

3. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA Y LA DENSIDAD APARENTE DE UN CERÁMICO EN POLVO

3.1. Objetivos docentes

Conocer un método para determinar la densidad de un sistema material sólido disperso con tamaño de partícula muy fino (en polvo). Conocer los distintos tipos de densidades que se pueden definir en un material poroso.

3.2. Objetivo del trabajo práctico

Determinar la densidad relativa a la del agua y la densidad aparente de las partículas de un suelo arcilloso cuyo tamaño de partícula es inferior a 63 micras.

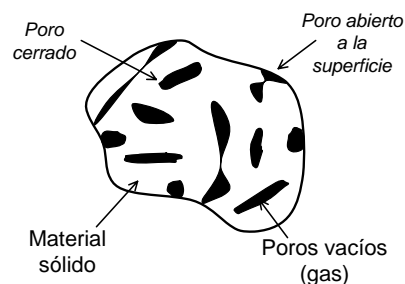
3.3. Fundamento teórico

Densidades de un material poroso

La densidad de un material es la masa por unidad de volumen que ocupa. Son unidades habituales de densidad el g/cm^3 , kg/m^3 o Mg/m^3 .

Sin embargo, el volumen de un material cambia con la temperatura (dilatación térmica) de manera que la densidad de los materiales también varía con la temperatura. A temperaturas próximas a la temperatura ambiente este efecto es especialmente significativo en los materiales líquidos y gaseosos, pero en los sólidos también es conveniente indicar la temperatura a la que se realizan los experimentos.

Además existen muchos materiales que son porosos, es decir, el material no rellena todo el espacio sino que deja unos espacios vacíos o huecos que se denominan poros. Normalmente los poros se encuentran llenos de gas o de líquido y van a dificultar la determinación tanto del volumen como de la masa real de sólido.



Por muy pequeña que sea una partícula sólida puede contener poros, incluso para sistemas materiales en polvo ($< 44 \mu\text{m}$). Al igual que el tamaño de partícula, el tamaño de los poros es muy variado, desde los macroporos que se observan a simple vista hasta los micro y nanoporos que requieren de potentes microscopios

para su detección. La porosidad es una característica de los materiales, y afecta de manera muy significativa a las propiedades de la pieza sólida.

Se distinguen los poros cerrados, aquellos que no están abiertos a la superficie externa del sólido, y poros abiertos los que son accesibles desde la superficie.

En un sólido poroso se diferencian tres tipos de volúmenes:

1) El volumen total (V_t) se determina utilizando instrumentos como un calibre o un micrómetro para medir las dimensiones principales del objeto, y corresponde al volumen que ocupa el sólido con todos sus poros.

2) El volumen aparente (V_a) es el volumen que desplaza el sólido cuando se sumerge en un líquido, el cual será el volumen de sólido y el volumen de poro cerrado ya que el líquido penetra en los poros abiertos.

3) El volumen último del sólido (V_s) es el volumen real de sólido, y su determinación experimental es bastante más laboriosa.

Se tiene que cumplir que $V_t = V_s + V_{\text{Poro cerrado}} + V_{\text{Poro abierto}} = V_a + V_{\text{Poro abierto}}$

La porosidad es el porcentaje de volumen total de poro ($V_{\text{Poro cerrado}} + V_{\text{Poro abierto}}$) respecto del volumen total (V_t).

Asociados a estos tres volúmenes se definen tres tipos de densidades en los materiales porosos:

- Densidad volumétrica: es la densidad calculada cuando se ha medido el volumen total.

$$D_v = \frac{m}{V_t}$$

- Densidad aparente: es la densidad que proporciona el volumen aparente. Esta densidad es la que habitualmente se determina experimentalmente.

$$D_a = \frac{m}{V_a}$$

- Densidad última del sólido: es la densidad real del sólido. Para sólidos cristalinos se puede determinar una vez conocida la composición química exacta y la estructura cristalina, esto es, conociendo la masa y las dimensiones que tiene la celda unidad del compuesto.

$$D_u = \frac{m}{V_s}$$

Además de estas tres densidades, en el ámbito ingenieril se utiliza (entre otras) la densidad relativa (G), que se define como la relación entre la densidad del material sólido y la densidad del agua a 20 °C

$$G = \frac{D_a}{D_{\text{H}_2\text{O}}(20^\circ\text{C})}$$

Ésta es una magnitud adimensional, es decir, no tiene unidades.

