

Técnicas de empleo del azul de metileno para la caracterización de finos en materiales de ingeniería

Blue Methylene Usage's Techniques for Fine Characterization in Engineering Materials

Jorge Luis Rodríguez González *

Resumen

El empleo del azul de metileno en ingeniería se inició en Francia a finales de los años ochenta, con la finalidad de caracterizar la actividad y naturaleza de los finos contenidos en las arenas y gravas que se empleaban en la fabricación de concretos; posteriormente se desarrollaron variantes de dicho empleo para determinar la presencia de arcillas en los finos de tamaños inferiores a 400 micras, para su empleo en materiales de bases, subbases y mezclas asfálticas. En Colombia existe actualmente una tendencia al uso del ensayo de azul de metileno para evaluar las características de las partículas finas contaminantes o nocivas en un suelo; los diferentes procedimientos consisten, básicamente, en medir la capacidad de adsorción de azul de metileno por una muestra de suelo, capacidad representada como la cantidad de colorante requerido para recubrir las superficies específicas de las moléculas de los finos. En nuestro país su aplicación se ha limitado a ser un

Abstract

In engineering, the blue methylene usage was initiated in France in the 80's, with the purpose to characterize the activity and nature of the fines contained in sands and gravel, employed for concrete manufacturing. Later variants of the aforementioned standard were developed to determine the presence of clays in the fines of inferior sizes to 400 microns, to be used in building bases, sub-bases and asphalted mixtures.

In Colombia today's tendency is to use the blue methylene essay, to evaluate the contaminating or noxious fines particles' characteristics that exist on the ground. The different procedures involve basically measuring the methylene blue adsorption capacity for a ground sample. The capacity is represented as the quantity of the required colorant to coat the specific surfaces of the fines' molecules. In our country its application has been limited to the

Ingeniero Civil, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. Especialista en Diseño, Construcción y Conservación de Vías, Escuela Colombiana de Ingeniería. Integrante del Grupo de Investigación en Construcciones Antisísmicas, GICA. Docente de la Escuela de Ingeniería Civil, Uptc. rodriguezj33@yahoo.com

complemento al ensayo de equivalente de arena, dentro de las especificaciones INVIAS y como exigencia en las normas IDU.

En la normatividad colombiana se emplean tres ensayos: INVIAS E - 235 - 07 y UNE EN 933 - 9 (Método de la Mancha) e INVIAS E - 235 - 1996 (Método Turbidimétrico). Las diferencias entre los tres son varias; entre ellas se pueden mencionar la cantidad y tamaño de los finos por emplear en el ensayo, la concentración de la solución de azul de metileno que se emplea, el método para determinar el momento de balance eléctrico, así como la forma de expresión de los resultados obtenidos.

El presente artículo se basa en las experiencias que el autor ha tenido en la realización de los diferentes métodos de aplicación de azul de metileno; presenta las características, ventajas y diferencias de cada ensayo y algunas recomendaciones para el momento de ejecutar dichos procedimientos.

Palabras clave: Arcillas, Fracción Fina, Azul de Metileno, Método de La Mancha, Método Turbidimétrico.

role of a complement to the sand' equivalent essay, in the INVIAS specifications and as a requirement in the IDU standards.

The Colombian standards use three essays: The Stain Method: INVIAS E - 235 - 07 and UNE EN 933 - 9, and the Turbidimetric's Method: INVIAS E - 235 - 1996. There are several differences between the three mentioned standards: The quantity and size of the fines to use in the essay, the blue methylene solution's concentration that is used, the determination method for the electric balance's moment, as well as the obtained results expression's shape.

This paper is based on the author' experiences in carrying out different methods of the blue methylene usage, presenting characteristics, advantages and differences of each essay and some recommendations for today's execution of the abovementioned procedures.

Key words: Activity, Clays, Fine Fraction, Methylene Blue, Stain Method, Turbidimetric Method.

I. Introducción

Cuando se empieza la etapa de construcción de una infraestructura vial, uno de los pasos más importantes es el de calificar y clasificar los agregados minerales que serán utilizados para conformar la estructura de la vía. Características como la *capacidad de soporte*, medida a través del CBR; la *dureza*, definida mediante el ensayo de desgaste en la máquina de los Ángeles; la *durabilidad*; la *resistencia* a los sulfatos de magnesio y sodio; la *geometría de las partículas*, especificándose los índices de aplanamiento y alargamiento, y la *limpieza y presencia de finos*, evaluados mediante ensayos de plasticidad y de equivalente de arena, son, tradicionalmente, las utilizadas para buscar los agregados minerales más óptimos.

Infortunadamente, en la búsqueda de los mejores materiales se comenten incoherencias, lo que obliga a buscar nuevos criterios de calificación; por ejemplo, se presentan problemas por la poca relación entre la plasticidad del material y su equivalente de arena [1]; como se ha visto en repetidas ocasiones, el material que clasifica como no plástico, muchas veces tiene muy bajo porcentaje de arena, por lo que los constructores se ven obligados a rechazarlo, explotar otras canteras o aplicar metodologías de estabilización que incrementan los costos de construcción.

