

3. DETERMINACION GRAVIMETRICA DE SiO₂ EN UN CEMENTO

3.1 OBJETIVOS

- Ejercitarse en las operaciones básicas de disolución, precipitación, filtración, lavado y calcinación, que se llevan a cabo en gravimetría.
 - Definir qué es un cemento portland, cómo se fabrica y cuál es su composición.
 - Definir qué son silicatos y cómo se clasifican.
 - Aplicar el concepto estadístico de desviación estándar para evaluar la precisión de los resultados obtenidos.
 - Calcular el porcentaje de sílice en una muestra de cemento.
- ASPECTOS TEORICOS
 - Cementos. En la Industria Petrolera, los cementos se utilizan en operaciones de completamientos de pozos, en rangos de profundidades que van desde cero hasta 1600 pies; el cemento tiene como función fijar las tuberías de los pozos de petróleo a la roca que los rodea.

El cemento de mayor utilización es el portland, que resulta de calcinar en hornos rotatorios a temperaturas de 1400–1500 °C, dos tipos de materiales: uno rico en calcio como la roca caliza y otro rico en sílice, como la arcilla. En ocasiones se emplean arena, bauxitas y pequeñas cantidades de minerales de hierro para ajustar la composición de la mezcla.

La masa dura que sale del horno llamada clinker, se enfría y se pulveriza. Con el objeto de regular el tiempo de fraguado y la resistencia, se añaden pequeñas cantidades de yeso.

Se llama fraguado al espesamiento inicial del cemento que ocurre cuando se le agrega agua; el endurecimiento del cemento es un proceso lento que origina las propiedades mecánicas.

La composición química de óxidos de los cementos portland, en general, es la siguiente:

OXIDOS FORMULAS PORCENTAJES (%)

Oxido de calcio combinado CaO 60–67

Sílice SiO₂ 17–25

Oxido de aluminio Al₂O₃ 3.8 8

Oxido de hierro Fe₂O₃ 0.5–0.6

Oxido de azufre (VI) SO₃ 1.0 – 3.0

Oxido de magnesio MgO 0.5 – 5.5

Alcalinidad Na₂O + K₂O 0.5 – 1.3

Las fórmulas en la química del cemento se expresan a menudo como suma de óxidos; de esta forma el silicato tricálcico, Ca_3SiO_5 , puede escribirse en la forma $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$.

Esta forma no implica que los óxidos constituyentes tengan existencia independiente dentro de la estructura del cemento.

Se emplean abreviaturas para fórmulas químicas de los óxidos más frecuentes. A continuación se anotan los óxidos y las abreviaturas más utilizadas.

OXIDO ABREVIATURA OXIDO ABREVIATURA

CaO C Fe_2O_3 F

Al_2O_3 A MgO M

SiO_2 S K_2O K

Na_2O N Li_2O L

- **Gravimetría.** Los análisis gravimétricos se basan en la medida del peso de una sustancia de composición conocida y químicamente relacionada con el analito o especie química que se determina.

Los análisis gravimétricos de precipitación involucran las siguientes operaciones: disolución del analito, precipitación, lavado y desecación o calcinación.

Cuando los contenidos del analito se expresan en función del precipitado resultante de la desecación o calcinación, el peso de la sustancia es igual al peso del precipitado; si los resultados se expresan en función de un compuesto diferente, es necesario transformar el peso del precipitado en el peso del compuesto deseado, usando el factor gravimétrico correspondiente.

- **Determinación gravimétrica de silicatos.** Los silicatos son compuestos formados por SiO_2 y óxidos metálicos.

Ejemplos: silicato bicálcico $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$, silicato tricálcico $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$.

Desde el punto de vista analítico, los silicatos se dividen en dos grupos:

- *Silicatos solubles:* se descomponen cuando se tratan con HCl.
- *Silicatos insolubles:* no se descomponen cuando se tratan con HCl.

En el caso de un silicato soluble, la muestra se trata con HCl y se evapora hasta sequedad para separar la sílice como $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

El residuo se extrae con HCl diluido para disolver las sales de aluminio, hierro, metales alcalinos y alcalinotérreos, entre otros.

• ASPECTOS TEORICOS POR CONSULTAR

- ¿Qué son papeles de filtro sin cenizas?
- Dibuje y nombre el equipo necesario para la filtración al vacío.

