ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción

"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."

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

Walter Alexander Correa González

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2009

AGRADECIMIENTO

Un agradecimiento especial a todas las personas que colaboraron en la realización de este proyecto de grado.

A mí estimado tutor y guía Msc. Mauricio Cornejo por su paciencia, motivación y apoyo en la culminación de este trabajo.

Al Ing. Julio García y a mi amigo el Sr. Fernando Pérez por su invaluable ayuda en el desarrollo de la parte experimental.

Al proyecto Vlir – Espol, en especial a la Dra. Cecilia Paredes, por ser esa formadora ejemplar, en busca de una mejor formación académica para el desarrollo de nuestro país.

DEDICATORIA

A DIOS.

A MIS PADRES, por ser esos pilares fundamentales en mi formación moral y ética, por amarme, por apoyarme, por ser la fuente de mi inspiración. Gracias Vilma eres lo más grande que tengo en el mundo. Gracias Walter por tu esfuerzo y comprensión. Los amo.

A TODA MI FAMILIA, especialmente mi hermano Manuel, mi madrina Nila, mi abuela Jesús, mi tío Porfirio, mi tío Pedro y a mi enamorada Michelle, por su ayuda y apoyo incondicional a lo largo de estos años.

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

Dra. Cecilia Paredes V.
DELEGADA POR EL
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE

Msc. Mauricio Cornejo M.
DIRECTOR DE TESIS

CIB -ESPOL

Ing. Rodrigo Perugachi B.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

CIB -ESPOL

Walter A. Correa González.

RESUMEN

El presente trabajo está realizado en base a uno de los objetivos del subcomponente materiales de construcción del Programa VLIR-ESPOL Componente 6, Investigación de Materiales No-Metálicos de la Provincia de Santa Elena. En el caso particular de las zeolitas (Zeo 1 y Zeo 2) se busca aprovechar recursos existentes para un posible desarrollo socio-económico como el principal problema planteado.

Por otro lado, la Amorfización por molienda es definida como un tratamiento mecánico, mientras que la calcinación a diferentes temperaturas, es un tratamiento térmico. Consecuentemente, la combinación de estos 2 forman un tratamiento termomecánico per se. En este proyecto, las propiedades estructurales analizadas de los morteros fueron: Resistencia a la Compresión a los 7, 28, 45 días como el objetivo general; además de la Variación de la Masa por la Hidratación a los 7, 28, 45 días junto con el Índice de Puzolanidad a los 7, 28 días y el Contenido de Hidróxido de Calcio a los 7, 28 días.

Como herramienta de estudio se realizó un diseño de experimentos de "Composición central bloqueado en forma de estrella". En el diseño, se

seleccionaron como variables independientes (factores) al tratamiento termomecánico de las zeolitas y como variable categórica al tipo de zeolita (bloque). En cambio las variables dependientes (respuestas) fueron las propiedades estructurales de los morteros antes definidas.

Finalmente, para analizar los resultados obtenidos se realizó un análisis estadístico Anova. Donde se determinó que 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 puzolana, Zeo 2 presentó mayor actividad puzolánica que Zeo 1.

ÍNDICE GENERAL

Página

RESUMEN……..II

ÍNDICE GENERAL…….....III

ABREVIATURAS……..IV

ÍNDICE DE FIGURAS……..V

ÍNDICE DE TABLAS……VI

INTRODUCCIÓN……...1

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL ……..3

1.1 Antecedentes y justificación……..……..……...3

1.2 Planteamiento del problema…...……8

1.3 Objetivos…….……9

1.3.1 Objetivos Generales…..…….……9

1.3.2 Objetivos Específicos…..…….…….9

1.4 Metodología para el desarrollo del proyecto…...……...10

1.5 Estructura de Tesis……..12

1.6 Equipos, materiales e insumos analíticos……...14

CAPÍTULO 2

2. MARCO TEORICO……..…….……24

2.1 Cemento Portland……..……..24

2.1.1 Composición Química del Cemento Portland……..……..25

2.1.2 Hidratación del Cemento Portland…..…….27

2.1.3 Propiedades de los compuestos principales de los Cementos Portland……..……...30

2.1.4 Tipos de Cementos Portland…….32

2.2 Cementos Puzolánicos……..……....35

2.2.1 Tipos de Cementos Puzolánicos……..…36

2.2.2 Tipos de Puzolanas…….37

2.2.3 Propiedades fundamentales de las puzolanas en los Cementos……..……41

2.3 Zeolita……...….44

2.3.1 Características Generales……...46

2.3.2 Aplicaciones Industriales…….48

2.3.3 Zeolita como puzolana…….53

2.4 Tratamientos Termomecánicos…….53

2.4.1 Amorfización por Molienda……..……54

2.4.2 Calcinación a diferentes temperaturas…….55

2.5 Estado de arte de Morteros……57

2.6 Análisis Multivariado del Contenido de Óxidos Principales Vs Propiedades Mecánicas de Morteros…..……66

CAPÍTULO 3

3. DISEÑO DE EXPERIMENTOS…….……68

3.1 Superficie de Respuesta……68

3.2 Diseños experimentales para mejorar la superficie de respuesta…...72

3.2.1 Diseños para mejorar los modelos de primero orden…..…....73

3.2.2 Diseños para mejorar los modelos de segundo orden ….……74

3.3 Diseño de composición central bloqueado en forma de estrella…….76

3.4 Selección del diseño, factores, variables de respuestas y niveles a experimentar…….78

3.4.1 Diseño……78

3.4.2 Factores……78

3.4.3 Variables de respuesta……79

3.4.4 Niveles a experimentar……81

3.5 Programación de la metodología experimental…..……88

CAPÍTULO 4

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL…….……...89

4.1 Trabajo de Campo…….89

4.1.1 Muestras de Zeo 1……90

4.1.2 Muestras de Zeo 2……92

4.2 Caracterización de materiales……...……...93

4.2.1 Análisis Químico……...93

4.2.2 Densidades……..…….…95

4.3 Preparación de materiales……...…….97

4.3.1 Reducción del tamaño de partículas de las Zeolitas…….97

4.3.2 Tratamiento para obtener Zeolitas Amorfizadas……...100

4.3.3 Tratamiento para obtener Arena de uso en Morteros……..103

4.4 Prueba de Resistencia a la compresión……..……...105

4.4.1 Mezclado……..……...106

4.4.2 Moldeo de Cubos……...109

4.4.3 Curado……110

4.4.4 Ruptura……111

4.5 Termogravimetría……..……..113

4.5.1 Grado de amorfización / deshidroxilización……..113

4.5.2 Contenido de hidróxido de calcio……115

4.6 Puzolanidad……116

4.6.1 Ensayo de Puzolanidad……117

4.6.2 Índice de Puzolanidad……...120

CAPÍTULO 5

5. ANALISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS……122

5.1 Análisis estadístico: Anova……..122

5.2 Tablas de datos y Resultados……125

5.3 Interpretación de Resultados……...164

5.4 Comprobación de bondad de ajuste del modelo……..190

CAPÍTULO 6

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES……196

APENDICES

BIBLIOGRAFÍA

ABREVIATURAS

Zeo 1	Zeolita Tipo 1 perteneciente a la Provincia del Guayas
Zeo 2	Zeolita Tipo 2 perteneciente a la Provincia de Santa Elena
POLICIA	Tipo de Zeolita de Guayaquil
ASTM	American Society for Testing and Materials
IZA	International Zeolite Association
SEM	Scanning Electron Microscopy
TDA	Análisis Térmico Diferencial
TGA	Análisis Térmico Gravimétrico
CCD	Diseño de Composición Central
PPC	Pérdidas debido a la Calcinación
GPS	Sistema de posicionamiento global
fc	Resistencia a la compresión
dm	Variación de la masa por la hidratación
CH	Contenido de Hidróxido de Calcio
Ip	Índice de Puzolanidad
GA/D	Grado de Amorfización / Deshidroxilización
ρ	Densidad
%	Porcentaje
^{o}C	Grado centígrado
min.	Minuto
KN	Kilo Newton
MPA	Mega Pascal
g.	Gramo
Kg.	Kilogramo
µm.	Micrómetro
mm.	Milímetro
cm.	Centímetro
m^3.	Metros cúbico
µl.	Microlitro
ml.	Mililitro
meq	Mili equivalente
Å	Armstrong
m^2/g	Metro cuadrado por gramo

cm^3/g	Centímetro cúbico por gramo
g/cm^3	Gramo por centímetro cúbico
mg/l	Miligramo por litro
mmol/l	mili mol por litro
RPM	Revoluciones por minuto
V	Voltaje de corriente continúa
VAC	Voltaje de corriente alterna
Amp.	Amperio
W/B	Relación agua / mezcla
ANOVA	Análisis de Varianza
Fo	Estadístico de Prueba
P	Probabilidad de obtención de resultado extremo
Ho	Hipótesis Nula
H1	Hipótesis Alterna
σ^2	Varianza

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.1 Metodología de la Tesis……..……..……..10
Fig. 2.1 Microscopía aplicada a los cementos……...……...…26
Fig. 2.2 Silicato dicálcico hidratado, silicato tricálcico Hidratado y Cemento portland normal hidratado……....…….....27
Fig. 2.3 Volúmenes relativos de los compuestos principales en la microestructura de la hidratación de pastas de cementos portland como una función del grado de hidratación…..….29
Fig. 2.4 Calor total de varios cementos mezclados durante el proceso de hidratación……..……42
Fig. 2.5 Cristales de la clinoptilolita y componentes principales de su estructura molecular……...45
Fig. 2.6 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de SiO_2……..…66
Fig. 2.7 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de Al_2O_3……..…….67
Fig. 2.8 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de Fe_2O_3……..…..67
Fig. 3.1 Superficie de respuesta en 3 dimensiones en donde se muestra a la respuesta esperada en función del tiempo (x_1) y temperatura (x_2)……..69
Fig. 3.2 Contornos trazados de la superficie de respuesta……...…....70
Fig. 3.3 Diseños de composición central, para a) K = 2 y b) K = 3, factores……..74
Fig. 3.4 Diseño de Composición central bloqueado en forma de Estrella……..……76
Fig. 3.5 Programación de la metodología experimental…..……88
Fig. 4.1 Ubicación de las muestras Zeo 1 y Zeo 2……90
Fig. 4.2 Recolección de muestras Zeo 1……91
Fig. 4.3 Zeolitas del depósito de la Holcim Prov. Del Guayas-Zeo 1….91
Fig. 4.4 Recolección de muestras Zeo 2…….……...92
Fig. 4.5 Zeolitas de Manglaralto Prov. Santa Elena - Zeo 2…..……...93
Fig. 4.6 Prueba de densidad matraz Le Chatelier ……96
Fig. 4.7 Trituradora de Mandíbulas……..98
Fig. 4.8 Cuarteador y molino de discos……..……98
Fig. 4.9 Molino de bolas……99
Fig. 4.10 Tratamiento de Amorfización por molienda……...101

Fig. 4.11 Tratamiento de Calcinación a diferentes temperaturas……...102
Fig. 4.12 Tamizado de Arena……103
Fig. 4.13 Lavado de Arena……104
Fig. 4.14 Secado de Arena……...105
Fig. 4.15 Mezclado de morteros……...108
Fig. 4.16 Moldeo de morteros……...109
Fig. 4.17 Numeración, pesaje y curado de morteros……110
Fig. 4.18 Ruptura de cubos a los 7, 28 días……...112
Fig. 4.19 Ruptura de cubos a los 45 días……112
Fig. 4.20 Termogravimetría. Pruebas con equipo DSC-TGA…..……116
Fig. 5.1 Medias de los bloques para fc 7……..132
Fig. 5.2 Superficie de respuesta para fc 7……133
Fig. 5.3 Contornos - Región de Interés para fc 7……133
Fig. 5.4 Medias de los bloques para fc 28……135
Fig. 5.5 Superficie de respuesta para fc 28……136
Fig. 5.6 Contornos - Región de Interés para fc 28……..136
Fig. 5.7 Medias de los bloques para fc 45……138
Fig. 5.8 Superficie de respuesta para fc 45……139
Fig. 5.9 Contornos - Región de Interés para fc 45……..139
Fig. 5.10 Medias de los bloques para dm 7……141
Fig. 5.11 Superficie de respuesta para dm 7……142
Fig. 5.12 Contornos - Región de Interés para dm 7……..142
Fig. 5.13 Medias de los bloques para dm 28..……144
Fig. 5.14 Superficie de respuesta para dm 28..……145
Fig. 5.15 Contornos - Región de Interés para dm 28..……..145
Fig. 5.16 Medias de los bloques para dm 45..……147
Fig. 5.17 Superficie de respuesta para dm 45..……148
Fig. 5.18 Contornos - Región de Interés para dm 45..……..148
Fig. 5.19 Medias de los bloques para Ip 7……..150
Fig. 5.20 Superficie de respuesta para Ip 7……151
Fig. 5.21 Contornos - Región de Interés para Ip 7……151
Fig. 5.22 Medias de los bloques para Ip 28……153
Fig. 5.23 Superficie de respuesta para Ip 28……154
Fig. 5.24 Contornos - Región de Interés para Ip 28……..154
Fig. 5.25 Medias de los bloques para CH 7……156
Fig. 5.26 Superficie de respuesta para CH 7……..……..157
Fig. 5.27 Contornos - Región de Interés para CH 7……..157
Fig. 5.28 Medias de los bloques para CH 28……159
Fig. 5.29 Superficie de respuesta para CH 28……..……160
Fig. 5.30 Contornos - Región de Interés para CH 28.……160
Fig. 5.31 Medias de los bloques para GA/D……..162
Fig. 5.32 Superficie de respuesta para GA/D……163
Fig. 5.33 Contornos - Región de Interés para GA/D…..……163
Fig. 5.34 Resistencia a la compresión de Morteros 15 % Zeolita…...…169

Fig. 5.35 Variación de la masa por la hidratación de Morteros 15 % Zeolita……175
Fig. 5.36 Índice de puzolanidad de Morteros 15 % Zeolita……..…180
Fig. 5.37 Contenido de Hidróxido de Calcio de Morteros 15 % Zeolita…….……185
Fig. 5.38 Grado de Amorfización / Deshidroxilización Zeolita 1……..188
Fig. 5.39 Grado de Amorfización / Deshidroxilización Zeolita 2……..189
Fig. 5.40 Gráficas de Bondad de Ajuste de fc 7, fc 28, fc 45……...191
Fig. 5.41 Gráficas de Bondad de Ajuste de dm 7, dm 28, dm 45……...192
Fig. 5.42 Gráficas de Bondad de Ajuste de lp 7, lp 28…….193
Fig. 5.43 Gráficas de Bondad de Ajuste de CH 7, CH 28……194
Fig. 5.44 Gráficas de Bondad de Ajuste de GA/D……195

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Composición mineralógica de las zeolitas naturales Zeo 1 – Zeo 2…….....5
Tabla 2 Porcentaje de óxidos promedio Zeo 1 – Zeo 2……..6
Tabla 3 Porcentaje de elementos presentes Zeo 1 – Zeo 2……..6
Tabla 4 Resistencia a la compresión de morteros 20 % zeolita……8
Tabla 5 Reacciones de hidratación de los compuestos principales de Cemento Portland……..……28
Tabla 6 Características fisicoquímicas atribuidas a los compuestos principales de los cementos Portland……31
Tabla 7 Requerimientos del concreto a los ataques de sulfatos…….35
Tabla 8 Características generales de la Zeolita……47
Tabla 9 Diseño de experimento CCD bloqueado en forma de estrella (Niveles con valores codificados)..…….....82
Tabla 10 Factores con sus niveles respectivos de diseño……85
Tabla 11 Diseño de experimento CCD bloqueado en forma de Estrella (Niveles con valores numéricos)……..……86
Tabla 12 Resumen del diseño de experimento……87
Tabla 13 Análisis Químico Zeo 1 – Zeo 2……94
Tabla 14 Densidades: Cemento Portland Tipo 1– Zeo 1 – Zeo 2…….97
Tabla 15 Tamaño de partículas por tamiz.....……....100
Tabla 16 Proporcionamiento Norma ASTM C 109/C 109M – 02……107
Tabla 17 Proporcionamiento final Morteros 15 % de Zeolitas……107
Tabla 18 Ensayo de puzolanidad Zeo 1 a los 7 días……..……..117
Tabla 19 Ensayo de puzolanidad Zeo 1 a los 15 días……..…118
Tabla 20 Ensayo de puzolanidad Zeo 2 a los 7 días……..……..118
Tabla 21 Ensayo de puzolanidad Zeo 2 a los 15 días……..…119
Tabla 22 Datos de referencia Cemento Portland Tipo I……121
Tabla 23 Anova para diseños completamente aleatorios con bloques……125
Tabla 24 Resistencia a la compresión (7-28-45 días)…….……126
Tabla 25 Variación de la masa por la hidratación (7-28-45 días)……...127
Tabla 26 Índice de Puzolanidad (7-28 días)……...127
Tabla 27 Contenido de Hidróxido de Calcio (7-28 días)……...128

Tabla 28 Grado de Amorfización / Deshidroxilización……128
Tabla 29 Resistencia a la compresión del Control (7-28-45 días)…....129
Tabla 30 Variación de la masa por la hidratación (7-28-45 días) del Control……129
Tabla 31 Índice de Puzolanidad del Control (7-28 días)……..129
Tabla 32 Contenido de Hidróxido de Calcio del Control (7-28 días)…..130
Tabla 33 Grado de Amorfización / Deshidroxilización del Control…….130
Tabla 34 Análisis de Varianza para fc 7……131
Tabla 35 Parámetros estimados para fc 7……..131
Tabla 36 Valores esperados –residuos para fc 7……..132
Tabla 37 Análisis de Varianza para fc 28..……134
Tabla 38 Parámetros estimados para fc 28…..……134
Tabla 39 Valores esperados –residuos para fc 28…..……135
Tabla 40 Análisis de Varianza para fc 45..……137
Tabla 41 Parámetros estimados para fc 45…..……137
Tabla 42 Valores esperados –residuos para fc 45…..……138
Tabla 43 Análisis de Varianza para dm 7..……140
Tabla 44 Parámetros estimados para dm 7…..……140
Tabla 45 Valores esperados –residuos para dm 7…..……141
Tabla 46 Análisis de Varianza para dm 28..……..143
Tabla 47 Parámetros estimados para dm 28…..……...143
Tabla 48 Valores esperados –residuos para dm 28..……..144
Tabla 49 Análisis de Varianza para dm 45..……..146
Tabla 50 Parámetros estimados para dm 45…..……..……146
Tabla 51 Valores esperados –residuos para dm 45..……...147
Tabla 52 Análisis de Varianza para lp 7……149
Tabla 53 Parámetros estimados para lp 7…..……..149
Tabla 54 Valores esperados –residuos para lp 7…...……150
Tabla 55 Análisis de Varianza para lp 28..……..……...152
Tabla 56 Parámetros estimados para lp 28…..……..152
Tabla 57 Valores esperados –residuos para lp 28...……153
Tabla 58 Análisis de Varianza para CH 7...……155
Tabla 59 Parámetros estimados para CH 7…...……...155
Tabla 60 Valores esperados –residuos para CH 7...……..156
Tabla 61 Análisis de Varianza para CH 28…..……..158
Tabla 62 Parámetros estimados para CH 28....……..158
Tabla 63 Valores esperados –residuos para CH 28……159
Tabla 64 Análisis de Varianza para GA/D..……...161
Tabla 65 Parámetros estimados para GA/D…..……...161
Tabla 66 Valores esperados –residuos para GA/D...……...162
Tabla 67 Función de respuesta esperada de la resistencia a la compresión (7-28-45 días)…….……166
Tabla 68 Función de respuesta esperada de la variación de masa por la hidratación (7-28-45 días)……....172

Tabla 69 Función de respuesta esperada del índice de puzolanidad (7-28-45 días)…….178
Tabla 70 Función de respuesta esperada del contenido de hidróxido de calcio (7-28-45 días)…….183
Tabla 71 Función de respuesta esperada del grado de amorfización...187

INTRODUCCION

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. Por citar, un alto contenido de C3S (Silicato tricálcico) y C3A (Aluminato tricálcico), y una fineza de Blaine (Superficie especifica) alta no es suficiente para tener un esfuerzo inicial alto, se necesita bajar la relación agua/cemento o la proporción del agua/mezcla para conseguir esto.

La resistencia a la compresión de los concretos es una función del encierro de las partículas del cemento así como la dosificación de cemento. Las Normas de aceptación de los cementos que son seguras

para concretos de 20 a 25 Mpa no siempre son apropiadas para probar cementos que serán usados con superplastizantes para hacer un concreto de alto rendimiento. Es más, ahora se ha puesto demasiado énfasis en la **resistencia a la compresión del día 28** y no en la durabilidad del concreto. Es muy importante diseñar mezclas concretas que guarden su esfuerzo a la compresión del día 28 por encima de la vida útil de la estructura bajo sus condiciones medioambientales.

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 tesis 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.

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL.

1.1 Antecedentes y Justificación.

Este trabajo de investigación está realizado en base a uno de los objetivos del subcomponente materiales de construcción del Programa VLIR-ESPOL Componente 6 “Investigación de Materiales No-Metálicos de la Provincia de Santa Elena”, el cual busca aprovechar recursos de la Costa Ecuatoriana.

La presente investigación trata de 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.

A la par de este trabajo se está realizando un tópico de graduación el cual consiste en la **“Simulación matemática del comportamiento mecánico de materiales compuestos estructurales”**, en donde

estos dos tipos de zeolitas están siendo utilizados para formar pastas de cemento, pero sin ningún tratamiento especifico. Las zeolitas en esta investigación pertenecen a los mismos yacimientos del tópico y son identificadas como **Zeo 1** para las zeolitas de la Provincia del Guayas y **Zeo 2** para las zeolitas de la Provincia de Santa Elena.

Este grupo de zeolitas fue estudiado en el año 2007 por parte del Consejo Superior de Investigaciones Científicas de Madrid en la tesis de grado previo al título de ingeniero de minas, de Xavier Briz Quintero, estudiante de la Espol, el nombre del proyecto fue "Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales", **[1],** en este trabajo de tesis se realiza la caracterización de estas zeolitas, las que presentan los siguientes resultados que a continuación se detallan:

- **Del análisis de difracción de rayos x,** se determinó:

  La muestra **Zeo 1** es una zeolita de especie mordenita, que tiene como mineral presente al cuarzo, y además presenta trazas de feldespatos.

  La muestra **Zeo 2** es una zeolita con especies heulandita y clinoptilolita y tiene como minerales presentes al cuarzo, esmécticas y feldespatos.

La tabla 1 presenta la composición mineralógica de las muestras Zeo 1 y Zeo 2.

TABLA 1

COMPOSICION MINERALOGICA DE LAS ZEOLITAS NATURALES

ZEO 1 – ZEO 2

Muestras	Fases mayoritarias	Porcentaje de presencia	Fases minoritarias	Porcentaje de presencia	Trazas
ZEO 1	Cuarzo Mordenita	50 – 55 % 45 – 50 %	Feldespatos	< 5 %	Heulandita
ZEO 2	Clinoptilolita Heulandita Cuarzo	30 – 35 % 35 – 40 % 15 – 20 %	Feldespatos Esmécticas	5 – 15 % 15 – 20 %	

Fuente: Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales
Tesis de grado Ingeniero de Minas "Xavier Briz 2007"

- **Del Análisis Químico (Fluorescencia de Rayos X),** se obtuvieron los porcentajes de los elementos constituyentes en forma de óxidos y también en forma de elementos químicos junto al valor por perdidas debido a la calcinación (PPC). Estos datos ayudan a determinar la relación de Si/Al y de los cationes predominantes en las muestras.

En la tabla 2 se muestran los porcentajes en forma de óxidos de las muestras promedio tanto para Zeo 1 como para Zeo 2.

TABLA 2

PORCENTAJE DE OXIDOS PROMEDIO ZEO 1 – ZEO 2

Muestra	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	Fe_2O_3 (%)	CaO (%)	K_2O (%)	MgO (%)	TiO_2 (%)	MnO (%)	Na_2O (%)	P_2O_5 (%)
ZEO 1	73,87	10,86	1,67	2,34	1,08	0,189	0,268	--	0,477	--
ZEO 2	54,61	13,64	9,13	4,36	1,60	0,786	0,592	0,378	0,292	0,137

Fuente: Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales
Tesis de grado Ingeniero de Minas "Xavier Briz 2007"

Y en la tabla 3 se muestran los porcentajes de elementos presentes en las muestras mencionadas.

TABLA 3

PORCENTAJE DE ELEMENTOS PRESENTES ZEO 1 – ZEO 2

Muestra	Si (%)	Al (%)	Fe (%)	Ca (%)	K (%)	Mg (%)	Ti (%)	Mn (%)	Na (%)	P (%)	PPC (%)
ZEO 1	34,47	5,75	1,17	1,67	0,899	0,114	0,161	--	0,354	--	9,24
ZEO 2	25,43	7,22	3,12	6,39	1,33	0,474	0,355	0,293	0,217	0,0597	14,47

Fuente: Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales
Tesis de grado Ingeniero de Minas "Xavier Briz 2007"

- **Del Análisis por microscopia electrónica de barrido (SEM),** se determinó en este trabajo de tesis (Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales), que la muestra Zeo 1 presenta una composición química más homogénea que la muestra Zeo 2 y prácticamente solo está compuesta de cuarzo y mordenita, aunque también se pudieron apreciar escasos cristales de heulandita-clinoptilolita. En cambio la estructura observada en la muestra Zeo 2 tiene distinta composición en los materiales silíceo-aluminosos y tiene formas con tendencias más redondeadas en los cuarzos y feldespatos. Estos últimos rodeados en una masa de esmécticas y zeolitas. La composición observada es próxima a la ya definida por otras técnicas, zeolitas (heulandita y clinoptilolita), cuarzo y otros componentes minoritarios. Las estructuras observadas indican el bajo grado de cristalinidad de estas muestras.

Además anteriormente en el año 2004 el Centro de tecnología de la Holcim y la Espol efectuó aplicaciones con Zeolitas de Guayaquil procedentes del campus de la prosperina, como tesis de grado previo al título de Ingeniera de minas, Paola Robalino realizó un estudio sobre “El uso de la zeolita como adición mineral para producir cemento puzolánico”,**[2].** Las zeolitas utilizadas fueron una muestra

conocida como POLICIA. El proyecto consistió en adicionar 20 % de Zeolita en vez de cemento a los morteros, los resultados de la resistencia a la compresión obtenidos se muestran en la tabla 4.

TABLA 4

RESISTENCIA A LA COMPRESION DE MORTEROS 20 % ZEOLITA

	Resistencia a la compresión a los 7 días (**MPA**)	Resistencia a la compresión a los 28 días (**MPA**)
Zeolita Policía 20 %	30,87	40,06

Fuente: El uso de la Zeolita como una adición mineral para producir Cementos Puzolanicos **Tesis de grado Ingeniera de Minas "Paola Robalino 2004"**

1.2 Planteamiento del Problema.

Las zeolitas utilizadas en este proyecto de tesis pertenecen al Grupo Chongón, Formación Cayo. Aquellas zeolitas cuyos yacimientos se encuentran en la Provincia de Santa Elena (Manglaralto), identificadas como **Zeo 2** no han sido industrializadas desaprovechando así los recursos mineros no metálicos de esta nueva provincia, y las zeolitas cuyos yacimientos se encuentran en la Provincia del Guayas (Cordillera Chongón-Colonche), identificadas como **Zeo 1** tampoco

han sido explotadas mayormente. En estos estudios de materiales no metálicos como el caso de las zeolitas se busca aprovechar recursos existentes para un posible desarrollo socio-económico como el principal problema planteado.

Por ello uno de los objetivos de carácter social del Programa VLIR-ESPOL Componente 6 es el de buscar el desarrollo de las comunas mediante la utilización de estos materiales no metálicos (en este caso de la zeolita) fomentando la producción y explotación para el crecimiento del país.

1.3 Objetivos.

1.3.1 Objetivo General.

- 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.

1.3.2 Objetivos Específicos.

- Diseñar un experimento de composición central bloqueado en forma de estrella a fin de analizar el efecto del grado de amorfización.

- Determinar la resistencia a la compresión de morteros con 15 % de zeolita, a los 7, 28, 45 días de curado en agua.
- Determinar la variación de masa por la hidratación de morteros con 15 % de zeolita a los 7, 28, 45 días de curado en agua.
- Determinar el contenido de hidróxido de calcio de morteros con 15 % de zeolita a los 7, 28 días de curado en agua.
- Determinar el índice de puzolanidad de morteros con 15 % de zeolitas a los 7, 28 días de curado en agua.

1.4 Metodología utilizada.

La metodología utilizada en la elaboración de este proyecto de tesis se detalla a continuación, tal y como se representa en la Fig. 1.1.

Fig.1.1 Metodología de la Tesis

La recopilación bibliográfica es básicamente la recepción de información sobre los estudios realizados en los cementos y en las zeolitas.

El marco teórico es la descripción de los aspectos fundamentales de los conocimientos existentes sobre los cementos y las zeolitas.

El trabajo de campo consiste en la recolección de muestras pertenecientes al Grupo Chongón, Formación Cayo, específicamente en la provincia del Guayas **(Cordillera Chongón-Colonche)** y en Santa Elena **(Manglaralto).** Se recolectaron 2 kg de cada muestra de zeolita en estos sitios identificadas como **Zeo 1** y **Zeo 2** respectivamente.

El diseño de experimento realizado, es un diseño de **Composición central bloqueado en forma de estrella** que se utiliza para determinar una superficie de respuesta. Los tratamientos termomecánicos realizados en las zeolitas son las variables independientes, el tipo de zeolita es la variable categórica o bloque, y las propiedades estructurales son las variables dependientes.

El procedimiento experimental consiste en el desarrollo de todas las pruebas realizas a los materiales, que van desde el proceso de recolección de las muestras en el trabajo de campo hasta la

termogravimetría. En el capítulo 4, Procedimiento Experimental se describirán cada uno de los procesos realizados.

En el análisis de resultados se utilizó el Software **STATISTICA** para desarrollar lo concerniente al análisis estadístico, el modelo empleado fue un **Anova** para determinar los efectos e interacciones entre las variables independientes y las variables dependientes. De acuerdo a la parte estadística se analiza el efecto del grado amorfización.

1.5 Estructura de Tesis.

El capítulo 1 se denomina **Información General,** este explica los principales puntos en este proyecto de tesis, como son los antecedentes, el planteamiento del problema, los objetivos tanto generales como específicos, la metodología a llevarse a efecto y los equipos, materiales e insumos analíticos utilizados en el desarrollo del mismo.

El capítulo 2 se denomina **Marco Teórico,** este trata de describir y explicar los conceptos fundamentales en este proyecto de tesis, como que es un cemento portland, que es un cemento puzolánico, que representa la zeolita como una puzolana o aditivo mineral, que son los

tratamientos termomecánicos, y también presenta un estado de arte de morteros de estudios realizados que buscan mejoras en las propiedades de los cementos, como último punto describe un análisis multivariado para obtener una relación entre los óxidos principales de las puzolanas y las propiedades atribuidas a los cementos, en base a estos estudios realizados.

El capítulo 3 se denomina **Diseño de Experimentos,** en el cual se hace énfasis a la superficie de repuesta, al diseño de experimentos, a la selección de niveles, factores, variables de respuesta y también se incluye la programación de la metodología experimental.

El capítulo 4 se denomina **Procedimiento Experimental,** este explica los procesos realizados en los materiales desde su recolección en el trabajo de campo, su caracterización, la preparación de las muestras, las pruebas de resistencia a la compresión, la termogravimetría para obtener el grado de amorfización, contenido de hidróxido de calcio, y finalmente los ensayos e índices de puzolanidad.

El capítulo 5 se denomina **Análisis e Interpretación de Resultados,** en el cual se utiliza a la estadística como herramienta principal de análisis. Se realiza un análisis estadístico Anova y a continuación se

presentan los resultados obtenidos por medio de tablas, para ser interpretados, y por último se comprueba el modelo con una bondad de ajuste.

El capítulo 6 se denomina **Conclusiones y recomendaciones,** este se basara en la observación de los resultados obtenidos.

1.6 Equipos, materiales e insumos analíticos.

A continuación se describirán los equipos, materiales e insumos utilizados para la elaboración de este proyecto de tesis:

1) **En el trabajo de Campo.**

GPS.- Sistema de Posicionamiento Global, **GPSmap-76 S**, es un sistema de navegación basado en 24 satélites, que proporcionan posiciones en tres dimensiones, velocidad y tiempo, las 24 horas del día, en cualquier parte del mundo y en todas las condiciones climáticas.

Mapa Geológico.- Para ubicar el lugar de muestreo, se utilizo un mapa de **(Manglaralto y de la ruta vía a la Costa)** en donde se

representa la superficie mediante curvas de nivel que indican el relieve de la tierra.

Combo.- o martillo para poder romper la superficie del terreno donde se muestrea.

Fundas o bolsas.- Se utilizaron fundas Ziploc herméticas para el almacenamiento de las muestras de tamaño 26,8 cm x 27,9 cm y de tamaño 16,5 cm x 14,9 cm.

2) **En el proceso de reducción del tamaño de partículas: Trituración y molienda.**

Trituradora de mandíbulas.- Se utilizó una trituradora marca **Denver** modelo 201659, para la trituración primaria de las muestras luego de ser reducidas a rocas pequeñas con la ayuda de un combo o martillo.

Cuarteador.- Se utilizó un cuarteador marca **Reliance** modelo 184TC2, como trituración secundaria.

Molino de discos.- Se utilizo un molino marca **Denver** luego de que las muestras fueron trituradas y a la vez cuarteadas.

Molino de bolas.- Se utilizó un molino marca **Denver** para la reducción final del tamaño de partículas, luego de los pasos anteriores de reducción del tamaño de grano.

Zaranda.- Se utilizó un tamizador o zaranda eléctrica de marca **Ro-Tap** modelo B para retener material en cada uno de los respectivos tamices colocados por números desde los de abertura mayor hasta los de abertura menor.

Tamices de ensayo.- De aberturas cuadradas y con los siguientes números: 14 – 18 – 40 – 50 – 100 – 200 – 325 – Fondo.

3) **En los tratamientos termomecánicos: Amorfización por Molienda y Calcinación a diferentes temperaturas.**

Molino de rodillos.- Se utilizó un molino de fabricación nacional luego de la reducción del tamaño de partículas a pasante 325 (tamaño menor a 45 μm.), el cual posee una velocidad de 1710 RPM.

Tambor de Alúmina.- Se utilizó un pequeño tambor de alúmina de diámetro 12 cm y altura 12 cm, que girara en el molino de rodillos.

Bolas de Alúmina.- Se utilizaron bolas de 30 mm de diámetro y peso aproximado de 70 g.

Brocha.- Se utilizó una brocha común y corriente para limpiar el interior del tambor que contenía restos del material, después de ser sometidos al tratamiento de molienda.

Horno de resistencias.- Se utilizó un horno de fabricación nacional que tiene paredes refractarias de sílice en forma octogonal y posee tres resistencias independientes con controlador de temperatura. El rango de temperatura va desde los 5 ºC hasta 1200 ºC, con un voltaje de corriente alterna de 120VAC.

