



“Analizar el efecto del grado de amorfización de dos diferentes zeolitas naturales por medio de tratamientos termomecánicos sobre la resistencia a la compresión de morteros. Y su aplicación como puzolanas.”

Walter A. Correa González¹, Mauricio H. Cornejo Martínez²
Ingeniero Mecánico¹, Ingeniero de Minas. Msc.²
Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción
Escuela Superior Politécnica del Litoral
Campus Gustavo Galindo km 30.5 vía Perimetral
Apartado 09-01-5863. Guayaquil, Ecuador
wcorrea@espol.edu.ec¹, mcornejo@espol.edu.ec²

Resumen

Dos diferentes Zeolitas naturales de la Provincia del Guayas y Santa Elena identificadas como Zeo 1 y Zeo 2 respectivamente, fueron utilizadas para analizar el efecto del grado de amorfización por medio de tratamientos termomecánicos sobre la resistencia a la compresión de morteros. Además de su aplicación como material puzolánico y la determinación de otras propiedades estructurales. La amorfización por molienda y la calcinación a diferentes temperaturas son definidas como los tratamientos termomecánicos, en donde se diseñó un experimento de composición central bloqueado en forma de estrella y los tratamientos mencionados fueron seleccionados como factores o variables independientes, el bloque correspondió al tipo de Zeolita y la respuesta o variable independiente fue la resistencia a la compresión a los 7, 28, 45 días, luego de ser curado en agua. Mediante un análisis estadístico de varianza (Anova), fueron determinados los efectos más significativos. Como resultado, el tratamiento de calcinación a diferentes temperaturas fue el factor más influyente sobre un incremento en la resistencia a la compresión que el tratamiento de amorfización por molienda para los niveles empleados en el experimento, en un rango de 600 °C a 900 °C. Finalmente, usadas como puzolanas en reemplazo del 15 % por peso, la resistencia a la compresión a los 7, 28, 45 días de curado fue mejor que sus controles respectivamente (Zeolitas sin amorfizar) y la Zeo 2 desempeñó mayor actividad puzolánica que la Zeo 1.

Palabras Claves: Zeolitas, grado de amorfización, tratamientos termomecánicos, resistencia a la compresión, morteros, amorfización por molienda, calcinación a diferentes temperaturas, Anova, puzolanas, actividad puzolánica.

Abstract

Two different natural Zeolites from the Region of Guayas and Santa Elena coded as Zeo1 and Zeo 2 respectively, were used to analyze the effect of the amorphization degree by means of thermomechanical treatments on the compressive strength of mortars. In addition, the application such as pozzolanic materials and other structural properties were determined. The amorphization for milling and the calcination at different temperatures are defined as the thermomechanical treatments using a central composition blocked cube-star experimental design and the above-mentioned treatments were selected as factors or independent variables, the block chosen corresponded to the type of Zeolite and the responses or independent variables were the compressive strength tests at 7, 28, 45 days, after being cured in water. By means of a statistical analysis of variance (Anova), the most significant effects were pointed out. As result, the treatment of calcination at different temperatures was more important factor upon increment in the compressive strength than amorphization treated by milling for the levels used in the experiment, i.e. range of 600 °C to 900. Finally, using this as pozzolana in replacement at 15 % by weigh, the compressive strength at 7, 28, 45 curing days were better than their controls respectively (Zeolites without amorphization), and the Zeo 2 performed bigger pozzolanic activity than the Zeo 1.

1. Introducción

El concreto, el material de construcción más usado en el mundo, está evolucionando. Hoy en día el concreto moderno es más que una mezcla de agua, cemento y agregados. Este contiene cada vez más a menudo componentes minerales, mezclas químicas, fibras, etc.

El desarrollo de estos nuevos concretos “inteligentes” es el resultado de una nueva ciencia del concreto, una nueva ciencia de mezclas con la utilización de aparatos científicos sofisticados que permiten observar la microestructura y la nanoestructura de este material tan versátil. No se está seguro que los cementos del presente estén lejos o sean muy superiores a los cementos hechos hace 30 o 40 años.

Finalmente el cemento y el concreto tendrán que evolucionar con respecto a nuestro entorno dentro de una perspectiva de desarrollo sustentable, lo que en otras palabras significa que los componentes minerales serán mezclados con clinker y se bajarán las proporciones del agua/mezcla en orden de aumentar el ciclo de vida de estructuras concretas y alargar tanto como sea posible el uso de las mezclas hidráulicas y agregados.

De acuerdo al propósito de buscar mejoras en las propiedades estructurales de los concretos y de reducir posibles costos de los materiales, en este proyecto de investigación se buscara analizar el efecto del grado amorfización de dos diferentes zeolitas naturales por medio de tratamientos termomecánicos sobre la resistencia a la compresión de morteros. Y su aplicación como puzolanas.

2. Materiales

2.1 Zeolitas

La zona de interés pertenece al grupo Chongón, [1], el cual consiste en la agrupación de 3 formaciones: Calentura, Cayo y Guayaquil. Las muestras de zeolitas seleccionadas pertenecen a la Formación Cayo.

Una visualización espacial de la geografía y la ubicación de los puntos donde se recolectaron las muestras se observa en la Figura 1. [2].