Actualmente, el Instituto de Desarrollo Urbano de Bogotá (IDU), en sus *Especificaciones técnicas generales de materiales y construcción para proyectos de infraestructura vial y de espacio público* [2], y el Instituto Nacional de Vías (INVIAS), en sus *Normas de ensayo para materiales de carreteras* [3], buscan implementar nuevos ensayos, en cuanto a desgaste (Microdeval) y de limpieza (azul de metileno), que permitan tener un segundo criterio de aceptación o rechazo de un material para construcción.

Ensayos como "Valor de azul de metileno de agregados finos y en llenantes minerales INV E - 235 - 07"; "Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno

INV E - 235 - 96" (es necesario aclarar que el INVIAS incluyó un ensayo con azul de metileno dentro de las normas de ensayo de 1998, pero no se tenían valores de especificación de los materiales); "Evaluación de los finos - Ensayo de azul de metileno UNE - EN 933 - 9", y "Ensayo de azul de metileno - Método de la mancha AFNOR 18-592 /1990" se han estado implementando para determinar una relación más real del comportamiento que se presentan en estos materiales.

El presente artículo analiza cada una de las propuestas de ensayo con azul de metileno, presenta sus ventajas y desventajas, rango de aplicación, desarrollo del procedimiento, así como los cuidados, observaciones y recomendaciones para los laboratoristas.

II. Propiedades físico-químicas de los suelos y del azul de metileno

Las propiedades de los finos están en gran medida relacionadas con su tamaño y composición físico-química, que se reflejan principalmente en la superficie específica y en la actividad coloidal de las partículas. Debido a las características citadas, la fracción fina tiende a adsorber iones del medio circundante. El método de identificación de suelos finos con azul de metileno se basa, precisamente, en la medición directa de estas características, con lo cual su representatividad es indiscutible. De hecho, el azul de metileno es un material catiónico de fácil adsorción por las superficies minerales, de manera que se garantiza el intercambio iónico. Además, a medida que las cargas superficiales de las partículas se satisfacen, se producen diversos cambios en el medio, que permiten realizar un seguimiento del fenómeno [1].

Las partículas arcillosas presentan cargas superficiales insatisfechas, en general negativas, como resultado de la concurrencia de varios fenómenos [4]:

- Imperfecciones de la red cristalina, causadas por sustitución isomorfa.
- Ionización de grupos químicos en la superficie de las partículas.

- Adsorción preferencial de ciertos tipos de iones.

Debido a los anteriores fenómenos, según se ha establecido, las partículas arcillosas tienden a presentar carga neta superficial, que, en general, es globalmente negativa. Las principales consecuencias de tal hecho son la formación de la capa doble difusa y la capacidad de intercambiar iones con el medio acuoso circundante. La importancia de estos fenómenos crece en la medida en que el mineral arcilloso se encuentre más alejado de la electroneutralidad.

Debido a la presencia de fenómenos como el pequeño tamaño de las partículas (inferior a 2 μm), su morfología laminar y la aparición de cargas en las láminas y cationes no muy bien ligados en el espacio interlaminar, la fracción fina de los suelos posee un valor alto de área superficial y de superficie activa con enlaces no saturados. Esto genera una muy buena interacción de estos suelos con compuestos polares, por lo que tienen comportamiento plástico en mezclas arcilla-agua con elevada proporción sólido/líquido, y son capaces en algunos casos de expandirse, con el desarrollo de propiedades reológicas en suspensiones acuosas [5].

La capacidad de intercambio catiónico es la propiedad de realizar el intercambio de cationes débilmente ligados y de estado variable de hidratación en el espacio interlaminar con otros cationes que se encuentren en soluciones acuosas envolventes; este intercambio puede ser definido como la adición de todos los cationes de cambio que un mineral puede adsorber a un determinado pH y equivalente a las cargas negativas del mineral [1].

Las cargas negativas que se pueden encontrar en los minerales son generadas de tres formas diferentes:

- Sustituciones isomórficas dentro de la estructura.
- Enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.
- Disociación de los grupos hidroxilos accesibles.

Como ya se dijo, algunas arcillas pueden adsorber agua u otras moléculas en el espacio interlaminar,

encontrando así su principal campo de aplicación, pero esta capacidad está directamente relacionada con las características texturales, teniendo dos tipos de procesos: absorción y adsorción, que muy rara vez se dan de forma separada [6, 7].

La plasticidad se debe a que el agua recubre las partículas laminares y genera un efecto lubricante que facilita el deslizamiento entre partículas al ejercer un esfuerzo sobre ellas, marcando una separación entre los cuatro estados: sólido, semisólido, plástico y semilíquido o viscoso [1].