Copas de Fundición.- Se utilizaron copas refractarias de sílice para temperaturas mayores a los 1000 ºC.

4) En el proceso de Obtención de arena de uso en morteros.

Tamices de ensayo.- De aberturas cuadradas y con los siguientes números: 5 – 20 – 30 – Fondo, los cuales fueron usados en el mismo tamizador del proceso de reducción del tamaño de partículas.

Olla de lavado.- Se utilizó una olla de lavado de 15 litros hecha de Aluminio.

Estufas electrónicas.- Se utilizaron estufas electrónicas de marca **Memmert**, reguladas por un termostato para que mantenga las temperaturas de 70 ° C y 100 °C respectivamente.

Bandejas y papel de aluminio.- Se utilizaron bandejas de aluminio para depositar la arena húmeda en las estufas, las cuales fueron cubiertas de papel aluminio.

5) **En la prueba de densidad de los materiales:**

Matraz Le-Chatelier.- Se utilizó un matraz marca de vidrio de alta calidad, de acuerdo a la norma **ASTM C 188** para cementos.

6) **En la prueba de resistencia a la compresión.**

Moldes.- Se utilizaron moldes marca **ELE** de bronce forjado de acuerdo a la norma **ASTM C 109/C 109M,** para la confección de cubos de 2 pulgadas de arista.

Apisonador.- Se utilizó un apisonador hecho de goma dura, frágil no absorbente y abrasivo. Con una sección transversal de 1 pulgada y una longitud de 5 pulgadas aproximadamente.

Espátula.- Se utilizó una espátula pequeña, con bordes afilados y mango largo para remover el exceso de material en los moldes.

Mezcladora.- Se utilizó una mezcladora marca **HOBART** modelo N-50 con velocidad máxima de 1725 RPM, voltaje de 15 V, amperaje de 2,85 Amp. y Temperatura máxima de 50°C.

Piscina de Curado.- Se utilizó una piscina marca **ELE** de acero N20 con fondo de acero N20 y recubrimiento de zinc, laminada y con tapón de vaciado de 689 litros.

Cámara de Curado.- Se utilizó un cuarto húmedo de 4 x 3 x 3 m^3, con temperatura promedio de 24 °C y humedad relativa de $\emptyset = 69$ %

Máquina de Ensayos.- 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-FI de 2000 KN.

7) **En la prueba de Termogravimetría.**

Equipo DSC-TGA.- Se utilizó un equipo DSC-TGA modelo **Q600 SDT,** para analizar el comportamiento de las zeolitas con relación a la temperatura. Por citar, los cambios de masa de las zeolitas como una función del tiempo o de la temperatura, en una atmósfera controlada.

Crisoles.- Se utilizaron crisoles de alúmina de 90 µl. de capacidad, reusables, en donde se ubicaron las muestras para ser utilizadas en el quemador del equipo TGA.

8) **Equipos e Insumos analíticos Generales**

Balanza Electrónica.- Para el peso de muestras, líquidos y sólidos se utilizó una balanza electrónica marca **Sartorius** modelo CP4201 con una capacidad de carga máxima de 4200 g. y una precisión de +/- 0.1g.

Desecador.- para la conservación de muestras, con el objetivo de evitar la humedad. Es un recipiente de vidrio, con tapa y en cuyo interior se coloca un absorbente de humedad.

Cronómetro.- Para controlar los tiempos de permanencia en estufa y de enfriamiento, o para medir los tiempos en ensayos de marca **Stopwatch**.

Higrómetro/termómetro digital para ambiente.- Para registrar la temperatura y humedad relativa del ambiente donde se realizan los ensayos.

Termómetro de inmersión.- Para registrar la temperatura que tiene una solución.

Vasos precipitados de 250 ml.- Envases de vidrio o plástico para colocar las muestras con indicador de volumen.

Bastón.- Varilla de vidrio o plásticas para agitar manualmente cualquier sustancia o suspensión.

Morteros y majadores.- Hechos de porcelana, para reducir a polvo las muestras.

Botellas plásticas de 20 ml.- Envases fabricados de plásticos para la conservación de muestras, luego de la ruptura.

Agua Destilada.- Agua, que se le ha eliminado prácticamente la totalidad de impurezas e iones mediante destilación, para utilizarlas

en análisis y en soluciones que no se quiere alterar su química. Fue proveído de un destilador de marca **Boeco.**

Peróxido de Hidrógeno.- Es un compuesto químico con características de un líquido altamente polar, fuertemente enlazado con el hidrógeno tal como el agua, que por lo general se presenta como un líquido ligeramente más viscoso que éste. También conocido como agua oxigenada, es un líquido incoloro a temperatura ambiente con sabor amargo.

Desecante de Silica Gel.- Es un absorbente de humedad con indicador de saturación de marca **J. T. Baker.** Su coloración cambia de acuerdo a la cantidad absorbida de humedad, de azul en su estado 0% absorción hasta color rosa pálido con un 28% de absorción de humedad.

Etanol.- Es un liquido transparente e incoloro con sabor a quemado y un olor agradable característico. Normalmente el etanol se concentra por destilación de disoluciones diluidas. El de uso comercial contiene un 95% en volumen de etanol y un 5% de agua. Ciertos agentes deshidratantes extraen el agua residual y producen etanol absoluto. El etanol tiene un punto de fusión de -114,1 °C, un punto de ebullición de 78,5 °C y una densidad relativa de 0,789 a 20 °C.

Queroseno.- Derivado que se obtiene por destilación del petróleo a presión atmosférica y temperatura entre 150 a 300°C, presenta una volatilidad intermedia entre la de la gasolina y el gasóleo. Está compuesto, principalmente, por hidrocarburos de diez a doce átomos de carbono, por lo que su craqueo permite obtener hidrocarburos de menor número de átomos de carbono.

Nitrógeno gaseoso.- Inerte, incoloro, inodoro e insípido, se licua a muy baja temperatura. Utilizado como el medio circundante (atmósfera) en el análisis térmico gravimétrico.

CAPÍTULO 2

2. MARCO TEORICO.

2.1 Cemento Portland.

Los cementos portland **[3],** son cementos hidráulicos compuestos principalmente de silicatos de calcio hidratados que fraguan y endurecen cuando reaccionan químicamente con el agua. Esta reacción es comúnmente llamada hidratación.

Cuando a las pastas (Cemento, aire y agua) se les coloca agregados (arena, gravas, piedra cuarteada u otro material granular), actúan como un adhesivo y todos estos agregados juntos se unen para formar una masa tal a una piedra, llamada **"Concreto",** el más versátil y extenso material de construcción usado en el mundo. El proceso de hidratación inicia tan pronto como el cemento entra en contacto con el agua. La reacción química produce cementos hidratados.

2.1.1 Composición química del cemento portland.

Durante la operación de calcinación en el proceso de elaboración del clinker de cemento portland, el calcio se combina con otros componentes del total de la mezcla cruda para formar 4 principales compuestos que constituyen el 90 % de cemento por masa. La mezcla a su vez posee Yeso (4 % al 6 %), y otras fuentes de sulfato de calcio, que también son agregadas a la molienda durante el proceso de elaboración.

La química del cemento usa las siguientes abreviaciones para describir los compuestos:

$$A= Al_2O_3,\ C= CaO,\ F=Fe_2O_3,\ S=SiO_2$$

El término “fase” también puede ser usado para describir los “compuestos” del clinker en el cemento portland, las cuales a la vez le imparten las propiedades fisicoquímicas al concreto, estas son:

1) Silicato tricálcico $3CaO\cdot SiO_2$ $= C_3S$
2) Silicato dicálcico $2CaO\cdot SiO_2$ $= C_2S$
3) Aluminato tricálcico $3CaO\cdot Al_2O_3$ $= C_3A$
4) Ferroaluminato tetracálcico $4CaO\cdot Al_2O_3\cdot Fe_2O_3$ $= C_4AF$

El Yeso es la fuente predominante de sulfato encontrado en el cemento.

C_3S y C_2S en el clinker también son conocidas como alita y belita, respectivamente. Alita constituye el 50 % al 70 % del clinker. Mientras belita solo el 15 % al 30 %. Compuestos aluminados constituyen cerca del 5% al 10% del clinker y compuestos ferriticos del 5% al 15% Taylor **[4].** Estos y otros compuestos podrían ser observados y analizados a través del uso de técnicas de microscopio Campbell **[5]** como observamos en la Fig. 2.1.

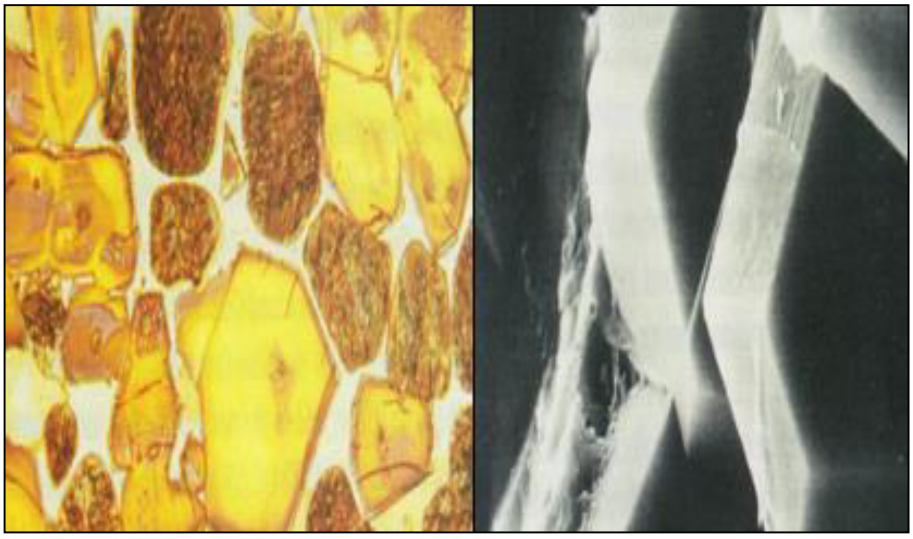


Fig. 2.1. Microscopia aplicada a los cementos.
(A la Izquierda) Exanimación de una sección pulida de cemento portland, en la que se presenta Alita (C_3S) como cristales luminosos angulares y Belita (C_2S) como cristales redondos oscuros Amplificación 400X. **(A la derecha)** Examen de microscopio de electrones (SEM) muestra la microestructura de la Alita (cristales de C3S en cementos portland). Amplificación 3000X.
Fuente: Campbell 1999.

2.1.2 Hidratación del cemento portland.

En presencia de agua, estos compuestos hidratados (químicamente combinados con agua) forman nuevos compuestos que son la infraestructura de las pasta de cementos endurecidas en el concreto como lo muestra la Fig. 2.2.

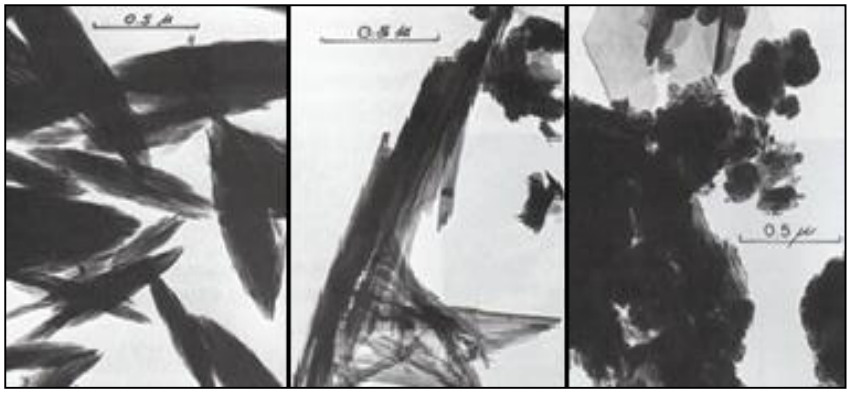


Fig. 2.2. Silicato dicálcico hidratado, Silicato tricálcico hidratado, y Cemento portland normal hidratado.
Fuente (A la izquierda y al medio) Brunauer 1957 y (a la derecha) Copeland and Schulz 1962.

Los silicatos de calcio, C_3S y C_2S, hidratados forman los compuestos hidróxido de calcio y silicato de calcio hidratado.

Los Cementos portland hidratados contienen 15 % a 25 % de hidróxido de calcio y cerca de 50 % de silicato de calcio hidratado por masa. Los esfuerzos y otras propiedades de los cementos hidratados son debidos principalmente a silicatos de calcio hidratados.

C_3A reacciona con agua e hidróxido de calcio para formar Aluminato tricálcico hidratado. C_4AF reacciona con agua para formar Ferroaluminato tetracálcico hidratado.

C_3A, sulfatos (yeso, anhídrido, y otras fuentes de sulfato) se combinan con el agua para formar la Etringita (Sulfato aluminato de calcio hidratado), monosulfatos aluminados y otros compuestos relacionados. Estas transformaciones compuestas básicas en el proceso de hidratación son mostradas en la tabla 5.

TABLA 5

REACCIONES DE HIDRATACIÓN DE LOS COMPUESTOS PRINCIPALES DE CEMENTO PORTLAND

$2(3CaO\cdot Si0_2)$ Silicato Tricálcico	$+ 11\ H_20$ Agua	$= 3CaO\cdot 2SiO_2\cdot 8H_20$ Silicato de Calcio hidratado (C-S-H)	$+ 3\ (CaO\cdot H_2O)$ Hidróxido de Calcio
$2(2CaO\cdot SiO_2)$ Silicato Dicálcico	$+ 9H_20$ Agua	$= 3CaO\cdot 2SiO_2\cdot 8H_20$ Silicato de Calcio hidratado (C-S-H)	$+ CaO\cdot H_2O$ Hidróxido de Calcio
$3CaO\cdot AI_20_3$ Aluminato Tricálcico	$+ 3\ (CaO\cdot S0_3\cdot 2H_20)$ Yeso	$+ 26\ H_20$ Agua	$= 6CaO\cdot AI_20_3\cdot 3SO_3\cdot 32H_2O$ Etringita
$2\ (3CaO\cdot AI_20_3)$ Aluminato Tricálcico	$+ 6CaO\cdot AI_20_3\cdot 3S0_3\cdot 32H_20$ Etringita	$+ 4H_20$ Agua	$=3(4CaO\cdot AI_20_3\cdot S0_3\cdot 12H_20)$ Mono Sulfato Aluminato de Calcio
$3CaO\cdot AI_20_3$ Aluminato Tricálcico	$+ CaO\cdot H_20$ Hidróxido de Calcio	$+ 12H_20$ Agua	$= 4CaO\cdot AI_2O_3\cdot 13H_2O$ Aluminato tricálcico Hidratado
$4CaO\cdot AI_20_3\cdot Fe_20_3$ Ferro aluminato Tetracálcico	$+ 10\ H_20$ Agua	$+ 2\ (CaO\cdot H_2O)$ Hidróxido de Calcio	$= 6CaO\cdot AI_2O_3\cdot Fe_20_3\cdot 12H_20$ Ferro aluminato de calcio hidratado

Fuente: (Tennis and Jennings 2000)

Brunaer **[6],** Copeland **[7],** Lea **[8],** Powers and Brownyard **[9],** y Taylor **[4],** estudiaron y direccionaron la estructura de los poros y la química del cemento. La Fig. 2.3 muestra estimados de los volúmenes relativos de los compuestos en pastas de cementos portland hidratados.

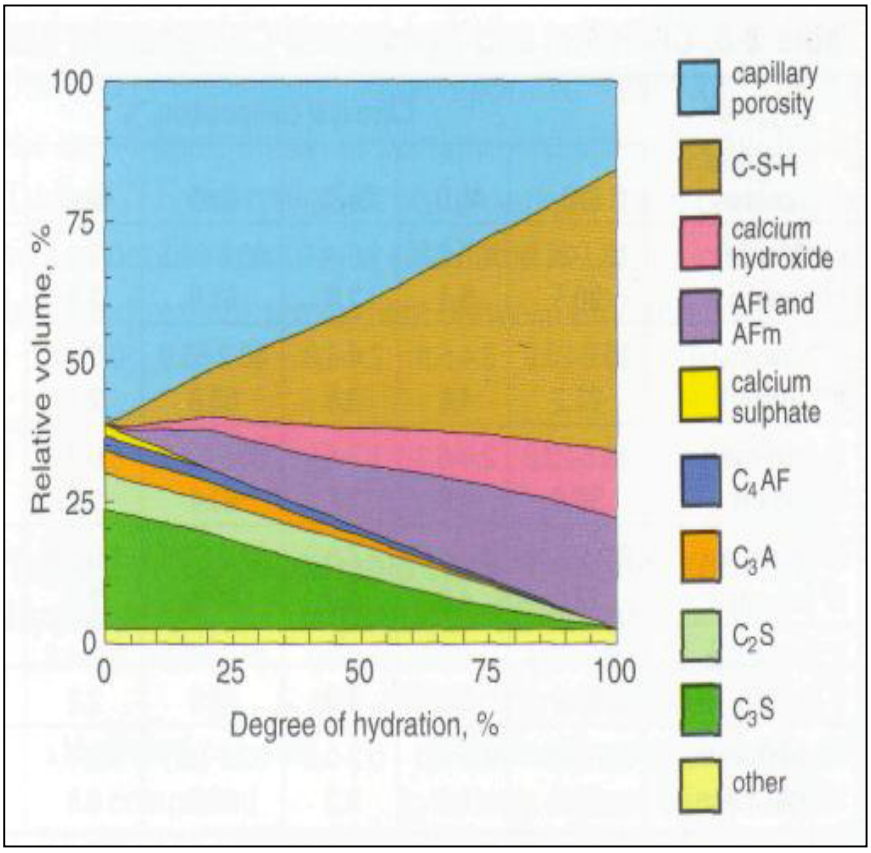


Fig. 2.3. Volúmenes relativos de los compuestos principales en la microestructura de la hidratación de pastas de cementos portland como una función del grado de hidratación.
Fuente (Adaptado de Tennis and Jennings 2000).

2.1.3 Propiedades de los compuestos principales de los cementos.

La cantidad de calcio, silica, y alúmina establece las cantidades de los compuestos principales en el cemento y a su vez las propiedades de los cementos hidratados. Otros elementos menores encontrados y sus efectos en las propiedades del cemento son discutidos por Bhatty **[10].**

Los presentes conocimientos de la química del cemento indican que los compuestos principales de los cementos tienen las siguientes propiedades:

Silicato tricálcico, C_3S, se hidrata y endurece rápidamente, es el principal responsable de iniciar el fraguado y de los tempranos esfuerzos.

Silicato dicálcico, C_2S, se hidrata y endurece muy lentamente y contribuye mayormente a incrementar el esfuerzo a edades después de una semana.

Aluminato tricálcico, C_3A, libera una gran cantidad de calor durante los primeros días de hidratación y endurecimiento. Contribuye ligeramente al desarrollo de tempranos esfuerzos.

Ferro aluminato tricálcico, C_4AF, es el producto resultante del uso de materiales en bruto de hierro y aluminio para reducir la temperatura del calcinación durante el proceso de elaboración del cemento. Se hidrata bastante rápido pero contribuye muy poco a los esfuerzos. Es el principal causante de los efectos de color en los cementos.

La tabla 6 muestra ciertas características fisicoquímicas atribuidas a los compuestos principales de los cementos portland.

TABLA 6

CARACTERÍSTICAS FISICOQUÍMICAS ATRIBUIDAS A LOS COMPUESTOS PRINCIPALES DE LOS CEMENTOS PORTLAND

Características Fisicoquímicas	Compuesto Responsable
Resistencia a la compresión	C_3S – C_2S
Tiempo de fraguado	C_3A – SO_3
Calor de hidratación	C_3A – C_3S
Resistencia al ataque químico	C_3A
Color	C_4AF

Fuente: Instituto mexicano del cemento y del concreto www.imcyc.com

2.1.4 Tipos de Cementos portland.

Los cementos portland son usados en todos los aspectos de la construcción del concreto. Diferentes tipos de cementos portland son fabricados de acuerdo a diferentes requerimientos físicos y químicos necesarios para propósitos específicos.

De acuerdo a los requerimientos de la norma **ASTM C150,** "Standard Specification for Porltland Cement", **[11],** clasifica 5 tipos de cementos que a continuación se detallan:

1) Tipo I Normal
2) Tipo II Moderada resistencia a los sulfatos
3) Tipo III Alta resistencia rápida
4) Tipo IV Bajo calor de hidratación
5) Tipo V Alta resistencia a los sulfatos

2.1.4.1 Cementos Portland Tipo I.

Son cementos usados para propósitos generales en donde no se requiera las propiedades especiales que poseen los otros tipos. Sus aplicaciones principales se dan en el hormigón lo que incluye pavimentos, suelos,

edificios de concretos reforzados, puentes, tanques, depósitos, cañerías, unidades de albañilería, y productos prefabricados de concretos.

2.1.4.2 Cementos Portland Tipo II.

Son cementos usados para prevenir el ataque de los sulfatos como su principal función. Entre sus principales aplicaciones están las estructuras de elementos expuestos a suelos y aguas donde las concentraciones de sulfato son más elevadas que las normales, pero no tan severas. Además por generar menos calor de hidratación, es también usado en estructuras de considerable masa, como fundiciones largas y paredes que poseen grandes espesores. Su uso reducirá los riesgos provocados por el incremento de temperatura, que es importante considerar cuando el concreto es colocado en lugares calurosos.

2.1.4.3 Cementos Portland Tipo III.

Son cementos que proporcionan grandes esfuerzos en periodos tempranos, por lo general una semana o

menos. Son químicamente y físicamente similares a los cementos portland tipo I, excepto que su granulometría es más fina. Sus principales usos están en estructuras que necesitan ser puestas en servicio rápidamente. En lugares fríos permite la reducción en el tiempo de curado.

2.1.4.4 Cementos Portland Tipo IV.

Son cementos usados donde las proporciones y cantidades de calor generado desde la hidratación deben ser minimizadas. Estos cementos desarrollan esfuerzos a bajas proporciones que los otros tipos existentes. Su uso esta aplicado en estructuras de concreto macizas, como diques de gravedad grandes dónde el incremento de temperatura resultada del calor generado durante el endurecimiento el cual debe ser minimizado.

2.1.4.5 Cementos Portland Tipo V.

Son cementos usados en concreto expuestos a acciones severas de sulfatos, principalmente en suelos y aguas que tienen grandes contenidos de sulfatos. Estos cementos al igual que los otros cementos no son

resistentes a ácidos y otras sustancias altamente corrosivas. La tabla 7 muestra los requerimientos del concreto a ataques de sulfato.

TABLA 7

REQUERIMIENTOS DEL CONCRETO A LOS ATAQUES DE SULFATOS

Clase de exposición	Grado de exposición	Sulfatos (SO_4) en Suelos (%)	Sulfatos (SO_4) en agua (mg/l)	Cemento a utilizarse
S-1	Muy severo	Mayor a 2	Mayor 10000	Tipo V
S-2	Severo	0,2 a 2	1500 a 10000	Tipo V
S-3	Moderada	0,1 a 0,2	150 1 1500	Tipo II – IV – V

Fuente: CSA Standard A23.1

2.2 Cementos puzolánicos.

Las mezclas de cementos son usadas en todos los ámbitos de las construcciones de concreto de la misma forma como los cementos

portland. Son el origen de reemplazar parte del cemento portland por otros materiales que hacen la función de material cementante. Los cementos mezclados a veces son diseñados para ser usados en combinación con puzolanas o escorias, de allí el término cementos puzolanicos.

Los cementos puzolánicos en general **[12],** son el producto resultante de la adición al cemento portland normal de material puzolánico. Dicha unión puede efectuarse en el estado de clinker, para ser molidos conjuntamente a la fineza adecuada o también directamente con el cemento, antes de ser empacado o antes de la mezcla total.

2.2.1 Tipos de Cementos puzolánicos.

De acuerdo con la norma **ASTM C 559**, "Standar Specification for Blended Hydraulic Cements", **[13],** Los cementos puzolánicos pueden ser clasificados como se indica a continuación:

1) IP
2) I(PM)

2.2.1.1 Cementos puzolánicos IP.

Son cementos con adición puzolánica natural o industrial que poseen de 15 - 40% de puzolana, y bajo ciertas condiciones produce una pasta hidratada no saturada con respecto al hidróxido de calcio debido a la cantidad de sílice reactiva.

2.2.1.2 Cementos puzolánicos I(PM).

Son cementos con un porcentaje de adición puzolánica menor al 15%, lo que hace que se produzca una pasta saturada debido a una menor presencia de adición. El contenido residual de portlandita depende de la reactividad de la puzolana, de la cantidad generada por el clinker patrón durante su hidratación, así como de la reacción puzolana/cemento.

2.2.2 Tipos de puzolanas.

Diversos materiales cementantes han sido adicionados al concreto como parte del total del sistema cementante. Estos han sido utilizados en adición o como reemplazante parcial de los

cementos portland en la formación del concreto. Estos materiales son conocidos como puzolanas.

Puzolana, según el criterio de Lea **[14]** adoptado por las actuales normas del ASTM, es el material silíceo que no siendo aglomerante por sí mismo o en muy baja magnitud contiene elementos que se combinan con la cal en presencia del agua, a temperaturas ordinarias, formando compuestos de escasa solubilidad que presentan propiedades aglomerantes.

Existen 2 tipos, las puzolanas naturales y las puzolanas artificiales.

2.2.2.1 Puzolanas naturales.

Para fines de la construcción, las puzolanas naturales son consideradas en general como materiales de naturaleza silícea. De acuerdo a la norma ASTM C 618, Uso de puzolanas naturales en el concreto" han sido denominadas como tipo N.

A continuación se presentan algunas puzolanas naturales:

- **Cenizas Volcánicas (Natural Fly Ash):** Estas se forman por erupciones de carácter explosivo, en pequeñas partículas templadas a temperatura ambiente, originando la formación de estado vítreo.

- **Tobas Volcánicas (Zeolitas):** Son el producto de la acción hidrotermal sobre las cenizas volcánicas y su posterior cementación.

- **Diatomeas:** De origen orgánico, formadas por depósitos de caparazones silíceos de microscópicas algas acuáticas unicelulares (Diatomeas).

2.2.2.2 Puzolanas artificiales.

Las puzolanas artificiales son sub-productos industriales y de materiales tratados térmicamente.

Existen diversos tipos y a continuación se presentan algunas:

- **Cenizas Volantes (Artificial Fly Ash):** Sub-producto de centrales termoeléctricas que utilizan carbón

pulverizado como combustible. Es un polvo fino constituido de partículas esféricas.

- **Humo de Sílice (Silica Fume):** Conocidas también como micro sílice. Son Sub-producto de la reducción del cuarzo de alta pureza con carbón en hornos de arco eléctrico para la producción de silicio y aleaciones ferrosilícieas.

- **Escoria: (Ground granulated blast-furnace slag):** Esta hecha de los residuos por combustión en los hornos en el proceso de producción del hierro, consiste esencialmente de silicatos y aluminosilicatos de calcio.

- **Arcillas activadas térmicamente:** Las arcillas naturales no presentan actividad puzolánica al menos que su estructura cristalina sea destruida, mediante un tratamiento térmico a un rango de temperatura entre 600 a 900 °C.

2.2.3 Propiedades fundamentales de las puzolanas en los cementos.

La adición de la puzolana confiere propiedades ventajosas para los cementos, tales como mayor resistencia, menor calor de hidratación, durabilidad, entre otras. A continuación se explicará algunas de estas propiedades.

- **Resistencia**

  El desarrollo de resistencia en concretos que contienen puzolanas tiene como regla general el incremento en las resistencias finales comparadas con los de los cementos Portland puros (sin adiciones).

- **Calor de hidratación**

  La cinética de hidratación de un clinker Portland mas yeso, es modificada por la presencia de puzolana, mientras que el calor de hidratación de un cemento puzolánico a los 7 o 28 días es inferior a la de un Portland puro (clinker mas yeso), la generación de calor durante las primeras horas es acelerada y superior a la de éste en la presencia de puzolana.

La Fig. 2.4 muestra algunas puzolanas mezcladas con cemento portland y su calor total durante las primeras horas.

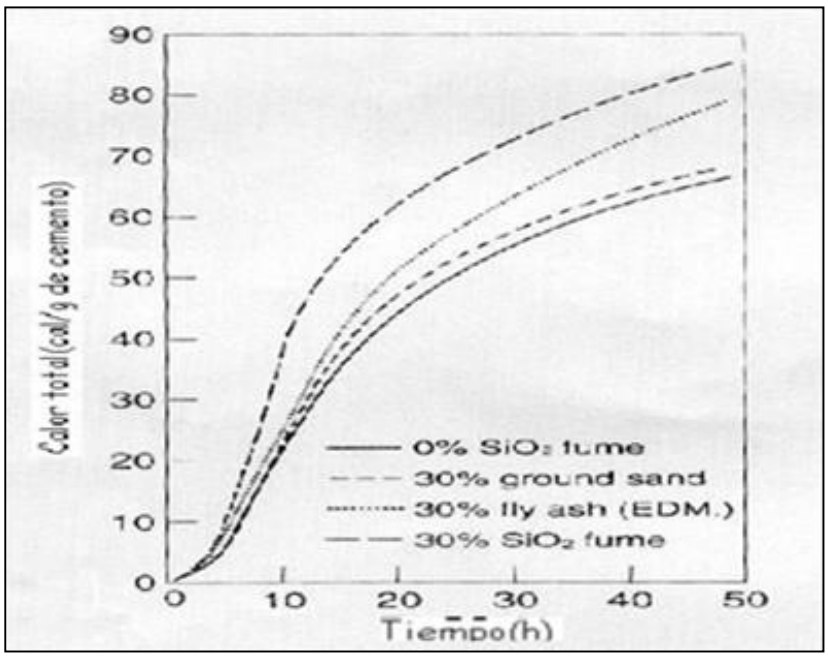


Fig. 2.4. "Calor total de varios cementos mezclados durante el proceso de hidratación".
Fuente: Design and Control of Concrete Mixtures, Cement Association of Canada.

- **Durabilidad**

La capacidad del concreto de mantener el desempeño estructural con el paso del tiempo no depende exclusivamente de las propiedades del cemento, más bien influyen en esta toda una gama de propiedades del concreto.

Existen varios parámetros que influyen en mayor o menor grado para lograr un concreto durable, estos son:

1) Duración del periodo de curado
2) Relación agua – cemento
3) Contenido de humedad
4) Humedad ambiente
5) Temperatura
6) Otros

- **Fraguado**

El fraguado de cementos que contienen puzolanas naturales no difiere de los valores típicos encontrados en los cementos Portland, por el contrario, cementos compuestos con ceniza volante o humo de sílice tienden a prolongar el fraguado.

- **Fluencia**

Esta propiedad se relaciona estrictamente con la resistencia, relación agua–cemento y el curado del concreto. Ya que la adición de puzolanas retarda la ganancia

temprana de resistencias es de esperar que la fluencia específica de los cementos puzolanicos sea mayor que la de los cementos Portland si el concreto ha sido cargado tempranamente; esta condición puede tener un efecto positivo ya que permitirá el asentamiento de estructuras masiva.

2.3 Zeolita.

Según la **International Zeolite Association (IZA), [15] "**Una Zeolita está caracterizada por una estructura de tetraedros enlazados, los cuales consisten en cuatro átomos de oxígeno que rodean a un catión. Estas estructuras o redes contienen cavidades en forma de canales y cajas que comúnmente están ocupadas por moléculas de agua y cationes que comúnmente son intercambiables.

Los canales son lo suficientemente largos para permitir el paso de especies huéspedes. En la fase hidratada de este mineral la deshidratación ocurre a temperaturas por debajo de los 400 ºC y su rehidratación es reversible.

Según Smith, las zeolitas son alumino-silicatos con una estructura que contiene cavidades ocupadas por iones y moléculas de agua, las

cuales tienen gran libertad de movimiento, de tal modo que posibilitan el intercambio iónico y la deshidratación reversible. La Fig. 2.5 muestra como ejemplo una estructura zeolítica donde se encuentra la clinoptilolita que es un aluminosilicato de sodio, potasio y calcio hidratado.

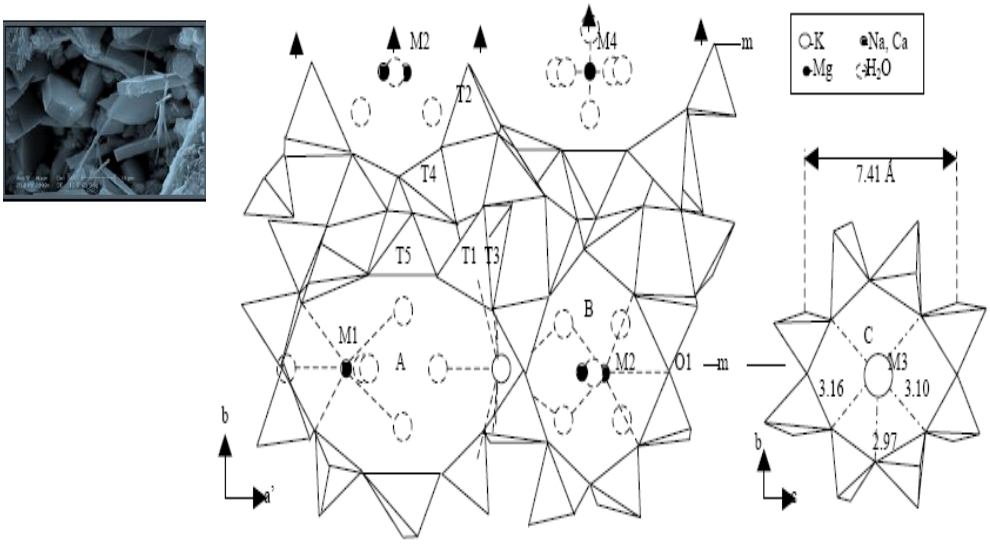


Fig. 2.5 Cristales de la clinoptilolita y componentes principales de su estructura molecular.
Fuente: Características y propiedades de la Zeolita: Teresa Holguín.

Dado que se conocen más de 40 especies de zeolitas y éstas presentan diferencias tanto por su estructura cristalina como por sus cationes asociados, una fórmula general que defina en su conjunto a una zeolita, se puede expresar como:

$$(Na,K)_x(Ca,Mg,Sr,Ba)_y[Al_{(x+2y)}Si_{2-(x+2y)}O_{2z}].nH_2O$$

Donde:

$0.0 \leq x \leq 0.5z$

$0.0 \leq y \leq 0.25z$

$0.12 \leq x+2y \leq 0.5z$

$0.29 \leq n \leq 1.33z$

La fórmula química de la celda unitaria de una zeolita según la más reciente definición puede escribirse como:

$$xM^{+}_{1/n}[(T_{(1)}O_2)_{y(1)}(T_{(2)}O_2)_{y(2)}...]_m \; x^{-}.zA$$

Donde:

M: catión de valencia n (x>0)

T: T(1), T(2),…..: elementos del esqueleto cristalino

A: agua, moléculas diversas, pares iónicos (z>0)

y esta fórmula resulta más completa, respondiendo mejor a los conocimientos científicos actuales.

2.3.1 Características generales de las Zeolitas.

Hoy en día, el término Zeolita engloba a un gran número de minerales naturales y sintéticos que presentan características

comunes. Las definiciones más recientes reflejan las evidencias experimentales de estructuras cristalinas formadas por tetraedros donde no solo aparecen átomos de Si y Al, sino también átomos de B, Be, Co, Ba, Ge, Fe, P, Zn.