Las muestras identificadas como Zeo 1 fueron recolectadas en las faldas de la cordillera Chongón-Colonche de la Provincia del Guayas en los depósitos de la actual cementera Holcim. Estas zeolitas son rocas compactas de color marrón con tonos verdes claros y presentan además láminas de color ocre.

Las muestras identificadas como Zeo 2 fueron recolectadas en Manglaralto, Provincia de Santa Elena a lo largo del río Ayampe. Estas zeolitas son rocas compactas de color verde y marrón con tonos verdes claros y presentan ciertas láminas de color verde oscuro.



Figura 1. Ubicación de las muestras Zeo 1 y Zeo 2

2.2 Cemento

El cemento usado en la confección de los morteros fue un cemento portland tipo I, obtenido de la Cementera local Holcim.

2.3 Arena

La arena utilizada en los morteros pertenece al río chimbo, Provincia del Guayas, la cual para ser utilizada en cementos debe estar dentro de los parámetros de la norma ASTM C 778, “Specification for Standard Sand of Hydraulic Cement Mortars”. [3], por lo que se procedió a realizar un tratamiento de clasificación de partículas por medio de tamizado, después lavado y como último paso el secado.

3. Caracterización de materiales

Para la caracterización de estos materiales, Zeo1, Zeo 2, y cemento portland tipo 1, se realizaron diversas pruebas tomando en cuenta las especificaciones de la norma ASTM C 618-03, “Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Concrete”. [4]. Algunas de las pruebas que se realizaron a estos materiales son el análisis químico y las densidades, las cuales se presentan en la tabla 1. [5] y la tabla 2. [6] respectivamente.

Tabla 1. Análisis Químico Zeo 1, Zeo 2

| Componentes Químicos | Zeo 1 | Zeo 2 |
|------------------------------------|-------|-------|
| SiO ₂ TOTAL (%) | 68,24 | 65,99 |
| CaO TOTAL (%) | 3,71 | 4,75 |
| Al ₂ O ₃ (%) | 11,46 | 10,98 |
| Fe ₂ O ₃ (%) | 4,08 | 3,90 |
| MgO (%) | 0,96 | 1,48 |
| P.P.C (%) | ----- | ----- |
| Residuos Insolubles (%) | 13,03 | 6,31 |
| SiO ₂ REACTIVA (%) | 57,27 | 60,97 |
| CaO REACTIVA (%) | 3,34 | 3,33 |

Tabla 2. Densidades: Cemento tipo I, Zeo 1, Zeo 2

| Material | Cemento tipo I | Zeo 1 | Zeo 2 |
|-------------------------------|----------------|-------|-------|
| Densidad (g/cm ³) | 3,14 | 2,29 | 2,18 |

4. Diseño de Experimentos

El propósito de esta investigación se resume en analizar el efecto de dos factores sobre una respuesta. Se utilizó un diseño de composición central bloqueado en forma de estrella, [7]. Donde se seleccionaron como factores a los tratamientos termomecánicos efectuados a las zeolitas, como bloque al tipo de zeolita y como respuesta las propiedades estructurales de los morteros, en donde la Resistencia a la Compresión a los 7, 28, 45 días constituye el objetivo principal. Finalmente se obtendrá un modelo de superficie de respuesta, tal y como él que se indica a continuación:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_1^2 + \beta_4 x_2^2 + \beta_5 x_1 x_2 + \epsilon$$

Los niveles del experimento se detallan en la tabla 3 y a continuación la tabla 4 presenta el diseño final con los valores numéricos de los niveles ya reemplazados.

Tabla 3. Factores con sus respectivos niveles

| Factores | NIVELES | | | | |
|-------------------------------------|----------|-----|-----|-----|---------|
| | -1,41421 | -1 | 0 | 1 | 1,41421 |
| X1 -Tiempo de Molienda (min) | 48 | 60 | 90 | 120 | 132 |
| X2 -Temperatura de Calcinación (°C) | 559 | 600 | 700 | 800 | 841 |

Tabla 4. Diseño de experimento de Composición central bloqueado en forma de estrella

| Orden | Bloques | X ₁ Tiempo de Molienda (min) | X ₂ Temperatura de Calcinación (°C) |
|-------|-----------|--|---|
| 1 | Zeolita 1 | 60 | 800 |
| 2 | Zeolita 1 | 90 | 700 |
| 3 | Zeolita 1 | 90 | 700 |
| 4 | Zeolita 1 | 90 | 700 |
| 5 | Zeolita 1 | 120 | 800 |
| 6 | Zeolita 1 | 90 | 700 |
| 7 | Zeolita 1 | 60 | 600 |
| 8 | Zeolita 1 | 90 | 700 |
| 9 | Zeolita 1 | 120 | 600 |
| 10 | Zeolita 2 | 90 | 841 |
| 11 | Zeolita 2 | 90 | 559 |
| 12 | Zeolita 2 | 90 | 700 |
| 13 | Zeolita 2 | 90 | 700 |
| 14 | Zeolita 2 | 90 | 700 |
| 15 | Zeolita 2 | 90 | 700 |
| 16 | Zeolita 2 | 48 | 700 |
| 17 | Zeolita 2 | 90 | 700 |
| 18 | Zeolita 2 | 132 | 700 |

5. Tratamientos Termomecánicos

5.1 Amorfización por molienda

En la amorfización por molienda se utilizó un molino de rodillos de 1750 rev/min con un tambor pequeño de 12 cm de diámetro y altura de 12 cm, y en

el interior del mismo, se colocaron 20 bolas de alúmina de 30 mm de diámetro y peso aproximado de 70 g. para moler aun más la zeolita antes reducida a tamaño de partículas inferior a 45 µm. Se molieron 160 g. de cada muestra de zeolita como un tratamiento mecánico de acuerdo al diseño de experimento de composición central bloqueado en forma de estrella que tiene como región de interés, niveles experimentales de: 48 – 60 – 90 – 120 – 132 min.