En un suelo fino sus propiedades están influenciadas por el contenido de arcilla y el tipo de mineral presente, que se reflejan en las propiedades plásticas del material; de igual manera, se ha podido mostrar que a mayor cantidad de arcilla, el comportamiento viscoelástico es más marcado. Para mostrar la relación existente en estas propiedades, Skempton (1953) propuso la evaluación de la actividad de los suelos finos, la cual se puede determinar por la ecuación (1)

$$A = \frac{I_p}{\% \text{ partículas} < 2} \quad (1)$$

Donde:

A: actividad de los suelos finos

I_p : índice de plasticidad

% partículas < 2 μ : contenido en peso de partículas menores de 2 micras

Por otro lado, el azul de metileno es un electrolito catiónico de origen orgánico; tiene características muy importantes de adsorción, lo cual ha generalizado su uso en la investigación físico-química de las arcillas. La adsorción de azul de metileno por minerales arcillosos ha sido utilizada tanto para la medición de capacidades de intercambio catiónico como de superficies específicas. Tiene las siguientes propiedades físico-químicas [1, 7]:

- Forma. La molécula puede considerarse como un paralelepípedo rectangular cuyas dimensiones son 17 x 7,6 x 3.25 amstrong.
- Área proyectada. La molécula ha sido calculada

entre 130 y 135 amstrong² (Jonson, 1957; Hang y Brindley, 1970; Cuisset, 1980) .

- La forma trihidratada: de azul de metileno (C₁₆H₁₈N₃CLS₃H₂O).
- pH inferior de 9.5, el azul de metileno es inestable.
- En solución acuosa, los iones de azul pueden existir en equilibrio en la forma AM⁺ o (AM⁺)₂; la constante de disociación es de 2*10⁻⁴ iones g/l.

III. Efecto de los finos en materiales granulares

Los suelos granulares presentan ciertas propiedades que los diferencian de los finos y que se aprovechan cuando se usan como materiales de construcción: no cambian el volumen cuando varía el contenido de humedad y la naturaleza de su resistencia es esencialmente friccionante; sus propiedades mecánicas se pueden variar dentro de rangos relativamente amplios y controlados, utilizando procesos de estabilización mecánica, como la compactación, y su permeabilidad es, en general, comparativamente alta, lo cual favorece el drenaje de las estructuras viales, protegiéndolas contra fenómenos asociados con alteración de los materiales, arrastre de finos y cambios volumétricos en las capas más sensibles al agua [7].

La presencia de finos en la composición de los materiales granulares afecta las propiedades físico-químicas de estos, aun para contenidos limitados. A medida que se incrementa la cantidad de finos, o su actividad, la componente friccionante de la resistencia disminuye y aumenta la cohesión. Los efectos capilares crecen notablemente, con lo cual el agua puede alcanzar más fácilmente las capas más superficiales de la estructura del pavimento.

Todos los efectos adversos de los finos son más marcados cuanto mayor sea el contenido y la actividad coloidal de estos. Los finos limosos o minerales caoliníticos en porcentaje moderado pueden no representar dificultades serias en la mayor parte de los casos, en tanto que aun muy bajos porcentajes de finos smectíticos (arcillas montmorillonitas) pueden afectar considerablemente las propiedades mecánicas de cualquier material. Ello justifica plenamente la necesidad de determinar la

cantidad y calidad de la fracción fina presente en los materiales viales [1].

Un contenido de finos mínimo es requerido también para lograr granulometrías de máxima densidad y, por lo tanto, mejorar en cierta forma las propiedades de resistencia.

IV. Ensayos para caracterizar la fracción fina de los suelos

Tradicionalmente se realizan los siguientes ensayos de laboratorio para clasificar, calificar o cuantificar la fracción fina de un suelo [3]:

- a) Análisis granulométrico de agregados gruesos y finos (Norma INV E - 213 - 07). Realiza la determinación cuantitativa de la distribución de los diferentes tamaños presentes en un suelo, hallando los porcentajes que pasan los distintos tamices empleados.
- b) Análisis granulométrico por medio del hidrómetro (Norma INV E - 214 - 07). Efectúa la determinación cuantitativa de la fracción fina del suelo (menor a 75 μm), por un proceso de sedimentación, usando un hidrómetro.
- c) Determinación del límite líquido de los suelos (Norma INV. E - 125 - 07). Establece el contenido de humedad en porcentaje del suelo secado al horno.
- d) Límite plástico e índice de plasticidad de suelos (Norma INV. E - 126 - 07). Determina el contenido más bajo de agua, permaneciendo el material en estado plástico; se expresa en porcentaje de masa seca de suelo.
- e) Equivalente de arena de suelos y agregados finos (Norma I.N.V. E - 133 - 07). Se fundamenta en el principio de sedimentación de los agregados minerales, para determinar la cantidad relativa de la fracción fina nociva presente en una muestra.