Las principales características atribuidas a las zeolitas se resumen en la tabla 8, estas dependen esencialmente de la estructura y de la composición química de los sólidos

TABLA 8

CARACTERISTICAS GENERALES DE LAS ZEOLITAS

- Diámetro de poro: 2 a 12 Å
- Diámetro de Cavidades: 6 a 12 Å
- Superficie interna: Varios cientos de m^2/g
- Capacidad de intercambio catiónico: 0 a 650 meq/100g
- Capacidad de Absorción: < 0,35 cm^3/g
- Estabilidad térmica: desde 200 °C hasta más de 100 °C

Fuente: Giuseppe Giannetto Pace, Zeolitas

2.3.2 Aplicaciones industriales de las Zeolitas.

Debido a las diversas propiedades de las zeolitas, estas han tenido un gran interés de estudio y han sido utilizadas de acuerdo a las características y propiedades que se le atribuyen. Son usadas como: absorbentes, intercambiadores iónicos, catalizadores.

1) **Como adsorbentes**

Puesto que la capacidad de adsorción de las zeolitas depende del volumen poroso y del diámetro de los poros, de allí el nombre de tamices moleculares, esto permite que ellas sean utilizadas como adsorbentes en procesos de purificación como en procesos de separación.

2) **Como intercambiadores iónicos**

Silicoaluminatos muy ricos en aluminio tales como las zeolitas A y X son usados como intercambiadores iónicos para disminuir la dureza de aguas domésticas e industriales y para la purificación de aguas servidas. Esta capacidad de intercambio en los últimos tiempos se ha aprovechado para

utilizar a ciertas zeolitas como soporte de fertilizantes, drogas medicinales y desechos radioactivos.

3) **Como catalizadores**

Numerosos procesos industriales de refinación, petroquímica y química fina utilizan catalizadores a base de zeolitas. El reemplazo de catalizadores convencionales por zeolitas en numerosos procesos es debido a mejoras en la actividad y en la selectividad. Estas mejoras están relacionadas a una mayor acidez y a estructura cristalinas que por el tamaño de sus poros ejercen una selectividad geométrica o de forma tanto en los reactivos y productos como a los estados de transición.

En la industria también han sido utilizadas en las siguientes aplicaciones:

- **En tratamientos de residuos nucleares**

Las zeolitas naturales adsorben de manera selectiva Cesio 134, Cesio137 y Estroncio 90 cuando se pasan fluidos radioactivos por columnas de filtrado constituidas por dichos minerales.

- **En los tratamientos de residuos metalúrgicos y mineros**

  Las zeolitas han demostrado una gran aptitud para el tratamiento de los efluentes de plantas de tratamientos de metales férricos y básicos, fundiciones y refinerías. Existen diversas técnicas para recuperar metales valiosos una vez que estos han sido adsorbidos por las zeolitas, como resultado del tratamiento de los efluentes antes mencionados. Una posibilidad es añadir la zeolita cargada al concentrado que entra a la fundición, la otra es utilizar técnicas hidrometalúrgicas (elusión de una cama de zeolita con una disolución de cloruro sódico de elevado pH seguido de recuperación electrolítica). Esta técnica también se puede utilizar para el tratamiento de los efluentes y estériles ácidos de la minería de sulfuros.

- **En la nutrición animal**

  La adición de zeolitas a los piensos de alimentación animal mejora la eficiencia alimenticia del pienso, mejorando así la calidad de la carne y la cantidad de leche o huevos producida.

En el caso de rumiantes, la adición de zeolitas permite la absorción del amoniaco que se forma al contener el pienso compuesto con elevado contenido de nitrógeno, que es posiblemente liberado lentamente durante la fase de fermentación, lo que contribuye a su fácil alimentación**. Una adición de un 5% de clinoptilolita** al paso mejora el apetito de los animales con lo que se obtiene un mayor peso que con norma.

- **En la Acuicultura**

Se ha demostrado que las zeolitas y en especial la clinoptilolita y la mordenita pueden eliminar entre 97 y un 99% del amoniaco en aguas con contenidos de amoniaco de tan solo 0.3 mg/l. Esta propiedad es especialmente útil en las piscifactorías donde el hinchamiento de peces pueden provocar contenidos excesivos de amoniaco en el agua.

- **En el control de Malos Olores**

En este campo, los usos de las zeolitas pueden abarcar desde las camas de gatos hasta las plantillas para zapatos. La excelente capacidad de intercambio iónico y selectividad

por el amoniaco, hace que las zeolitas sean especialmente aptas para estos usos

- **En el tratamientos de suelo**

  Las zeolitas también han resultado beneficiosas en el tratamiento de suelo, debido a sus propiedades de intercambio iónico y retención de agua. La elevada selectividad frente **al amoniaco de la clinoptilolita** da como resultado que este sea despreciado lentamente, al mismo tiempo que mejora la capacidad de retención de nitrógeno del suelo al aumentar la capacidad de intercambio iónico del conjunto.

- **En los materiales de Construcción**

  Se han utilizado **zeolitas naturales** como aditivos puzolánicos al cemento. Las rocas zeolíticas poseen actividad puzolánica que se traduce en la reacción del CaO con el aluminosilicato, así se obtienen los mismos productos que en la reacción directa del cemento natural y obteniendo mejoras en las propiedades estructurales.

2.3.3 Zeolita como puzolana.

La actividad puzolánica de las zeolitas depende de su composición química y mineralógica. Las propiedades de puzolanidad de las zeolitas **[16],** son debidas a su SiO2 reactivo y Al2O3 que reaccionan con el Ca(OH)2 liberado durante la hidratación del cemento y convirtiéndolo en los silicatos de hidróxido de calcio (C–S–H) y aluminatos.

2.4 Tratamientos Termomecánicos.

En años recientes un sin número de tratamientos han sido desarrollados para alterar las propiedades físico, químicas, estructurales y superficiales de los materiales. De los que se puede citar: Calcinación a diferentes temperaturas, amorfización por molienda, acidificación, Caolinización por tratamientos con óxidos de Sodio (Na), Calcio (Ca), Magnesio (Mg), y potasio (K) a 100 °C y por varias combinaciones de estos tratamientos.

En este proyecto de tesis se desarrollará la combinación de los 2 primeros tratamientos, la amorfización por molienda que es un tratamiento mecánico y la calcinación a diferentes temperaturas que es un tratamiento térmico. A la combinación de estos dos tratamientos se los denomina **tratamiento termomecánico,** utilizado para reducir

la cristalinidad de los materiales, es decir hacerlo más amorfo. De allí el término Amorfización.

2.4.1 Amorfización por molienda.

Moler un material inorgánico como las puzolanas **[17],** causa la desintegración de partículas y la consecuente formación de nuevas superficies activas además de cambiar sus propiedades fisicoquímicas que disminuyen su cristalinidad e incrementan su superficie reactiva. Estos efectos son observados principalmente cuando el material es molido en equipos que involucran a las fuerzas de impacto y de fricción sobre las partículas. (Por ejemplo los diferentes tipos de molinos, oscilantes, vibratorios, planetarios, etc.).

Los cambios en el área superficial, en el tratamiento de molienda ocurre en tres pasos: Formación de nuevas superficies, agregación (Decrecimiento monótono del área superficial con el tiempo de molienda) y aglomeración (Decrecimiento del área superficial).

Es muy probable que moler cause un cambio bastante grande de temperatura a un punto de contacto específico para las uniones

AL-OH distorsionadas, llevando en si a la deshidroxilización y la formación de nuevas moléculas de agua. El agua es formada por la interacción de dos grupos de hidroxilos en un proceso en 2 pasos. En el primer paso, un grupo del hidroxilos se disocia por la transferencia de un protón dejando un oxígeno químicamente garantizado, como un anión del super-oxido. Y en el segundo paso, el protón liberado en el primer paso hace que el otro grupo de hidroxilos formen una molécula de agua. Si el proceso involucra dos grupos adyacentes OH, entonces es homogéneo; por otra parte, si la difusión ocurre y la molécula de agua se forma en una superficie exterior, el proceso es heterogéneo.

A pesar de las evidencias previas, algunos aspectos de los cambios atribuidos a la molienda todavía no son tan claros.

2.4.2 Calcinación a diferentes temperaturas.

Durante la calcinación de un material inorgánico, **[15]** ocurrirán transformaciones tales como deshidratación, deshidroxilización, cambios de fase, e incluso colapso estructural, todas en función de la atmosfera y de las temperaturas empleadas.

En el caso de las puzolanas naturales, el tratamiento de calcinación es utilizado para encontrar el óptimo grado de puzolanidad, que por lo general se da entre el final de la deshidroxilización y el comienzo de la re-cristalización.

Los efectos por la influencia de la temperatura han sido estudiados por espectroscopia infrarroja, sin embargo otros comportamientos como modificaciones estructurales también pueden ser analizados usando este método.

Entre las principales técnicas de estudio, los métodos térmicos aparecen en una posición destacada, precisamente donde ocurren las reacciones de transformación estructural, de modificaciones y/o utilización. Entre estas técnicas se tiene: Análisis térmico diferencial (TDA) y el análisis térmico gravimétrico (TGA).

La temperatura característica a la cual ocurre un cambio térmico, para una muestra dada, depende tanto de la naturaleza del sistema bajo estudio (Composición de la muestra y de la atmósfera circundante) como de cualquier otro factor que pueda afectar la cinética de la transformación.

2.5 Estado de Arte de Morteros.

El presente estado de arte muestra el contenido de algunas investigaciones relacionadas con morteros, conformados por Cemento portland Tipo I, mezclados a la vez con diferentes puzolanas y agregados finos, de acuerdo a las normativas internacionales existentes y de la búsqueda constante de mejorar las propiedades estructurales de los cementos.

Yong-Xin Li, Yi Min Chen, Jiang-Xiong Wei, y otros en su estudio sobre el cemento y el concreto realizaron una investigación sobre "La relación entre la porosidad de las pastas de cementos con aditivos minerales y la resistencia a la compresión de morteros hechos en base a estas pastas", **[18].** En este estudio el cemento portland ordinario (Tipo I) fue mezclado con diferentes aditivos minerales (Escoria de hierro, Escoria de hierro granulada y Ceniza volante) que fueron recogidas de diversas partes de **China.** Las cantidades de reemplazo en los cemento por aditivo mineral fueron de 10, 20, 30, y 40 %. Para la parte experimental las pastas fueron preparadas de acuerdo a la norma **China** GB1346-77, cubos de 2 x 2 x 2 cm, con ratio de agua/mezcla de 0,44; todas fueron curadas en agua a 20±2 °C por 3, 7, 28, 90, y 180 días, la hidratación fue parada usando etanol. La porosidad fue realizada con un micrómetro 9420 de mercurio. Los

morteros fueron conformados de acuerdo a la norma **China** GB177-85, con ratio de mezcla/arena/agua de 1:3:0,44, y cubos de 4 x 4 x 4 cm y fueron curados como las pastas hasta su respectiva ruptura a los días mencionados. Como conclusiones se determinó que las cenizas volantes y la escoria de hierro incrementaron la porosidad del cemento portland a las respectivas edades, mientras la escoria de hierro granulada disminuyó la porosidad del cemento portland después de los 28 días. Y la resistencia a la compresión se vio incrementada con los aditivos minerales. A los 28 días la resistencia a la compresión de las muestras con escoria de hierro y cenizas volantes fue menor que el de cemento portland puro, mientras que el de escoria de hierro granulada lo supero. Después de los 90 días la resistencia de las muestras con 10 a 30 % con los diferentes aditivos minerales excedió a la muestra de cemento puro.

Khandaker M. Anwar Hossain, en estudios relacionados a cementos y concretos efectuaron una investigación sobre “Cementos mezclados usando cenizas volcánicas y piedras pómez.”, **[19]**. En este estudio se utilizó cemento portland tipo I denominado PARADISE, y 2 aditivos minerales consistentes en cenizas volcánicas y piedras pómez recolectados del este de Nueva Inglaterra, provincia de Papua, **Nueva Guinea**, denominadas VA y VPP. Las cantidades de reemplazo en

los cementos comprendieron a rangos desde 0 a 50 %. A las pastas de cemento se les realizó las pruebas de consistencia normal y tiempo de fraguado de acuerdo a la norma **Australiana** AS/NZS 2350.3:1999 y AS/NZS 2350.4:1999, en donde 10 muestras fueron preparadas. Para calcular la resistencia a la compresión fueron conformados cubos de 70 mm. de acuerdo a la norma **Australiana** NZS2350.11:1977 la cual utiliza una relación de mezcla / arena (Cemento + VA o VPP / Arena) de 1:3 por masa. Los cubos fueron removidos luego de 24 horas y curados en agua hasta su ruptura a los 1, 3, 7, 28 días. Como conclusiones en base a las pruebas realizadas se encontró que el cemento portland, VA y VPP presentaron resultados alentadores comparándolos con las cenizas volantes (Común aditivo de la región) en combinación con el cemento, y mostraron buen potencial para su manufactura, ya que presentaron alto tiempo de fraguado y bajo calor de hidratación usando 20 % de adición en vez de cemento.

Rodríguez-Camacho y Uribe-Afif en investigaciones sobre el cemento y el concreto, estudiaron “La importancia de usar Puzolanas naturales para la durabilidad del concreto”, **[20],** el objetivo de este estudio fue documentar el comportamiento de 9 puzolanas naturales usadas para producir cemento en **México.** La proporción de los morteros consistió en 1 parte de cemento y 2,75 de arena de acuerdo

a la norma **ASTM C109.** Se confeccionaron cubos de 50 mm de arista y fueron probados a los 3, 7, 28 días. La arena utilizada para hacer estos morteros está de acuerdo con la norma **ASTM C 778.** También fue efectuado el ensayo a la tensión para determinar el cambio de longitud de las barras guardadas en 5 % de solución de sulfato de sodio, en donde se confeccionaron morteros de acuerdo a la norma **ASTM C 1012**, especímenes de 25 x 25 x 285 mm. Al final de la investigación se determinó que ciertos cementos que contenían puzolanas con alta actividad o bajo contenido de alúmina mejoraron sus resistencias al ataque de sulfatos y presentaron mejorías en la resistencia a la compresión luego de los 28 días en comparación con las mezclas de cemento puro.

Ganesan, Rajagopal y Thangavel, en estudios relacionados con el cemento y el concreto, realizaron una investigación llamada "Evaluación de las cenizas de bagazo como material cementante suplementario" **[21]**, el objetivo planteado fue evaluar este material con referencia a las propiedades de los concretos. Las cantidades de reemplazo de ceniza de bagazo por cemento fueron de 5, 10, 15, 20, 25, 30 % por masa y se denominaron como B1 hasta B6 para las pastas y como M1 hasta M6 para los morteros. Se utilizó cemento ordinario conforme a la norma **India** IS 8112-1995**,** y arena de río

pasante 1,18 mm con fineza de 2,85 y gravedad especifica de 2,55 como agregado fino. Para la resistencia a la compresión de los morteros se confeccionaron cubos con proporción 1:3 y fueron curados en agua durante 7 y 28 días, conforme a la noma **India** IS 4031-Part6-1995. De la presente investigación se pudo concluir que reemplazando 20% de bagazo en vez de cemento portland no ocasiona ningún efecto perjudicial en las propiedades estructurales del concreto y se tiene como ventajas el rápido desarrollo de la resistencia a la compresión, al igual que una reducción en la permeabilidad del agua en conjunto con una apreciable y significativa resistencia a la penetración de cloruros.

Tangpagasit, Cheerarot, Jaturapitakkul, Kiattikomol, realizaron un estudio sobre "El efecto de Empaquetamiento y reacción puzolánica de las cenizas volantes en morteros", **[22].** Para la determinación de este trabajo se conformaron morteros con cemento portland tipo I mezclados con 20 % de cenizas volantes. El efecto de empaquetamiento es determinado por la diferencia entre la muestra estándar y la mezcla que se obtiene al reemplazar el cemento por la ceniza volante, teniendo los mismos días de curado. Los materiales de esta investigación consistieron en cemento portland tipo I, arena de río pasante N16 y retenido N100 y cenizas volantes de la planta de

energía de MAE MOH en **Tailandia.** Para la confección de los cubos se utilizó la relación 1:2,75 por masa, y un ratio de agua/mezcla de 0,485. Todos los cubos medían 50 mm por arista, y fueron curados en agua con cal durante 3, 7, 14, 28, 60 y 90 días hasta su ruptura. Los resultados mostraron que desde los 3 hasta los 90 días, la diferencia en el índice de actividad de la fuerza de los morteros debido al efecto de empaquetamiento de las cenizas volantes con tamaño medio de partículas de 2,7 a 160 μm. es casi constante cerca del 22% de la fuerza de los cementos portland tipo I puros.

Duran Atis, Kilic, Korkut Sevim, realizaron un estudio sobre las propiedades del cemento y concreto, el cual trataba sobre "La resistencia y las propiedades de encogimiento de morteros que contienen cenizas volantes con gran contenido de calcio", **[23].** En este trabajo se utilizó Cemento ordinario tipo I, como aditivo mineral se recolectaron cenizas volantes de la planta de energía de Afsin-Elbistan en **Turquía** y el agregado fino fue arena cuarteada con cuarzo con tamaño de grano de 4 mm de acuerdo a la norma **ASTM C33**. La proporción para las mezclas fue de 1:2:0,4 para cemento, arena y agua. Para los propósitos de la evaluación de la influencia de las cenizas volantes y particularmente las propiedades de encogimiento, se confeccionó morteros con 10, 20, 30 y 40 % de cenizas volantes en

reemplazo del cemento portland. Para la prueba de resistencia a la compresión las medidas de los prismas fueron de 40 x 40 x 160 mm, luego de 24 horas se desmoldaron y se colocaron en un cuarto húmedo a 20 ± 2 °C con humedad relativa de 65 % hasta su respectiva ruptura a los 1, 3,7, 28 días. Y para la prueba de encogimiento fueron preparados prismas de 25,3 x 25,3 x 284,6 mm y desmoldados al día siguiente. Se tomó las longitudes iníciales y se colocaron en un cuarto húmedo. Como conclusiones se determinó que las muestras de morteros con adición de cenizas volantes presentaron resultados satisfactorios en su resistencia a la tensión y compresión después del primer día. Las mezclas con 10 y 20 % de cenizas volantes tuvieron valores comparables a los 28 días con respecto a la mezcla de cemento puro, lo que garantiza una reducción de material cementante para la industria. Como parte de las pruebas de encogimiento se obtuvo una reducción del 30 al 40 % en comparación con las mezclas de cemento puro y también se determinó que las mezclas de 40 % de cenizas volantes se expandieron en vez de encogerse.

C.S Poon, Y.L Wong y Lam, en investigaciones de materiales de construcción, estudiaron “La influencia de diferentes condiciones de curado sobre las estructuras de los poros y propiedades de las pastas

de cementos y morteros con cenizas volantes", **[24].** Los materiales utilizados fueron cemento portland tipo I de acuerdo a la norma **inglesa** 12 y ceniza volante según la norma 3892, y el agregado fino fue arena de río y granito. Se utilizó una relación agua/mezcla de 0,49 y de 0,44. Hubo mezclas con superplastizantes y sin superplastizantes. Se prepararon mezclas reemplazando 15 y 25 % de cemento por cenizas volantes para las mezclas de 0,49, y una adición de 10 % extra para las mezclas de 0,44. Para las pruebas de resistencia a la compresión de las pastas y morteros se confeccionaron cubos de 70,7 mm y fueron curados en 2 ambientes distintos, en agua a 27 °C y en aire a 15 °C y humedad relativa de 60 %. Las piezas fracturadas de las pastas y morteros fueron sumergidas en acetona para detener la hidratación del cemento. En la prueba de permeabilidad del agua fueron construidos cilindros de 200 mm de diámetro y 220 mm de longitud y se utilizó un permeámetro a una presión constante de agua de 2 ± 0,05 Mpa. Y en la prueba de penetración de cloruros se confeccionaron cubos de 150 mm, los cuales fueron sumergidos en 5 M de solución de Clorhidrato de Sodio por 28 días. Como conclusión general se presentó que las cenizas volantes tienen diferentes influencias significativas en los parámetros de resistencia, porosidad, y durabilidad en las pastas y morteros cuando los materiales son sujetos a diferentes condiciones de curado.

B. Yilmaz, A. Ucar, B. Oteyaka, V. Uz, realizaron investigaciones sobre construcción y medio ambiente, en las que estudiaron las "Propiedades de tobas zeoliticas (Clinoptilolita) mezcladas con cemento portland". **[25]**. Los materiales utilizados en esta investigación fueron cemento portland clinker y yeso, clinoptilolita proveniente de los depósitos de boro de la región de Balikesir Bigadic en **Turquía,** como agregado fino se utilizó arena estándar de acuerdo a la norma turca TS EN 196-1 y agua municipal proveniente de la misma región. Se prepararon morteros para los cementos mezclados y la referencia (cemento puro), reemplazando 5, 10, 20 y 40 % por Zeolita. Las proporciones utilizadas en estas mezclas fueron de 340 g. de cemento, 1350 g. de arena, 225 ml. de agua de acuerdo a la norma **Turca** TS EN 196-3**.** Para la prueba de resistencia a la compresión fueron confeccionados prismas de 40 x 40 x 160 mm, los cuales fueron desmoldados a las 24 horas y colocados en una piscina de agua en un cuarto especial a 20°C hasta su ruptura a los 1, 2, 7 y 28 días de curado. Al final de esta investigación, se determinó que la resistencia final está desarrollada en proporción a la silica reactiva y a la capacidad de intercambio iónico de la zeolita (clinoptilolita) dependiendo del nivel de hidróxido de calcio presente.

2.6 Análisis Multivariado del contenido de Óxidos principales vs Propiedades mecánicas de morteros.

El análisis multivariado realizado consiste en la utilización de los resultados obtenidos del estado de arte de la sección 2.5. Para de esta manera poder analizar las correlaciones que existen entre los óxidos principales (SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3) vs las propiedades mecánicas (en el caso particular de la resistencia a la compresión fc 7, fc 28) de las investigaciones realizadas con morteros. Las Fig. 2.6, 2.7, 2.8 presentan las correlaciones antes mencionadas.

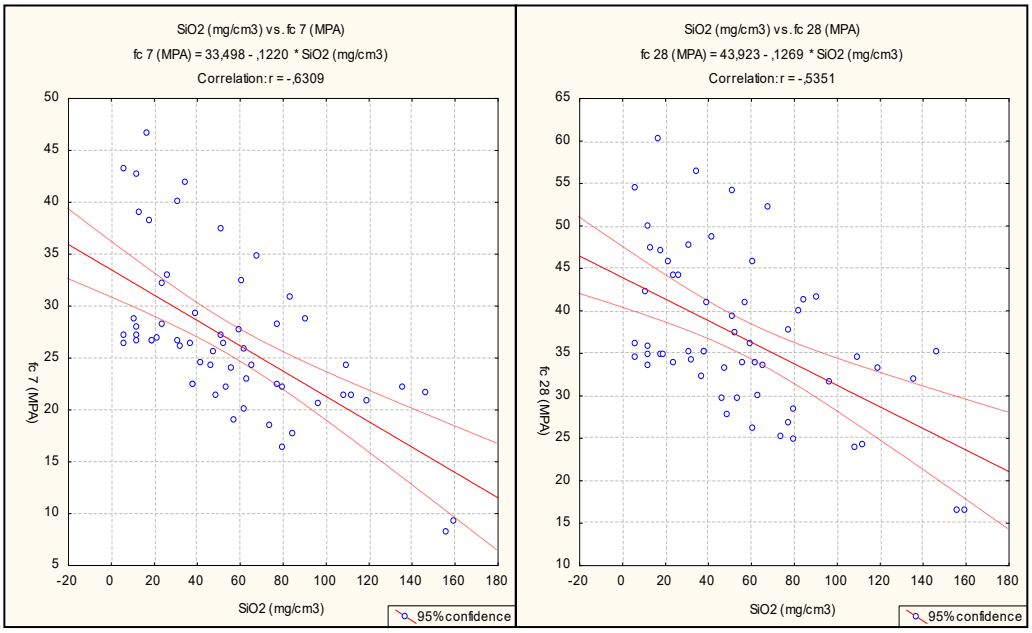


Fig. 2.6 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de SiO_2

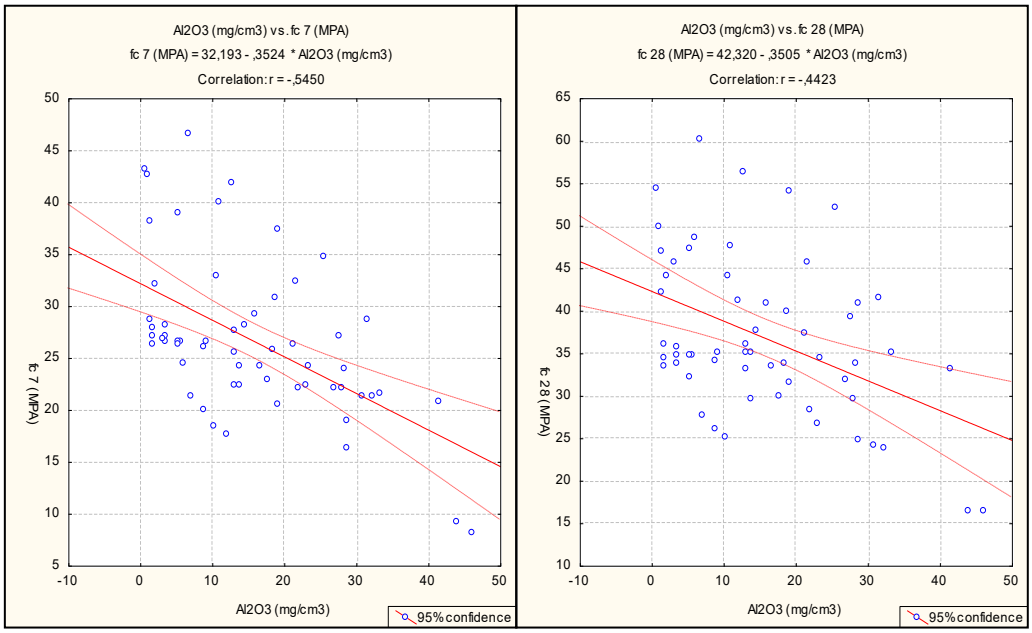


Fig. 2.7 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de Al_2O_3

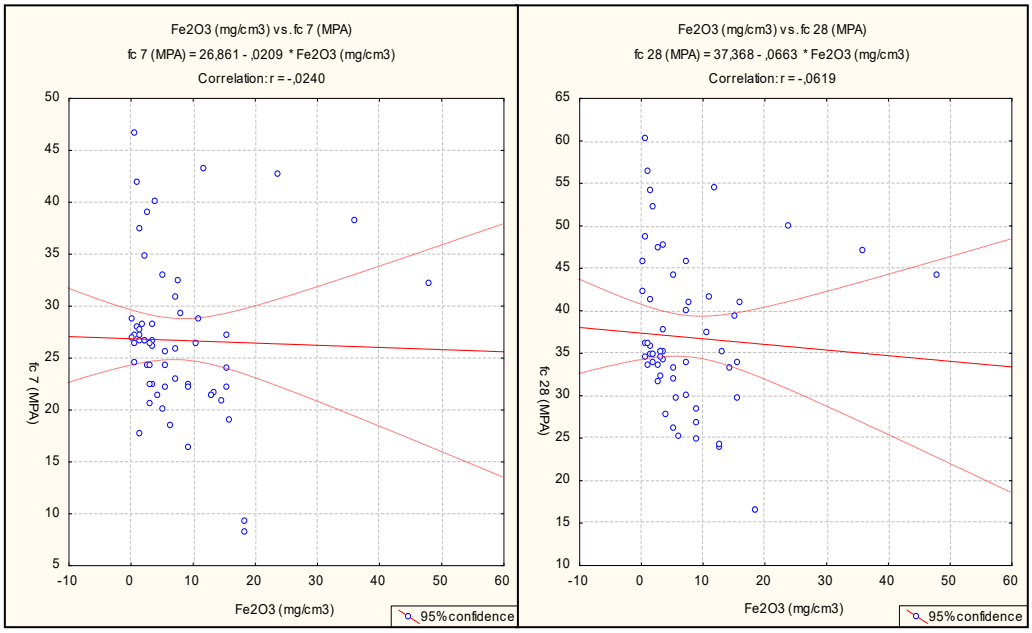


Fig. 2.8 Correlación de fc 7, fc 28 Vs El contenido de Fe_2O_3

Como resultado, se obtuvo que el SiO_2 fue el elemento más relacionado con la resistencia a la compresión (fc 7, fc 28).

CAPÍTULO 3

3. DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

3.1 Superficie de Respuesta.

La metodología de la superficie de respuesta es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas que son útiles para la modelación y el análisis de problemas para los cuales una respuesta de interés es influenciada por algunas variables, en donde el principal objetivo es optimizar esta respuesta.**[26].**

Si todas estas variables son seleccionadas para ser medidas, la superficie de respuesta puede ser expresada como:

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_k) + \in \qquad \textbf{(ec.3.1)}$$

Donde $\in$ representa el error experimental de la superficie de respuesta.

Para el caso particular, de dos variables independientes, como el tiempo de molienda X_1 y la temperatura de calcinación X_2, la superficie de respuesta del proceso será expresada como:

$$Y = f(x_1, x_2) + \in \quad \textbf{(ec.3.2)}$$

A veces la superficie de respuesta es representada gráficamente, como lo indica la Fig. 3.1, donde la respuesta esperada E(y) es graficada en función de los niveles de las variables independientes.

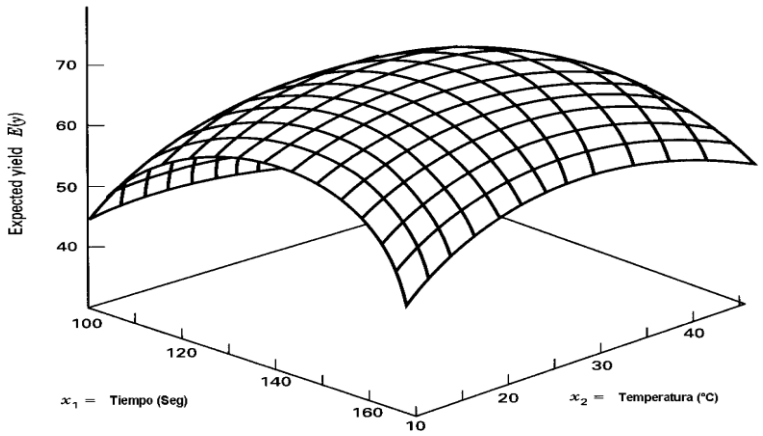


Fig. 3.1 Superficie de respuesta en 3 dimensiones en donde se muestra a la respuesta esperada en función del tiempo (x_1) y temperatura (x_2).
Fuente: Design and Analysis of Experiments, D. Montgomery, 5th edition, Ch 11

Para ayudar a visualizar la forma de la superficie de respuesta se utilizan contornos como lo indica la Fig. 3.2**,** donde las líneas de la respuesta son dibujadas en el plano formado por las variables

independientes. Cada contorno corresponde a la particular altura de la respuesta a la superficie. Estos contornos son de gran utilidad en la interpretación final de la superficie de respuesta.

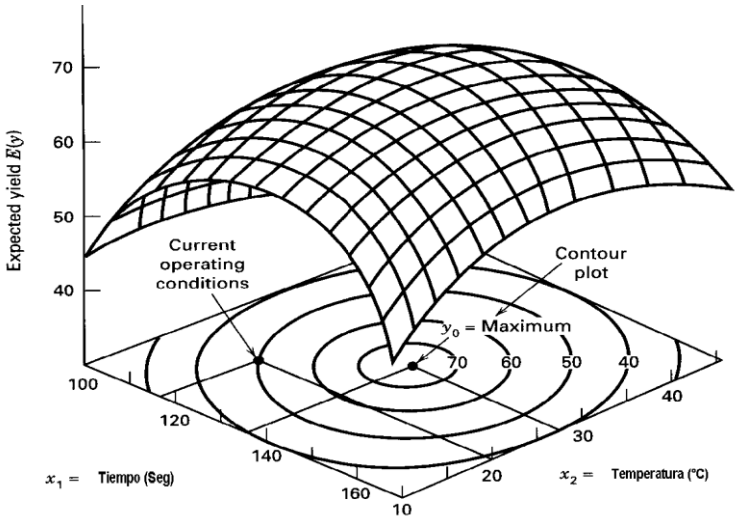


Fig. 3.2 Contornos trazados de la superficie de respuesta.
Fuente: Design and Analysis of Experiments, D. Montgomery, 5th edition, Ch 11

En muchos problemas en los cuales se utilizan superficies de respuesta, la forma que se obtiene de relacionar la respuesta esperada y las variables independientes no es muy clara o desconocida. Entonces como primer paso se debe encontrar una aproximación adecuada para la verdadera relación entre la función de respuesta y las variables independientes empleadas. De allí el grado de utilización de los modelos matemáticos para la adecuada función de respuesta.

Si la respuesta es modelada por una función lineal de las variables independientes, entonces la función aproximada es un **modelo de primer orden.**

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \ldots + \beta_k x_k + \in \quad \textbf{(ec.3.3)}$$

En cambio si hay una curvatura en el sistema, entonces un polinomio de grado mayor deberá ser usado, tal y como el **modelo de segundo orden.**

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^{k} \beta_i x_i + \sum_{i=1}^{k} \beta_{ii} {x_i}^2 + \ldots + \sum_{i<j} \beta_{ij} x_i x_j + \in \quad \textbf{(ec.3.4)}$$

Casi todos los problemas que incluyen superficie de respuesta usan uno o ambos modelos. Es poco probable que un modelo polinomial sea una aproximación real de la verdadera función de respuesta, pero para regiones relativamente pequeñas su uso da excelentes resultados.

Para estimar los parámetros en los polinomios de la función de respuesta se utiliza el método de los cuadrados menores, el análisis de la superficie de respuesta es entonces realizada con la ayuda de la superficie mejorada, si esta es una aproximación adecuada de la

verdadera función de respuesta entonces el análisis de la misma será aproximadamente equivalente al análisis del sistema actual.

Los parámetros del modelo pueden ser estimados más efectivamente si se utilizan diseños experimentales para obtener datos. Los diseños para mejorar la superficie de respuesta son llamados **Diseños de Superficie de Respuesta**.

3.2 Diseños experimentales para mejorar la superficie de respuesta.

Para mejorar y analizar la superficie de respuesta se emplean diseños experimentales. Algunas características para seleccionar un buen diseño se detallan a continuación:

1) Facilitar una distribución razonable de datos (puntos) en todas las partes de la región de interés.
2) Permitir suficientes modelos, incluyendo los que les falta mejorar para ser investigados.
3) Permitir experimentos realizados en bloques.
4) Permitir diseños de orden superior para su construcción secuencial.
5) Facilitar un estimado interno del error.
6) Facilitar estimados precisos de los coeficientes del modelo.

