de haz simple sin detector de diodos en fila, se ajustará el cero y el patrón cada diez muestras leídas. En el resto no es necesaria la corrección por realizarla el propio instrumento. En

instrumentos con programa incorporado de ajuste, leer directamente la concentración suministrada por el instrumento y anotarla. Para instrumentos sin programa de ajuste incorporado, medir la absorbancia de la muestra y anotarla.

3.6.4 Cálculo y expresión de los resultados

En instrumentos con programa incorporado de ajuste, la concentración de amonio de la muestra es suministrada por el instrumento. En el resto de instrumentos, calcular la concentración de la muestra según la fórmula:

$$A_{\text{monio}} = \frac{A_M}{A_p} C_p, \text{ en mg/l}$$

donde:

A_M	Absorbancia de la muestra.
A_p	Absorbancia del patrón de ajuste.
C_p	Concentración del patrón.

4 Métodos de análisis de suelos

4.1 Preparación de la muestra

La muestra de un suelo, cuando llega al laboratorio, debe ser acondicionada como fase previa para la realización de los distintos ensayos.

Las muestras se secarán en atmósfera normalizada a masa constante. El secado preliminar a $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ sólo se permitirá para muestras de suelo con un alto contenido de humedad y capacidad de retención de agua.

4.1.1 Procedimiento operatorio

- Colocar la muestra en una bandeja y disgregar a mano, si es posible, los terrones existentes.
- Mantener las bandejas al aire hasta que se equilibre su humedad con la del laboratorio. Durante la desecación disgregar a mano los terrones existentes.
- Pesar la muestra con la aproximación del gramo.
- Disgregar mecánicamente los terrones mediante un martillo de goma o madera.
- Tamizar la totalidad de la muestra por el tamiz de 2 mm de luz.
- Recoger la porción que haya pasado por el tamiz en un recipiente. Esta fracción se denomina tierra fina seca al aire.
- Lavar la parte que no pase por el tamiz hasta que los elementos gruesos queden limpios, secar en estufa y pesar.

Homogeneizar la muestra y reducir su tamaño hasta que pase por el tamiz de ensayo de 0,125 mm. Dividirla por la mitad utilizando un separador de muestra, conservando una de las mitades como referencia y destinando la otra para los ensayos.

4.2 Contenido de sulfatos

4.2.1 Material y aparatos

De uso corriente en laboratorio.

4.2.2 Reactivos

- Ácido clorhídrico 0,05 N. Diluir 4 ml de HCl conc en 1000 ml de agua destilada.
- Disolución de cloruro bórico al 5 %. Disolver 5 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua destilada.
- Disolución de nitrato de plata, aproximadamente 0,1 N. Disolver 16,9 g de AgNO_3 en 100 ml de agua destilada.

4.2.3 Procedimiento operatorio

Pesar exactamente 50 g de suelo preparado según lo descrito en el apartado 4. Añadir 200 ml de agua destilada y tratar a continuación con 10 ml de HCl 0,05 N, apartado a).

Llevar a ebullición y mantener durante 15 minutos. A continuación dejar sedimentar durante 1 hora, en el baño de agua y filtrar, empleando papel de porosidad media. Lavar el filtrado a continuación con agua destilada caliente hasta ausencia de cloruros.

Hervir el filtrado y añadir disolución caliente de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ al 5 %, apartado b) hasta la precipitación total.

Mantener la disolución caliente durante 1 hora, cubriendo el recipiente con un vidrio. Atacar el líquido con unas gotas de BaCl_2 para comprobar la precipitación total, dejando en digestión en un baño de agua durante 12 horas. Filtrar por papel de poro fino y sin cenizas, (capaz de retener precipitados finos de menos de 5 μm) y comprobar en el filtrado la ausencia de sulfatos con la disolución de BaCl_2 , apartado b). Lavar el precipitado con agua caliente hasta ausencia de cloruros.

Colocar el papel de filtro con el precipitado en un crisol de porcelana o platino, previamente tarado, incinerar procurando que no se inflame el papel y calcinar posteriormente a 800°C durante 1 hora. Dejar enfriar en un desecador y pesar.

4.2.4. Cálculo y expresión de los resultados

$$\text{Sulfatos} = \frac{0,416 P}{M}, \text{ en mg/kg de suelo seco}$$

donde:

- P Peso, en miligramos, del sulfato de bario.
 M Peso de la muestra de suelo seca en kg.

4.3 Acidez Baumann-Gully

La acidez de Baumann-Gully es una medida del contenido de iones hidrógeno intercambiables que el componente humus del suelo es capaz de liberar.

4.3.1 Material y aparatos

De uso corriente en laboratorio.

4.3.2 Reactivos

- Acetato sódico 1N.
- Hidróxido sódico 0,1N. Diluir 100 ml de NaOH 1N en 1000 ml de agua destilada.
- Indicador de fenolftaleína. Disolver 0,5 g de fenolftaleína en alcohol etílico de 96° y añadir 50 ml de agua destilada.