5.2 Calcinación a diferentes temperaturas

En la calcinación a diferentes temperaturas se utilizó un horno de resistencias de paredes refractarias de sílice, en el cual se colocaron 154 g. de cada zeolita, (anteriormente sometidas al tratamiento de amorfización por molienda) en copas de fundición de sílice, las cuales fueron sometidas a un tratamiento térmico de acuerdo a las diferentes temperaturas según el diseño de experimento de composición central bloqueado en forma de estrella que tiene como región de interés, niveles experimentales de: 559 – 600 – 700 – 800 – 841 °C por un tiempo de calcinación de 5 horas para todo el experimento. Después se espero que el material se enfriara hasta llegar a temperatura ambiente (28°C ± 3) para evitar el choque térmico, luego fueron colocadas en fundas herméticas y almacenadas en el desecador con sílica gel hasta la respectiva mezcla.

6. Métodos Experimentales

6.1 Prueba de Resistencia a la Compresión

Para la determinación de la resistencia a la compresión de los morteros, las muestras fueron preparadas de acuerdo a la norma ASTM C 109/C 109M – 02 “Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars”. [8]. La tabla 5 presenta el proporcionamiento para obtener morteros con reemplazo de 15 % de Zeolita amorfizada por cemento Portland tipo I.

Tabla 5. Proporcionamiento de morteros 15 % zeolita

| Número de cubos | Cemento (g) | Zeolita (g) | Arena (g) | Agua W/B 0,485 (g) |
|-----------------|-------------|-------------|-----------|--------------------|
| 9 | 629 | 111 | 2035 | 359 |

De acuerdo al proporcionamiento se prepararon cubos de 5 cm de arista, la relación empleada de acuerdo a la norma fue de 1:2,75:0,485 de material cementante (cemento + zeolita), arena, agua destilada. Todas las muestras de morteros fueron curadas en agua a una temperatura de 24 °C y humedad relativa de Ø = 69 % hasta el su respectiva ruptura a los 7, 28, 45 días.

Para esta prueba se utilizó una máquina de ensayos para suelos de marca SOILTEST modelo VERSA tester AP de 1020 KN., para los 7 y 28 días de ruptura de cubos. En cambio para la ruptura a los 45 días, se

utilizó una máquina de ensayos universales marca SHIMADZU modelo UH-F1 de 2000 KN. La velocidad de carga fue de 108 KN/min según la norma empleada, hasta finalmente alcanzar el límite de ruptura.

6.2 Termogravimetría

En nuestro caso particular el análisis térmico gravimétrico TGA fue utilizado para estudiar el comportamiento de las zeolitas amorfizadas, en donde se analiza el grado de amorfización/deshidroxilización. Además, esta técnica se empleó en las muestras de morteros después de su respectiva ruptura, para determinar el contenido de hidróxido de calcio.

El equipo empleado fue un DSC-TGA modelo Q600 STD, y se utilizó un análisis de rampa, con una velocidad de calentamiento de 20 °C/min, con rango de temperatura de 20 °C hasta 1100 °C. Se emplearon entre 2 y 10 mg. de muestra pulverizada en crisoles de alúmina de 90 µL, y como muestra de referencia alúmina; la atmósfera dentro de todo el sistema fue nitrógeno gaseoso a una velocidad de 100 ml/min. Luego de cada corrida el sistema fue enfriado por aire a una velocidad promedio de 25 °C/min.

Para la obtención del grado de amorfización de cada una de las muestras de zeolitas amorfizadas, se utilizó la siguiente ecuación:

$$GAD = \left[1 - \left(\frac{M_e - M_c}{M_c - M_0} \right) \right] \times 100, \text{ expresada en (\%)}$$

En donde:

GAD = Grado de Amorfización/Deshidroxilización

Me = Cambio de masa de la muestra de zeolita amorfizada.

Mc = Cambio de masa de la muestra de zeolita de control.

Para la determinación del contenido de hidróxido de calcio, luego de la ruptura de los morteros, se procedió a almacenar las respectivas muestras en pequeños trozos en el interior de botellas plásticas de 15 ml llenas de etanol para evitar de esta forma el proceso de hidratación del cemento por un lapso de 7 días. Pasado este tiempo, las muestras fueron colocadas en el desecador con silica gel por 7 días más, a fin de que no se produzca carbonatación alguna.

Finalmente se realizó el TGA, donde el procedimiento efectuado fue el mismo que se llevo a cabo con las zeolitas amorfizadas, con la diferencia que el cambio de masa para nuestro análisis corresponde al intervalo entre 400 a 520 °C, ya que este representa el porcentaje de Oxidrilos desprendidos en forma de agua de la muestra de los morteros. Según la reacción estequiométrica siguiente, la cual se produce durante el proceso de hidratación, podemos determinar el contenido de hidróxido de calcio.