Otros ensayos, de uso común en otros países y que se han empezado a difundir en nuestro medio, son

los del azul de metileno; estos se basan en que la carga neta negativa que presentan las partículas arcillosas en su superficie hace que ellas tiendan a adsorber cationes del medio, tratando de compensar su desbalance eléctrico; este fenómeno se conoce como intercambio iónico. Esta propiedad de adsorción se utiliza ventajosamente para identificar la actividad coloidal de los minerales arcillosos o su superficie específica [1]. Dentro de las propuestas de ensayo con azul de metileno se encuentran:

- a) Valor de azul de metileno en agregados finos y en llenantes minerales (Norma INV E - 235 - 07). Obtiene la cantidad de material eventualmente dañado presente en la fracción fina de un agregado [3].
- b) Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno (Norma INV E - 235 - 96). Determina la "presencia" de elementos arcillosos en los materiales finos, como arenas naturales o de trituración, polvos minerales, etc. [8]. Este ensayo fue sustituido en agosto del 2007 por la norma mencionada en el anterior literal.
- c) Evaluación de los finos, ensayo de azul de metileno (UNE - EN 933 - 9). Determina el "valor de azul" de la fracción granulométrica 2 mm de los áridos finos o de la mezcla total de áridos (Capacidad de los finos de adsorber azul de metileno) [9]. Este ensayo se exige en las especificaciones IDU ET 2005, de obligatorio cumplimiento y reporte, según el uso del material [2].
- d) Ensayo de Azul de Metileno - Método de la Mancha AFNOR 18-592 /1990. Tiene por objeto describir el método que permite determinar el "valor de azul" de los finos contenidos en una arena o en una grava. Así mismo, describe igualmente un método rápido de control de calidad de los finos por relación con un "valor de azul" especificado [10].

Existen otras técnicas de laboratorio, utilizadas primordialmente para identificar minerales arcillosos o para reconocerlos dentro de la fracción de arena, pero son de uso limitado y en ocasiones imprácticas

y costosas [1, 5]; dentro de estas están:

- a) La fijación de colorantes: se usa en la diferenciación de cuarzo y de distintos feldespatos en materiales arenosos, aprovechando el hecho de que el colorante tiene un comportamiento básico y que la arcilla hace el papel de ácido; además, que el hierro que se halla presente en el mineral oxida el colorante. Sin embargo, este método presenta varios inconvenientes, ya que hay minerales que no presentan desarrollo de color, y que existen varios minerales que presentan el mismo color y la misma reacción.
- b) Un método mucho más sofisticado es el que utiliza rayos X para diferenciar minerales arcillosos. Consiste en hacer incidir un haz de tal radiación a través de los cristales del mineral que se quiere estudiar, registrando de esta forma sobre una placa fotográfica una impresión particular de ese material. Este ensayo resulta costoso y poco práctico.
- c) El análisis térmico diferencial es un método basado en la aplicación de pares termoelectrónicos, que siguen las reacciones exotérmicas y endotérmicas que se suscitan en los materiales al ser expuestos ordenadamente a temperaturas crecientes a tasa constante, necesitando como requisito que estos sean térmicamente activos. La información se guarda mediante un registrador fotográfico o con agujas sobre papel fotosensible. Este método presenta las mismas características de precisión y practicabilidad que el análisis con rayos X.

V. Mecanismos de aplicación de azul de metileno a la identificación de la actividad de los finos

La adsorción del azul de metileno por la arcilla en suspensión implica el cambio de varias propiedades físico-químicas [1].

En primer lugar, las superficies se cubren de colorante con diversas intensidades, dependiendo de su actividad: las partículas de grava, arena y limo, compuestas por minerales inactivos, presentan

adsorción casi nula y, en consecuencia, se colorean muy poco. Las caolinitas o minerales poco activos toman una tonalidad azul clara, mientras que minerales arcillosos de mayor actividad coloidal, como las Smectitas, toman coloración azul intenso.

Cuando el intercambio iónico se ha presentado totalmente, empiezan a aparecer moléculas de azul de metileno disociadas en el agua de la solución. Ello hace que el agua cambie de coloración, varíe su turbiedad y aumente su densidad óptica, al tiempo que varían sus características eléctricas. De otra parte, la satisfacción de las cargas libres de las superficies arcillosas facilita la agregación y sedimentación y reduce su movilidad eléctrica. Los cambios que ocurren en la suspensión pueden aprovecharse ventajosamente para identificar la cantidad de azul necesaria para satisfacer las cargas de los minerales.

Para analizar y comprender mejor el ensayo es preciso entender el tipo de reacción (Ion-dipolo) que

se presenta entre la solución de azul de metileno y las arcillas; se trata de una atracción de cargas positivas (solución de azul de metileno) y negativas (arcillas), en tres etapas bien definidas, pero no muy bien identificables [7]:

Primera etapa: en esta se produce un intercambio parcial de los iones presentes en las partículas de arcilla por los cationes del azul de metileno y proporciona una idea de la cantidad de intercambio de iones.