La presencia de porosidad también introduce pequeñas desviaciones de los valores de la masa que se determina por pesada en una balanza, ya que los poros están llenos de aire u otro gas, y además la pesada se hace en aire donde el objeto está sometido al empuje del fluido. No obstante, estos efectos son despreciables y no suelen ser tenidos en cuenta, sobre todo cuando los poros están llenos de aire y la pesada se realiza en aire.

3.4. Material e instrumental necesarios

Picnómetros de Gay-Lussac de 50 ml de capacidad (tres unidades)
Embudo de cuello fino y largo para introducirlos en los picnómetros
Jeringa de plástico con aguja larga (de punción lumbar)
Vasito de precipitado o recipiente de boca ancha
Cuchara o espátula para pesar
Bandejita o papel satinado para pesar
Balanza de precisión 0.001 g
Paño para secar
Muestra de suelo arcilloso (que pase por un tamiz de 0,063 mm)
Agua destilada
Guantes y mascarilla protectora para el polvo
Estufa hasta 110 °C y desecador

3.5. Protocolo para la realización práctica

Para la realización de esta práctica se va a seguir la norma UNE 103-302-94 “Determinación de la densidad relativa de las partículas de un suelo” con pequeñas modificaciones para adaptarla al tiempo de una sesión de prácticas.

Según indica la norma, el suelo tiene que secarse a 110 °C hasta masa constante y enfriarse en un desecador libre de humedad ambiente, y el tamaño de partícula debe ser menor de 400 μm . En esta práctica utilizaremos una muestra que ya ha sido preparada con un tamaño de partícula inferior a 63 μm . De este modo el suelo se puede clasificar claramente como arcilloso, con lo que únicamente se necesitan 10 g de muestra para cada experimento.

El ensayo se realizará a la temperatura del laboratorio, lo que evita la utilización de un baño termostatzado y se eliminan los tiempos de espera necesarios para equilibrar la temperatura.

Se realizarán tres experimentos independientes, por lo que los pasos siguientes se repetirán tres veces, una vez con cada uno de los tres picnómetros disponibles.

El volumen de cada picnómetro está calibrado con su cuello, por lo que ambas partes (cuerpo y cuello) tienen que estar marcados con un número para identificarlos. Comprueba que los cuellos están colocados correctamente.

A lo largo de toda la práctica, **TEN CUIDADO QUE NO SE MEZCLEN LOS CUELLOS NI SE BORREN LOS NÚMEROS**

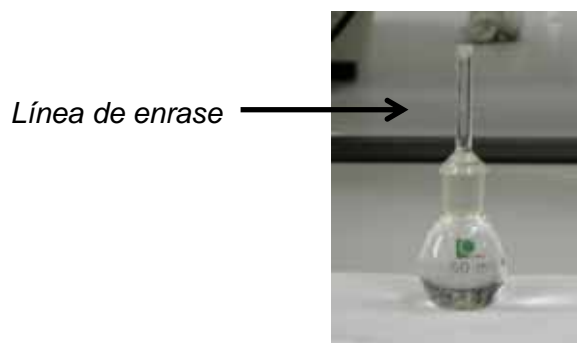
1- Enrasado del picnómetro con agua y determinación de M_1

Retira el cuello del picnómetro y llénalo hasta arriba con agua destilada. Introduce el cuello verticalmente con un movimiento rápido para que el agua ascienda por el capilar del cuello.

Una vez que el cuello esté bien encajado, elimina las burbujas que hayan podido quedar atrapadas dándole golpecitos al picnómetro o bien pinchándolas o absorbiéndolas con la aguja, que se introduce por el capilar del cuello con mucho cuidado.

Vierte agua en un vasito de precipitado para poder llenar cómodamente la jeringa de agua cuando lo necesites.

Cuando no se vean burbujas, procede a retirar el agua que sobrante o a añadir agua por el capilar del cuello hasta que el picnómetro quede enrasado.