6.3 Puzolanidad

El ensayo de puzolanidad para las muestras de morteros, fue determinado según la norma española UNE-EN 196-5:2005, “Ensayo de puzolanidad para cementos puzolánicos”. [9], con el fin de determinar la puzolanidad de las zeolitas (Zeo 1 y Zeo 2) a los 7 y 15 días. Para de esta manera, poder tener un criterio de cuándo empieza la actividad puzolánica de estos materiales. De los resultados de esta prueba se determinó que:

- Las muestras con Zeo 1, a los 7 días no muestran actividad puzolánica, y recién a los 15 días presentan presencia de puzolanidad.

- En cambio las muestras con Zeo 2 a los 7 días ya presentan actividad puzolánica, lo que se confirma a los 15 días.

7. Análisis e interpretación de Resultados

7.1 Resistencia a la Compresión

La tabla 6 presenta los resultados obtenidos en base al diseño de experimentos realizado para la resistencia a la compresión a los 7, 28, 45 días.

Tabla 6. Resistencia a la Compresión del diseño de experimento a los 7, 28, 45 días

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | fc 7 MPA | fc 28 MPA | fc 45 MPA |
|-------|-----------|-------------------------|------------------------|-------------|--------------|--------------|
| 1 | Zeolita 1 | 60 | 800 | 28,44 | 37,59 | 33,87 |
| 2 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 29,35 | 37,53 | 36,75 |
| 3 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 28,11 | 35,96 | 35,55 |
| 4 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 32,04 | 40,73 | 40,59 |
| 5 | Zeolita 1 | 120 | 800 | 30,07 | 43,41 | 42,84 |
| 6 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 31,05 | 39,95 | 41,52 |
| 7 | Zeolita 1 | 60 | 600 | 25,04 | 30,20 | 26,18 |
| 8 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 28,96 | 36,15 | 36,93 |
| 9 | Zeolita 1 | 120 | 600 | 27,39 | 34,06 | 26,32 |
| 10 | Zeolita 2 | 90 | 841 | 24,52 | 36,09 | 34,30 |
| 11 | Zeolita 2 | 90 | 559 | 30,27 | 43,35 | 38,31 |
| 12 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 27,26 | 34,13 | 23,53 |
| 13 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 26,02 | 33,87 | 26,00 |
| 14 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 31,51 | 43,80 | 36,24 |
| 15 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 32,89 | 44,00 | 51,74 |
| 16 | Zeolita 2 | 48 | 700 | 34,98 | 46,22 | 44,58 |
| 17 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 29,29 | 41,58 | 43,40 |
| 18 | Zeolita 2 | 132 | 700 | 33,54 | 42,36 | 47,47 |

La tabla 7 presenta los resultados obtenidos del control para la resistencia a la compresión a los 7, 28, 45 días, los cuales son morteros de zeolitas sin amorfizar, es decir sin ningún tratamiento termomecánico realizado.

Tabla 7. Resistencia a la Compresión del control a los 7, 28, 45 días

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | fc 7 MPA | fc 28 MPA | fc 45 MPA |
|-------|-----------|-------------------------|------------------------|-------------|--------------|--------------|
| 1 | Zeolita 1 | 0 | 0 | 26,94 | 35,89 | 32,97 |
| 2 | Zeolita 2 | 0 | 0 | 24,26 | 33,28 | 26,44 |

Para determinar los efectos más significativos de las variables de respuesta (fc 7, fc 28, fc 45) se realizó un análisis estadístico de varianza (Anova), los cuales son mostrados en las tablas 8, 9, 10.

Tabla 8. Análisis de Varianza para fc 7

| Efecto | Grados de Libertad | Suma de Cuadrados | Media de Cuadrados | Fo | P |
|---|--------------------|-------------------|--------------------|-------|-------|
| Bloque | 1 | 5,343 | 5,343 | 0,675 | 0,428 |
| Tiempo de Molienda (min) | 1 | 0,477 | 0,477 | 0,060 | 0,810 |
| Tiempo de Molienda (min) ^ 2 | 1 | 19,773 | 19,773 | 2,498 | 0,142 |
| Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 0,528 | 0,528 | 0,067 | 0,800 |
| Temperatura de Calcinação (°C) ^ 2 | 1 | 30,402 | 30,402 | 3,841 | 0,075 |
| Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 0,129 | 0,129 | 0,016 | 0,900 |
| Error | 11 | 87,062 | 7,915 | | |
| TOTAL | 17 | 141,267 | | | |

Tabla 9. Análisis de Varianza para fc 28

| Efecto | Grados de Libertad | Suma de Cuadrados | Media de Cuadrados | Fo | P |
|---|--------------------|-------------------|--------------------|-------|-------|
| Bloque | 1 | 49,38 | 49,38 | 2,066 | 0,178 |
| Tiempo de Molienda (min) | 1 | 2,23 | 2,23 | 0,093 | 0,765 |
| Tiempo de Molienda (min) ^ 2 | 1 | 15,13 | 15,13 | 0,633 | 0,443 |
| Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 5,24 | 5,24 | 0,219 | 0,648 |
| Temperatura de Calcinação (°C) ^ 2 | 1 | 7,57 | 7,57 | 0,316 | 0,584 |
| Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 0,96 | 0,96 | 0,040 | 0,844 |
| Error | 11 | 262,78 | 23,89 | | |
| TOTAL | 17 | 342,21 | | | |