- Describa las etapas que involucran la filtración. Complemente las explicaciones con dibujos.
- Describa la preparación de 500mL de HCl 1:1.
- Describa la preparación de 1L de AgNO₃ 0.1N.
- **MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS.**
- **Materiales.** Papel de filtro cuantitativo Whatman 42 o Schleider y Schuell 589 banda azul, 1 vaso de precipitados de 600mL, 1 vaso de precipitados de 200mL, 1 agitador de vidrio, 1 embudo buchner, 1 tubo de ensayo, 1 frasco lavador, 1 crisol de porcelana con tapa, 1 mechero, 1 soporte universal, 1 malla, 1 pinza para crisol, 1 triángulo de porcelana, 1 aro, 1 pipeta de 2mL, 1 desecador, 1 probeta de 50mL, 1 vidrio de reloj, 1 espátula, 1 recipiente de plástico de 1000mL con tapa.
- **Reactivos.** HCl concentrado, solución de HCl 1:1, solución de AgNO₃ 0.1F, cemento (100 g de una muestra de cemento secado previamente a 110°C durante toda la noche).
- **Equipos.** 1 bomba de vacío, 1 balanza analítica, 1 mufla.

3.5 PROCEDIMIENTO.

Pese con aproximación a la décima de mg, 0.5g de la muestra de cemento en un vidrio de reloj y transfírala a un vaso de precipitados de 200mL; agregue 20mL de HCl 1:1 y evapore lentamente hasta casi sequedad.

Al residuo seco agregue la mezcla de 40mL de agua destilada y 1.5mL de HCl concentrado, agitando continuamente con el fin de mojar completamente el cemento; deje en reposo por cinco minutos.

Caliente en un vaso de precipitados de 600mL, 500mL de agua destilada.

Prepare el embudo buchner con el papel filtro cuantitativo y acondicione el equipo necesario para efectuar la filtración al vacío; lave el residuo con agua destilada caliente, hasta que el filtrado no contenga cloruros; para comprobarlo recoja algunas gotas de AgNO₃; si se presenta turbidez, continúe lavando el precipitado.

Reserve para la próxima práctica el filtrado, en un recipiente de plástico de 1000mL. Identifique el recipiente marcándolo.

Lave, seque y marque un crisol de porcelana con tapa; caliente el crisol sobre un triángulo de porcelana, a la máxima temperatura del mechero durante cinco minutos; déjelo enfriar en un desecador y péselo.

Una vez finalizada la filtración y escurrido todo el filtrado, saque el papel de filtro del embudo, doble los extremos para cubrir el precipitado y colóquelo en el crisol de porcelana previamente marcado y pesado; caliente el crisol ligeramente inclinado sobre un triángulo de porcelana hasta carbonizar el papel, evitando la formación de llama. Tenga cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.

Después de carbonizar el papel coloque el crisol en la mufla, espere que la temperatura baje hasta 200°C, saque el crisol, colóquelo en un desecador, tápelo, déjelo enfriar y péselo. Calcule el porcentaje de SiO₂ de la muestra de cemento.

- **PREGUNTAS Y CALCULOS.**
- ¿Porque se lleva a sequedad la muestra de cemento tratada con HCl?
- ¿Qué compuestos quedan en el papel de filtro?
- ¿Por qué es necesario quemar el papel de filtro?

- Defina los términos: arcilla, caliza, Yeso, Arena, Bauxita:
- ¿Como se solubiliza un silicato insoluble?
- Calcule el porcentaje de SiO₂ en la muestra de cemento. Adjunte los respectivos cálculos.

TABLA DE DATOS

Información requerida	Gramos
Peso de la muestra de cemento	
Peso del crisol	
Peso del crisol + SiO ₂	
Peso del SiO ₂	
Porcentaje de SiO ₂ %	

- Tabule los datos de porcentajes de SiO₂ obtenidos por cada uno de los grupos y determine la precisión de los resultados mediante la desviación estándar.

• BIBLIOGRAFIA CONSULTADA.

AUSTIN, G. Manual de procesos químicos en la industria. Tomo I. 5 Ed. 1 Ed. Español.

Mc Graw Hill. México. 1989. Pág. 201–211.

BAROID CORPORATION. Drilling Fluids technology. A course of study for the Shell Employee. Module F. 1992. Houston. Pág 1–6.

FRITZ, J y SCHENK, G. Química Analítica Cuantitativa. 3Ed. Limusa. México. 1979. Pags 78–86.

GARCIA ARENAS, J. Química Analítica. 2Ed. UIS. Bucaramanga. 1974. Pág. 50–59.

TAYLOR, H.F.W. La química de los cementos. Ediciones Urmo. Bilbao. 1967. Pág. 1–15.

• BIBLIOGRAFIA PARA CONSULTAR.

BATEMAN A. Yacimientos minerales de rendimiento económico. 6Ed. Ediciones Omega. Barcelona. 1982.

FRITZ, J y SCHENK, G. Química Analítica Cuantitativa. 3Ed. Limusa. México. 1979.

GARCIA ARENAS, J. Química Analítica. 2Ed. UIS. Bucaramanga. 1974.

SKOGG, D y WEST, D, HOLLER F. Química Analítica. 4Ed. Mc Graw–Hill. México. 1990.