7) Facilitar un buen perfil de la predicción de la varianza a través de la región experimental.
8) Facilitar una robustez razonable contra los valores perdidos.
9) No necesitan un largo número de corridas.
10) No necesitan de muchos niveles en las variables independientes.
11) Garantizan simples cálculos de los parámetros del modelo.

Estas características son en ocasiones conflictivas, por lo que resulta práctico usar el sentido común en el proceso de selección del diseño.

3.2.1 Diseños para mejorar los modelos de primer orden.

La única clase de diseños que minimizan la varianza de los coeficientes de regresión [β_i] son los **Diseños Ortogonales de Primer Orden,** lo que implica que el producto cruz de la columnas de la matriz X suman cero.

La clase de diseños ortogonales incluyen 2^k factorial y fracciones de 2^k series. Al usar estos diseños se asume un nivel alto y uno bajo para los k factores y estos son codificados como nivel ±1. El diseño 2^k no permite una estimación del error experimental al menos que algunas corridas sean replicadas. Un método común de incluir replicas en los diseños 2^k es aumentar al diseño unas

cuantas observaciones en el centro. (Los puntos $x_i = 0,\ i = 1,2,3 \ldots, k$). La adición de puntos en el centro no influyen en los coeficientes [β_i] para $i \geq 1$, pero el estimado de β_0 será el promedio general de todas las observaciones. Además la adición de puntos en el centro no altera las propiedades de ortogonalidad.

3.2.2 Diseños para mejorar los modelos de segundo orden.

El más popular de los diseños para mejorar los modelos de segundo orden es el **Diseño de composición central** (CCD). Generalmente el CCD consiste de un 2^k factorial con n_F corridas, 2 k axial o corridas en forma de estrella y n_C corridas en el centro. La Fig. 3.3 muestra el CCD para k = 2 factores y k = 3 factores.

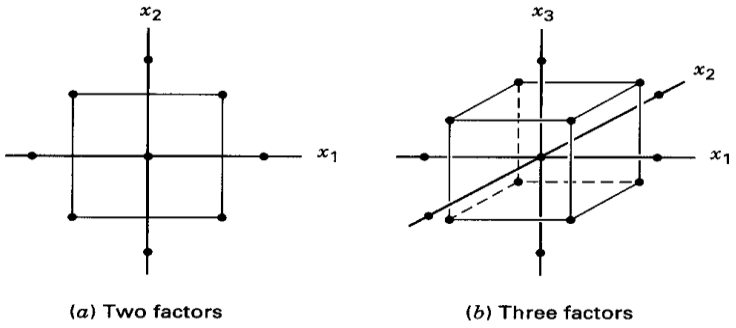


Fig. 3.3 Diseños de composición central para a) K = 2 y b) K = 3, factores
Fuente: Design and Analysis of Experiments, D. Montgomery, 5th edition, Ch 7

Existen otros modelos como el diseño de cajón de Behnken, diseños equiradiales e híbridos que son poco utilizados para mejorar los modelos de segundo orden.

Una consideración importante para asegurar un buen diseño de CCD, son 2 parámetros que deberán ser especificados: La distancia α de las corridas axiales del diseño y el número de puntos centrales n_C.

Rotabilidad: Es importante para el modelo de segundo orden que se obtengan buenas predicciones en todas las partes de la región de interés. Una manera para garantizar un buen diseño es hacer que el modelo tenga una consistencia razonable y una varianza estable de la respuesta. Un CCD es rotable dependiendo de la selección de α, donde este valor depende del número de puntos en la proporción factorial del diseño. En general $\alpha = (n_F)^{1/4}$ asegura un diseño de composición central rotable, donde n_F es el número de puntos usados en la porción factorial del diseño.

Puntos centrales: El diseño deberá asegurar una razonable y estable varianza de la respuesta esperada, por lo que generalmente se recomienda realizar 3 a 5 corridas en centro, donde por n_C representa los números de puntos centrales del diseño.

3.3 Diseño de Composición Central bloqueado en forma de estrella.

El diseño de composición central bloqueado en forma de estrella consiste en un 2^k factorial + n_c puntos centrales, donde k es el número de factores del experimento, a su vez estos factores han sido agrupados en 2 bloques, donde el primer bloque consiste en una porción factorial del diseño y el segundo bloque consiste en puntos axiales de la otra porción. La Fig. 3.4 muestra un diseño de composición central bloqueado en forma de estrella.

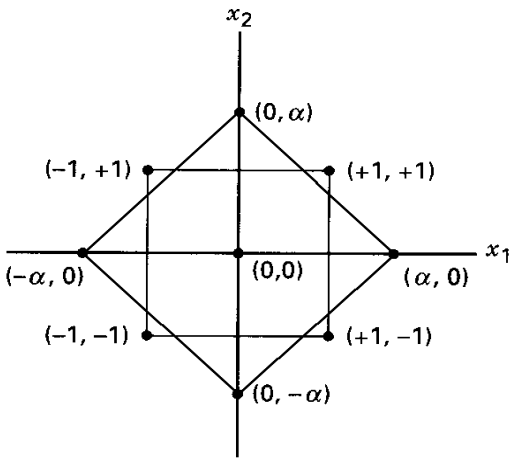


Fig. 3.4 Diseño de Composición central bloqueado en forma de estrella
Fuente: Design and Analysis of Experiments, D. Montgomery, 5th edition, Ch 11

En el momento de realizar diseños de superficie de respuesta con bloques hay que tener en cuenta que estos sean ortogonales, para evitar que los parámetros estimados en la superficie de respuesta

sean afectados, lo que implica que 2 condiciones deben darse. Si en el experimento existen n_b observaciones en los bloques, estas condiciones deben ser cumplidas:

1) Cada bloque deberá ser un diseño de primer orden, lo que implica que:

$$\sum_{u=1}^{n_b} x_{iu}\ x_{ju} = 0 \quad i \neq j\ = 0,1, \dots, k\ \ para\ toda\ b \qquad \textbf{(ec.3.5)}$$

Donde x_{iu} y x_{ju} son los niveles de los i y j de las variables en las u corridas del experimento con $x_{0u} = 1$ para toda u.

2) La fracción de la suma total de los cuadrados para cada variable por cada bloque deberá ser igual a la fracción del total de observaciones que ocurren en el bloque:

$$\frac{\sum_{u=1}^{n_b} x_{iu}^2}{\sum_{u=1}^{N} x_{iu}^2} = \frac{n_b}{N} \qquad i = 1, 2, \dots, k\ \ para\ toda\ b \qquad \textbf{(ec.3.6)}$$

Donde N es el número de corridas en el diseño.

3.4 Selección del diseño, factores, variables de respuestas, y niveles a experimentar.

3.4.1 Diseño.

En la elaboración de este proyecto de tesis se realiza un modelo de superficie de respuesta de segundo orden, en la que se diseña un experimento de **composición central bloqueado en forma de estrella**, como el descrito en la sección 3.3 de este capítulo.

3.4.2 Factores.

Los factores o variables independientes del experimento, que se analizan son los tratamientos termomecánicos realizados a las zeolitas.

Es decir como factores o variables independientes, se tiene:

1) Amorfización por molienda que está en función del **tiempo** identificada como $\mathbf{X_1}$.
2) Calcinación que está en función de las diferentes **temperaturas de calcinación** identificada como $\mathbf{X_2}$. El

tiempo de calcinación será constante, no se variara este factor, y será igual a 5 horas.

Esto indica que el valor k será igual a 2 factores.

Y como bloque o variable categórica tenemos:

1) Tipo de zeolita, definidas como **zeolita 1** para el primer bloque y **zeolita 2** para el segundo bloque.

   Por lo que el número de bloques será igual a 2.

3.4.3 Variables de Respuesta.

Las variables de respuesta o variables dependientes del experimento son las propiedades estructurales de los morteros, en el caso particular de la resistencia a la compresión y el grado de amorfización que son el objetivo principal, además de la variación de masa por la hidratación, el contenido de hidróxido de calcio y el índice de puzolanidad que están entre los objetivos específicos.

Entonces se define a las variables de respuesta como:

1) **Resistencia a la compresión a los 7 días**, expresada en Mpa, denominada como **fc 7.**
2) **Resistencia a la compresión a los 28 días**, expresada en Mpa, denominada como **fc 28.**
3) **Resistencia a la compresión a los 45 días**, expresada en Mpa, denominada como **fc 45.**
4) **Variación de la masa por la hidratación a los 7 días**, expresada en %, denominada como **dm 7.**
5) **Variación de la masa por la hidratación a los 28 días**, expresada en %, denominada como **dm 28.**
6) **Variación de la masa por la hidratación a los 45 días**, expresada en %, denominada como **dm 45.**
7) **Contenido de Hidróxido de calcio a los 7 días**, expresada en %, denominada como **CH 7.**
8) **Contenido de Hidróxido de calcio a los 28 días**, expresada en %, denominada como **CH 28.**
9) **Índice de Puzolanidad a los 7 días**, expresada en %, denomina como **Ip 7.**
10) **Índice de Puzolanidad a los 28 días**, expresada en %, denomina como **Ip 28.**
11) **Grado de Amorfización/Deshidroxilización de zeolitas,** expresada en %, denominada como **GA/D.**

3.4.4 Niveles a experimentar.

El CCD bloqueado en forma de estrella es un 2^k factorial + n_C puntos centrales, con 2 factores, 2 bloques, por lo que cada porción factorial de cada bloque tendrá 4 puntos. En donde el primer bloque estará representado por los niveles alto (+1) y bajo (-1), y el segundo bloque representado por los extremos axiales ($-\alpha$) y (α), y en el centro de todo el diseño experimental quedará el (0).

El valor codificado de los puntos axiales será estimado de acuerdo a la ecuación $\alpha = (n_F)^{1/4}$, donde n_F es el número de puntos usados en la porción factorial de cada bloque del diseño y tiene un valor igual a 4.

Entonces para n_F=4 se tendrá un $\boldsymbol{\alpha = 1,41421}$

Con este valor se asegura que el diseño sea rotable, además se adicionaran n_C = 5 puntos centrales para obtener una razonable y estable varianza de la respuesta esperada.

Se establecen un total de 2^k + n_C experimentos por cada bloque, donde con k=2 y n_C = 5, darán 9 experimentos. Como el CCD tiene 2 bloques, el número final de experimentos a ser realizados

son 18, los cuales serán completamente aleatorios. Tal y como se presenta en la tabla 9.

TABLA 9

DISEÑO DE EXPERIMENTO CCD BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRELLA (NIVELES CON VALORES CODIFICADOS)

Orden	Bloques	Variable X_1	Variable X_2
1	1	-1	1
2	1	0	0
3	1	0	0
4	1	0	0
5	1	1	1
6	1	0	0
7	1	-1	-1
8	1	0	0
9	1	1	-1
10	2	0	1,41421
11	2	0	-1,41421
12	2	0	0
13	2	0	0
14	2	0	0
15	2	0	0
16	2	-1,41421	0
17	2	0	0
18	2	1,41421	0

El siguiente paso es determinar la ortogonalidad de los bloques. En donde se utilizan las ecuaciones 3.5 y 3.6 para tener un diseño apropiado en bases a las 2 condiciones de ortogonalidad expresadas en la sección 3.3.

1) Para el **bloque 1** se debe cumplir la primera condición de acuerdo a la ecuación 3.5.

$$\sum_{u=1}^{n_b} x_{iu}\ x_{ju} = 0 \quad i \neq j\ = 0,1,\ \dots, k\ \ para\ toda\ b$$

La condición anterior puede ser expresada como:

$$\sum_{u=1}^{n_1} x_{1u}^2\ = \sum_{u=1}^{n_1} x_{2u}^2 = 4$$

Esto indica que se cumple la condición para toda b del bloque 1.

2) Ahora se debe cumplir la segunda condición de acuerdo a la ecuación 3.6:

$$\frac{\sum_{u=1}^{n_b} x_{iu}^2}{\sum_{u=1}^{N} x_{iu}^2} = \frac{n_b}{N} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad para\ toda\ b$$

Donde se tiene:

$$\frac{4}{8} = \frac{9}{18}$$

$$\frac{1}{2} = \frac{1}{2}$$

Lo que también queda comprobado.

1) Para el **bloque 2** se debe cumplir la primera condición de acuerdo a la ecuación 3.5.

$$\sum_{u=1}^{n_b} x_{iu}\ x_{ju} = 0 \quad i \neq j\ = 0,1,\ \dots, k\ \ para\ toda\ b$$

La condición anterior puede ser expresada como:

$$\sum_{u=1}^{n_2} x_{1u}^2\ = \sum_{u=1}^{n_2} x_{2u}^2 = 4$$

Esto indica que se cumple la condición para toda b del bloque 2.

2) Ahora se debe cumplir la segunda condición de acuerdo a la ecuación 3.6:

$$\frac{\sum_{u=1}^{n_2} x_{iu}^2}{\sum_{u=1}^{N} x_{iu}^2} = \frac{n_2}{N} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad para\ toda\ b$$

Donde se tiene:

$$\frac{4}{8} = \frac{9}{18}$$

$$\frac{1}{2} = \frac{1}{2}$$

Lo que también queda comprobado.

Entonces con el cumplimiento de estas dos condiciones, se tiene un diseño CCD bloqueado en forma de estrella rotable y ortogonal.

Los valores codificados de los niveles deben ser reemplazos por valores numéricos, para de esta forma estudiar los efectos de los tratamientos termomecánicos en las propiedades estructurales de los morteros en una región determinada de interés que dará una superficie de respuesta. El Tiempo de Molienda (Variable X_1) comprende un rango entre 48 a 132 min, y la Temperatura de Calcinación (Variable X_2) comprende un rango de 559 a 841 °C, de acuerdo al diseño CCD estos valores serán acomodados en forma de estrella, como se describe en la tabla 10.

TABLA 10

FACTORES CON SUS NIVELES RESPECTIVOS DEL DISEÑO

	Niveles				
Factores	**-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

Los valores codificados de las variables independientes o factores (X_1 y X_2) y la variable categórica o bloque son reemplazados por valores numéricos de acuerdo a los niveles de la región de interés de la tabla 10.

A continuación la tabla 11 presenta el diseño de experimentos CCD, con los niveles reemplazados con sus valores numéricos.

TABLA 11

DISEÑO DE EXPERIMENTO CCD BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRELLA (NIVELES CON VALORES NUMERICOS)

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

De acuerdo a este diseño de composición central bloqueado en forma de estrella se analizarán los efectos de estos factores y la superficie de respuesta esperada para las propiedades estructurales, con la ayuda de un análisis estadístico Anova.

En la tabla 12 se resume el diseño de experimento realizado.

TABLA 12

RESUMEN DEL DISEÑO DE EXPERIMENTO

Modelo:	Superficie de Respuesta	
Nombre del diseño:	CCD bloqueado en forma de estrella.	
Número de factores:	2	Tiempo de molienda X_1 Temperatura de calcinacion X_2
Número de bloques:	2	Zeo 1 Zeo 2
Número de variables de respuesta:	11	**fc 7**, **fc 28, fc 45**, dm 7, dm 28, dm 45, CH 7, CH 28, Ip 7, Ip28, **GA/D**
Número de corridas	18	

3.5 Programación de la metodología experimental.

La programación de la metodología experimental se muestra en la Fig. 3.5.

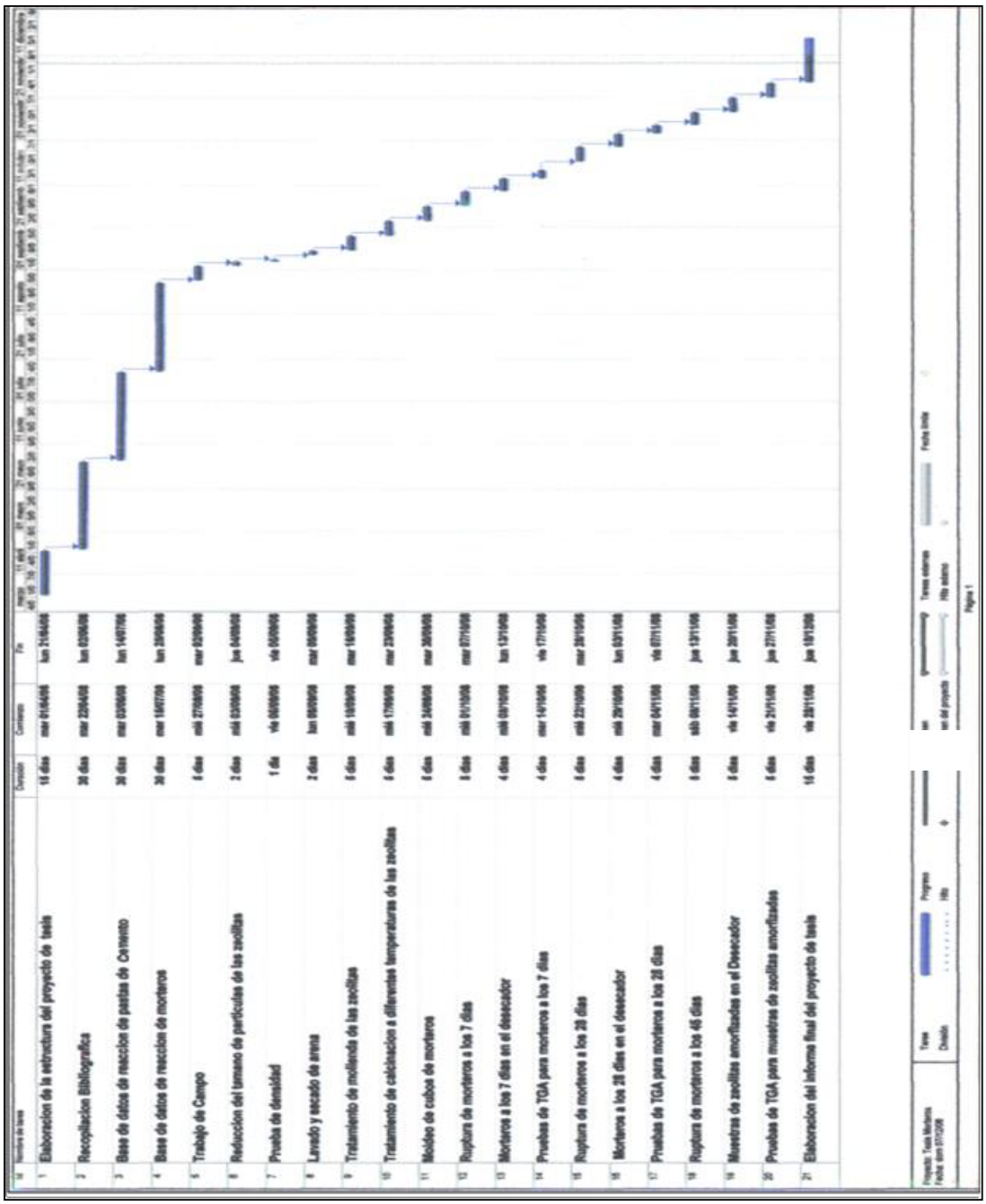


Fig. 3.5 Programación de la metodología experimental

CAPÍTULO 4

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1 Trabajo de Campo.

El trabajo de campo en este proyecto de tesis fue realizado con la ayuda de datos obtenidos de trabajos anteriores, para ubicar los yacimientos existentes y poder muestrear mediante un GPS y un mapa geológico. La zona de interés pertenece al grupo Chongón, **[27],** el cual consiste en la agrupación de 3 formaciones: Calentura, Cayo y Guayaquil. Las muestras 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 Fig. 4.1. 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. Y las muestras identificadas

como **Zeo 2** fueron recolectadas en Manglaralto, Provincia de Santa Elena a lo largo del río Ayampe.

Fig. 4.1 Ubicación de las muestras Zeo 1 y Zeo 2
Fuente: Google Earth.

4.1.1 Muestras de Zeo 1.

Las muestras Zeo 1 de la Provincia del Guayas (Depósito de la Holcim) son rocas compactas de color marrón con tonos verdes claros y presentan además láminas de color ocre.

Las coordenadas del yacimiento donde fueron recolectas se detallan a continuación, seguidas de imágenes del lugar de muestreo como lo indican las Fig. 4.2 y 4.3.

Muestra Fecha	Coordenadas UTM	Cota (m)
Zeo-1 27/agosto/08	**591661 E** **9776846 S**	**100**

Fig. 4.2 Recolección de muestras Zeo 1

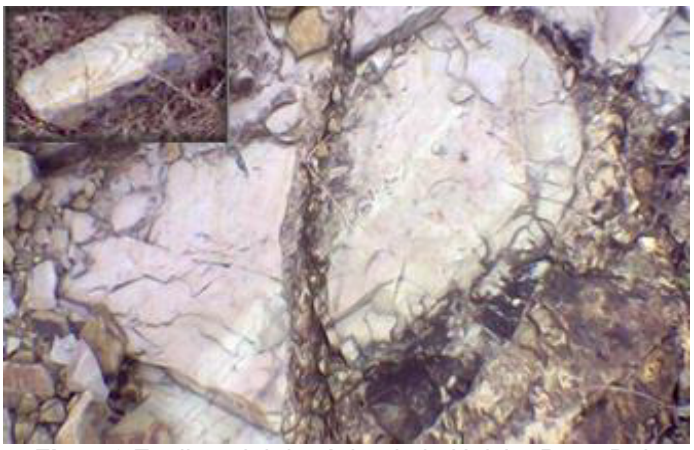


Fig. 4.3 Zeolitas del depósito de la Holcim Prov. Del Guayas - Zeo 1.

4.1.2 Muestras de Zeo 2.

Las muestras Zeo 2 de la provincia de Santa Elena (Rio Ayampe-Manglaralto) son rocas compactas de color verde y marrón con tonos verdes claros y presentan ciertas láminas de color verde oscuro.

Las coordenadas del yacimiento donde fueron recolectas se detallan a continuación, seguidas de imágenes del lugar de muestreo como lo indican las Fig. 4.4 y 4.5.

Muestra Fecha	Coordenadas UTM	Cota (m)
Zeo-2 29/agosto/08	**528476 E 9815842 S**	**60**

Fig. 4.4 Recolección de muestras Zeo 2

Fig. 4.5 Zeolitas de Manglaralto Prov. Santa Elena - Zeo 2

4.2 Caracterización de materiales.

Para la caracterización de estos materiales, Zeo1, Zeo 2, y cemento portland tipo 1 (Cementera Holcim) se realizaron diversas pruebas tomando en cuenta 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", **[28]**. Algunas de las pruebas que se realizaron a estos materiales son el análisis químico y las densidades.

4.2.1 Análisis Químico.

Para realizar el análisis químico del las zeolitas Zeo 1 y Zeo 2, se tomaron muestras de material ya molido pasante malla 325 (45 μm.). Y el análisis químico fue realizado por **Loenco**, según

las normativas europeas UNE-EN 196-2:1996; UNE-EN 80225:1993 EX; UNE- EN 451-1:1995.

TABLA 13

ANALISIS QUIMICO ZEO 1 – ZEO 2

REPORTE DE ANALISIS QUIMICO		
Muestra	**Zeo 1**	**Zeo 2**
Fecha de Ensayo	04/09/08	04/09/08
SiO_2 TOTAL (%)	68,24	65,99
CaO TOTAL (%)	3,71	4,75
Al_2O_3 (%)	11,46	10,98
Fe_2O_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 REACTIVO (%)	3,34	3,33

De los resultados presentados en la tabla 13, se tiene que la suma de los óxidos principales para **Zeo 1**, $SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$ **= 83,78 %** y para **Zeo 2**, $SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$ **= 80,87 %,** lo cual cumple los requerimientos de la norma **ASTM C 618-03,** ya que el mínimo permitido es de 70 %. Por lo que las zeolitas Zeo 1 y Zeo 2 pueden ser consideradas como puzolanas naturales. Además, se observa que el porcentaje de SiO_2 reactiva es mayor en Zeo 2 que en Zeo 1.

4.2.2 Densidades.

Para determinar la densidad de los materiales es necesario realizar las pruebas de acuerdo a la norma **ASTM C 188-95,** "Standard Test Methods for Density of Hidraulic Cement", **[29]**. La densidad de los materiales se expresa como la masa por unidad de volumen.

Para la realización de esta prueba se utiliza un matraz de Le Chatelier, y se sigue el siguiente procedimiento:

1) Llenar el frasco con 250 ml de queroseno a un punto en el tallo en la marca 0 ml. Si es necesario seque el interior del frasco sobre el nivel del líquido. Luego sumerja el frasco en un baño de agua para evitar cambios de temperatura y anote la primera lectura.
2) Una vez realizado el literal 1, introduzca el material (64 g. para cemento portland y 48 g. para las zeolitas) en pequeñas cantidades hasta completar la masa indicada. Tener mucho cuidado de no salpicar material y además evitar que este se adhiera en las paredes del frasco. Después de que todo el cemento se ha introducido, se ha puesto el tapón en el frasco y se ha girado en un círculo horizontal (a fin de que ninguna

burbuja de aire suba a la superficie del líquido), sumergir nuevamente el frasco en el baño de agua y anotar la última lectura.

3) La diferencia entre la primera y última lectura representa el volumen de líquido desplazado por la masa de cemento usado en la prueba.
4) Finalmente calcular la densidad de los materiales, ρ_c, $\rho_{zeo\ 1}$, $\rho_{zeo\ 2}$, como lo describe la ecuación 4.1:

$$\rho\ (\mathbf{g/cm^3}) = \text{masa de cemento } \mathbf{g} \text{ / volumen desplazado, } \mathbf{cm^3}. \qquad \textbf{(ec.4.1)}$$

La Fig. 4.6 muestra la prueba de densidad con el matraz Le Chatelier.

Fig. 4.6 Prueba de densidad matraz Le Chatelier

La tabla 14 presenta los resultados obtenidos en esta prueba.

TABLA 14

DENSIDADES: CEMENTO PORTLAND TIPO 1 - ZEO 1 - ZEO 2

Material	Masa (g)	Lectura Inicial (ml)	Lectura final (ml)	Densidad (g/cm^3)
Cemento tipo 1	64	0,1	20,5	3,14
Zeo 1	48	0,1	21,1	2,29
Zeo 2	48	0,1	22,1	2,18

4.3 Preparación de materiales.

4.3.1 Reducción del tamaño de partículas de las zeolitas.

Para la reducción del tamaño de partículas de las zeolitas se utilizaron 2 métodos mecánicos: la trituración para partículas de hasta 25 mm y la molienda para la reducción a tamaños más finos. En la cual finalmente se espera un material con granulometría inferior a 45 μm., que se considera pasante malla 325, para ser usado en los cementos según la norma **ASTM C 311-98b,** "Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly

Ash or Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Portland - Cement Concrete". **[30]**.

1) Las Zeolitas en bruto primero fueron reducidas mediante martillazos en trozos de 5 a 10 cm. Luego fueron conducidas a un triturador de mandíbulas por un periodo de tiempo de 2min.

Fig. 4.7 Trituradora de Mandíbulas

2) En la trituradora de mandíbula los fragmentos de zeolita fueron reducidos a un tamaño aproximado de 25 mm y luego fueron cuarteados antes de pasar por el molino de disco por un tiempo aproximado de 5 min.

Fig. 4.8 Cuarteador y molino de discos

3) Una vez salidas las muestras del molino de disco, el último paso para reducir en su totalidad la granulometría, fue introducir las muestras resultantes a un molino de bolas durante un tiempo de 40 min.

Fig. 4.9 Molino de bolas

4) Una vez terminado estos procesos, se pesan 100 g. de Zeolita y se tamizan en los tamices 14, 18, 40, 50, y fondo durante 15 min.
5) Se realiza una segunda pasada del material por el molino de bolas, luego se toman 100 g. de muestra y se vuelve a tamizar ahora con los tamices de 50, 100, 200, 325 y fondo.

La tabla 15 muestra el número de tamiz con su respectivo tamaño de partículas.

TABLA 15

TAMAÑO DE PARTICULAS POR TAMIZ

TAMIZ Nº	TAMAÑO DE PARTICULA
14	1,4 cm
18	40 mm
40	425 µm
50	300 µm
100	150 µm
200	75 µm
325	45 µm

6) Finalmente, se pesan por segunda vez la muestra retenida en los tamices anteriores, y se repite el literal 5 hasta obtener 70 gramos o más de material en el fondo. Lo que asegura que el 70% de la muestra tiene granulometría inferior a 45 µm.

4.3.2 Tratamiento para obtener zeolitas Amorfizadas.

Para obtener zeolitas amorfizadas, es decir reducir la cristalinidad de las zeolitas se requieren de ciertos tratamientos. En este proyecto de tesis se realizó un tratamiento termomecánico que consta de 2 tratamientos a la vez: Amorfización por molienda y calcinación a diferentes temperaturas. Estos 2 tratamientos fueron realizados como se describe a continuación:

1) En la **amorfización por molienda** se utilizó un molino de rodillos con un tambor pequeño, y en el interior del mismo, se colocaron 20 bolas de alúmina para moler aun más la zeolita antes reducida a tamaño de partículas inferior a 45 μm. Se molieron 160 g. de cada 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.

   Más detalles de la planificación de la amorfización por molienda se presenta en el Apéndice A.

Fig. 4.10 Tratamiento de Amorfización por molienda

2) 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 silica gel hasta la respectiva mezcla.

Más detalle de la planificación de la calcinación a diferentes temperaturas se presenta en el apéndice A.

Fig. 4.11 Tratamiento de Calcinación a diferentes temperaturas

4.3.3 Tratamiento para obtener Arena de uso en morteros.

La arena utilizada en los morteros pertenece al rio chimbo, Provincia del Guayas, la cual para ser utilizada en cementos debe estar dentro de los parámetros de la norma **ASTM C778**, "Specification for Standard Sand of Hydraulic Cement Mortars" **[31]**, 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.

1) La arena en bruto fue tamizada, colocando 2 kg de arena en el tamizador, donde fue pasada por los tamices 5, 20, 30 y fondo por un tiempo de 10 minutos. De acuerdo a la norma **ASTM C778**, la arena requerida debe ser pasante malla 20 (840 μm.) y retenida malla 30 (600 μm.). Esta arena con esta granulometría fue recolectada hasta obtener 42 kg de arena.

Fig. 4.12 Tamizado de Arena

2) Después de ser clasificada hay que lavar la arena, para eliminar limos, arcillas, e impurezas orgánicas e inorgánicas que puedan existir por medio de la decantación. Se procedió a separar los 42 kg de área tamizada en 20 porciones de 2,035 kg. Luego en una olla de lavado de aluminio de 15 lts. de capacidad se introduce la arena y se llena de agua hasta las ¾ de la olla. Se lava a mano durante 5 minutos, para luego dejarla decantar durante 10 minutos, inmediatamente se procede a desalojar el agua con todas las impurezas que fueron suspendidas. Y se repite el lavado hasta que el agua sea lo más clara posible.

Fig. 4.13 Lavado de Arena

3) Finalmente se procedió a secar la arena húmeda en estufas. Se colocó la arena en recipientes de aluminio cubiertos de papel de este mismo material, con el fin de quitar la humedad presente y

así poder obtener una arena completamente seca que cumpla los requerimientos de la norma **ASTM C778**. Durante 2 días se dejo secar en las estufas a una temperatura de 70 °C. Puesto que en el interior de los recipientes todavía existía humedad se dejo secar por un día más a una temperatura de 100 °C para remover toda el agua existente aún.

Fig.4.14 Secado de Arena

4.4 Prueba de Resistencia a la Compresión.

Para la determinación de la resistencia a la compresión de los morteros, las muestras deben ser preparadas de acuerdo a la norma **ASTM C 109/C 109M – 02, "**Standard Test Method for Compressive

Strength of Hydraulic Cement Mortars". **[32].** Esta prueba puede ser realizada a través de los siguientes pasos: Mezclado, moldeo, curado y ruptura de cubos.

4.4.1 Mezclado.

La norma **ASTM C 109/C 109M – 02** permite para esta prueba, proporciones de 6 y 9 cubos por mezcla. Para este proyecto de tesis se realizaron proporciones de 9 cubos por mezcla, los que se repartieron para 3 días específicos, 7, 28 y 45 días. Es decir 3 cubos por cada uno de estos días.

De acuerdo al diseño de experimentos de composición central bloqueado en forma de estrella se realizaron 18 corridas. Es decir se hicieron 18 mezclas de morteros, reemplazando 15 % de cemento por zeolitas amorfizadas (con tratamiento termomecánico). Además se realizaron 2 mezclas adicionales como control para el experimento, en las que se reemplazo 15 % de cemento por zeolitas sin ningún tratamiento termomecánico. Dando un total, para el experimento de 20 mezclas (180 cubos).

Los morteros realizados, son el resultado de la mezcla de Cemento Portland tipo I, Zeolita, arena y agua destilada. Las

proporciones según la norma anteriormente descrita son 1**:**2,75**:** 0,485 de material cementante (cemento + zeolita), arena, agua.

La tabla 16 presenta las proporciones según la norma **ASTM C 109/C 109M – 02.**

TABLA 16

PROPORCIONAMIENTO NORMA

ASTM C 109/C 109M – 02.

Número de cubos	Cemento (g)	Arena (g)	Agua W/B 0,485 (g)
9	740	2035	359

Como se reemplazó 15 % de cemento por zeolita, la proporción final de las mezclas se realizan, tal y como lo indica la tabla 17. Más detalles en el Apéndice B, que muestra la planificación del proceso de mezcla y ruptura de acuerdo al diseño de experimentos.

TABLA 17

PROPORCIONAMIENTO FINAL

MORTEROS 15 % DE ZEOLITAS

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

El procedimiento de mezclado que se realizó se describe a continuación:

1) Se coloca en la mezcladora la cantidad de cemento, zeolita y arena según las cantidades definidas en la tabla 17, y se mezcla a velocidad baja de 140 RPM. durante unos 2 minutos a fin de obtener una masa homogénea.
2) Luego se introduce el agua destilada y se deja durante 30 seg. para permitir la absorción de agua, e inmediatamente se mezcla a velocidad rápida de 285 RPM durante 60 seg.
3) Finalmente se remueve bien para evitar que la mezcla final de los morteros se pegue al recipiente.

Fig. 4.15 Mezclado de morteros

4.4.2 Moldeo.

Para el moldeo de los cubos se realizó el procedimiento siguiente:

1) Primero antes de realizar la mezcla, hay que engrasar los moldes a fin de evitar que los morteros se queden fijados al molde.
2) Llenar los moldes hasta la mitad, y realizar compactaciones con el apisonador por 32 ocasiones. Luego de esto, llenar la otra mitad y compactar nuevamente, tener cuenta de quitar el exceso que pueda existir al final.
3) Dejar reposar por 24 horas en el cuarto húmedo (T = 24 °C y $\emptyset = 69$ %), para proceder finalmente a desmoldar.

Fig. 4.16 Moldeo de morteros

4.4.3 Curado.

El curado de los cubos, luego de ser desmoldados, fue realizado en agua, de acuerdo al procedimiento siguiente:

1) Antes de colocar los cubos en la piscina de agua, estos fueron pesados en una balanza, luego se enumeraron de acuerdo a un código de identificación, para su mayor compresión y fácil localización, como E1 hasta E18 para el CCD bloqueado en forma de estrella y para el control como C1 y C2. A su vez también se anotó el día de curado y el número de muestra del mortero.
2) Después del literal 1, colocar los cubos en la piscina de agua hasta el día de su respectiva ruptura, a los 7, 28, 45 días.