Tabla 10. Análisis de Varianza para fc 45

| Efecto | Grados de Libertad | Suma de Cuadrados | Media de Cuadrados | Fo | P |
|---|--------------------|-------------------|--------------------|-------|-------|
| Bloque | 1 | 34,85 | 34,85 | 0,459 | 0,511 |
| Tiempo de Molienda (min) | 1 | 21,77 | 21,77 | 0,287 | 0,602 |
| Tiempo de Molienda (min) ^ 2 | 1 | 40,19 | 40,19 | 0,530 | 0,481 |
| Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 42,95 | 42,95 | 0,566 | 0,467 |
| Temperatura de Calcinação (°C) ^ 2 | 1 | 60,33 | 60,33 | 0,796 | 0,391 |
| Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinação (°C) | 1 | 19,50 | 19,50 | 0,257 | 0,621 |
| Error | 11 | 833,59 | 75,78 | | |
| TOTAL | 17 | 1048,26 | | | |

Con este análisis podemos interpretar que no hay interacciones entre los efectos y que el efecto más significativo que afecta a la variable de respuesta en los

casos de fc 7, fc 28, fc 45 es la temperatura de calcinación cuadrática. En otras palabras calcinar el material representa mayor valor de la resistencia a la compresión que la molienda.

Luego del análisis Anova, se presentan las funciones de respuesta esperada, basadas en los parámetros estimados para fc 7, fc 28, fc 45 y a continuación las superficies de respuestas con sus contornos respectivos de los niveles experimentales, obtenidas de un polinomio de segundo orden para fc 7, fc 28, fc 45.

Tabla 11. Funciones de respuesta de fc 7, fc 28, fc 45

| |
|---|
| $fc\ 7 = -33,1431 - 0,2393 x_1 + 0,1713 x_2 + 0,0017 x_1^2 - 0,0001 x_1 x_2 - 0,0002 x_2^2$ |
| $fc\ 28 = 4,77284 - 0,28434 x_1 + 0,12809 x_2 + 0,00130 x_1^2 + 0,00018 x_1 x_2 - 0,0001 x_2^2$ |
| $fc\ 45 = -20,3300 - 0,3994 x_1 + 0,3360 x_2 + 0,0002 x_1^2 + 0,0007 x_1 x_2 - 0,0003 x_2^2$ |

Resistencia a la Compresión fc 7

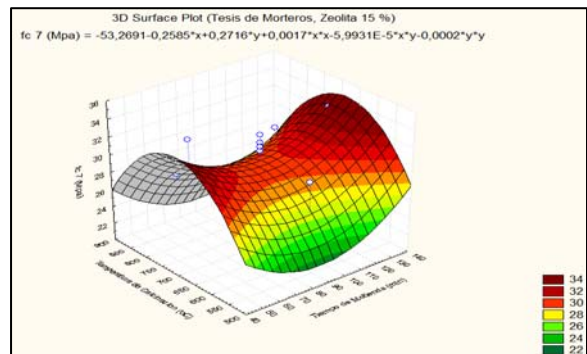


Figura 2. Superficie de respuesta para fc 7

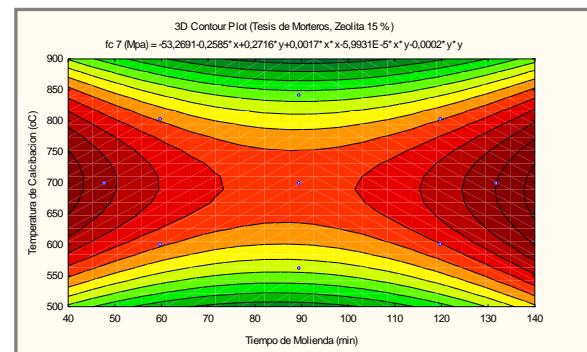


Figura 3. Contornos- Región de Interés para fc 7

En la figura 2, para fc 7 observamos una superficie en forma de montura de caballo, y sus contornos nos indican que la temperatura de calcinación es más influyente que el tiempo de molienda, lo que

previamente habíamos identificado en el análisis estadístico por los valores P. Y en la figura 3, para rangos de temperatura de 600 a 800 °C se aprecian los máximos valores de la resistencia a la compresión para los 7 días, con valores que van desde los 30 a 34 Mpa.