Segunda etapa: no pueden ocurrir más intercambios, anulando así la carga de las partículas (los cationes adicionales), cancelando la movilidad a cierta dosis de azul de metileno; en este punto la solución puede recubrir uniformemente las partículas de arcilla.

Tercera etapa: la muestra se encuentra saturada por azul de metileno, la movilidad es nula y la adsorción es netamente física.

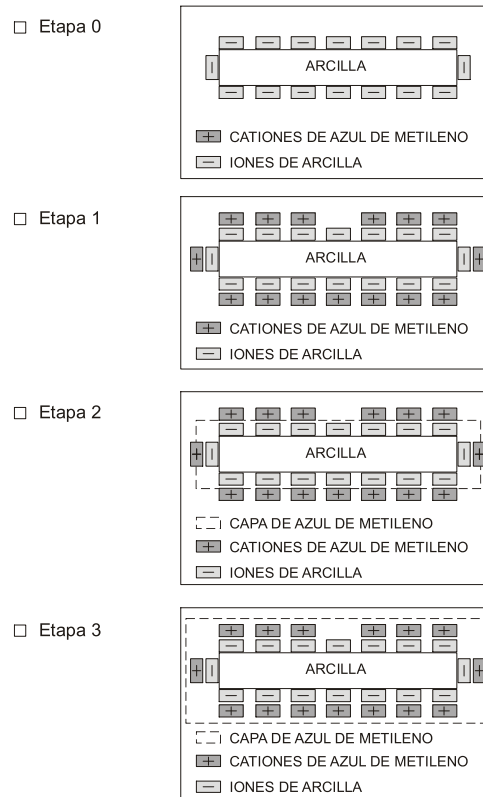


Figura 1. Etapas en la adsorción de azul de metileno

La adsorción de la partícula de arcilla se encuentra influenciada por la carga o naturaleza de los cationes intercambiables y por la superficie específica; la cantidad de azul de metileno empleada es la necesaria para recubrir con una capa las moléculas de la arcilla, permitiéndonos conocer la superficie desarrollada de la fracción arcillosa de los materiales [7].

La superficie desarrollada de la fracción fina es el producto de la masa de las arcillas por la superficie específica, indicando su naturaleza: cuanto más grande sea la superficie desarrollada, mayor será su

actividad; por esto, el valor de azul de metileno es una evaluación de la cantidad y actividad de la fracción fina [1].

Existen dos métodos fundamentales para aplicar el azul de metileno:

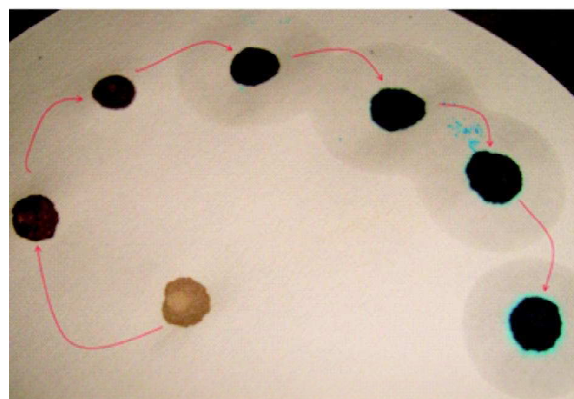
a) Método de la Mancha: consiste en tomar, de una porción del suelo a la cual se le ha agregado azul de metileno, gotas de la mezcla realizada, colocarlas sobre un material absorbente y analizar visualmente la coloración de la mancha.



Fotografía 1. Agitación electromagnética y toma de manchas - Laboratorio de Suelos de la Facultad de Ingeniería. Uptc. 2008.

Cuando el fenómeno de adsorción aún no está completo se forma una mancha constituida por el suelo coloreado, de contornos muy bien definidos, alrededor de la cual se extiende agua limpia de la solución; a esta mancha se le denomina "Prueba negativa". La fotografía 2

muestra las pruebas sucesivas de manchas después de una serie de inyecciones de azul a la mezcla; todas las pruebas son negativas; en la última mancha se evidencian moléculas de azul de metileno libres en el agua de la solución, señal de balance eléctrico.

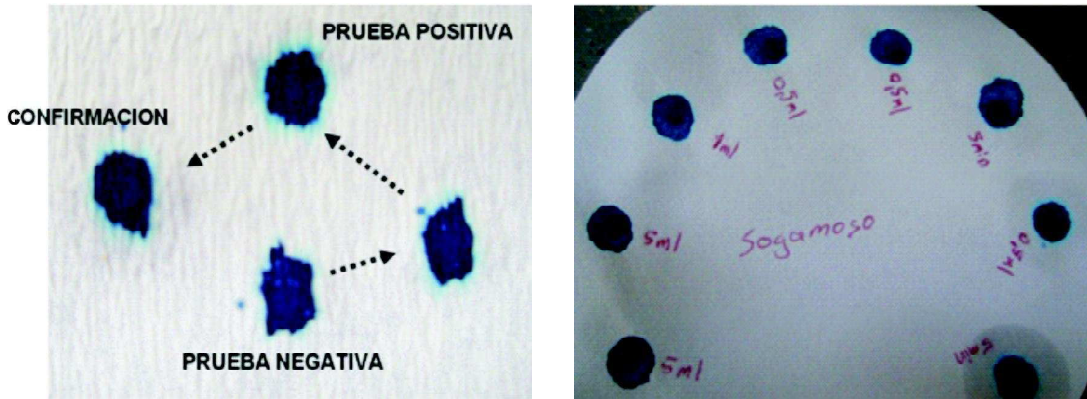


Fotografía 2. Pruebas negativas - Laboratorio de Pavimentos de la Facultad de Ingeniería. Uptc. 2009.