Fig. 4.17 Numeración, pesaje y curado de morteros

4.4.4 Ruptura.

La prueba de ruptura por compresión indica el último esfuerzo que resiste el material antes de romperse.

Para romper los cubos se utilizaron dos maquinas de ensayos: Para los 7, 28 días se utilizó una maquina de ensayos para suelos y para los 45 días se utilizó una maquina de ensayos universales de última generación, descritos en el capítulo 1.6.

Como procedimiento se efectuaron los siguientes literales:

1) Una vez retirados de la piscina de agua se procede a limpiar con un trapo cada una de las superficies del cubo hasta que todas queden relativamente secas.
2) Luego del literal 1, se pesan los cubos nuevamente para poder determinar la variación de masa por la hidratación.
3) Para empezar a romper, hay que tener en cuenta en no aplicar la carga a la superficie que estuvo expuesta al ambiente durante el moldeo de cubos, ya que esta puede tener una forma irregular y no ser totalmente plana. A continuación, colocar el cubo cuidadosamente en la máquina de ensayo, encima de la mordaza inferior justo en el centro,

para que la carga sea aplicada eficientemente en todo el cubo.

4) Finalmente aplicar una velocidad de carga de 108 KN/min según la norma **ASTM C 109/C 109M – 02.** , hasta alcanzar el límite de ruptura.

Fig. 4.18 Ruptura de cubos a los 7, 28 días

Fig. 4.19 Ruptura de cubos a los 45 días

4.5 Termogravimetría.

La técnica de análisis térmico gravimétrico (TGA), consiste en registrar el cambio de masa de la muestra con relación al aumento de temperatura. El cambio de masa puede ser derivado con respecto al tiempo y así obtener la curva dTG.

En el caso particular, el 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.

4.5.1 Grado de amorfización / deshidroxilización.

El equipo DSC-TGA usó un modelo de análisis conocido como **rampa**, con una velocidad de calentamiento de 20 ºC/min, con rango de temperatura de 20 ºC hasta 1100 ºC. 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 ºC/min.

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

$$GAD = \left[1 - \left(\frac{Me\,\%}{Mc\,\%}\right)\right] \times 100$$, expresada en (%) **(ec.4.2)**

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.

Vale recalcar que el experimento consistió en un diseño de CCD bloqueado en forma de estrella, en donde se tienen 18 muestras, además de los 2 controles para cada tipo de zeolita (Bloque).

Más detalles sobre las gráficas obtenidas en las pruebas de TGA, para la determinación del grado de amorfización/ deshidroxilización se presentan en el Apéndice C.

4.5.2 Contenido de Hidróxido de Calcio.

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 análisis térmico gravimétrico, 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, se puede determinar el contenido de hidróxido de calcio.

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow CaO + H_2O \qquad \textbf{(ec.4.3)}$$

Más detalles sobre el procedimiento para determinar el contenido de hidróxido de calcio de los morteros, se presenta en el Apéndice D.

Fig. 4.20 Termogravimetría. Pruebas con equipo DSC-TGA

4.6 Puzolanidad.

Para estudiar el comportamiento de la zeolita como puzolana se realiza un ensayo de puzolanidad, además al final de la ruptura de los morteros se determina el índice de puzolanidad.

4.6.1 Ensayo de 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 puzolanicos" **[33]**, 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.

A continuación se presentan los ensayos realizados, para los días antes mencionados en las tablas 18, 19, 20, 21.

TABLA 18

ENSAYO DE PUZOLANIDAD ZEO 1 A LOS 7 DIAS

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS IONES HIDROXILO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN HCl 0,1 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	1,005	21,10	42,4	42,4	0,41
2	1,005	21,10	42,4		
DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN EN OXIDO DE CALCIO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN EDTA 0,030 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	0,996	26,19	15,6	15,6	2,20
2	0,996	26,19	15,6		
RESULTADO					
MUESTRA			**ZEO 1**		
DIAS			**7**		
PUZOLANICO			**NO**		

TABLA 19

ENSAYO DE PUZOLANIDAD ZEO 1 A LOS 15 DIAS

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS IONES HIDROXILO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN HCl 0,1 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	1,005	18,60	37,4	37,4	0,38
2	1,005	18,60	37,4		
DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN EN OXIDO DE CALCIO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN EDTA 0,030 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	0,996	16,84	10,1	10,1	1,42
2	0,996	16,84	10,1		
RESULTADO					
MUESTRA			**ZEO 1**		
DIAS			**15**		
PUZOLANICO			**SI**		

TABLA 20

ENSAYO DE PUZOLANIDAD ZEO 2 A LOS 7 DIAS

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS IONES HIDROXILO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN HCl 0,1 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	1,005	18,40	37,0	37,0	0,38
2	1,005	18,40	37,0		
DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN EN OXIDO DE CALCIO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN EDTA 0,030 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	0,996	17,47	10,4	10,4	1,47
2	0,996	17,47	10,4		
RESULTADO					
MUESTRA			**ZEO 2**		
DIAS			**7**		
PUZOLANICO			**SI**		

TABLA 21

ENSAYO DE PUZOLANIDAD ZEO 2 A LOS 15 DIAS

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS IONES HIDROXILO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN HCl 0,1 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	1,005	19,50	39,2	39,2	0,39
2	1,005	19,50	39,2		
DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN EN OXIDO DE CALCIO					
No	**FACTOR**	**VOLUMEN EDTA 0,030 M (ml)**	**CONCENTRACIÓN mmol/l**	**MEDIA**	**INCERTIDUMBRE**
1	0,996	14,04	8,4	8,4	1,18
2	0,996	14,04	8,4		
RESULTADO					
MUESTRA			**ZEO 2**		
DIAS			**15**		
PUZOLANICO			**SI**		

Como resumen de los ensayos presentados en las tablas antes descritas, se tiene que:

- Las muestras con **Zeo 1,** a los 7 días no muestran actividad puzolánica, y recién a los 15 días se observa 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.

4.6.2 Índice de puzolanidad.

Para la **determinación del índice de puzolanidad** se deben cumplir las especificaciones de la norma **ASTM C 595** y además son necesarios los datos obtenidos de la aplicación de la prueba de resistencia a la compresión, cuya norma es **ASTM** C 109/C 109M – 02.

Entonces, se define al índice de puzolanidad como la relación entre la resistencia a la compresión de los cementos puzolanicos (Cemento + puzolana) sobre una resistencia a la compresión de referencia realizada de Cemento portland sin aditivos minerales (Cemento puro).

Como ecuación se tiene:

$$Ip = \frac{fc_{(c+p)}}{fc_c} \times 100$$, expresada en (%) **(ec.4.4)**

Donde:

Ip = Índice de puzolanidad de morteros.

$fc_{(c+p)}$ = Resistencia a la compresión de morteros del CCD.

fc_c = Resistencia a la compresión de morteros de referencia Tipo I.

Para los valores de referencia fc_c, se tomaron los datos del Centro de tecnología de la Holcim y la Espol del año 2004, en el que se desarrolló la tesis de grado previo al título de Ingeniera de minas, Paola Robalino, “El uso de la zeolita como adición mineral para producir cemento puzolánico”, los que se describen en la tabla 22:

TABLA 22

DATOS DE REFERENCIA CEMENTO PORTLAND TIPO I

TIPO DE CEMENTO	Resistencia a la compresión a los 7 días (Mpa)	Resistencia a la compresión a los 28 días (Mpa)
Cemento Portland Tipo I	33,6	37,61

Fuente: El uso de la Zeolita como una adición mineral para producir Cementos Puzolanicos **Tesis de grado Ingeniera de Minas “Paola Robalino 2004”**

Con estos datos y los obtenidos del experimento de CCD, se determina el índice de puzolanidad para los 7 y 28 días, como se mencionó en la ecuación 4.2.

CAPÍTULO 5

5. ANALISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS

5.1 Análisis estadístico: ANOVA

El análisis estadístico Anova o de varianza, permite determinar los efectos e interacciones que son estadísticamente significativos. En el caso particular de las variables independientes o factores (Tratamientos Termomecánicos) sobre las variables dependientes o respuesta (Propiedades Estructurales de los Morteros). Ambas definidas en el capítulo 3 de Diseño de Experimentos.

Para empezar con el análisis de varianza, en primer lugar deben establecerse las hipótesis, teniendo en cuenta que se espera obtener un modelo matemático de orden cuadrático según el diseño de experimento de composición central bloqueado en forma de estrella.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_1^2 + \beta_4 x_1 x_2 + \beta_5 x_2^2 + \in \qquad \textbf{(ec.5.1)}$$

Donde X_1 y X_2 son los factores antes definidos, como tiempo de molienda, y temperatura de calcinación respectivamente.

Con la ecuación antes planteada, se definen las hipótesis como:

$$\boldsymbol{Ho} = \beta_i = 0$$

$$\boldsymbol{H1} = Algun\ \beta_i \neq 0$$

Para: i = 1, 2, 3, ...,a

Donde **Ho** es la hipótesis nula, en la cual se expresa que todos los coeficientes de la ecuación son iguales a cero. Si esta se rechaza se concluye que los efectos de los tratamientos de los factores difieren, en otras palabras que estos, afectan significativamente a la variable de respuesta. En cambio **H1** es la hipótesis alterna, en la cual se expresa que al menos existe algún coeficiente diferente de cero, por tanto que existe una relación entre las variables.

Para probar hipótesis se supone que los errores del modelo son variables aleatorias independientes, con distribución normal, media cero y varianza σ^2.

Específicamente el interés en este proyecto de tesis consiste en probar hipótesis acerca de la igualdad de los efectos de los tratamientos de los factores X_1 y X_2.

Para poder rechazar **Ho** se debe observar los marcadores estadísticos **P** y **Fo**, donde **P** es la probabilidad de obtener un resultado al menos tan extremo como el valor observado, como resultado **Ho** se acepta; **Fo** es la variable de FISHER la cual se emplea para probar si dos muestras provienen de poblaciones que poseen varianzas iguales. Esta prueba es útil para determinar si una población normal tiene una mayor variación que la otra y también se aplica cuando se trata de comparar simultáneamente varias medias poblacionales, en ambas situaciones las poblaciones deben ser normales.

Los criterios para rechazar **Ho** son:

$$\mathbf{P < \alpha = 0.05 \quad o \quad Fo > F(\alpha, gl.\ tratamiento, gl.\ error)}$$

En donde F está en función de 3 valores. El valor de **α= 0.05** representa el 5 % de significancia y 95 % de probabilidad, y el de **gl.,** representa los respectivos grados de libertad tanto del tratamiento como del error.

La tabla 23, presenta el análisis estadístico de varianza ANOVA, para diseños completamente aleatorios con bloques.

TABLA 23

ANOVA PARA DISEÑOS COMPLETAMENTE ALEATORIOS CON BLOQUES

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo
Tratamientos	a- 1	$SS_{Tratamiento}$	$\frac{SS_{Tratamiento}}{a-1}$	$\frac{MS_{Tratamiento}}{MS_{Error}}$
Bloques	b – 1	$SS_{Bloques}$	$\frac{SS_{Bloques}}{b-1}$	
Error	(a - 1) (b -1)	SS_{Error}	$\frac{SS_{Error}}{(a-1)(b-1)}$	
Total	N-1	SS_T		

Con la utilización del Software **STASTISTICA,** se obtendrán estos valores y se analizará cada una de las propiedades estructurales de los morteros planteadas en el desarrollo de este proyecto de tesis.

5.2 Tablas de datos y resultados

En esta sección se presentan los datos obtenidos (respuesta observada) de las pruebas realizadas a los morteros según el diseño de experimentos de composición central bloqueado en forma de

estrella, además también se muestran los datos de los respectivos controles, y por último los resultados finales del análisis estadístico.

DATOS OBTENIDOS CCD (RESPUESTA OBSERVADA)

Para una mejor presentación de los datos obtenidos, se agrupan las 11 variables de acuerdo al nombre de la clase general de la respuesta: Resistencia a la Compresión (7-28-45), Variación de la Masa por la Hidratación (7-28-45), Índice de Puzolanidad (7-28), Contenido de Hidróxido de Calcio (7-28) y el Grado de Amorfización.

TABLA 24

RESISTENCIA A LA COMPRESION (7-28-45 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°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

TABLA 25

VARIACION DE LA MASA POR LA HIDRATACION (7-28-45 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	dm 7 (%)	dm 28 (%)	dm 45 (%)
1	Zeolita 1	60	800	3,61	4,17	4,47
2	Zeolita 1	90	700	3,69	4,05	4,25
3	Zeolita 1	90	700	3,95	4,35	4,53
4	Zeolita 1	90	700	3,72	4,18	4,62
5	Zeolita 1	120	800	3,36	4,36	4,66
6	Zeolita 1	90	700	2,96	4,02	4,19
7	Zeolita 1	60	600	4,10	4,62	4,79
8	Zeolita 1	90	700	2,72	3,51	3,89
9	Zeolita 1	120	600	2,89	3,90	4,25
10	Zeolita 2	90	841	4,39	4,77	4,95
11	Zeolita 2	90	559	3,89	4,32	4,48
12	Zeolita 2	90	700	3,70	4,52	4,76
13	Zeolita 2	90	700	4,11	5,13	5,14
14	Zeolita 2	90	700	3,64	4,10	4,38
15	Zeolita 2	90	700	3,14	3,53	3,57
16	Zeolita 2	48	700	3,22	3,43	3,95
17	Zeolita 2	90	700	3,26	3,65	3,79
18	Zeolita 2	132	700	3,06	3,54	3,72

TABLA 26

INDICE DE PUZOLANIDAD (7-28 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Ip 7 (%)	Ip 28 (%)
1	Zeolita 1	60	800	84,64	99,95
2	Zeolita 1	90	700	87,37	99,78
3	Zeolita 1	90	700	83,67	95,61
4	Zeolita 1	90	700	95,34	108,30
5	Zeolita 1	120	800	89,51	115,42
6	Zeolita 1	90	700	92,42	106,21
7	Zeolita 1	60	600	74,52	80,31
8	Zeolita 1	90	700	86,20	96,13
9	Zeolita 1	120	600	81,53	90,57
10	Zeolita 2	90	841	72,97	95,95
11	Zeolita 2	90	559	90,09	115,25
12	Zeolita 2	90	700	81,14	90,74
13	Zeolita 2	90	700	77,44	90,04
14	Zeolita 2	90	700	93,79	116,47
15	Zeolita 2	90	700	97,87	116,99
16	Zeolita 2	48	700	104,10	122,90
17	Zeolita 2	90	700	87,17	110,56
18	Zeolita 2	132	700	99,82	112,64

TABLA 27

CONTENIDO DE HIDROXIDO DE CALCIO (7-28 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°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

TABLA 28

GRADO DE AMORFIZACION/DESHIDROXILIZACION

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Amorfización individual (%)	GA/D (%)
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

DATOS OBTENIDOS DE LOS CONTROLES

Los datos obtenidos de los controles que se realizaron en el experimento se agruparon de la misma forma que los datos de la respuesta observada del CCD.

TABLA 29

RESISTENCIA A LA COMPRESION DEL CONTROL (7-28-45 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°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

TABLA 30

VARIACION DE LA MASA POR LA HIDRATACION DEL CONTROL (7-28-45 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	fc 7 (MPA)	fc 28 (MPA)	fc 45 (MPA)
1	Zeolita 1	0	0	3,74	4,14	4,39
2	Zeolita 2	0	0	3,98	4,45	4,89

TABLA 31

INDICE DE PUZOLANIDAD DEL CONTROL (7-28 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Ip 7 (%)	Ip 28 (%)
1	Zeolita 1	0	0	80,17	95,43
2	Zeolita 2	0	0	72,19	88,48

TABLA 32

CONTENIDO DE HIDROXIDO DE CALCIO DEL CONTROL

(7-28 DIAS)

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	CH 7 (%)	CH 28 (%)
1	Zeolita 1	0	0	4,98	5,50
2	Zeolita 2	0	0	5,02	5,10

TABLA 33

GRADO DE AMORFIZACION/DESHIDROXILIZACION DEL CONTROL

Orden	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Amorfización individual (%)	GA/D (%)
1	Zeolita 1	0	0	13,02	0
2	Zeolita 2	0	0	16,57	0

RESULTADOS OBTENIDOS ANALISIS ESTADISTICO

Una vez presentadas las tablas de datos de las respuestas observadas y controles, se utiliza el software **STATISTICA** para realizar el análisis estadístico con estos datos, y de esta manera poder obtener las 11 variables de respuesta. Tal y como se muestra a continuación:

- **Resistencia a la Compresión a los 7 días (fc 7)**

TABLA 34

ANALISIS 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	0,428738
Tiempo de Molienda (min)	1	0,477	0,477	0,060	0,810540
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	19,773	19,773	2,498	0,142282
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,528	0,528	0,067	0,800886
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	30,402	30,402	3,841	0,075826
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,129	0,129	0,016	0,900602
Error	11	87,062	7,915		
TOTAL	**17**	**141,267**			

TABLA 35

PARAMETROS ESTIMADOS PARA fc 7

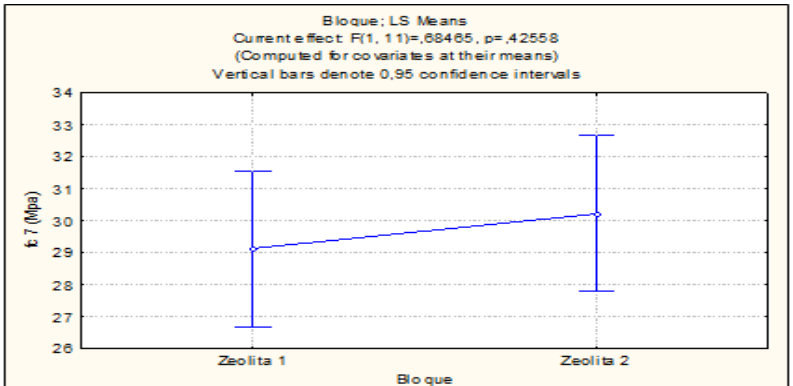
Efecto	Parametros fc 7 (Mpa)	Error Estandar fc 7 (Mpa)	- 95 % I.C fc 7 (Mpa)	+95 % I. C fc 7 (Mpa)
Intercepcion	-53,1631	56,54469	-177,617	71,29092
Bloque	-0,5492	0,66371	-2,010	0,91163
Tiempo de Molienda (min)	-0,2595	0,38452	-1,106	0,58680
Tiempo de Molienda (min) ^2	0,0017	0,00109	-0,001	0,00413
Temperatura de Calcinación (°C)	0,2715	0,14323	-0,044	0,58671
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,0002	0,00010	0,000	0,00002
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	-0,0001	0,00047	-0,001	0,00097

TABLA 36

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA fc 7

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	fc 7 (Mpa) Observada	fc 7 (Mpa) Esperada	fc 7 (Mpa) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	28,43940	28,41089	0,02851
2	Zeolita 1	90	700	29,35473	29,10496	0,24977
3	Zeolita 1	90	700	28,11253	29,10496	-0,99243
4	Zeolita 1	90	700	32,03517	29,10496	2,93021
5	Zeolita 1	120	800	30,07383	28,54991	1,52393
6	Zeolita 1	90	700	31,05440	29,10496	1,94944
7	Zeolita 1	60	600	25,03967	28,56076	-3,52110
8	Zeolita 1	90	700	28,96230	29,10496	-0,14266
9	Zeolita 1	120	600	27,39327	29,41895	-2,02568
10	Zeolita 2	90	841	24,51667	26,02955	-1,51289
11	Zeolita 2	90	559	30,26990	26,74789	3,52201
12	Zeolita 2	90	700	27,26263	30,20330	-2,94067
13	Zeolita 2	90	700	26,02030	30,20330	-4,18300
14	Zeolita 2	90	700	31,51207	30,20330	1,30876
15	Zeolita 2	90	700	32,88510	30,20330	2,68180
16	Zeolita 2	48	700	34,97720	32,89008	2,08712
17	Zeolita 2	90	700	29,28937	30,20330	-0,91394
18	Zeolita 2	132	700	33,53893	33,58812	-0,04919

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA fc 7



Cell No.	Bloque	fc 7 (Mpa) Mean	fc 7 (Mpa) Std.Err.	fc 7 (Mpa) -95,00%	fc 7 (Mpa) +95,00%	N
1	Zeolita 1	29,10496	1,112646	26,65604	31,55388	9
2	Zeolita 2	30,20330	1,108486	27,76354	32,64307	9

Fig. 5.1 Medias de los bloques para fc 7

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA fc 7

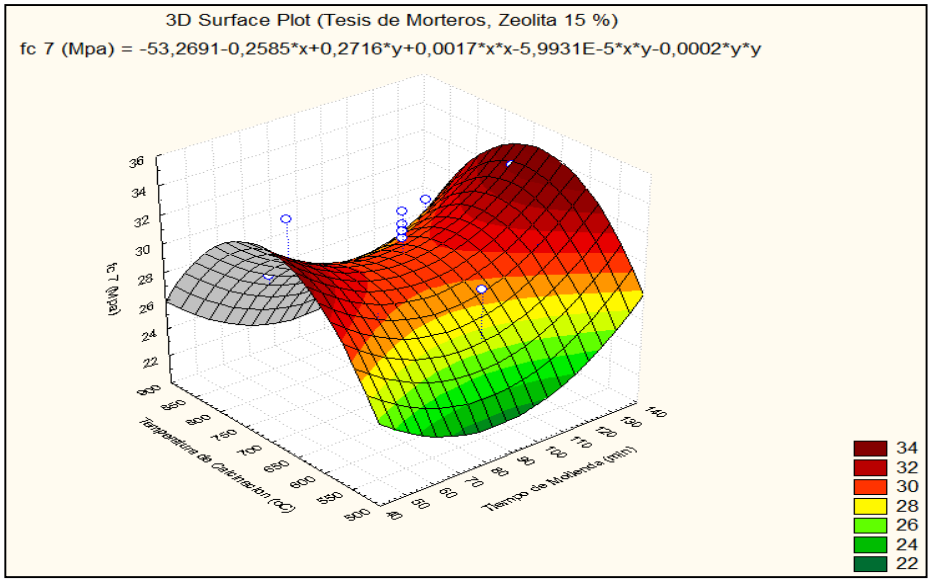


Fig. 5.2 Superficie de Respuesta para fc 7

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA fc 7

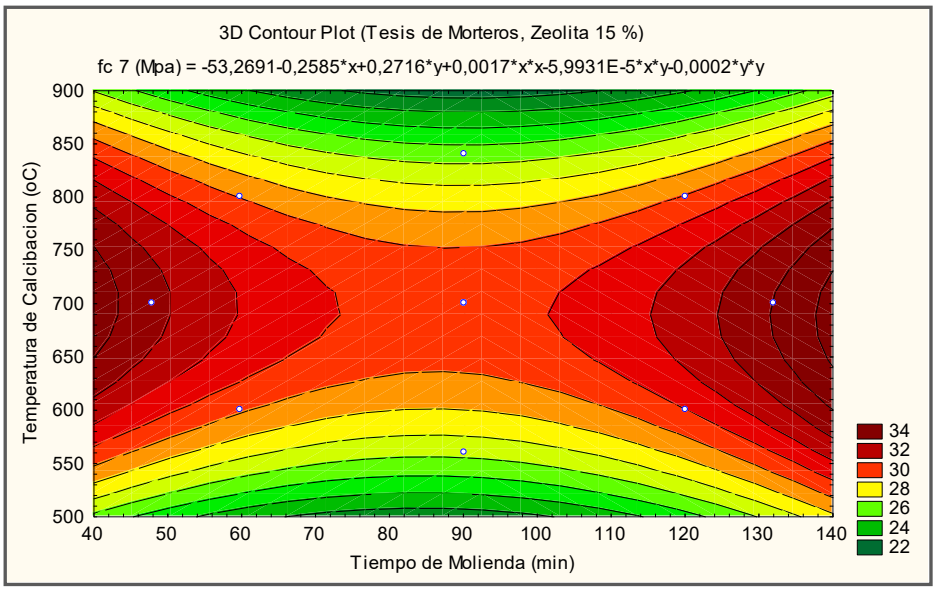


Fig. 5.3 Contornos- Región de Interés para fc 7

- **Resistencia a la Compresión a los 28 días (fc 28)**

TABLA 37

ANALISIS DE VARIANZA PARA fc 28

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	49,38	49,38	2,0669	0,178357
Tiempo de Molienda (min)	1	2,23	2,23	0,0932	0,765818
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	15,13	15,13	0,6332	0,443016
Temperatura de Calcinación (°C)	1	5,24	5,24	0,2193	0,648711
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	7,57	7,57	0,3168	0,584835
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,96	0,96	0,0403	0,844639
Error	11	262,78	23,89		
TOTAL	**17**	**342,21**			

TABLA 38

PARAMETROS ESTIMADOS PARA fc 28

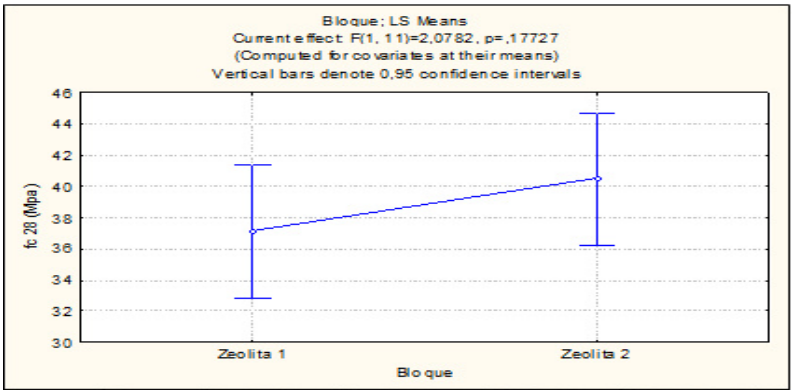
Efecto	Parametros fc 28 (Mpa)	Error Estandar fc 28 (Mpa)	- 95 % I.C fc 28 (Mpa)	+ 95 % I.C fc 28 (Mpa)
Intercepcion	6,77284	98,15992	-209,276	222,8214
Bloque	-1,66097	1,15217	-4,197	0,8749
Tiempo de Molienda (min)	-0,36654	0,66751	-1,836	1,1026
Tiempo de Molienda (min) ^2	0,00150	0,00190	-0,003	0,0057
Temperatura de Calcinación (°C)	0,12809	0,24864	-0,419	0,6753
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,00010	0,00017	-0,000	0,0003
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,00016	0,00081	-0,002	0,0020

TABLA 39

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA fc 28

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	fc 28 (Mpa) Observada	fc 28 (Mpa) Esperada	fc 28 (Mpa) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	37,59237	37,28856	0,30381
2	Zeolita 1	90	700	37,52697	37,11443	0,41254
3	Zeolita 1	90	700	35,95787	37,11443	-1,15656
4	Zeolita 1	90	700	40,73050	37,11443	3,61607
5	Zeolita 1	120	800	43,41100	39,34895	4,06205
6	Zeolita 1	90	700	39,94593	37,11443	2,83150
7	Zeolita 1	60	600	30,20463	36,63826	-6,43362
8	Zeolita 1	90	700	36,15403	37,11443	-0,96040
9	Zeolita 1	120	600	34,06193	36,73732	-2,67538
10	Zeolita 2	90	841	36,08867	39,67410	-3,58543
11	Zeolita 2	90	559	43,34563	37,37443	5,97120
12	Zeolita 2	90	700	34,12730	40,43638	-6,30908
13	Zeolita 2	90	700	33,86580	40,43638	-6,57058
14	Zeolita 2	90	700	43,80327	40,43638	3,36689
15	Zeolita 2	90	700	43,99937	40,43638	3,56299
16	Zeolita 2	48	700	46,22223	42,32779	3,89445
17	Zeolita 2	90	700	41,58040	40,43638	1,14402
18	Zeolita 2	132	700	42,36493	43,83940	-1,47447

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA fc 28



Cell No.	Bloque	fc 28 (Mpa) Mean	fc 28 (Mpa) Std.Err.	fc 28 (Mpa) -95,00%	fc 28 (Mpa) +95,00%	N
1	Zeolita 1	37,11443	1,931520	32,86318	41,36568	9
2	Zeolita 2	40,43638	1,924299	36,20102	44,67173	9

Fig. 5.4 Medias de los bloques para fc 28

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA fc 28

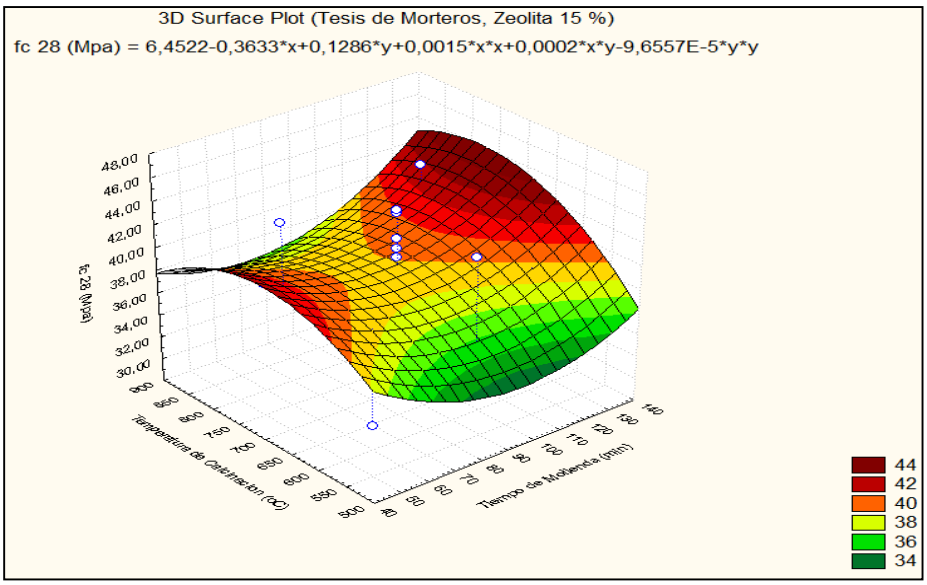


Fig. 5.5 Superficie de Respuesta para fc 28

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA fc 28

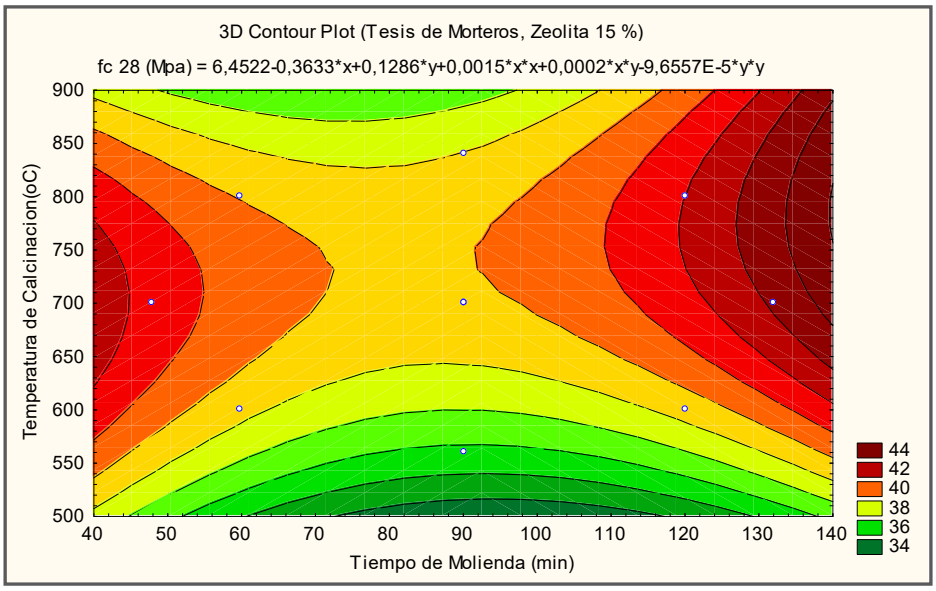


Fig. 5.6 Contornos- Región de Interés para fc 28

- **Resistencia a la Compresión a los 45 días (fc 45)**

TABLA 40

ANALISIS DE VARIANZA PARA fc 45

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	34,85	34,85	0,4599	0,511697
Tiempo de Molienda (min)	1	21,77	21,77	0,2872	0,602666
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	40,19	40,19	0,5303	0,481676
Temperatura de Calcinación (°C)	1	42,95	42,95	0,5667	0,467366
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	60,33	60,33	0,7961	0,391356
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	19,50	19,50	0,2574	0,621954
Error	11	833,59	75,78		
TOTAL	**17**	**1048,26**			

TABLA 41

PARAMETROS ESTIMADOS PARA fc 45

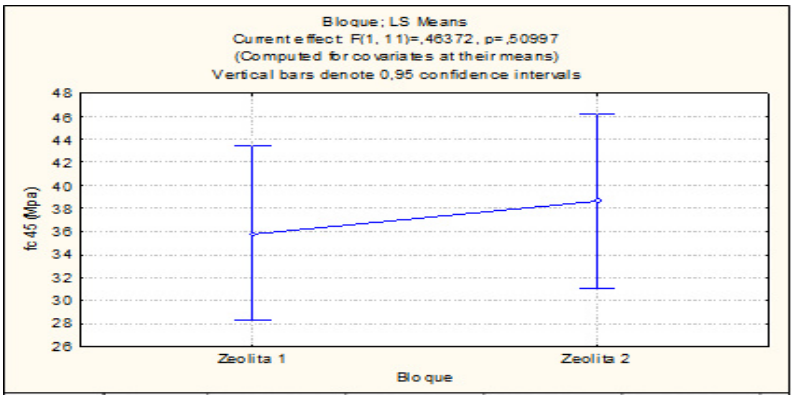
Efecto	Parametros fc 45 (Mpa)	Error Estandar fc 45 (Mpa)	- 95 % I.C fc 45 (Mpa)	+95 % I. C fc 45 (Mpa)
Intercepcion	-50,5500	174,8531	-435,399	334,2990
Bloque	-1,3976	2,0524	-5,915	3,1196
Tiempo de Molienda (min)	-0,8984	1,1890	-3,515	1,7187
Tiempo de Molienda (min) ^2	0,0024	0,0034	-0,005	0,0099
Temperatura de Calcinación (°C)	0,3360	0,4429	-0,639	1,3108
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,0003	0,0003	-0,001	0,0004
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,0007	0,0015	-0,002	0,0039

TABLA 42

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA fc 45

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	fc 45 (Mpa) Observada	fc 45 (Mpa) Esperada	fc 45 (Mpa) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	33,86750	33,78539	0,0821
2	Zeolita 1	90	700	36,74500	35,84256	0,9024
3	Zeolita 1	90	700	35,55417	35,84256	-0,2884
4	Zeolita 1	90	700	40,58500	35,84256	4,7424
5	Zeolita 1	120	800	42,84000	41,52361	1,3164
6	Zeolita 1	90	700	41,52000	35,84256	5,6774
7	Zeolita 1	60	600	26,17500	33,54959	-7,3746
8	Zeolita 1	90	700	36,92500	35,84256	1,0824
9	Zeolita 1	120	600	26,31500	32,45531	-6,1403
10	Zeolita 2	90	841	34,29500	36,53621	-2,2412
11	Zeolita 2	90	559	38,31250	29,97683	8,3357
12	Zeolita 2	90	700	23,52500	38,63776	-15,1128
13	Zeolita 2	90	700	26,00250	38,63776	-12,6353
14	Zeolita 2	90	700	36,24250	38,63776	-2,3953
15	Zeolita 2	90	700	51,74250	38,63776	13,1047
16	Zeolita 2	48	700	44,58250	40,60996	3,9725
17	Zeolita 2	90	700	43,40000	38,63776	4,7622
18	Zeolita 2	132	700	47,47000	45,26071	2,2093