▪ **Resistencia a la Compresión fc 28**

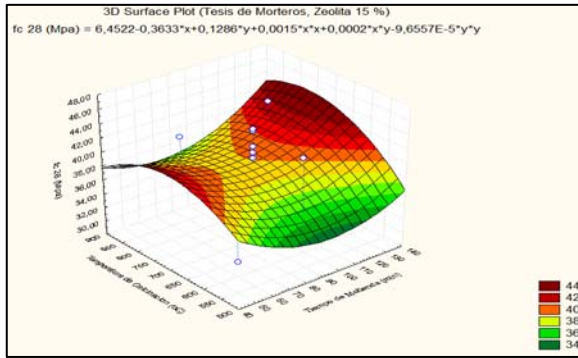


Figura 4. Superficie de respuesta para fc 28

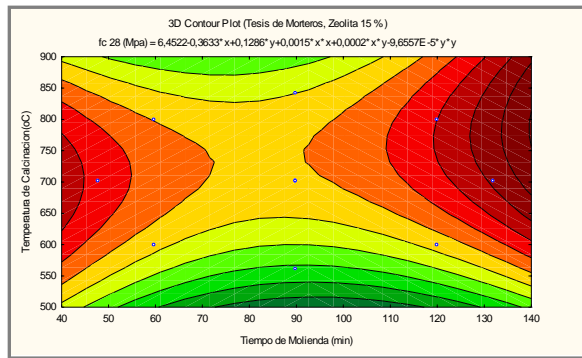


Figura 5. Contornos- Región de Interés para fc 28

En la figura 4, para fc 28 observamos una superficie creciente, más suave que a los 7 días, lo que posiblemente indica que a los 7 días la reacción cementante era más fácil de producirse que a los 28 días y la tendencia a crecer se origina, mientras mayores sean los niveles tanto de tiempo de molienda como de temperatura de calcinación. Y en la figura 5, para rangos 600 a 900 °C, se observan los mayores valores de la resistencia a la compresión para los 28 días, estando estos en un rango de 40 a 44 Mpa.

▪ **Resistencia a la Compresión fc 45**

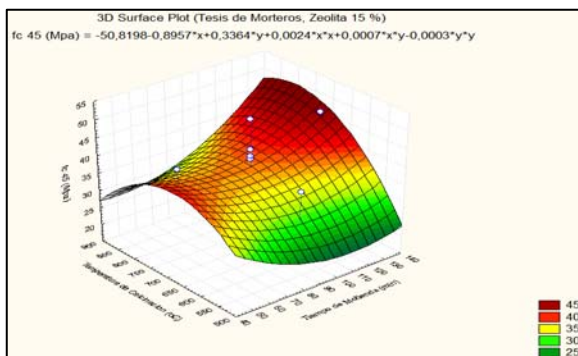


Figura 6. Superficie de respuesta para fc 45

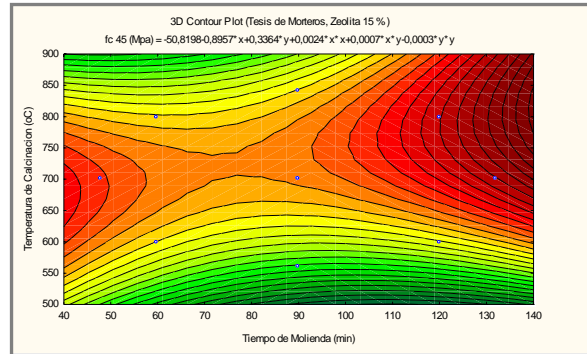


Figura 7. Contornos- Región de Interés para fc 45

En la figura 6, para fc 45 observamos una superficie parecida a la de fc 28, esto es porque las muestras ya han alcanzado sus mayores valores de esfuerzo, la tendencia a crecer sigue dándose mientras mayores sean los niveles tanto de tiempo de molienda como de temperatura de calcinación, es decir mientras más amorfo sean las muestras. Y en la figura 7, al igual que en fc 28, para rangos de 600 a 900 °C se observan los mayores valores de la resistencia a la compresión para los 45 días, estando estos en un rango de 40 a 45 Mpa.

7.2 Grado de Amorfización/Deshidroxilización

La tabla 12 presenta los resultados obtenidos en base al diseño de experimentos realizado para el grado de amorfización/deshidroxilización.

Tabla 12. Grado de Amorfización/Deshidroxilización de las Zeolitas

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | Amorfización Individual (%) | GAD (%) |
|-------|-----------|----------------------|---------------------|-----------------------------|---------|
| 1 | Zeolita 1 | 60 | 800 | 8,196 | 37,05 |
| 2 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 8,537 | 34,43 |
| 3 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 8,204 | 36,99 |
| 4 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 7,556 | 41,97 |
| 5 | Zeolita 1 | 120 | 800 | 8,838 | 32,12 |
| 6 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 8,205 | 36,98 |
| 7 | Zeolita 1 | 60 | 600 | 9,275 | 28,76 |
| 8 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 8,112 | 37,70 |
| 9 | Zeolita 1 | 120 | 600 | 10,03 | 22,96 |
| 10 | Zeolita 2 | 90 | 841 | 10,65 | 35,73 |
| 11 | Zeolita 2 | 90 | 559 | 12,34 | 25,53 |
| 12 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 10,76 | 35,06 |
| 13 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 11,19 | 32,47 |
| 14 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 10,49 | 36,69 |
| 15 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 12,95 | 21,85 |
| 16 | Zeolita 2 | 48 | 700 | 11,72 | 29,27 |
| 17 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 11,6 | 29,99 |
| 18 | Zeolita 2 | 132 | 700 | 11,88 | 28,30 |

La tabla 13 presenta los resultados obtenidos de la amorfización individual del control, que son zeolitas sin ningún tratamiento termomecánico, es decir se supone que son 100 % cristalinas, lo cual indica que son 0 % amorfas. Esta suposición es necesaria para poder determinar el grado de amorfización/ deshidroxilización de las zeolitas.

Tabla 13. Grado de Amorfización/Deshidroxilización del control de las Zeolitas

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | Amorfización Individual (%) | GAD (%) |
|-------|-----------|----------------------|---------------------|-----------------------------|---------|
| 1 | Zeolita 1 | 0 | 0 | 80,17 | 0 |
| 2 | Zeolita 2 | 0 | 0 | 72,19 | 0 |

Para determinar los efectos más significativos de las variables de respuesta (GA/D) se realizó un análisis estadístico de varianza (Anova), el cual se presenta en la tabla 14.