Cuando se repite el procedimiento, y después de satisfacer las cargas superficiales con colorante, el azul libre en el agua se manifiesta como un halo difuso, de color más claro, alrededor de la mancha central de suelo coloreado; a este punto se le denomina "Prueba positiva". La fotografía 3 muestra este proceso con inyecciones constantes de 5 ml de azul y tiempo de

agitación entre inyecciones de 1 minuto.

Se debe comprobar que el proceso de intercambio iónico se ha finalizado, es decir, que se ha llegado a la saturación de azul por parte de los finos, realizando una nueva prueba de la mancha luego de 5 minutos de agitación y sin inyección adicional de azul de metileno.



Fotografía 3. Diferentes pruebas en un ciclo del ensayo de la mancha - Laboratorio de Suelos de la Facultad de Ingeniería. Uptc. 2008-2009.

El Método de la Mancha está normalizado en: "Evaluación de los finos, ensayo de azul de metileno" (UNE - EN 933 - 9), "Valor de azul de metileno en agregados finos y en llenantes minerales" (Norma INV E - 235 - 07) y "Ensayo de azul de metileno - Método de la Mancha AFNOR 18-592 /1990".

sucesivas de suelo a una mezcla inicial de agua destilada, azul de metileno y suelo. Dicha mezcla es agitada electromagnéticamente durante un periodo establecido y a una temperatura dada (generalmente la mezcla de solución y suelo debe calentarse a 60 °C, temperatura a la cual se activa el efecto de adsorción del azul sobre las arcillas).

b) Método Turbidimétrico: consiste en adiciones



Fotografía 4. Agitación electromagnética calorifugada - Laboratorio Ambiental. Escuela Colombiana de Ingeniería. 2006.

Transcurrido el tiempo de agitación (las normas recomiendan 20 minutos), se toma una fracción de esta solución y se centrifuga, con el fin de sedimentar

las arcillas coloreadas con azul. Se toma una gota del agua que sobrenada para hacer la clasificación de color.



Fotografía 5. Líquido que sobrenada para la clasificación de la coloración. Método turbidimétrico. Laboratorio de Ambiental - Escuela Colombiana de Ingeniería. 2006.

La coloración del agua en suspensión resultante se clasifica subjetivamente según una escala de colores definida previamente, en donde el número 5 es coloración azul intenso y 0 es incoloro. La

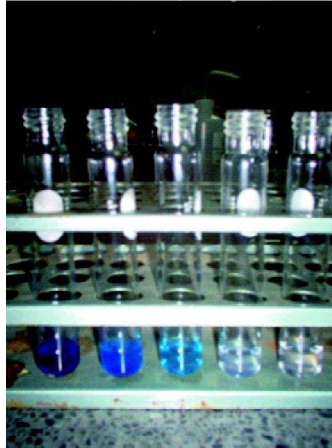
fotografía 6 muestra la escala de colores preparada con anterioridad al ensayo, sobre esta escala se comparan las coloraciones del agua de solución.



Fotografía 6. Escala de colores. Método turbidimétrico. Laboratorio de Ambiental - Escuela Colombiana de Ingeniería. 2006.

Las muestras iniciales tienen moléculas de azul de metileno disociadas en el agua (representadas por coloraciones de agua azules intensos, colores 5 a 3), por lo cual el objetivo es adicionar pequeñas

cantidades de muestras de suelo con el fin de balancear los iones de azul y de las arcillas, y así lograr la coloración 0, en la cual el intercambio iónico ha terminado.



Fotografía 7. Diferentes coloraciones en un ciclo del ensayo turbidimétrico. Laboratorio de Ambiental - Escuela Colombiana de Ingeniería. 2006.

El método turbidimétrico fue normalizado en la norma de ensayo "Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno" (Norma INV E - 235 - 96).

VI. Comparación de los ensayo con azul de metileno

En las tablas 1, 2 y 3 se presenta una comparación de los procedimientos de los ensayos utilizados por la normatividad colombiana (Norma INV E 235-96; INV E 235-07, UNE EN 933-9), analizando objetivo, observación (hace referencia al método de

apreciación), interpretación de los resultados, equipo y principio del ensayo. De dichas tablas se deduce que los procedimientos expuestos en las normas del INVIAS del año 1996 y 2007 son totalmente diferentes, tanto en los equipos utilizados como en la observación e interpretación y en el cálculo del resultado final. Además, se puede observar que la norma española UNE y la norma INVIAS 2007 son muy similares, solo se diferencian en detalles muy sutiles. Sin embargo, la esencia de la adsorción de azul de metileno por los diferentes materiales arcillosos se mantiene en las tres normas analizadas [1, 6].