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA fc 45



Cell No.	Bloque	fc 45 (Mpa) Mean	fc 45 (Mpa) Std.Err.	fc 45 (Mpa) -95,00%	fc 45 (Mpa) +95,00%	N
1	Zeolita 1	35,84256	3,440633	28,26977	43,41534	9
2	Zeolita 2	38,63776	3,427770	31,09329	46,18223	9

Fig. 5.7 Medias de los bloques para fc 45

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA fc 45

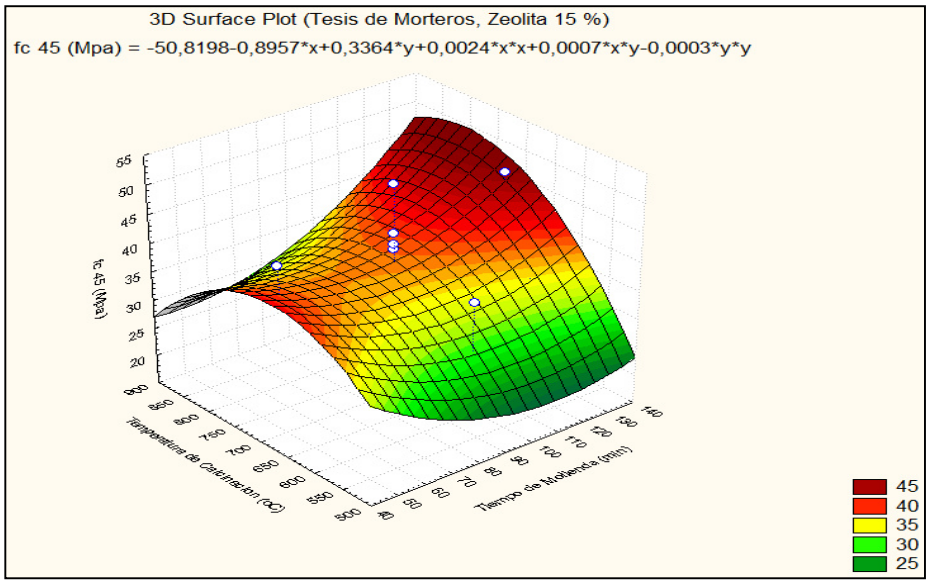


Fig. 5.8 Superficie de Respuesta para fc 45

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA fc 45

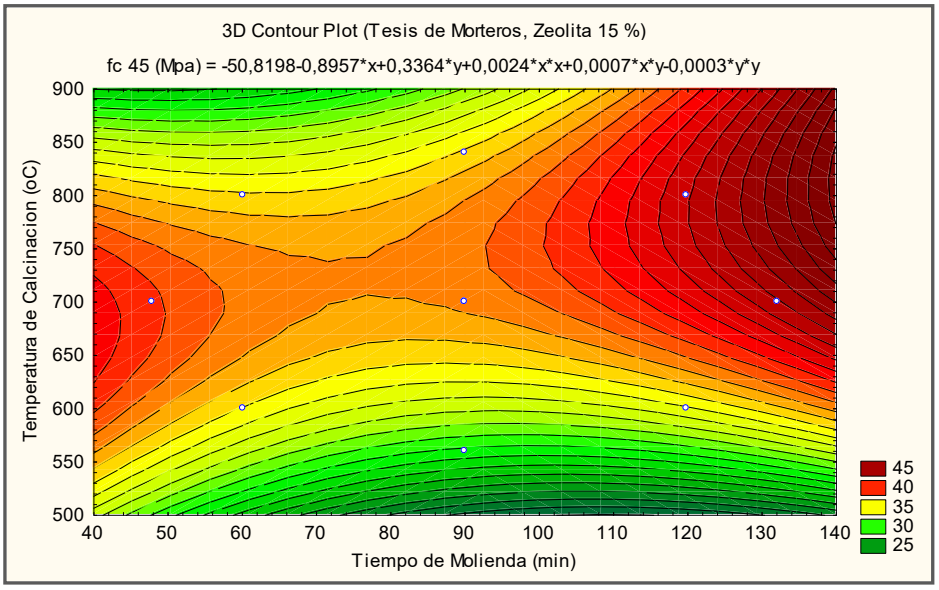


Fig. 5.9 Contornos- Región de Interés para fc 45

- **Variación de la masa por la hidratación a los 7 días (dm 7)**

TABLA 43

ANALISIS DE VARIANZA PARA dm 7

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	0,1080	0,1080	0,5958	0,456450
Tiempo de Molienda (min)	1	0,3571	0,3571	1,9691	0,188138
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	0,3826	0,3826	2,1098	0,174277
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0597	0,0597	0,3291	0,577739
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	0,6977	0,6977	3,8473	0,075625
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,2310	0,2310	1,2739	0,283056
Error	11	1,9949	0,1814		
TOTAL	**17**	**3,7795**			

TABLA 44

PARAMETROS ESTIMADOS PARA dm 7

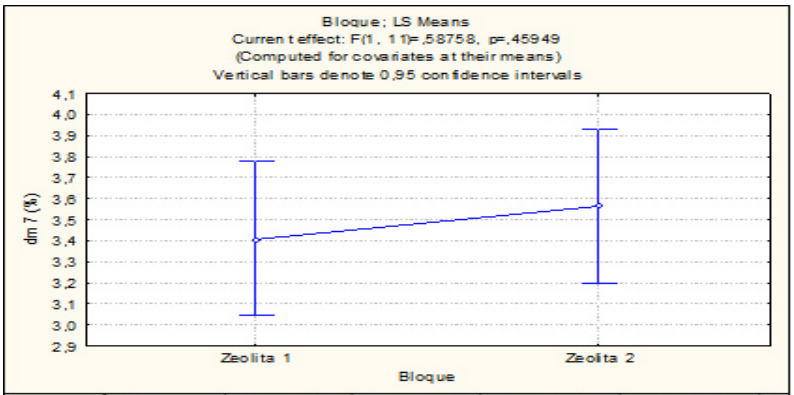
Efecto	Parametros dm 7 (%)	Error Estandar dm 7 (%)	- 95 % I.C dm 7 (%)	+95 % I. C dm 7 (%)
Intercepcion	20,84041	8,546606	2,029455	39,65136
Bloque	-0,07690	0,100318	-0,297695	0,14390
Tiempo de Molienda (min)	-0,01982	0,058119	-0,147737	0,10810
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,00024	0,000165	-0,000605	0,00012
Temperatura de Calcinación (°C)	-0,04698	0,021648	-0,094627	0,00067
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	0,00003	0,000015	-0,000003	0,00006
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,00008	0,000071	-0,000076	0,00024

TABLA 45

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA dm 7

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	dm 7 (%) Observada	dm 7 (%) Esperada	dm 7 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	3,611400	3,544323	0,067077
2	Zeolita 1	90	700	3,694034	3,411728	0,282306
3	Zeolita 1	90	700	3,951654	3,411728	0,539926
4	Zeolita 1	90	700	3,715276	3,411728	0,303548
5	Zeolita 1	120	800	3,359934	3,598724	-0,238789
6	Zeolita 1	90	700	2,957192	3,411728	-0,454536
7	Zeolita 1	60	600	4,099050	3,852236	0,246814
8	Zeolita 1	90	700	2,724434	3,411728	-0,687294
9	Zeolita 1	120	600	2,886293	2,945346	-0,059053
10	Zeolita 2	90	841	4,387748	4,264312	0,123436
11	Zeolita 2	90	559	3,889251	4,020759	-0,131509
12	Zeolita 2	90	700	3,699177	3,565522	0,133655
13	Zeolita 2	90	700	4,107537	3,565522	0,542015
14	Zeolita 2	90	700	3,642702	3,565522	0,077179
15	Zeolita 2	90	700	3,136658	3,565522	-0,428864
16	Zeolita 2	48	700	3,216387	3,438958	-0,222570
17	Zeolita 2	90	700	3,257799	3,565522	-0,307724
18	Zeolita 2	132	700	3,056597	2,842215	0,214382

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA dm 7



Cell No.	Bloque	dm 7 (%) Mean	dm 7 (%) Std.Err.	dm 7 (%) -95,00%	dm 7 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	3,411728	0,168174	3,041579	3,781876	9
2	Zeolita 2	3,565522	0,167545	3,196758	3,934287	9

Fig. 5.10 Medias de los bloques para dm 7

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA dm 7

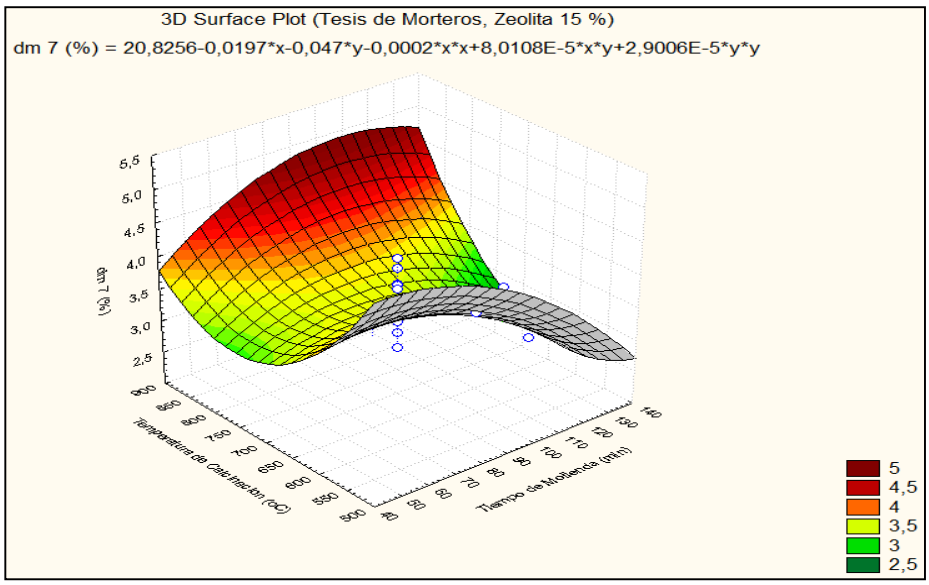


Fig. 5.11 Superficie de Respuesta para dm 7

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA dm 7

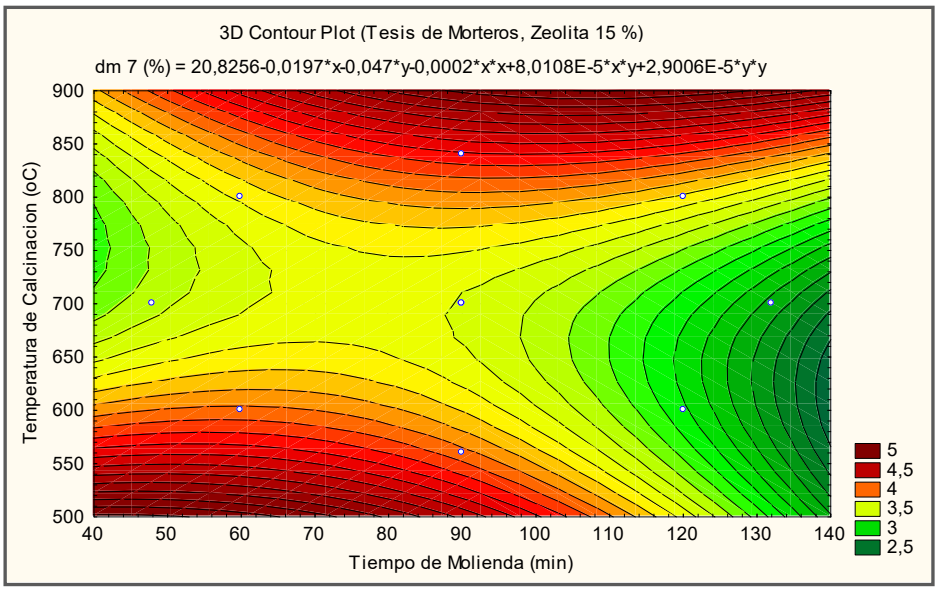


Fig. 5.12 Contornos- Región de Interés para dm 7

- **Variación de la masa por la hidratación a los 28 días (dm 28)**

TABLA 46

ANALISIS DE VARIANZA PARA dm 28

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	0,0014	0,0014	0,0065	0,937081
Tiempo de Molienda (min)	1	0,0171	0,0171	0,0779	0,785291
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	0,5169	0,5169	2,3510	0,153443
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0545	0,0545	0,2477	0,628516
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	0,6727	0,6727	3,0598	0,108061
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,2075	0,2075	0,9440	0,352141
Error	11	2,4184	0,2199		
TOTAL	**17**	**3,8296**			

TABLA 47

PARAMETROS ESTIMADOS PARA dm 28

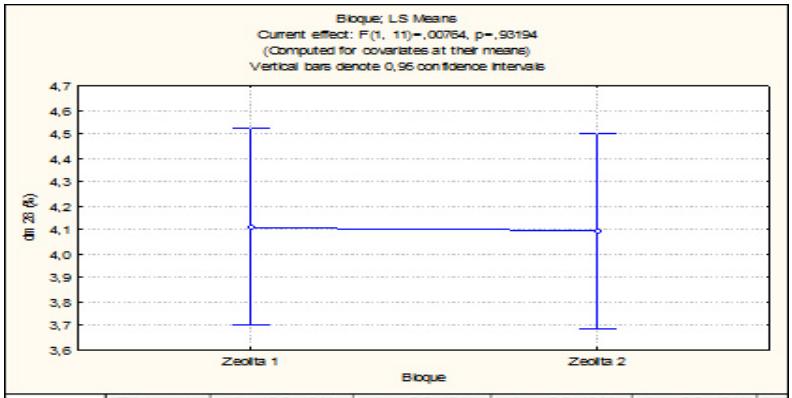
Efecto	Parametros dm 28 (%)	Error Estandar dm 28 (%)	- 95 % I.C dm 28 (%)	+95 % I. C dm 28 (%)
Intercepcion	20,17809	9,421405	-0,558280	40,91446
Bloque	0,00966	0,110586	-0,233734	0,25306
Tiempo de Molienda (min)	-0,00454	0,064068	-0,145557	0,13647
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,00028	0,000182	-0,000680	0,00012
Temperatura de Calcinación (°C)	-0,04597	0,023864	-0,098494	0,00656
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	0,00003	0,000016	-0,000007	0,00006
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,00008	0,000078	-0,000096	0,00025

TABLA 48

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA dm 28

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	dm 28 (%) Observada	dm 28 (%) Esperada	dm 28 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	4,171539	4,048810	0,122729
2	Zeolita 1	90	700	4,048672	4,112539	-0,063867
3	Zeolita 1	90	700	4,349114	4,112539	0,236575
4	Zeolita 1	90	700	4,178138	4,112539	0,065599
5	Zeolita 1	120	800	4,360612	4,410460	-0,049848
6	Zeolita 1	90	700	4,015346	4,112539	-0,097194
7	Zeolita 1	60	600	4,618159	4,339352	0,278807
8	Zeolita 1	90	700	3,513509	4,112539	-0,599030
9	Zeolita 1	120	600	3,896115	3,789886	0,106229
10	Zeolita 2	90	841	4,772544	4,777015	-0,004471
11	Zeolita 2	90	559	4,318485	4,544343	-0,225858
12	Zeolita 2	90	700	4,520236	4,093213	0,427024
13	Zeolita 2	90	700	5,131356	4,093213	1,038143
14	Zeolita 2	90	700	4,098354	4,093213	0,005141
15	Zeolita 2	90	700	3,531421	4,093213	-0,561792
16	Zeolita 2	48	700	3,427210	3,667295	-0,240085
17	Zeolita 2	90	700	3,648657	4,093213	-0,444556
18	Zeolita 2	132	700	3,542277	3,535823	0,006454

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA dm 28



Cell No.	Bloque	dm 28 (%) Mean	dm 28 (%) Std.Err.	dm 28 (%) -95,00%	dm 28 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	4,112539	0,185388	3,704504	4,520575	9
2	Zeolita 2	4,093213	0,184695	3,686703	4,499723	9

Fig. 5.13 Medias de los bloques para dm 28

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA dm 28

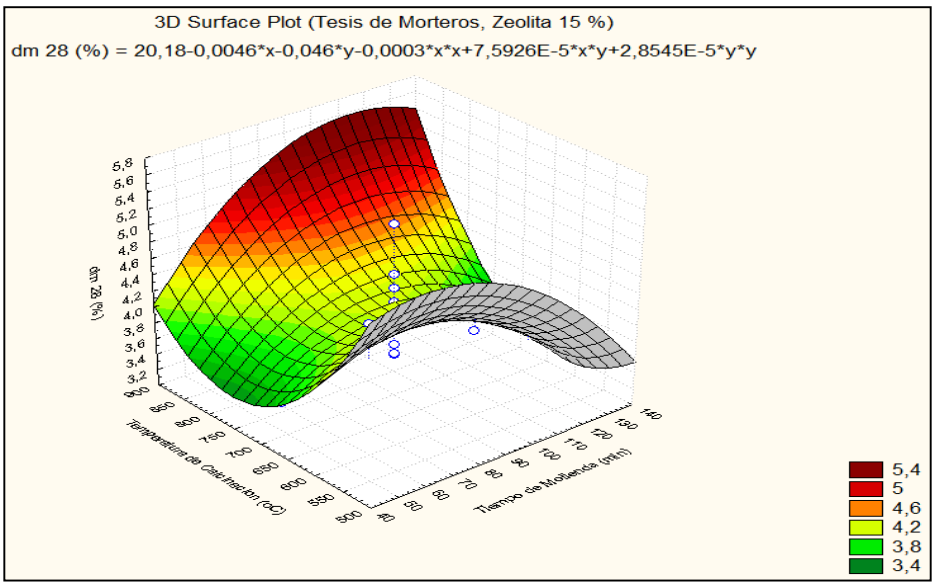


Fig. 5.14 Superficie de Respuesta para dm 28

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA dm 28

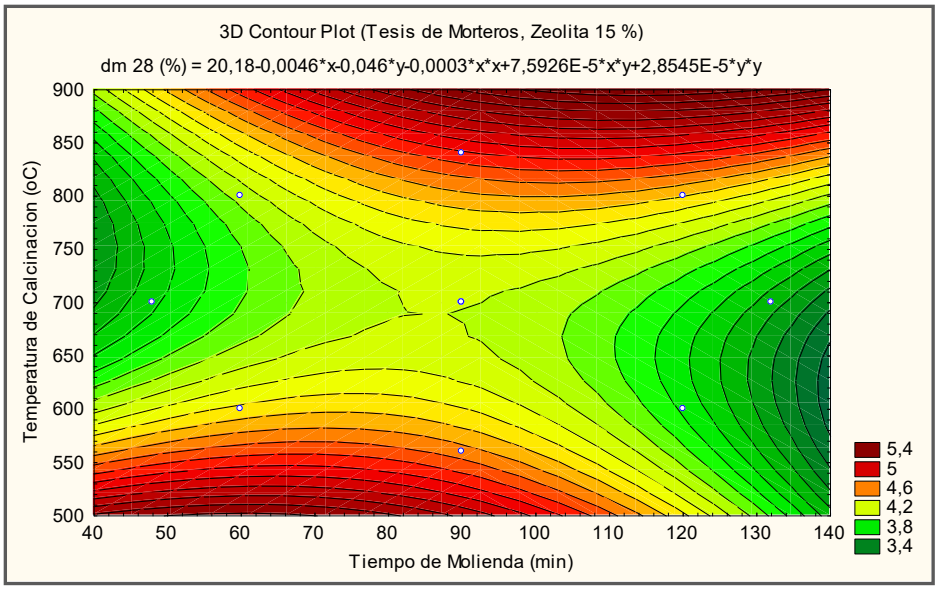


Fig. 5.15 Contornos- Región de Interés para dm 28

- **Variación de la masa por la hidratación a los 45 días (dm 45)**

TABLA 49

ANALISIS DE VARIANZA PARA dm 45

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	0,0465	0,0465	0,2319	0,639526
Tiempo de Molienda (min)	1	0,0584	0,0584	0,2910	0,600308
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	0,2401	0,2401	1,1963	0,297426
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0721	0,0721	0,3593	0,561013
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	0,6024	0,6024	3,0019	0,111072
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,1329	0,1329	0,6623	0,433012
Error	11	2,2076	0,2007		
TOTAL	**17**	**3,3223**			

TABLA 50

PARAMETROS ESTIMADOS PARA dm 45

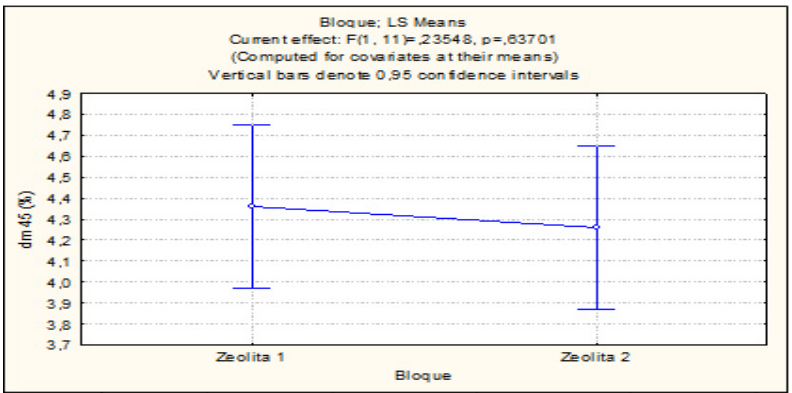
Efecto	Parametros dm 45 (%)	Error Estandar dm 45 (%)	- 95 % I.C dm 45 (%)	+95 % I. C dm 45 (%)
Intercepcion	19,40924	8,998767	-0,396918	39,21539
Bloque	0,05126	0,105625	-0,181223	0,28374
Tiempo de Molienda (min)	-0,01119	0,061194	-0,145879	0,12349
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,00019	0,000174	-0,000573	0,00019
Temperatura de Calcinación (°C)	-0,04228	0,022794	-0,092449	0,00789
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	0,00003	0,000016	-0,000007	0,00006
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,00006	0,000075	-0,000104	0,00023

TABLA 51

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA dm 45

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	dm 45 (%) Observada	dm 45 (%) Esperada	dm 45 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	4,474920	4,459711	0,015209
2	Zeolita 1	90	700	4,254568	4,362424	-0,107857
3	Zeolita 1	90	700	4,528710	4,362424	0,166286
4	Zeolita 1	90	700	4,617425	4,362424	0,255001
5	Zeolita 1	120	800	4,660285	4,652496	0,007789
6	Zeolita 1	90	700	4,185716	4,362424	-0,176708
7	Zeolita 1	60	600	4,793321	4,634329	0,158992
8	Zeolita 1	90	700	3,892139	4,362424	-0,470285
9	Zeolita 1	120	600	4,249535	4,097962	0,151573
10	Zeolita 2	90	841	4,948151	4,930067	0,018084
11	Zeolita 2	90	559	4,476362	4,662226	-0,185864
12	Zeolita 2	90	700	4,763413	4,259912	0,503501
13	Zeolita 2	90	700	5,143442	4,259912	0,883530
14	Zeolita 2	90	700	4,378546	4,259912	0,118634
15	Zeolita 2	90	700	3,565884	4,259912	-0,694028
16	Zeolita 2	48	700	3,954570	4,044962	-0,090392
17	Zeolita 2	90	700	3,786240	4,259912	-0,473672
18	Zeolita 2	132	700	3,724663	3,804456	-0,079793

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA dm 45



Cell No.	Bloque	dm 45 (%) Mean	dm 45 (%) Std.Err.	dm 45 (%) -95,00%	dm 45 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	4,362424	0,177071	3,972693	4,752156	9
2	Zeolita 2	4,259912	0,176409	3,871638	4,648186	9

Fig. 5.16 Medias de los bloques para dm 45

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA dm 45

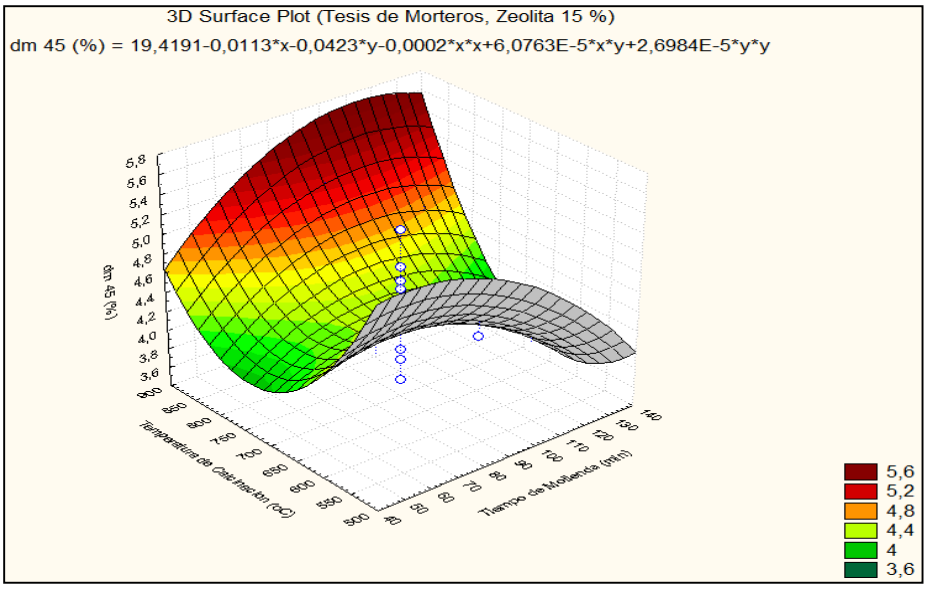


Fig.5.17 Superficie de Respuesta para dm 45

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA dm 45

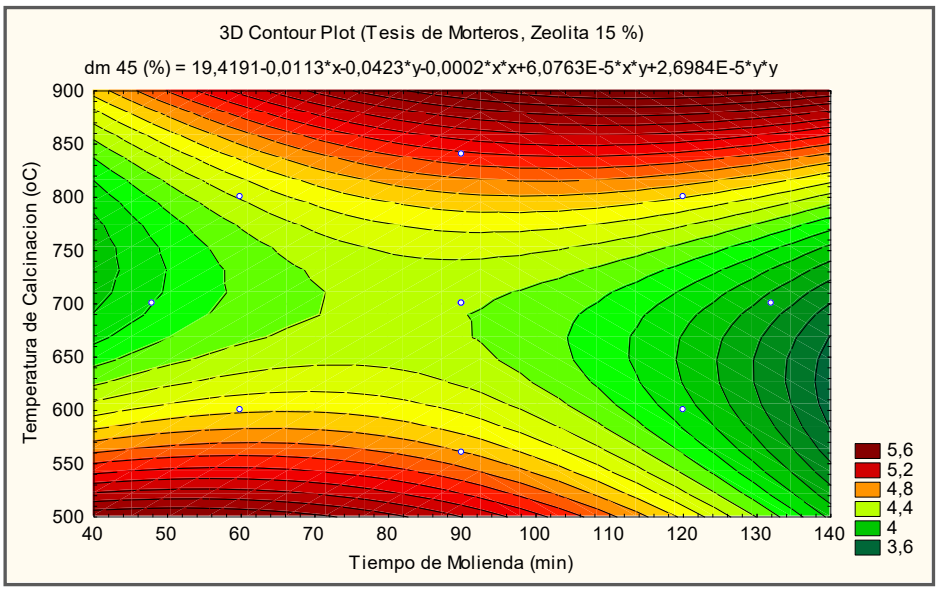


Fig. 5.18 Contornos- Región de Interés para dm 45

- **Índice de Puzolanidad a los 7 días (Ip 7)**

TABLA 52

ANALISIS DE VARIANZA PARA Ip 7

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	47,33	47,33	0,675	0,428738
Tiempo de Molienda (min)	1	4,23	4,23	0,060	0,810540
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	175,14	175,14	2,498	0,142282
Temperatura de Calcinación (°C)	1	4,68	4,68	0,067	0,800886
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	269,30	269,30	3,841	0,075826
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	1,15	1,15	0,016	0,900602
Error	11	771,17	70,11		
TOTAL	**17**	**1251,30**			

TABLA 53

PARAMETROS ESTIMADOS PARA Ip 7

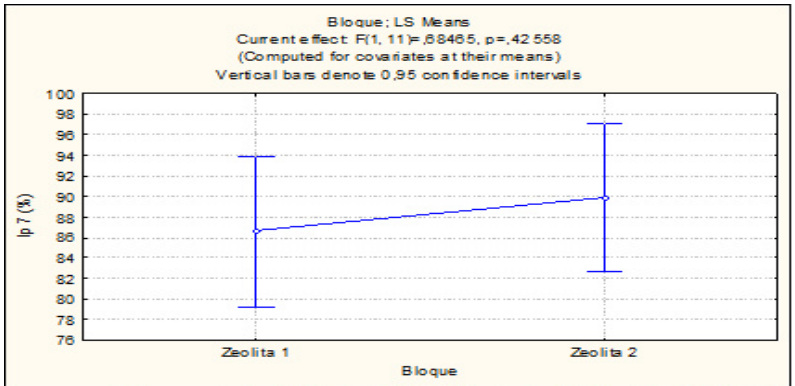
Efecto	Parametros Ip 7 (%)	Error Estandar Ip 7 (%)	- 95 % I.C Ip 7 (%)	+95 % I. C Ip 7 (%)
Intercepcion	-158,224	168,2878	-528,622	212,1754
Bloque	-1,634	1,9753	-5,982	2,7132
Tiempo de Molienda (min)	-0,772	1,1444	-3,291	1,7464
Tiempo de Molienda (min) ^2	0,005	0,0033	-0,002	0,0123
Temperatura de Calcinación (°C)	0,808	0,4263	-0,130	1,7461
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,001	0,0003	-0,001	0,0001
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	-0,0002	0,0014	-0,003	0,0029

TABLA 54

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA Ip 7

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Ip 7 (%) Observada	Ip 7 (%) Esperada	Ip 7 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	84,6411	84,55622	0,0848
2	Zeolita 1	90	700	87,3653	86,62190	0,7434
3	Zeolita 1	90	700	83,6683	86,62190	-2,9536
4	Zeolita 1	90	700	95,3428	86,62190	8,7209
5	Zeolita 1	120	800	89,5055	84,96996	4,5355
6	Zeolita 1	90	700	92,4238	86,62190	5,8019
7	Zeolita 1	60	600	74,5228	85,00227	-10,4795
8	Zeolita 1	90	700	86,1973	86,62190	-0,4246
9	Zeolita 1	120	600	81,5276	87,55639	-6,0288
10	Zeolita 2	90	841	72,9663	77,46891	-4,5026
11	Zeolita 2	90	559	90,0890	79,60681	10,4822
12	Zeolita 2	90	700	81,1388	89,89079	-8,7520
13	Zeolita 2	90	700	77,4414	89,89079	-12,4494
14	Zeolita 2	90	700	93,7859	89,89079	3,8951
15	Zeolita 2	90	700	97,8723	89,89079	7,9815
16	Zeolita 2	48	700	104,0988	97,88715	6,2117
17	Zeolita 2	90	700	87,1707	89,89079	-2,7201
18	Zeolita 2	132	700	99,8183	99,96465	-0,1464

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA Ip 7



Cell No.	Bloque	Ip 7 (%) Mean	Ip 7 (%) Std.Err.	Ip 7 (%) -95,00%	Ip 7 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	86,62190	3,311446	79,33346	93,91034	9
2	Zeolita 2	89,89079	3,299065	82,62959	97,15198	9

Fig. 5.19 Medias de los bloques para Ip 7

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA Ip 7

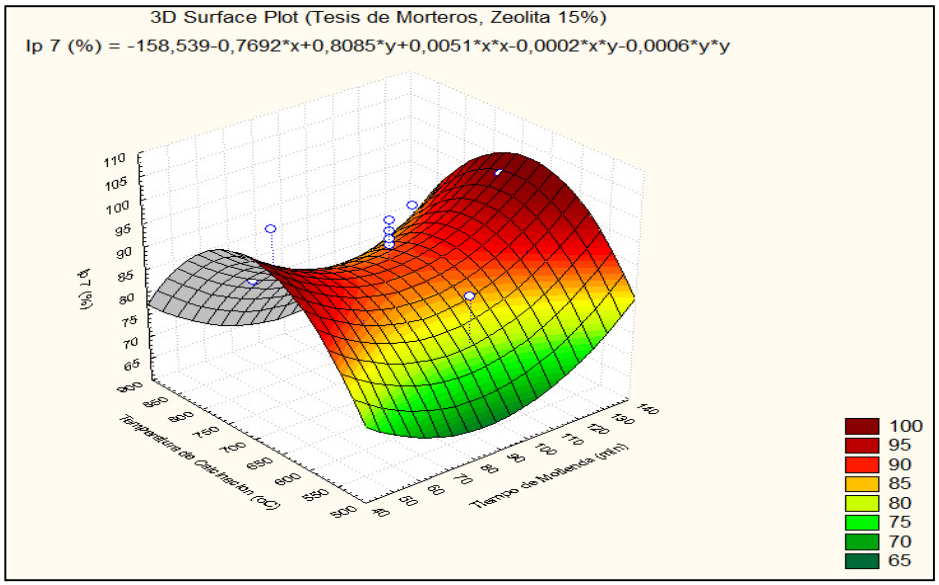


Fig. 5.20 Superficie de Respuesta para Ip 7

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA Ip 7

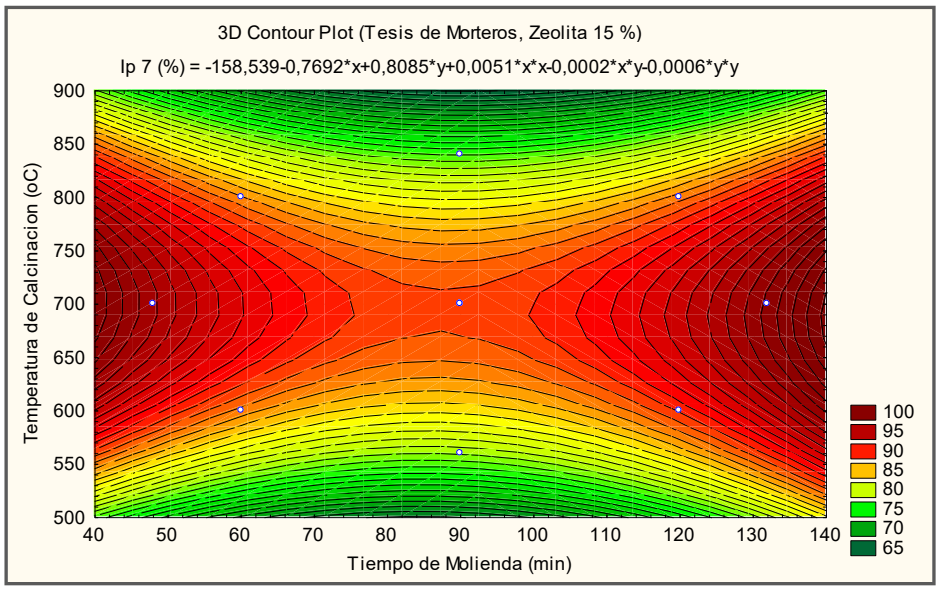


Fig. 5.21 Contornos- Región de Interés para Ip 7

- **Índice de Puzolanidad a los 28 días (Ip 28)**

TABLA 55

ANALISIS DE VARIANZA PARA Ip 28

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	349,1	349,1	2,0669	0,178357
Tiempo de Molienda (min)	1	15,7	15,7	0,0932	0,765818
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	106,9	106,9	0,6332	0,443016
Temperatura de Calcinación (°C)	1	37,0	37,0	0,2193	0,648711
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	53,5	53,5	0,3168	0,584835
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	6,8	6,8	0,0403	0,844639
Error	11	1857,7	168,9		
TOTAL	**17**	**2419,3**			