Tabla 14. Análisis de Varianza para GA/D

| Efecto | Grados de Libertad | Suma de Cuadrados | Media de Cuadrados | F _o | P |
|--|--------------------|-------------------|--------------------|----------------|-------|
| Bloque | 1 | 64,48 | 64,48 | 3,2830 | 0,097 |
| Tiempo de Molienda (min) | 1 | 18,29 | 18,29 | 0,9310 | 0,355 |
| Tiempo de Molienda (min) ^ 2 | 1 | 60,65 | 60,65 | 3,0878 | 0,106 |
| Temperatura de Calcificación (°C) | 1 | 126,93 | 126,93 | 6,4624 | 0,027 |
| Temperatura de Calcificación (°C) ^ 2 | 1 | 26,18 | 26,18 | 1,3331 | 0,272 |
| Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcificación (°C) | 1 | 0,19 | 0,19 | 0,0096 | 0,923 |
| Error | 11 | 216,06 | 19,64 | | |
| TOTAL | 17 | 517,23 | | | |

Con este análisis podemos interpretar que no hay interacciones entre los efectos y que la hay un efecto significativo que afecta a la variable de respuesta, se trata de la temperatura de calcificación. En otras palabras calcinar el material representa mayor valor del grado de amorfización que la molienda.

Luego del análisis Anova, se presenta la función de respuesta esperada, basada en los parámetros estimados para GA/D y a continuación la superficie de respuesta con su contorno respectivo, obtenidos en base a un polinomio cuadrático para GA/D.

Tabla 15. Función de respuesta de GA/D

$$GA/D = -94,9438 + 0,4423x_1 + 0,2794x_2 - 0,003x_1^2 + 0,0002x_2^2 - 0,0001x_1x_2$$

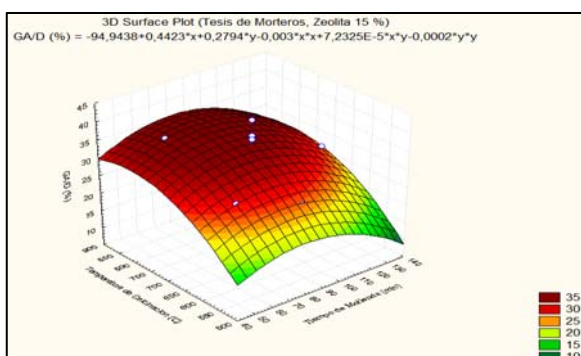


Figura 8. Superficie de respuesta para GA/D

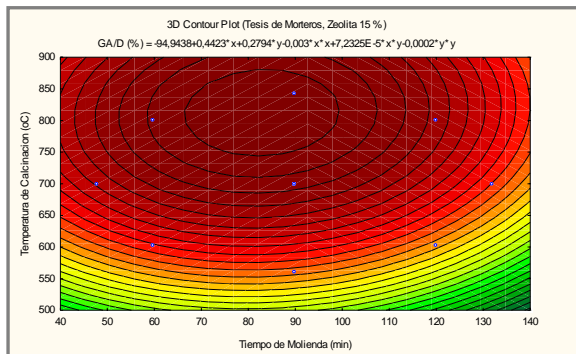


Figura 9. Contornos- Región de Interés para GA/D

En la figura 8, para GA/D observamos una superficie en forma de cascara y la tendencia es centrada en la parte superior de este. Y en la figura 9, para rangos de 600 a 900 °C, se observan los mayores valores para el grado de amorfización, estando estos en un rango de 30 a 35 %.

7.3 Contenido de Hidróxido de Calcio

La tabla 16 presenta los resultados obtenidos en base al diseño de experimentos realizado para el contenido de hidróxido de calcio a los 7, 28 días.

Tabla 16. Contenido de Hidróxido de Calcio del diseño de experimento a los 7, 28 días.

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | CH 7 (%) | CH 28 (%) |
|-------|-----------|----------------------|---------------------|----------|-----------|
| 1 | Zeolita 1 | 60 | 800 | 4,87 | 4,74 |
| 2 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 4,76 | 5,28 |
| 3 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 4,53 | 5,28 |
| 4 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 4,23 | 4,98 |
| 5 | Zeolita 1 | 120 | 800 | 4,08 | 5,12 |
| 6 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 4,80 | 4,34 |
| 7 | Zeolita 1 | 60 | 600 | 4,04 | 4,76 |
| 8 | Zeolita 1 | 90 | 700 | 4,89 | 5,47 |
| 9 | Zeolita 1 | 120 | 600 | 4,68 | 5,17 |
| 10 | Zeolita 2 | 90 | 841 | 4,54 | 4,56 |
| 11 | Zeolita 2 | 90 | 559 | 4,95 | 4,39 |
| 12 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 4,76 | 4,87 |
| 13 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 5,06 | 4,92 |
| 14 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 4,55 | 4,95 |
| 15 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 4,55 | 5,32 |
| 16 | Zeolita 2 | 48 | 700 | 4,85 | 4,34 |
| 17 | Zeolita 2 | 90 | 700 | 4,86 | 5,21 |
| 18 | Zeolita 2 | 132 | 700 | 4,81 | 4,74 |

La tabla 17 presenta los resultados obtenidos del control para el contenido de hidróxido de calcio a los 7, 28 días, los cuales son morteros de zeolitas sin

amorfizar, es decir sin ningún tratamiento termomecánico realizado.