Tabla 1. Comparación de las normas en cuanto a objetivo y resultado

	Norma INV E-235 - 1996	Norma INV E-235 - 2007	Norma UNE EN 933 - 9
Nombre	Valoración de elementos arcillosos en los materiales finos por medio del azul de metileno	Valor de azul de metileno en agregados finos y en llanantes minerales	Evaluación de los finos, ensayo de azul de metileno
Objetivo	Determinar la "presencia" de elementos arcillosos en los materiales finos, como arenas naturales o de trituración, polvos minerales, etc.	Determina la cantidad de material potencialmente dañino presente en la fracción fina de un agregado.	Determinar el valor de azul de metileno (MB) de la fracción granulométrica 2 mm, de los áridos finos o de la mezcla total de áridos.
Resultado	$\text{Índice Azul} = \frac{A}{S} \times 100\%$ <p>Índice de azul de metileno=(A/S)x 100. A=cant. de azul de metileno en gramos. S=Cantidad de muestra seca en gramos.</p>	$VA = \frac{C * V}{W}$ <p>VA= valor de azul de metileno en mg por g de material seco. C= concentración de la solución. V= ml. De la solución requerida. W= peso de material utilizado.</p>	$MB_F = \frac{V_1}{M_1} * 10$ <p>MBF= valor de azul de metileno. V1= volumen total de la solución colorante añadido (mililitros). M1= masa de la muestra de ensayo (gramos).</p>

Tabla 2. Comparación de las normas en cuanto a principio del ensayo y equipo especial

	Norma INV E-235 - 1996	Norma INV E-235 - 2007	Norma UNE EN 933 - 9
Principio del ensayo	Consiste en una mezcla acuosa de muestra y azul de metileno agitada electromagnéticamente en presencia de calor; se toman pequeñas muestras del agua de solución y se compara su coloración frente a una escala de color definida anteriormente. Se adiciona suelo hasta que gradualmente la mezcla sea incolora.	Consiste en inyecciones sucesivas de azul de metileno dentro de un baño acuoso de muestra, controlando la adsorción del metileno después de cada adición, efectuando una mancha sobre un papel filtro, hasta encontrar una aureola anular azul clara alrededor de la mancha central.	Consiste en incrementos de la solución de azul de metileno en un recipiente que contiene agua destilada con muestra, controlando la adición y dejando caer una gota de agua con material hasta formar un anillo azul en el papel filtro.
Equipo especial	1. Agitador electromagnético calorifugado y con regulador de agitación e imán plastificado incorporado. 2. Centrífuga de laboratorio para los tubos de ensayo, capaz de dar 525 rad/s (5.000 r.p.m.).	1. Agitador electromagnético con varilla revolvente. 2. Azul de metileno tipo reactivo.	1. Agitador de paletas de velocidad hasta $(600 \pm 60 \text{ rpm.})$, con tres o cuatro paletas de $(75 \pm 10 \text{ mm.})$ de diámetro. 2. Caolinita. 3. Azul de metileno tipo reactivo.

Tabla 3. Comparación de las normas en cuanto a observación e interpretación

	Norma INV E-235 - 1996	Norma INV E-235 - 2007	Norma UNE EN 933 - 9
Observación	Comparando el tono de las muestras ensayadas consecutivamente, hasta que gradualmente sea incolora	Formación de una aureola azul clara alrededor de la muestra coloreada, y a los 5 minutos realizar una prueba de confirmación.	Formación de una aureola azul clara alrededor de la muestra, realizando 5 pruebas a intervalos de un minuto como método de confirmación.
Interpretación	El resultado, denominado Índice de azul de metileno, indica la cantidad en gramos de azul de metileno por 100 gramos de muestra seca.	El resultado, denominado valor de azul de metileno, indica la cantidad de mg de azul por gramo de material seco pasa tamiz # 200.	El resultado se denomina valor de azul de metileno (MB) y corresponde a la cantidad de gramos de colorante por kilogramo de la fracción granulométrica 2 mm.