TABLA 56

PARAMETROS ESTIMADOS PARA Ip 28

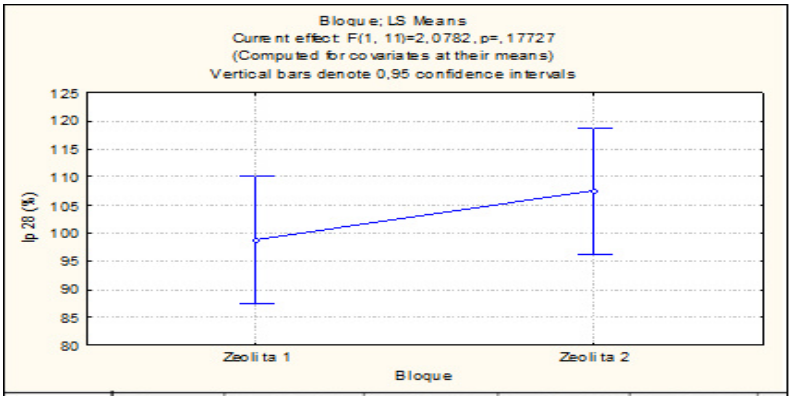
Efecto	Parametros Ip 28 (%)	Error Estandar Ip 28 (%)	- 95 % I.C Ip 28 (%)	+95 % I. C Ip 28 (%)
Intercepcion	18,00809	260,9942	-556,436	592,4524
Bloque	-4,41631	3,0635	-11,159	2,3264
Tiempo de Molienda (min)	-0,97458	1,7748	-4,881	2,9318
Tiempo de Molienda (min) ^2	0,00399	0,0051	-0,007	0,0151
Temperatura de Calcinación (°C)	0,34058	0,6611	-1,114	1,7956
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,00026	0,0005	-0,001	0,0007
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,00043	0,0022	-0,004	0,0052

TABLA 57

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA Ip 28

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	Ip 28 (%) Observada	Ip 28 (%) Esperada	Ip 28 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	99,9531	99,1453	0,8078
2	Zeolita 1	90	700	99,7792	98,6823	1,0969
3	Zeolita 1	90	700	95,6072	98,6823	-3,0751
4	Zeolita 1	90	700	108,2970	98,6823	9,6147
5	Zeolita 1	120	800	115,4241	104,6236	10,8004
6	Zeolita 1	90	700	106,2109	98,6823	7,5286
7	Zeolita 1	60	600	80,3101	97,4163	-17,1062
8	Zeolita 1	90	700	96,1288	98,6823	-2,5536
9	Zeolita 1	120	600	90,5662	97,6796	-7,1135
10	Zeolita 2	90	841	95,9550	105,4882	-9,5332
11	Zeolita 2	90	559	115,2503	99,3736	15,8766
12	Zeolita 2	90	700	90,7400	107,5150	-16,7750
13	Zeolita 2	90	700	90,0447	107,5150	-17,4703
14	Zeolita 2	90	700	116,4671	107,5150	8,9521
15	Zeolita 2	90	700	116,9885	107,5150	9,4735
16	Zeolita 2	48	700	122,8988	112,5440	10,3548
17	Zeolita 2	90	700	110,5568	107,5150	3,0418
18	Zeolita 2	132	700	112,6427	116,5632	-3,9204

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA Ip 28



Cell No.	Bloque	Ip 28 (%) Mean	Ip 28 (%) Std.Err.	Ip 28 (%) -95,00%	Ip 28 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	98,6823	5,135656	87,37884	109,9858	9
2	Zeolita 2	107,5150	5,116456	96,25372	118,7762	9

Fig. 5.22 Medias de los bloques para Ip 28

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA Ip 28

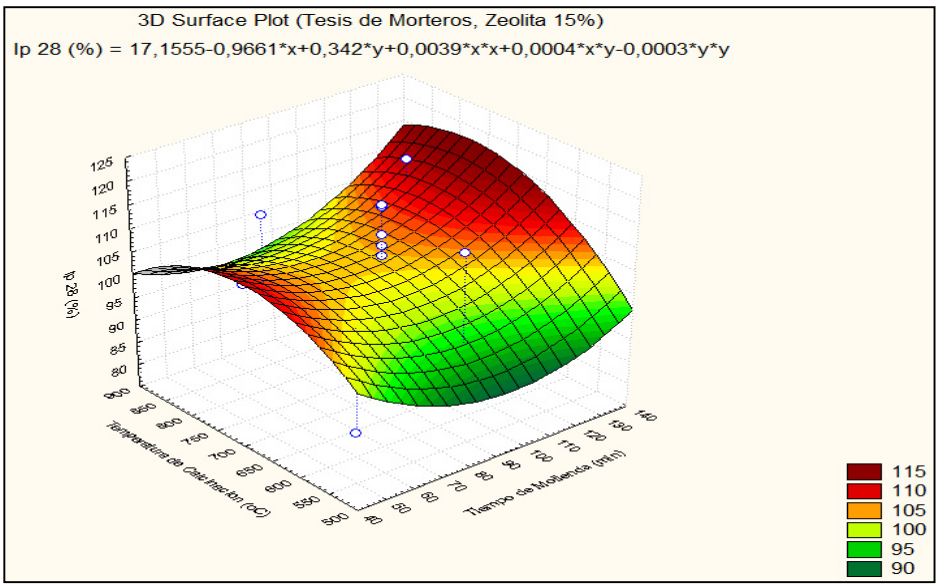


Fig. 5.23 Superficie de Respuesta para Ip 28

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA Ip 28

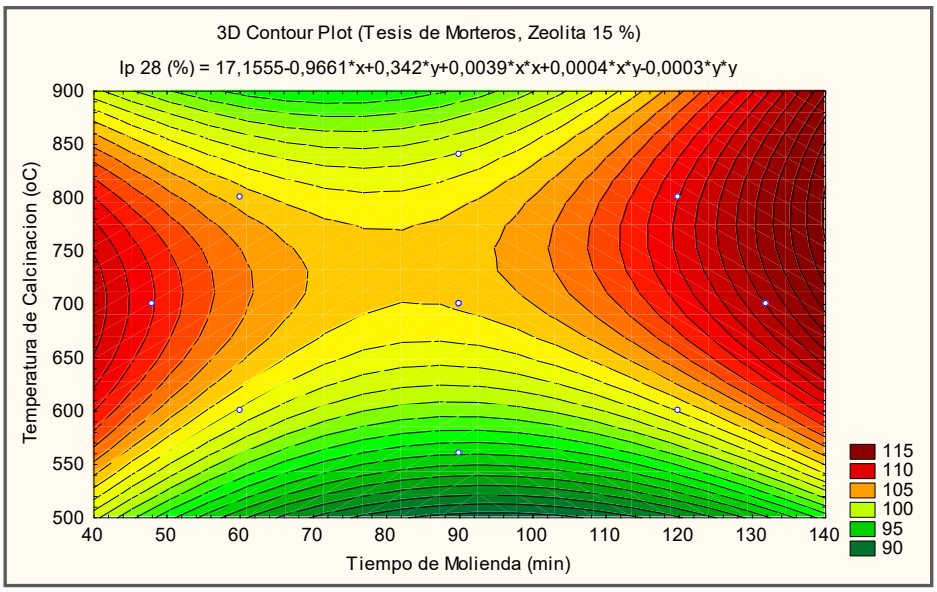


Fig. 5.24 Contornos- Región de Interés para Ip 28

- **Contenido de Hidróxido de Calcio a los 7 días (CH 7)**

TABLA 58

ANALISIS DE VARIANZA PARA CH 7

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	0,2296	0,2296	4,048	0,069375
Tiempo de Molienda (min)	1	0,0052	0,0052	0,093	0,766670
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	0,0060	0,0060	0,105	0,751708
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0143	0,0143	0,252	0,625257
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	0,0411	0,0411	0,725	0,412632
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,5182	0,5182	9,135	0,011605
Error	11	0,6240	0,0567		
TOTAL	**17**	**1,4404**			

TABLA 59

PARAMETROS ESTIMADOS PARA CH 7

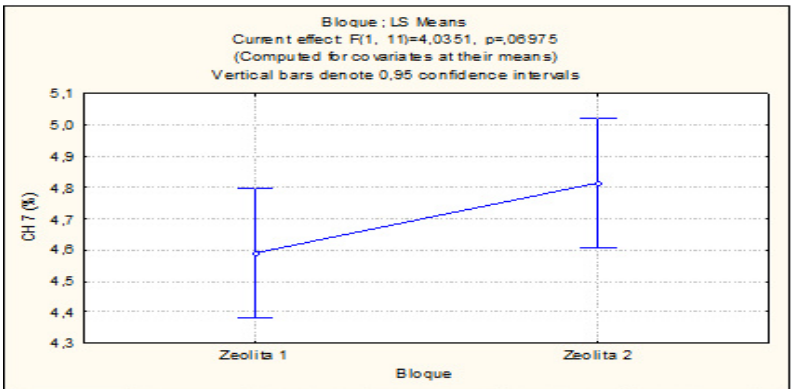
Efecto	Parametros CH 7 (%)	Error Estandar CH 7 (%)	- 95 % I.C CH 7 (%)	+95 % I. C CH 7 (%)
Intercepcion	-6,17534	4,781197	-16,6987	4,348004
Bloque	-0,11273	0,056120	-0,2363	0,010788
Tiempo de Molienda (min)	0,08865	0,032513	0,0171	0,160208
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,00003	0,000093	-0,0002	0,000173
Temperatura de Calcinación (°C)	0,02021	0,012111	-0,0064	0,046864
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,00001	0,000008	-0,0000	0,000011
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	-0,00012	0,000040	-0,0002	-0,000033

TABLA 60

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA CH 7

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	CH 7 (%) Observada	CH 7 (%) Esperada	CH 7 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	4,874819	4,833115	0,041705
2	Zeolita 1	90	700	4,764107	4,587429	0,176679
3	Zeolita 1	90	700	4,526774	4,587429	-0,060655
4	Zeolita 1	90	700	4,231168	4,587429	-0,356261
5	Zeolita 1	120	800	4,080953	4,061627	0,019325
6	Zeolita 1	90	700	4,803440	4,587429	0,216012
7	Zeolita 1	60	600	4,038570	4,197678	-0,159108
8	Zeolita 1	90	700	4,891219	4,587429	0,303790
9	Zeolita 1	120	600	4,684474	4,865961	-0,181487
10	Zeolita 2	90	841	4,541623	4,613733	-0,072111
11	Zeolita 2	90	559	4,945536	4,732806	0,212730
12	Zeolita 2	90	700	4,761562	4,812893	-0,051331
13	Zeolita 2	90	700	5,057766	4,812893	0,244873
14	Zeolita 2	90	700	4,551121	4,812893	-0,261772
15	Zeolita 2	90	700	4,551984	4,812893	-0,260909
16	Zeolita 2	48	700	4,850243	4,794911	0,055332
17	Zeolita 2	90	700	4,858778	4,812893	0,045885
18	Zeolita 2	132	700	4,809970	4,722667	0,087303

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA CH 7



Cell No.	Bloque	CH 7 (%) Mean	CH 7 (%) Std.Err.	CH 7 (%) -95,00%	CH 7 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	4,587429	0,094081	4,380358	4,794499	9
2	Zeolita 2	4,812893	0,093729	4,606596	5,019189	9

Fig. 5.25 Medias de los bloques para CH 7

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA CH 7

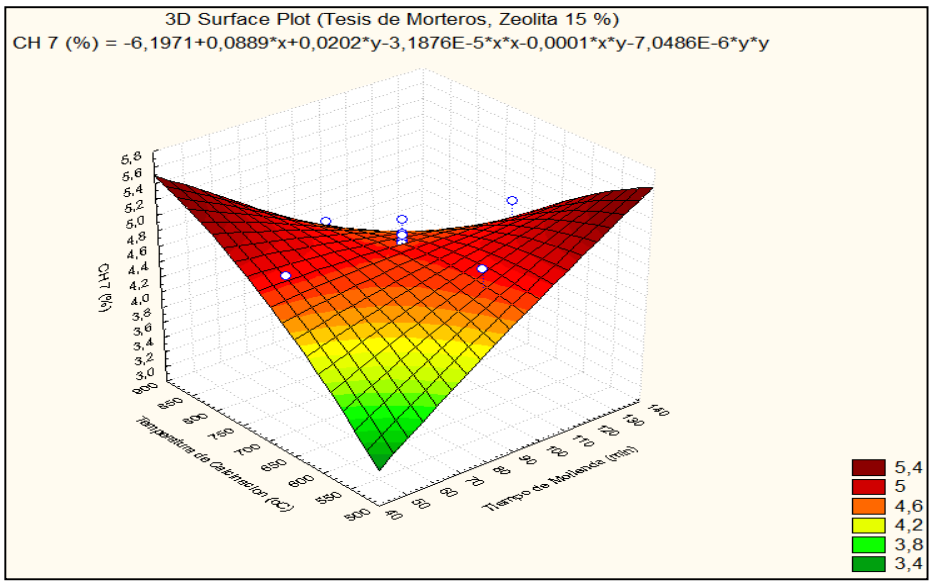


Fig. 5.26 Superficie de Respuesta para CH 7

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA CH 7

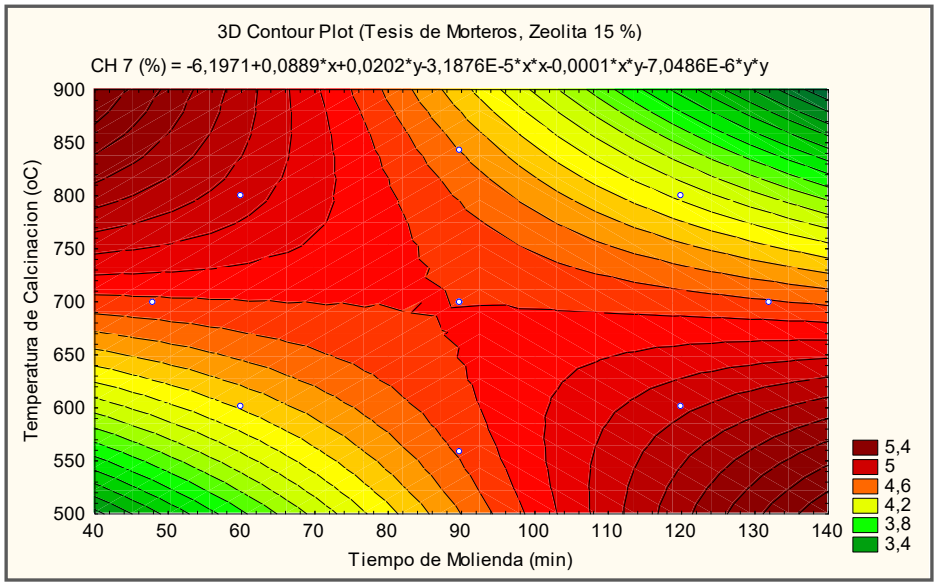


Fig. 5.27 Contornos- Región de Interés para CH 7

- **Contenido de Hidróxido de Calcio a los 28 días (CH 28)**

TABLA 61

ANALISIS DE VARIANZA PARA CH 28

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	0,1886	0,1886	1,782	0,208897
Tiempo de Molienda (min)	1	0,2301	0,2301	2,174	0,168356
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	0,1882	0,1882	1,778	0,209359
Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0037	0,0037	0,035	0,854547
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	0,2835	0,2835	2,679	0,129929
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,0003	0,0003	0,002	0,961520
Error	11	1,1641	0,1058		
TOTAL	**17**	**2,0842**			

TABLA 62

PARAMETROS ESTIMADOS PARA CH 28

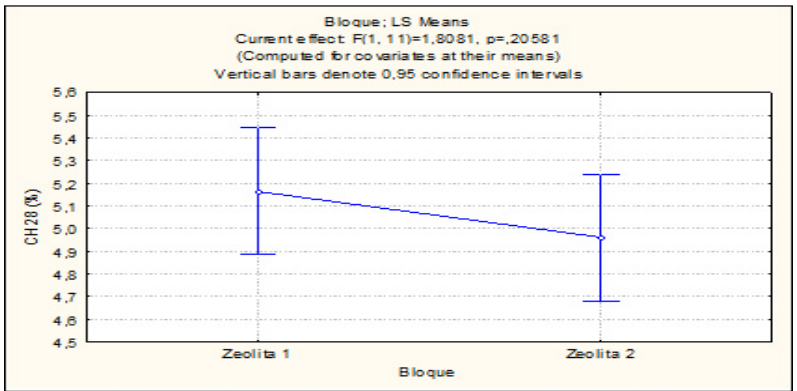
Efecto	Parametros CH 28 (%)	Error Estandar CH 28 (%)	- 95 % I.C CH 28 (%)	+95 % I. C CH 28 (%)
Intercepcion	-6,10376	6,542604	-20,5039	8,296417
Bloque	0,10326	0,076795	-0,0658	0,272288
Tiempo de Molienda (min)	0,03763	0,044491	-0,0603	0,135552
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,00017	0,000127	-0,0004	0,000112
Temperatura de Calcinación (°C)	0,02612	0,016572	-0,0104	0,062592
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,00002	0,000011	-0,0000	0,000007
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	-0,00000	0,000054	-0,0001	0,000117

TABLA 63

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA CH 28

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	CH 28 (%) Observada	CH 28 (%) Esperada	CH 28 (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	4,741769	4,690278	0,051491
2	Zeolita 1	90	700	5,283377	5,164911	0,118466
3	Zeolita 1	90	700	5,281360	5,164911	0,116448
4	Zeolita 1	90	700	4,983867	5,164911	-0,181045
5	Zeolita 1	120	800	5,119580	5,015410	0,104170
6	Zeolita 1	90	700	4,339498	5,164911	-0,825414
7	Zeolita 1	60	600	4,762032	4,631104	0,130928
8	Zeolita 1	90	700	5,466261	5,164911	0,301349
9	Zeolita 1	120	600	5,171955	4,988349	0,183607
10	Zeolita 2	90	841	4,562476	4,624391	-0,061914
11	Zeolita 2	90	559	4,389004	4,563595	-0,174591
12	Zeolita 2	90	700	4,866366	4,958386	-0,092021
13	Zeolita 2	90	700	4,924280	4,958386	-0,034106
14	Zeolita 2	90	700	4,945542	4,958386	-0,012844
15	Zeolita 2	90	700	5,319672	4,958386	0,361286
16	Zeolita 2	48	700	4,342569	4,424889	-0,082320
17	Zeolita 2	90	700	5,212471	4,958386	0,254085
18	Zeolita 2	132	700	4,744978	4,902553	-0,157575

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA CH 28



Cell No.	Bloque	CH 28 (%) Mean	CH 28 (%) Std.Err.	CH 28 (%) -95,00%	CH 28 (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	5,164911	0,128741	4,881555	5,448268	9
2	Zeolita 2	4,958386	0,128259	4,676089	5,240683	9

Fig. 5.28 Medias de los bloques para CH 28

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA CH 28

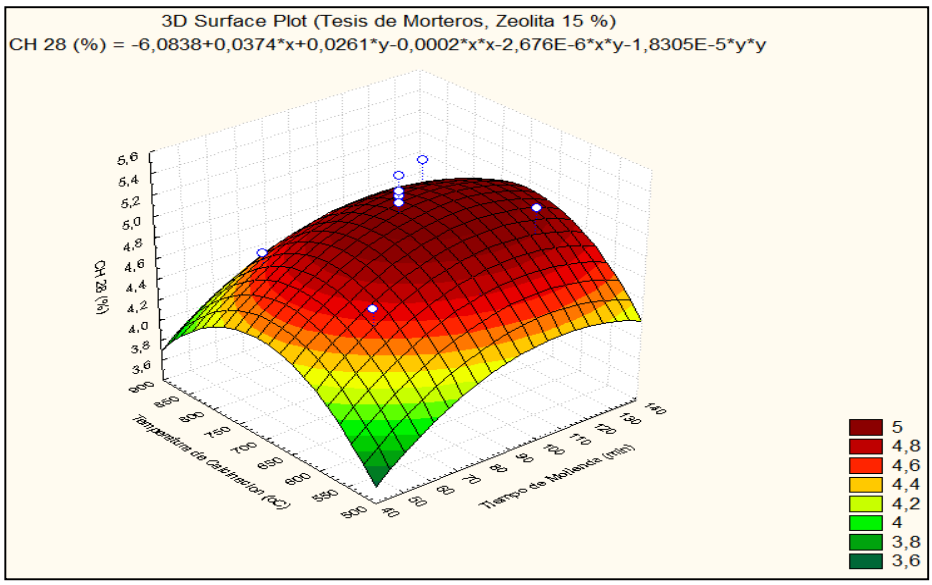


Fig. 5.29 Superficie de Respuesta para CH 28

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA CH 28

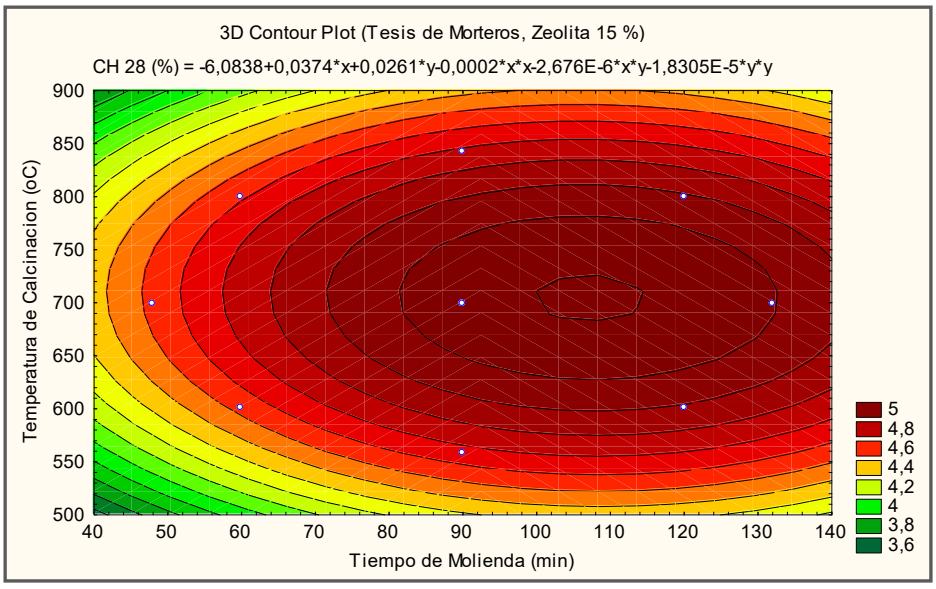


Fig. 5.30 Contornos- Región de Interés para CH 28

- **Grado de Amorfización/Deshidroxilización (GA/D)**

TABLA 64

ANALISIS DE VARIANZA PARA GA/D

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media de Cuadrados	Fo	P
Bloque	1	64,48	64,48	3,2830	0,097362
Tiempo de Molienda (min)	1	18,29	18,29	0,9310	0,355331
Tiempo de Molienda (min) ^2	1	60,65	60,65	3,0878	0,106641
Temperatura de Calcinación (°C)	1	126,93	126,93	6,4624	0,027376
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	1	26,18	26,18	1,3331	0,272725
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	1	0,19	0,19	0,0096	0,923761
Error	11	216,06	19,64		
TOTAL	17	517,23			

TABLA 65

PARAMETROS ESTIMADOS PARA GA/D

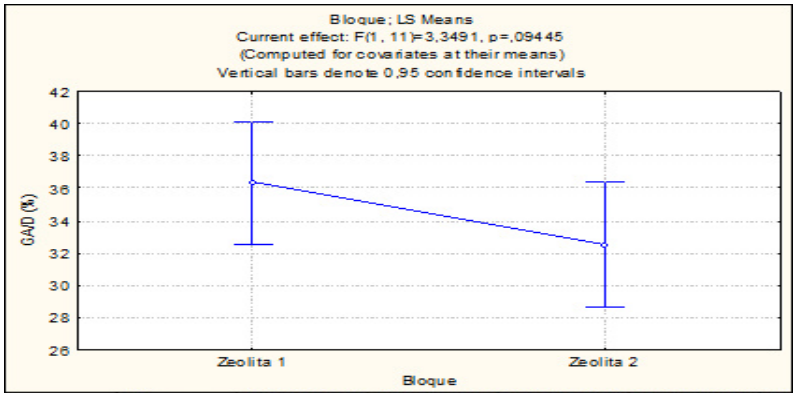
Efecto	Parametros GA/D (%)	Error Estandar GA/D (%)	- 95 % I.C GA/D (%)	+95 % I. C GA/D (%)
Intercepcion	-95,3120	88,78653	-290,730	100,1059
Bloque	1,9072	1,04215	-0,387	4,2010
Tiempo de Molienda (min)	0,4460	0,60377	-0,883	1,7749
Tiempo de Molienda (min) ^2	-0,0030	0,00172	-0,007	0,0007
Temperatura de Calcinación (°C)	0,2800	0,22489	-0,215	0,7750
Temperatura de Calcinación (°C) ^2	-0,0002	0,00015	-0,001	0,0002
Tiempo de Molienda (min) * Temperatura de Calcinación (°C)	0,0001	0,00074	-0,002	0,0017

TABLA 66

VALORES ESPERADOS – RESIDUOS PARA GA/D

Caso	Bloques	X_1 (Tiempo de Molienda) (min)	X2 (Temperatura de Calcinación) (°C)	GA/D (%) Observada	GA/D (%) Esperada	GA/D (%) Residuo
1	Zeolita 1	60	800	37,05069	37,12821	-0,0775
2	Zeolita 1	90	700	34,43164	36,32865	-1,8970
3	Zeolita 1	90	700	36,98925	36,32865	0,6606
4	Zeolita 1	90	700	41,96621	36,32865	5,6376
5	Zeolita 1	120	800	32,11982	34,51128	-2,3915
6	Zeolita 1	90	700	36,98157	36,32865	0,6529
7	Zeolita 1	60	600	28,76344	29,58262	-0,8192
8	Zeolita 1	90	700	37,69585	36,32865	1,3672
9	Zeolita 1	120	600	22,96467	26,09779	-3,1331
10	Zeolita 2	90	841	35,72722	34,63829	1,0889
11	Zeolita 2	90	559	25,52806	23,38713	2,1409
12	Zeolita 2	90	700	35,06337	32,51424	2,5491
13	Zeolita 2	90	700	32,46832	32,51424	-0,0459
14	Zeolita 2	90	700	36,69282	32,51424	4,1786
15	Zeolita 2	90	700	21,84671	32,51424	-10,6675
16	Zeolita 2	48	700	29,26976	29,28450	-0,0147
17	Zeolita 2	90	700	29,99396	32,51424	-2,5203
18	Zeolita 2	132	700	28,30416	25,01327	3,2909

MEDIAS DE LOS BLOQUES PARA GA/D



Cell No.	Bloque	GA/D (%) Mean	GA/D (%) Std.Err.	GA/D (%) -95,00%	GA/D (%) +95,00%	N
1	Zeolita 1	36,32865	1,747077	32,48336	40,17394	9
2	Zeolita 2	32,51424	1,740546	28,68332	36,34516	9

Fig. 5.31 Medias de los bloques para GA/D

SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA GA/D

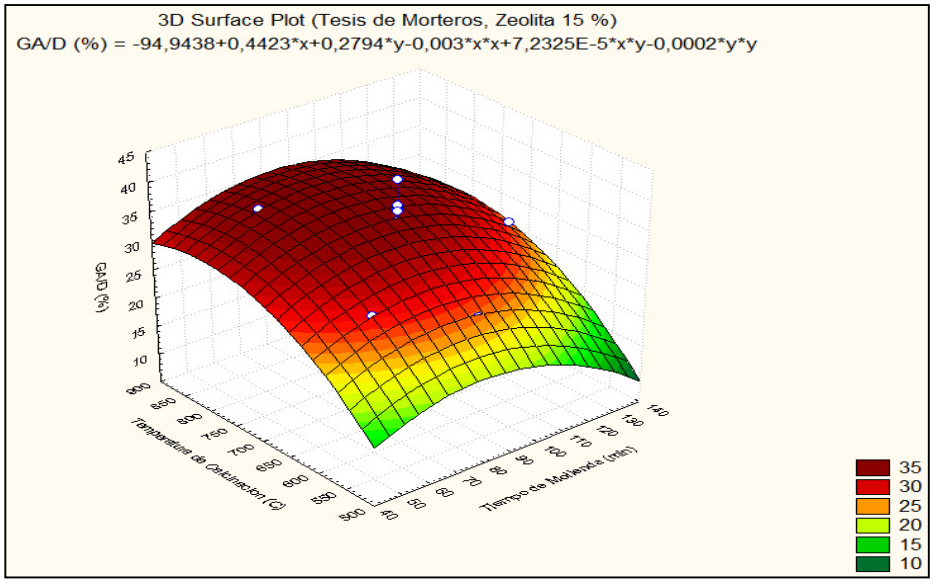


Fig. 5.32 Superficie de Respuesta para GA/D

CONTORNOS- REGION DE INTERES PARA GA/D

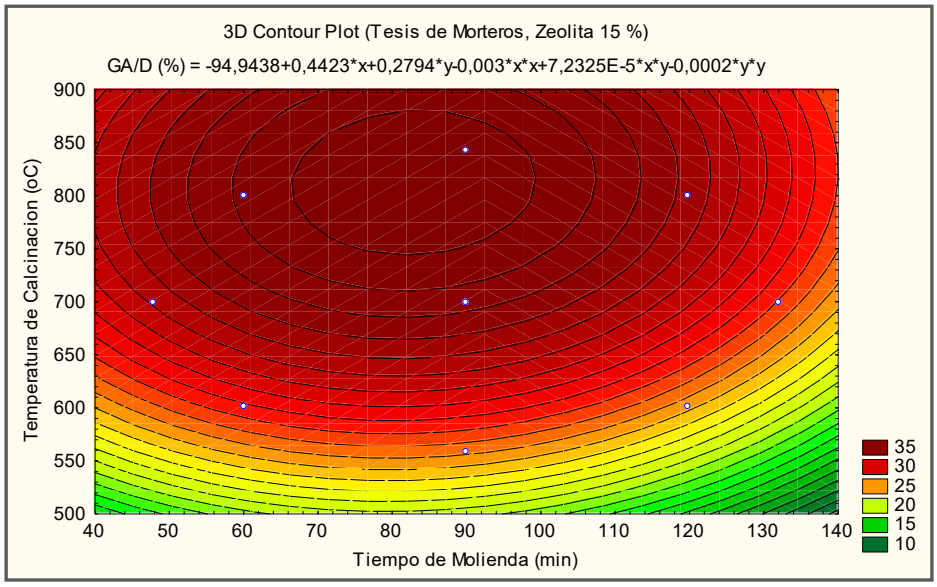


Fig. 5.33 Contornos- Región de Interés para GA/D

5.3 Interpretación de Resultados

Para la interpretación de los resultados del análisis estadístico, se procedió a analizar cada una de las 11 variables de respuestas, agrupándolas por la clase general de respuesta, las cuales fueron obtenidas mediante el uso del Software **STATISTICA**, y que a continuación se detallan:

- **Resistencia a la Compresión (7 - 28 - 45 días)**

  ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

  Las tablas 34, 37, 40 presentan el análisis de varianza (ANOVA), para fc 7, fc 28, fc 45 respectivamente, de acuerdo a los valores **P** de los efectos de los factores se rechaza la hipótesis nula **Ho.**

  La tabla 34, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **fc 7.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar entre todos estos valores que el efecto más significativo, es la temperatura de calcinación cuadrática, que tiene un valor P de 0,08 próximo a 0,05; es decir este es el efecto más significativo para un posible incremento en la resistencia a la compresión a los 7 días. Además no existen interacciones entre los efectos.

La tabla 37, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **fc 28.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que los valores P menores corresponden a los efectos del tiempo de molienda cuadrático 0,44 y la temperatura de calcinación cuadrática 0,58. Como en fc 7, no existen interacciones entre los efectos.

La tabla 40, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **fc 45.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que el valor P más pequeño es el efecto de la temperatura de calcinación cuadrática, siendo este 0,39 en comparación con el resto. Además, al igual que fc 7 y fc 28 no existen interacciones entre los efectos.

Con estos datos se puede interpretar que el efecto más significativo para la variable de respuesta (Resistencia a la Compresión) en los casos de fc 7, fc 28, fc 45 es la temperatura de calcinación cuadrática. En otras palabras el tratamiento de calcinación a diferentes temperaturas representa obtener un incremento en la resistencia a la compresión que el tratamiento de amorfización por molienda.

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA

En las tablas 35, 38, 41 se presentan los parámetros estimados del modelo matemático de orden cuadrático, es decir los coeficientes $\boldsymbol{\beta_i}$, además se observa el error estándar y los valores de fc 7, fc 28, fc 45 con intervalos de confianza del 95 %. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo matemático de orden cuadrático y finalmente se obtendrá la función de respuesta esperada para fc 7, fc 28, fc 45.

TABLA 67

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESION (7 – 28 - 45 DIAS)

fc 7 =	$-53{,}1631 - 0{,}2595\, x_1 + 0{,}2715 x_2 + 0{,}0017 x_1^2 - 0{,}0001\, x_1 x_2 - 0{,}0002 x_2^2$
fc 28 =	$6{,}77284 - 0{,}36654\, x_1 + 0{,}12809 x_2 + 0{,}00150 x_1^2 + 0{,}00016\, x_1 x_2 - 0{,}0001 x_2^2$
fc 45 =	$-50{,}5500 - 0{,}8984\, x_1 + 0{,}3360\, x_2 + 0{,}0024\, x_1^2 + 0{,}0007\, x_1 x_2 - 0{,}0003\, x_2^2$

MEDIAS DE LOS BLOQUES

En las Fig. 5.1, 5.4, 5.7 se muestran cada una de las medias de los bloques (Tipo de Zeolita) para fc 7, fc 28, fc 45.

En la Fig. 5.1, la media para fc 7 con zeolita 1 fue de 29,10 Mpa y para los de zeolita 2 fue de 30,20 Mpa. Existiendo una diferencia entre ambas de 1,1 Mpa. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** es relativamente mejor que la puzolana **Zeo 1**, a los 7 días.