Tabla 17. Contenido de Hidróxido de Calcio del control a los 7, 28 días

| Orden | Bloques | X ₁ (min) | X ₂ (°C) | Amorfización Individual (%) | GAD (%) |
|-------|-----------|-------------------------|------------------------|-----------------------------|---------|
| 1 | Zeolita 1 | 0 | 0 | 4,98 | 5,50 |
| 2 | Zeolita 2 | 0 | 0 | 5,02 | 5,10 |

7.4 Comparación de Resultados

Comparación de la Resistencia a la Compresión de Morteros

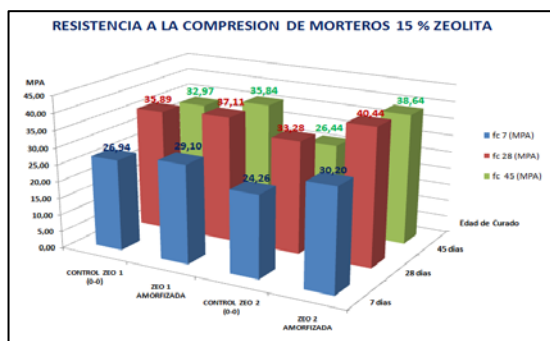


Figura 10. Resistencia a la Compresión de Morteros con 15 % de zeolita

En la figura 10, Podemos observar que los morteros con Zeolitas amorfizadas, presentan mayores valores de resistencia a la compresión que sus respectivos controles. Siendo los valores de los morteros con Zeo 2 amorfizada, mayores que los demás morteros.

Comparación del Contenido de Hidróxido de Calcio de Morteros

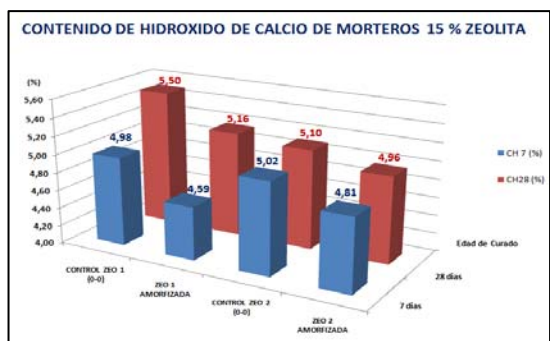


Figura 11. Contenido de Hidróxido de Calcio de Morteros con 15 % de zeolita

En la figura 11, Podemos observar que los morteros con Zeolitas amorfizadas, presentan menores valores de contenido de hidróxido de calcio que sus respectivos controles. Siendo los valores de los morteros del control Zeo 1 (0,0), mayores que los demás morteros.

8. Conclusiones

Dos diferentes Zeolitas naturales fueron tratadas termo-mecánicamente y fueron usadas como puzolanas, aplicando un diseño de composición central bloqueado en forma de estrella. Esta investigación lleva consigo a la consecución de los siguientes resultados principales:

- El tratamiento de calcinación a diferentes temperaturas fue el factor más influyente sobre un incremento en la resistencia a la compresión que el tratamiento de amorfización por molienda para los niveles empleados en el experimento, en un rango de 600 °C a 900 °C. Además este tratamiento de calcinación afecta significativamente al grado de amorfización de las zeolitas.
- Como puzolanas, al reemplazar 15 % de cemento por zeolitas amorfizadas, produjo en las propiedades estructurales de los morteros los siguientes resultados:
 - Un incremento en el valor de la resistencia a la compresión de morteros a los 7, 28, 45 días que sus controles. Donde, Zeo 2 amorfizada mayor que Zeo 1 amorfizada.
 - Un decrecimiento en el valor del contenido de hidróxido de calcio de morteros a los 7, 28 días que sus controles. Donde, Zeo 1 amorfizada menor que Zeo 2 amorfizada.
- La puzolana Zeo 2 presentó mayor actividad puzolánica que la Zeo 1.

9. Recomendaciones

Como principales recomendaciones en futuras investigaciones con este material no metálico, tenemos:

- Para poder mejorar u obtener resultados favorables en la resistencia a la compresión y otras propiedades de los cementos, se debería tomar en cuenta mayores valores experimentales de los niveles experimentados.
- Evitar afectar el ambiente donde se curan los morteros.

10. Referencias Bibliográficas

- [1] CORNEJO M., “Polo de Promoción minero Ambiental en el contexto de la Agenda Local 21: Península de Santa Elena”. Capítulo 2.
- [2] GOOGLE EARTH 2007. Disponible en: <http://earth.google.com/intl/es/>
- [3] ASTM C 778, “Specification for Standard Sand of Hydraulic Cement Mortars”.
- [4] ASTM C 618-03, “Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Concrete”.
- [5] UNE EN 196-2: 1996; UNE EN 80225:1993 EX; UNE EN 451-1:1995, “Análisis de los componentes del cemento: Loenco”

- [6] ASTM C 188-95, "Standard Test Methods for Density of Hydraulic Cement".
- [7] MONTGOMERY D., "Design and Analysis of Experiments, 5th edition". Chapters 11.
- [8] ASTM C 109/C 109M, "Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars".
- [9] UNE-EN 196-5:2005, "Ensayo de puzolanidad para cementos puzolánicos".