4.3.3 Procedimiento operatorio

Pesar 100 g de la muestra preparada de acuerdo con el punto 1 del presente capítulo y tratar con 200 ml de disolución de acetato sódico 1 N (CH_3COONa), durante 1 hora. Filtrar la suspensión formada, sin lavar, y valorar con hidróxido sódico, utilizando fenolftaleína como indicador.

4.3.4 Resultados

La acidez Baumman-Gully se expresa como el volumen de hidróxido de sodio 0,1 N requerido para neutralizar el ácido acético, expresado en ml, por kg de suelo secado al aire.

5 Presentación de resultados

Se recomienda que los resultados se presenten de manera similar a la que se indica en las dos páginas siguientes.

INFORME DEL ENSAYO PARA EL ANÁLISIS DE AGUA				
1: INFORMACIÓN GENERAL				
PETICIONARIO:		Nº TRABAJO		
DENOMINACIÓN DEL PROYECTO:		Nº DE LA MUESTRA DE AGUA:		
TIPO DE AGUA: (p. e. agua subterránea, superficial o infiltrada)		DESCRIPCIÓN DEL AGUA:		
PUNTOS DE RECOGIDA: (p. e. perforación, calicata de ensayo o masa de agua)		PROFUNDIDAD DE MUESTREO (m):		
TEMPERATURA DEL AGUA:		HORA DEL DÍA:	DÍA RECOGIDA:	
2: INFORMACIÓN ADICIONAL				
NIVEL DE AGUA FREÁTICA (elevación, m):		ALTURA PIEZOMÉTRICA (m):		
DESCRIPCIÓN DE CONDICIONES LOCALES: (área residual, zona industrial, zona de descarga, inclinación, tierra cultivable, bosque)				
LUGAR Y FECHA DE MUESTREO:		TOMAMUESTRAS:		
3: ANÁLISIS DEL AGUA		4: GRADO DE AGRESIVIDAD		
PARÁMETRO	RESULTADO ENSAYO	DÉBIL	MEDIO	FUERTE
APARIENCIA				
OLOR (muestra no tratada)				
OLOR (muestra tratada)				
VALOR DEL pH		6,5 - 5,5	5,5 - 4,5	< 4,5
MAGNESIO (Mg ²⁺) (mg/l)		300 - 1000	1000 - 3000	> 3000
AMONIO (NH ₄ ⁺) (mg/l)		15 - 30	30 - 60	> 60
SULFATO (SO ₄ ²⁻) (mg/l)		200 - 600	600 - 3000	> 3000
CO ₂ (mg/l)		15 - 40	40 - 100	> 100
RESIDUO SECO (mg/l)		> 150	150 - 50	< 50
La evaluación del agua se basará en el valor que se considera en el grado más elevado de la categoría de agresividad, incluso si este valor representa sólo uno de los parámetros. Cuando dos o más valores estén por encima del cuantil superior de una categoría particular o en el cuantil inferior en el caso del pH, el agua se asignará al nivel próximo más elevado (excepto en el caso del agua de mar o de lluvia)				

5: EVALUACIÓN		
El agua es de agresividad débil/media/fuerte para el hormigón El agua no es agresiva para el hormigón.		
LUGAR Y DÍA DEL ANÁLISIS:	ANALISTA:	LABORATORIO:

INFORME DEL ENSAYO PARA EL ANÁLISIS DE SUELO				
1: INFORMACIÓN GENERAL		MUESTREO Y ANÁLISIS		
PETICIONARIO:		Nº TRABAJO:		
DENOMINACIÓN DEL PROYECTO:		Nº DE LA MUESTRA DE SUELO:		
TIPO DE SUELO:		DENOMINACIÓN DEL SUELO:		
PUNTOS DE RECOGIDA: (p. e., perforación, calicata de ensayo)		PROFUNDIDAD DE EXTRACCIÓN:		
HORA DEL DÍA:		DÍA DEL MUESTREO:		
DESCRIPCIÓN DE LAS CONDICIONES LOCALES: (p. e. aérea residencial, zona industrial, zona de descarga, inclinación, tierra cultivable, bosque)				
LUGAR Y FECHA DE MUESTREO:		TOMAMUESTRAS:		
PARÁMETRO COMPROBADO	RESULTADO ENSAYO (ml/kg)	2: GRADO DE AGRESIVIDAD		
		DÉBIL	MEDIO	FUERTE
Acidez Baumann-Gully		> 200		
Contenido de sulfato		2000 a 6000	6000 a 12000	>12000
3: EVALUACIÓN DEL CONJUNTO				
- El suelo es de agresividad débil/media/fuerte para el hormigón - El suelo no es agresivo para el hormigón				
ANALISTA:		LUGAR Y FECHA DEL ANÁLISIS		