Seca el exterior del picnómetro con un paño o papel y pésalo en la balanza de sensibilidad 0.001 g. Esta masa es M_1 .

2- Determinación de M_2

Retira el cuello del picnómetro y vacía el agua aproximadamente hasta la mitad. Sécalo y pésalo sin colocar el cuello. Esta es la masa M_2 .

3- Determinación de M_3

La masa M_3 es la del picnómetro sin cuello medio lleno de agua y con la muestra de suelo dentro.

Procede en primer lugar a pesar 10.000 g de muestra en polvo.

Introduce la muestra en el picnómetro medio lleno de agua con ayuda del embudo. Para ello, introduce el embudo hasta cerca del nivel del agua pero sin mojarlo, y vierte el polvo poco a poco. De este modo se evitará que quede polvo en la superficie de contacto entre el cuerpo y el cuello del picnómetro.

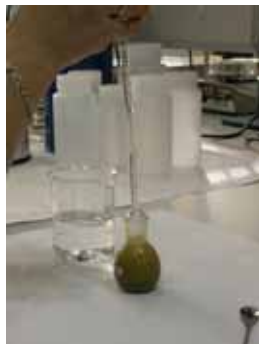


Una vez introducido el polvo, agita un poco el picnómetro para que se moje bien y se eliminen las burbujas de aire atrapadas entre las partículas.

Seca el picnómetro por fuera y pésalo para determinar M_3 .

4- Determinación de M_4

Rellena con agua destilada el picnómetro hasta por debajo de la parte donde se introduce el cuello. Coloca el cuello y termina de enrasar el picnómetro introduciendo el agua restante por el capilar de cuello con ayuda de la aguja larga. Para evitar la formación de burbujas, elimina el aire de la jeringa antes de introducir la aguja en el capilar, sumerge la aguja en el agua del picnómetro e inyecta el líquido lentamente.



Una vez libre de burbujas y enrasado, seca el picnómetro y pésalo en la balanza de 0.001 g para determinar M_4 .

5- Lavar el material utilizado en la práctica:

El material de vidrio y las espátulas y la aguja se lavan con abundante agua del grifo. Se le da un último enjuague con un poco de agua destilada. Se seca ligeramente con papel y se deja todo secando en la estufa a 70 - 80 °C.

6- Determinación de la densidad relativa

Según la norma, la densidad relativa del suelo con respecto a la del agua a la temperatura del ensayo (T) viene dada por la expresión:

$$G_T = \frac{M_3 - M_2}{(M_3 - M_2) + (M_1 - M_4)}$$

Para obtener la densidad relativa (G) hay que multiplicar por un factor K_1 que es el cociente entre la densidad del agua a la temperatura del ensayo y la densidad del agua a 20 °C.

T (°C)	D_{H_2O} (g/cm ³)
15	0,999099
16	0,998943
17	0,998774
18	0,998595
19	0,998405
20	0,998203
21	0,997992
22	0,997770
23	0,997538
24	0,997296
25	0,997044
26	0,996783

Y a partir de esta densidad relativa se calcula la densidad aparente (D_a) del sólido.

Finalmente, la norma indica que la densidad relativa y densidad aparente del suelo será la media aritmética de los valores que han proporcionado las muestras ensayadas, y la incertidumbre vendrá dada por la dispersión o la desviación estándar, siguiendo la teoría de medidas.

3.6. Claves para el informe

- Deducir la fórmula que dan en la norma UNE 103-302-94 para calcular la densidad a partir de M_1 , M_2 , M_3 y M_4 .
- Indicar de forma correcta la densidad relativa ($G \pm \Delta G$) y la densidad aparente ($D_a \pm \Delta D_a$).
- Estimar el error absoluto de la densidad relativa y de la densidad aparente a partir de la propagación de errores por derivadas parciales de las magnitudes fundamentales que se han determinado experimentalmente.
- Comparar el error calculado de este modo con el error estadístico, que es el que se debe utilizar según la norma.
- Utiliza la teoría de medidas para determinar si habría sido necesario realizar más medidas para determinar la densidad aparente del sistema en polvo que se ha estudiado.