VII. Conclusiones

Durante y después de realizar los ensayos por las metodologías que proponen el INVIAS y el IDU se puede observar:

- Una de las diferencias que se presenta entre estas normas radica en que el método turbidimétrico requiere de una agitación electromagnética en "caliente", es decir, a una temperatura de $60 \text{ }^\circ\text{C}$, para activar el azul de metileno, mientras que las normas de la mancha utilizan agitación mecánica o magnética y a temperatura ambiente.
- En la norma INVIAS INV E-235-96 no se explica claramente el procedimiento de ensayo ni el procedimiento para preparar la escala de colores. La correspondencia con otras normas no son
- coherentes, es decir, se mencionan las normas NLT 191, que trata de Naftaleno en alquitranes, y AFNOR P 18-592 (1980), "Granulats. Essai au bleu de méthylène", que corresponde al ensayo de la mancha, siendo el procedimientos INVIAS el método turbidimétrico.
- El procedimiento de ensayo del método turbidimétrico es muy complejo y demasiado demorado. Además, la clasificación de colores es muy subjetiva, depende de la agudeza visual del laboratorista y de las condiciones de luminosidad del recinto.
- El tiempo de ejecución del ensayo es otra diferencia, dado que en el procedimiento seguido en las normas de la mancha se requiere entre 10 a 40 minutos por ensayo, hasta encontrar la

tonalidad adecuada de la aureola; mientras que en la norma turbidimétrica se extiende entre 1,5 horas hasta más de 4 horas, por muestra, como en el caso de una arena con poco contenido de material fino.

5. Los dos métodos de aplicación de azul de metileno coinciden en que los resultados dependen de la interpretación visual de tonalidades o coloraciones, pero mientras el método de la mancha compara la tonalidad de la aureola azul clara que se forma alrededor del punto central de la mancha, la norma turbidimétrica compara las coloraciones contra una escala de colores definida con anterioridad.
6. En las normas del método de la mancha INV E235-07 y UNE EN 933-9 las adiciones sucesivas, en cada paso del ensayo, son de azul de metileno, mientras que en el método turbidimétrico INV E-235-96 las adiciones son de muestra de suelo; esto quiere decir que en el método de la mancha la saturación inicial es de iones negativos de las moléculas de material fino, y el intercambio iónico se presenta con inyecciones sucesivas de azul de metileno; este desbalance eléctrico disminuye hasta que, al finalizar el ensayo, se presentan cationes de azul disociados en el agua de solución, manifestándose en una aureola azul alrededor de la muestra de suelo.
7. Las normas analizadas evalúan la parte fina de los materiales de construcción, variando en cuanto a cantidad de muestra de suelo por ensayar y a tamaño de las partículas.
8. En los métodos de la mancha es necesario determinar con anterioridad la concentración de la solución de azul de metileno por emplear, expresada en mg/ml o g/l.
9. En cuanto a los equipos utilizados, en las tres normas son diferentes; para la norma INV E-235-07 se utiliza un agitador magnético; para la norma INV E-235-98 se utiliza un agitador electromagnético calorifugado, ya que el ensayo debe realizarse en presencia de calor, y para la

norma UNE - EN 933 - 9 se utiliza un agitador de paletas mecánico.

10. Las tres normas utilizan el mismo azul de metileno (tipo reactivo) y sus resultados dependen de interpretaciones visuales del laboratorista, ya sea para observar la formación de la aureola azul, en los métodos de la mancha, como para comparar las coloraciones, en el método turbidimétrico.

Referencias

- [1] F. Bateman; B. Hernández y J. Rodríguez y otros. *Una mirada al ensayo de azul de metileno y su relación con otras propiedades de los agregados*. Trabajo de grado para obtener el título de Especialista. Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito. Bogotá. 2006.
- [2] Especificaciones técnicas generales de materiales y construcción para proyectos de infraestructura vial y de espacio público en Bogotá D.C. Especificaciones IDU-ET-2005. Instituto de Desarrollo Urbano de Bogotá. 2006.
- [3] Ministerio de Transporte. Instituto Nacional de Vías, INVIAS. *Normas de ensayo para materiales de carreteras*. Bogotá, 2007.
- [4] O. Cuisset, *Propriété électrocinétiques des particules argileuses: application de la méthode électrophorétique aux problèmes d'environnement et d'identification des sols*. Paris: Laboratoire central des ponts et chaussées, 1980.
- [5] C. A. Medina Cruz y otros. *El ensayo de azul de metileno en caracterización de materiales*. Tesis de grado para obtener el título de ingeniero civil. Universidad Nacional de Colombia. Bogotá, 1991.
- [6] C. A. Hernández, *Valoración de finos por medio del azul de metileno para materiales de ingeniería*. Tesis de grado para obtener el título de ingeniero civil. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. Tunja, 2008.

- [7] S. Rodríguez y otros. *Caracterización de materiales arcillosos mediante el ensayo de azul de metileno*. Tesis de grado para obtener el título de ingeniero civil. Universidad Nacional de Colombia. Bogotá, 1992.
- [8] Ministerio de Transporte. Instituto Nacional de Vías, INVIAS. *Normas de ensayo para materiales de carreteras*. Bogotá. 1996.
- [9] Norma española UNE EN-933-9.
- [10] Association Française De Normalisation. Catalogue des normes françaises. *Norma Experimental AFNOR P18-592*. Julio 1990.

Fecha de recepción: 16 de abril de 2008
Fecha de aprobación: 29 de agosto de 2008