En la Fig. 5.4, la media para fc 28 con zeolita 1 fue de 37,11 Mpa y para los de zeolita 2 fue de 40,44 Mpa. Existiendo una diferencia entre ambas de 3,33 Mpa. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** es mejor que la puzolana **Zeo 1**, a los 28 días.

En la Fig. 5.7, la media para fc 45 con zeolita 1 fue de 35,84 Mpa y para los de zeolita 2 fue de 38,64 Mpa. Existiendo una diferencia entre ambas de 2,8 Mpa. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** continua siendo mejor que la puzolana **Zeo 1** a los 45 días, además se observa que estos valores obtenidos son menores que a los 28 días, lo que indica que las muestras ya han alcanzado su mayor resistencia a la compresión.

SUPERFICIE DE RESPUESTA

Las Fig. 5.2, 5.5, 5.8 presentan las superficies de respuesta para fc 7, fc 28, fc 45 obtenidas de una función cuadrática en base a los datos observados de cada una de estas variables, además se nota que estas funciones determinadas respectivamente se ajustan bien

a la función de respuesta esperada para fc 7, fc 28, fc 45. Las Fig. 5.3, 5.6, 5.9 presentan los contornos de las superficies obtenidas, en la región de interés definida por los niveles del diseño de experimento, donde se pueden analizar los dos factores seleccionados.

Para **fc 7** se observa 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 se había identificado en el análisis estadístico por los valores P. 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.

Para **fc 28** se observa 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. En rangos de 600 a 900 °C, se observan los mayores valores de la resistencia a la compresión para los 28 días, estando estos entre 42 a 44 Mpa.

Para **fc 45** se observa una superficie parecida a la de fc 28, esto es porque las muestran ya han alcanzado sus mayores valores de

resistencia, ya que a los 28 días se dice que la resistencia alcanza el 80 % de su valor final, 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. En rangos de 600 a 900 °C, se observan los mayores valores de la resistencia a la compresión para los 45 días, estando estos entre 40 a 45 Mpa.

COMPARACION DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESION

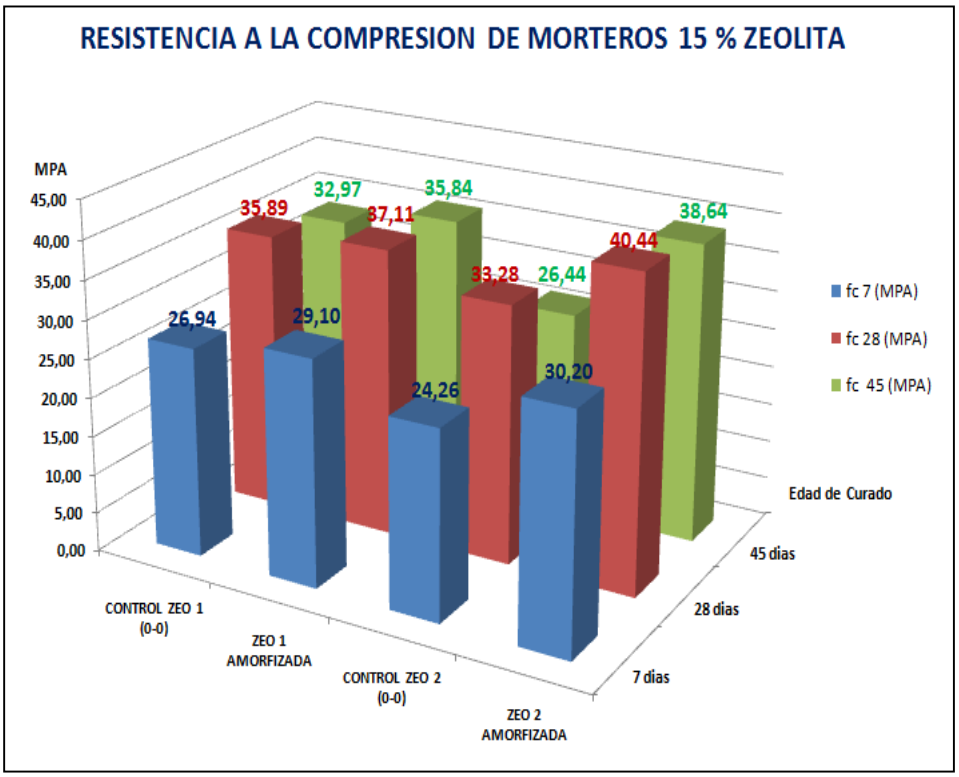


Fig. 5.34 Resistencia a la compresión de Morteros 15 % Zeolita

En la Fig. 5.34, se muestran los datos obtenidos de la resistencia a la compresión de los controles del experimento, tanto **Zeo 1 (0-0) y Zeo 2 (0,0)**, los cuales son morteros con 15 % de zeolitas sin amorfizar, y estas se comparan con las muestras **Zeo 1** y **Zeo 2** de morteros con 15 % de zeolitas amorfizadas obtenidas de las medias respectivas de cada bloque del diseño de experimento realizado. Se puede observar que las muestras con Zeo 2 amorfizada presentan los mayores valores de resistencia a la compresión en comparación con el resto, con un valor máximo a los 7 días de 30,20 Mpa, a los 28 días de 40,44 Mpa y a los 45 días de 38,64 Mpa.

- **Variación de la masa por la hidratación (7 - 28 - 45 días)**

ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

Las tablas 43, 46, 49 presentan el análisis de varianza (ANOVA), para dm 7, dm 28, dm 45 respectivamente, de acuerdo a los valores **P** de los efectos de los factores se rechaza la hipótesis nula **Ho.**

La tabla 43, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **dm 7.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo

que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que el valor P más pequeño es el efecto de la temperatura de calcinación cuadrática, siendo este 0,08 en comparación con el resto. Además no existen interacciones entre los efectos.

La tabla 46, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **dm 28**. Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que los valores P menores corresponden a los efectos del tiempo de molienda cuadrático 0,15 y de la temperatura de calcinación cuadrático 0,11. Como en dm 7, no existen interacciones entre los efectos.

La tabla 49, presenta los efectos correspondientes para la respuesta **dm 45.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05, lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que el valor P más pequeño es el efecto de la temperatura de calcinación cuadrática, siendo este 0,11 en comparación con el resto. Además al igual que dm 7, dm 28 no existen interacciones entre los efectos.

Con estos datos se puede interpretar que el efecto más significativo para la variable de respuesta (Variación de la masa por

la hidratación) en los casos de dm 7, dm 28, dm 45 es la temperatura de calcinación cuadrática.

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA

En las tablas 44, 47, 50 se presentan los parámetros estimados del modelo matemático de orden cuadrático, es decir los coeficientes $\boldsymbol{\beta_i}$, además se observa el error estándar y los valores de dm 7, dm 28, dm 45 con intervalos de confianza del 95 %. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo matemático de orden cuadrático y finalmente se obtendrá la función de respuesta esperada para dm 7, dm 28, dm 45.

TABLA 68

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA DE LA VARIACION DE MASA POR LA HIDRATACION (7 – 28 - 45 DIAS)

dm 7 = $20{,}84041 - 0{,}01982\,x_1 - 0{,}04698\;x_2 - 0{,}00024\;x_1^2 + 0{,}00008\,x_1x_2 + 0{,}00003\,x_2^2$
dm 28 = $20{,}17809 - 0{,}00454\,x_1 - 0{,}04597\;x_2 - 0{,}00028\;x_1^2 + 0{,}00008\,x_1x_2 + 0{,}00003\,x_2^2$
dm 45 = $19{,}40924 - 0{,}01119\,x_1 - 0{,}04228\;x_2 - 0{,}00019\;x_1^2 + 0{,}00006\,x_1x_2 + 0{,}00003\,x_2^2$

MEDIAS DE LOS BLOQUES

En las Fig. 5.10, 5.13, 5.16 se muestran cada una de las medias de los bloques (Tipo de Zeolita) para dm 7, dm 28, dm 45.

En la Fig. 5.10, la media para dm 7 de los morteros con zeolita 1 fue de 3,41 % y para los de zeolita 2 fue de 3,57 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 0,16 %. Lo cual indica que los morteros con puzolana **Zeo 2** ganaron más masa por la hidratación que la puzolana **Zeo 1** a los 7 días.

En la Fig. 5.13, la media para dm 28 de los morteros con zeolita 1 fue de 4,11 % y para los de zeolita 2 fue de 4,09 %. Existiendo una pequeña diferencia entre ambas de 0,02 %. Lo que indica que ambas se comportaron de la misma manera, ganando masa en iguales cantidades.

En la Fig. 5.16, la media para dm 45 de los morteros con zeolita 1 fue de 4,36 % y para los de zeolita 2 fue de 4,26 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 0,11 %. Lo cual indica que los morteros con puzolana **Zeo 1** ligeramente ganaron más masa que la puzolana **Zeo 2.** Debido a que ya ha alcanzado la mayoría de su resistencia a la compresión, la cantidad de masa por la hidratación ya no seguirá aumentando en cantidades considerables, sino en pequeñas cantidades.

SUPERFICIE DE RESPUESTA

Las Fig. 5.11, 5.14, 5.17 presentan las superficies de respuesta para dm 7, dm 28, dm 45 obtenidas de una función cuadrática en base a los datos observados de cada una de estas variables, además se nota que estas funciones determinadas respectivamente se ajustan bien a la función de respuesta esperada para dm 7, dm 28, dm 45. Las Fig. 5.12, 5.15, 5.18 presentan los contornos de las superficies, en la región de interés definida por los niveles del diseño de experimento, donde se pueden analizar los dos factores seleccionados.

Para **dm 7** se observa una superficie ligeramente suave con tendencia a crecer en los extremos. En rangos de 850 a 900 °C, se aprecian los mayores valores para la variación de masa por la hidratación a los 7 días, estando estos en un rango de 4,5 a 5 %.

Para **dm 28** se observa una superficie idéntica a dm 7. En rangos de 850 a 900 °C, se aprecian los mayores valores para la variación de masa por la hidratación a los 28 días, estando estos en un rango de 5 a 5,4 %.

Para **dm 45** se observa una superficie idéntica a dm 7 y dm 28. En rangos de 850 a 900 °C, se aprecian los mayores valores para la

variación de masa por la hidratación a los 28 días, estando estos en un rango de 5,2 a 5,6 %.

COMPARACION DE LA VARIACION DE LA MASA POR LA HIDRATACION

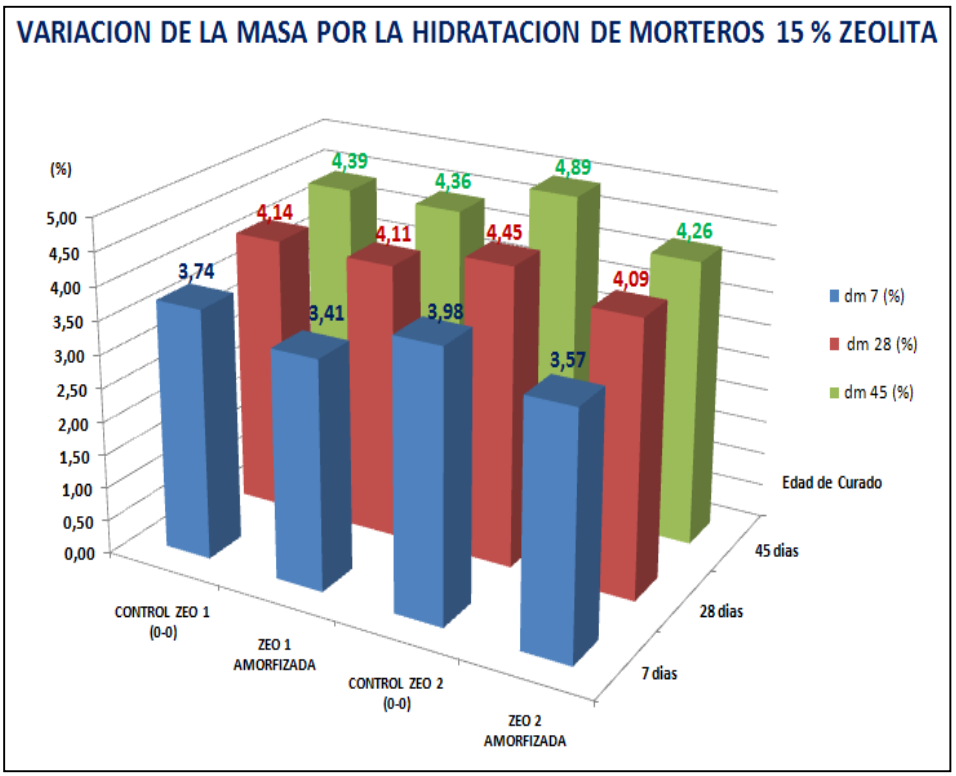


Fig. 5.35 Variación de la masa por la hidratación de Morteros 15 % Zeolita

En la Fig. 5.35, se muestran los datos obtenidos de la variación de la masa por la hidratación de los controles del experimento, tanto **Zeo 1 (0-0) y Zeo 2 (0,0)**, los cuales son morteros con 15 % de

zeolitas sin amorfizar, y estas se comparan con las muestras **Zeo 1** y **Zeo 2** de morteros con 15 % de zeolitas amorfizadas obtenidas de las medias respectivas de cada bloque del diseño de experimento realizado. Se puede observar que el control Zeo 2 (0,0) presenta los mayores valores de variación de masa por la hidratación en comparación con el resto, con un valor máximo a los 7 días de 3,98 %, a los 28 días de 4,45 % y a los 45 días de 4,89 %.

- **Índice de Puzolanidad (7 - 28 días)**

ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

Las tablas 52, 55 presentan el análisis de varianza (ANOVA), para Ip 7, Ip 28 respectivamente, de acuerdo a los valores **P** de los efectos de los factores se rechaza la hipótesis nula **Ho.**

La tabla 52, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **Ip 7.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que el valor P más pequeño es el efecto cuadrático de la temperatura, siendo este 0,08 en comparación con el resto. Además no existen interacciones entre los efectos.

La tabla 55, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **Ip 28**. Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que los valores P menores corresponden a los efectos del tiempo de molienda cuadrático 0,44 y de la temperatura de calcinación cuadrática 0,58. Como en Ip 7, no existen interacciones entre los efectos.

Con estos datos se puede interpretar que el efecto más significativo para la variable de respuesta (Índice de Puzolanidad) en los casos de Ip 7, Ip 28 es la temperatura de calcinación cuadrática. Al igual que en los casos anteriores para las variables fc 7, fc 28, fc 45, el tratamiento de calcinación a diferentes temperaturas representa obtener un incremento en el índice de puzolanidad que el tratamiento de amorfización por molienda.

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA

En las tablas 48, 51 se presentan los parámetros estimados del modelo matemático de orden cuadrático, es decir los coeficientes $\boldsymbol{\beta_i}$, además se observa el error estándar y los valores de Ip 7, Ip 28, con intervalos de confianza del 95 %. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo matemático de orden cuadrático y

finalmente se obtendrá la función de respuesta esperada para Ip 7, Ip 28.

TABLA 69

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA DEL INDICE DE PUZOLANIDAD (7 - 28 DIAS)

Ip 7 = $-158{,}224 - 0{,}772\,x_1 + 0{,}808\,x_2 + 0{,}005\,x_1^2 - 0{,}0002\,x_1x_2 - 0{,}001\,x_2^2$
Ip 28 = $18{,}00809 - 0{,}97458\,x_1 + 0{,}34058\,x_2 + 0{,}00399\,x_1^2 + 0{,}00043\,x_1x_2 - 0{,}00026\,x_2^2$

MEDIAS DE LOS BLOQUES

En las Fig. 5.19, 5.22 se muestran cada una de las medias de los bloques (Tipo de Zeolita) para Ip 7, Ip 28.

En la Fig. 5.19, la media para Ip 7 de los morteros con zeolita 1 fue de 86,62 % y para los de zeolita 2 fue de 89,89 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 3,27 %. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** es más reactiva que la **Zeo 1,** es decir presenta mayor actividad puzolánica a los 7 días. Como previamente se había detectado en el ensayo de puzolanidad, lo que posiblemente el dato obtenido para zeo 1 se trate de un efecto de relleno.

En la Fig. 5.22, la media para Ip 28 de los morteros con zeolita 1 fue de 98,68 % y para los de zeolita 2 fue de 107,52 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 8,84 %. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** es mucho más reactiva que la **Zeo 1,** es decir presenta mayor actividad puzolánica a los 28 días. Ambas muestran buena actividad puzolánica como anteriormente se había identificado con el ensayo de puzolanidad a los 28 días.

SUPERFICIE DE RESPUESTA

Las Fig. 5.20, 5.23 presentan las superficies de respuesta para Ip 7, Ip 28 obtenidas de una función cuadrática en base a los datos observados de cada una de estas variables, además se nota que estas funciones determinadas respectivamente se ajustan bien a la función de respuesta esperada para Ip 7, Ip 28. Las Fig. 5.21, 5.24 presentan los contornos de las superficies, en la región de interés definida por los niveles del diseño de experimento, donde se pueden analizar los dos factores seleccionados.

Para **Ip 7** se observa una superficie en forma de montura de caballo igual a la obtenida en fc 7, debido a que sus cálculos se efectuaron en base a sus datos. Los rangos en que existe mayor

actividad puzolánica son 600 a 800 °C donde el índice de puzolanidad está entre 95 a 100 %.

Para **Ip 28** se observa una superficie creciente, más suave que a los 7 días y la tendencia a crecer se origina, mientras mayores sean los niveles tanto de tiempo de molienda como de temperatura de calcinación. Esta superficie es idéntica a la de fc 28, debido a que sus cálculos se efectuaron en base a sus datos. En rangos de 600 a 900 °C, se observan los mayores valores para el índice de puzolanidad a los 28 días, estando estos entre el 110 a 115 %.

COMPARACION DEL INDICE DE PUZOLANIDAD

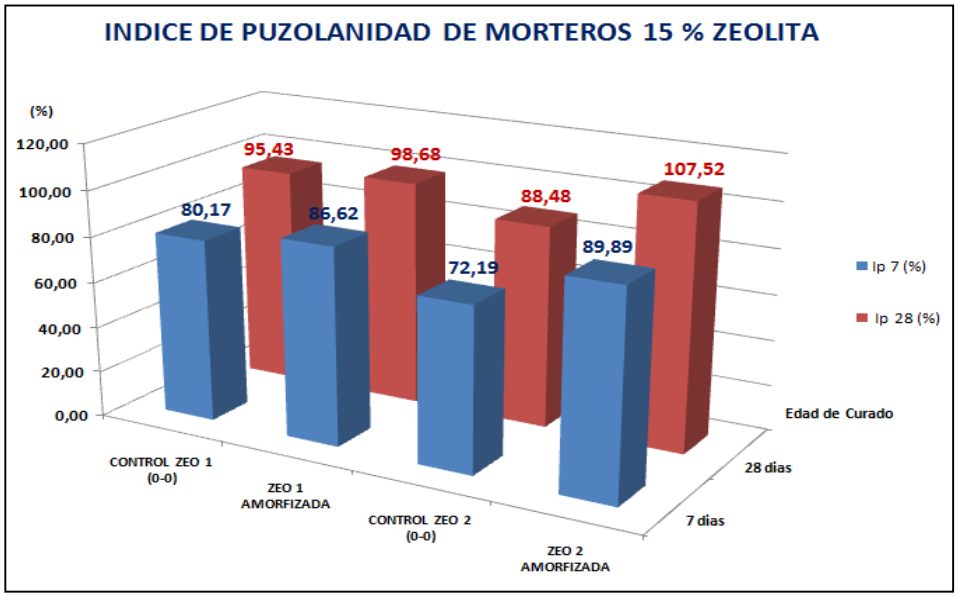


Fig. 5.36 Índice de Puzolanidad de Morteros 15 % Zeolita

En la Fig. 5.36, se muestran los datos obtenidos del índice de puzolanidad de los controles del experimento, tanto **Zeo 1 (0-0) y Zeo 2 (0,0)**, los cuales son morteros con 15 % de zeolitas sin amorfizar, y estas se comparan con las muestras **Zeo 1** y **Zeo 2** de morteros con 15 % de zeolitas amorfizadas obtenidas de las medias respectivas de cada bloque del diseño de experimento realizado. Se puede observar que las muestras con Zeo 2 amorfizada presentan los mayores valores de índice de puzolanidad en comparación con el resto, con un valor máximo a los 7 días de 89,89 % y a los 28 días de 107,52 %.

- **Contenido de Hidróxido de Calcio (7 - 28 días)**

ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

Las tablas 58, 61 presentan el análisis de varianza (ANOVA), para CH 7, CH 28 respectivamente, de acuerdo a los valores **P** de los efectos de los factores se rechaza la hipótesis nula **Ho.**

La tabla 58, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **CH 7.** Existe un valor **P** menor a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** es rechazada. Este valor corresponde al efecto del tiempo de molienda * temperatura de calcinación, siendo

igual a 0,01. Es decir el efecto de estos 2 factores afecta significativamente a la variable de repuesta CH7.

La tabla 61, presenta los efectos correspondientes para la variable de respuesta **CH 28.** Todos los valores **P** son mayores a 0,05; lo que indica que la hipótesis nula **Ho** no puede ser rechazada. Se puede observar que el valor P más pequeño es el efecto de la temperatura de calcinación cuadrática, siendo este 0,13 en comparación con el resto. Además no existen interacciones entre los efectos.

Con estos datos se puede interpretar que el efecto del tiempo de molienda * temperatura de calcinación afecta significativamente a la respuesta CH 7, es decir al contenido de hidróxido de calcio a los 7 días. Y para CH 28 el efecto más significativo es la temperatura de calcinación cuadrática.

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA

En las tablas 59, 62 se presentan los parámetros estimados del modelo matemático de orden cuadrático, es decir los coeficientes $\boldsymbol{\beta_i}$, además se observa el error estándar y los valores de CH 7, CH 28, con intervalos de confianza del 95 %. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo matemático de orden cuadrático y

finalmente se obtendrá la función de respuesta esperada para CH 7, CH 28.

TABLA 70

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA DEL CONTENIDO DE HIDROXIDO DE CALCIO (7 - 28 DIAS)

CH 7 =	$-6{,}17534 + 0{,}08865\,x_1 + 0{,}02021\,x_2 - 0{,}00003\,x_1^2 - 0{,}00012\,x_1x_2 - 0{,}00001\,x_2^2$
CH 28 =	$-6{,}10376 + 0{,}03763x_1 + 0{,}02612x_2 - 0{,}00017\,x_1^2 - 0{,}000002\,x_1x_2 - 0{,}00002\,x_2^2$

MEDIAS DE LOS BLOQUES

En las Fig. 5.25, 5.28 se muestran cada una de las medias de los bloques (Tipo de Zeolita) para CH 7, CH 28.

En la Fig. 5.25, la media para CH 7 de los morteros con zeolita 1 fue de 4,59 % y para los de zeolita 2 fue de 4,81 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 0,22 %. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 2** es más reactiva que la **Zeo 1,** es decir presenta mayor contenido de hidróxido de calcio a los 7 días.

En la Fig. 5.25, la media para CH 28 de los morteros con zeolita 1 fue de 5,16 % y para los de zeolita 2 fue de 4,96 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 0,2 %. Lo cual indica que la puzolana

Zeo 1 es más reactiva que la **Zeo 2,** es decir presenta mayor contenido de hidróxido de calcio a los 28 días.

SUPERFICIE DE RESPUESTA

Las Fig. 5.26, 5.29 presentan las superficies de respuesta para CH 7, CH 28 obtenidas de una función cuadrática en base a los datos observados de cada una de estas variables, además se nota que estas funciones determinadas respectivamente se ajustan bien a la función de respuesta esperada para CH 7, CH 28. Las Fig. 5.27, 5.30 presentan los contornos de las superficies, en la región de interés definida por los niveles del diseño de experimento, donde se pueden analizar los dos factores seleccionados.

Para **CH 7** se observa una superficie irregular con tendencia a abrirse a los costados mientras mayores sean los factores seleccionados. Los rangos en que existe mayor contenido de hidróxido de calcio son 500 a 700 °C y de 100 a 140 min., en conjunto con los rangos de 700 a 900 °C y de 40 a 100 min., estando estos valores entre 5 a 5,4 %.

Para **CH 28** se observa una superficie en forma de cascarón y la tendencia es centrada en la parte superior de este. En rangos de 550 a 850 °C, se aprecian los mayores valores para el contenido de

hidróxido de calcio a los 28 días, estando estos en un rango de 4,6 a 5 %.

COMPARACION DEL CONTENIDO DE HIDROXIDO DE CALCIO

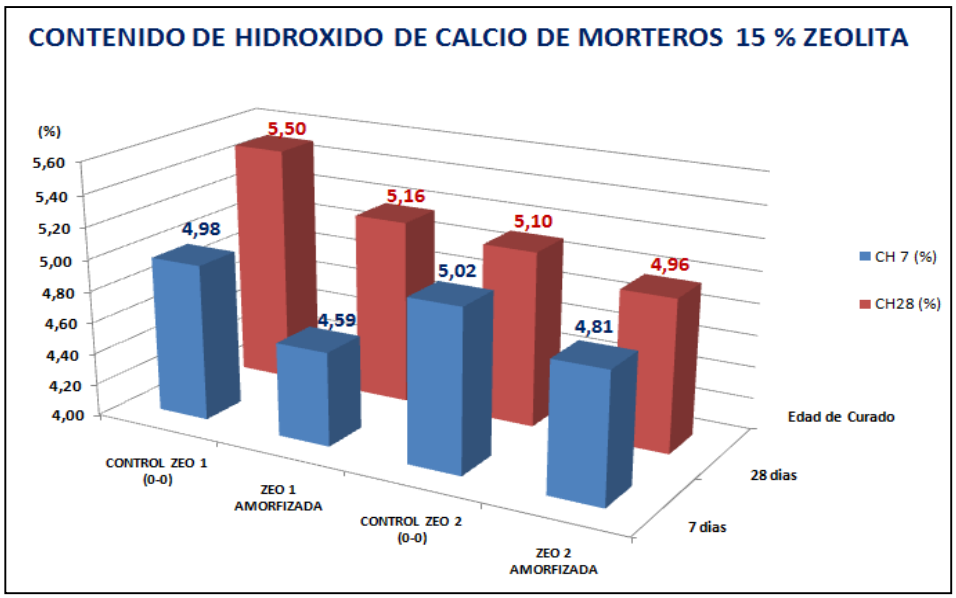


Fig. 5.37 Contenido de Hidróxido de Calcio de Morteros 15 % Zeolita

En la Fig. 5.37, se muestran los datos obtenidos del contenido de hidróxido de calcio de los controles del experimento, tanto **Zeo 1 (0-0) y Zeo 2 (0,0)**, los cuales son morteros con 15 % de zeolitas sin amorfizar, y estas se comparan con las muestras **Zeo 1** y **Zeo 2** de morteros con 15 % de zeolitas amorfizadas obtenidas de las medias respectivas de cada bloque del diseño de experimento realizado. Se puede observar que el control Zeo 1 (0,0) presenta

los mayores valores de contenido de hidróxido de calcio en comparación con el resto, con un valor máximo a los 7 días de 4,98 % y a los 28 días de 5,50 %.

- **Grado de Amorfización / Deshidroxilización**

ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

La tabla 58, presenta el análisis de varianza (ANOVA), en donde se muestra los efectos correspondientes para la respuesta **GA/D.** Existe un valor **P** menor a 0,05, lo que indica que la hipótesis nula **Ho** es rechazada. Este valor corresponde al efecto de la temperatura de calcinación, siendo igual a 0,03. Es decir, afecta significativamente a la variable de repuesta GA/D. Con estos datos se puede decir, que el tratamiento de calcinación a diferentes temperaturas permite obtener una mayor amorfización que el tratamiento de amorfización por molienda.

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA

En la tabla 65 se presentan los parámetros estimados del modelo matemático de orden cuadrático, es decir los coeficientes $\boldsymbol{\beta_i}$, además se observa el error estándar y los valores de GA/D, con

intervalos de confianza del 95 %. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo matemático de orden cuadrático y finalmente se obtendrá la función de respuesta esperada para GA/D.

TABLA 71

FUNCION DE RESPUESTA ESPERADA DEL GRADO DE AMORFIZACION

GA/D = $-95{,}3120 + 0{,}4460\,x_1 + 0{,}2800\,x_2 - 0{,}0030\,x_1^2 + 0{,}0001\,x_1x_2 - 0{,}0002\,x_2^2$

MEDIAS DE LOS BLOQUES

En la Fig. 5.31, la media para GA/D de los morteros con zeolita 1 fue de 36,33 % y para los de zeolita 2 fue de 32,51 %. Existiendo una diferencia entre ambas de 3,82 %. Lo cual indica que la puzolana **Zeo 1** se amorfizó más que **Zeo 2.**

SUPERFICIE DE RESPUESTA

La Fig. 5.32 presenta la superficie de respuesta para GA/D, obtenidas de una función cuadrática en base a los datos observados, además se nota que esta función determinada se

ajusta bien a la función de respuesta esperada para GA/D. La Fig. 5.33 presenta los contornos de las superficies, en la región de interés definida por los niveles del diseño de experimento, donde se puede analizar los dos factores seleccionados. Para **GA/D** se observa una superficie en forma de cascarón y la tendencia es centrada en la parte superior de este. En 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 %.

COMPARACION DEL GRADO DE AMORFIZACION ZEOLITA 1

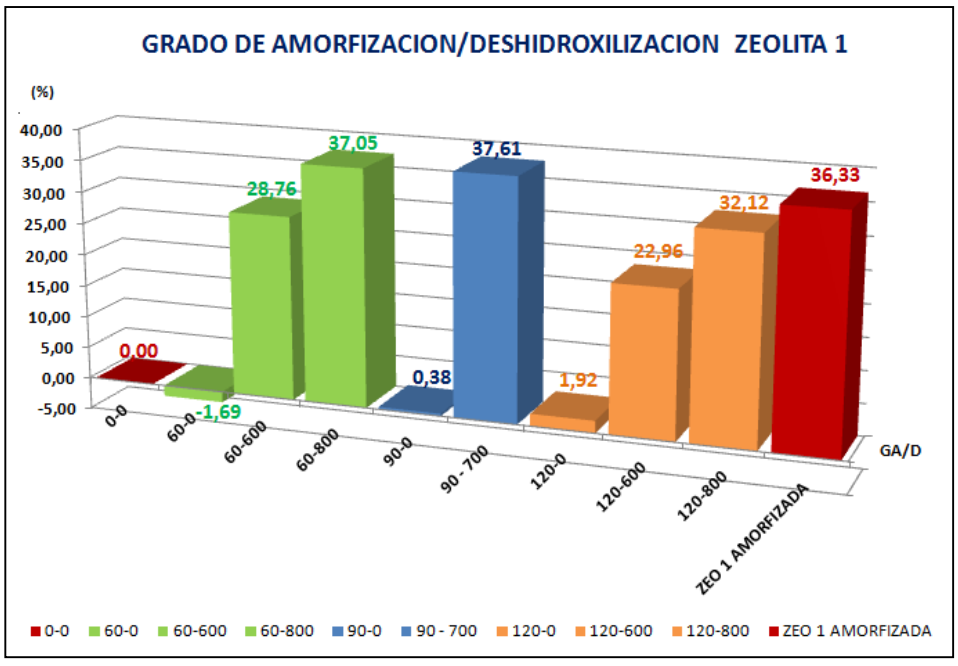


Fig. 5.38 Grado de Amorfización / Deshidroxilización Zeolita 1

En la Fig. 5.38 se muestran los datos obtenidos del grado de amorfización / deshidroxilización de la zeolita 1, en donde se presentan los distintos valores obtenidos luego de efectuados los tratamientos termomecánicos de acuerdo al diseño de experimento realizado. Se observa fácilmente que el tiempo de molienda es poco influyente con valores muy pequeños. Y que la calcinación por diferentes temperaturas es el factor que afecta significativamente a la variable de respuesta. Mientras más se calcina más amorfo se hace al material.

COMPARACION DEL GRADO DE AMORFIZACION ZEOLITA 2

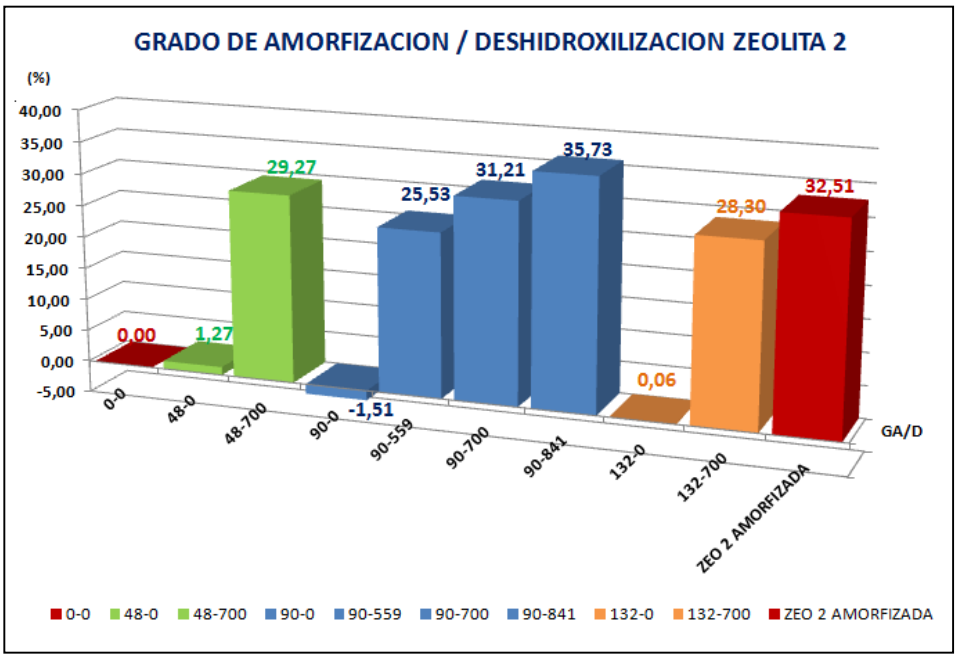


Fig. 5.39 Grado de Amorfización / Deshidroxilización Zeolita 2

En la Fig. 5.39 se muestran los datos obtenidos del grado de amorfización / deshidroxilización de la zeolita 2, en donde se presentan los distintos valores obtenidos luego de efectuados los tratamientos termomecánicos de acuerdo al diseño de experimento realizado. Al igual que la zeolita 1, se observa fácilmente que el tiempo de molienda es poco influyente con valores muy pequeños. Y que la calcinación por diferentes temperaturas es el factor que afecta significativamente a la variable de respuesta. Mientras más se calcina más amorfo se hace al material.

5.4 Comprobación de bondad de ajuste del modelo

Antes de poder concluir sobre el análisis de varianza (Anova) de cada una de las variables de respuesta, debe probarse el ajuste respectivo del modelo.

Por medio de la gráfica de Residuos vs Valores Esperados (predecidos) se comprueba el ajuste para cada variable. Si la distribución de los valores graficados no muestran ningún patrón lineal, el modelo se ajusta bien.

- **Resistencia a la Compresión (7 - 28 - 45 días)**

En las tablas 36, 39, 42 se observan los valores esperados y residuos para fc 7, fc 28, fc 45 respectivamente.

Graficando estos valores se comprueba la bondad de ajuste del modelo para la resistencia a la compresión a los días descritos.

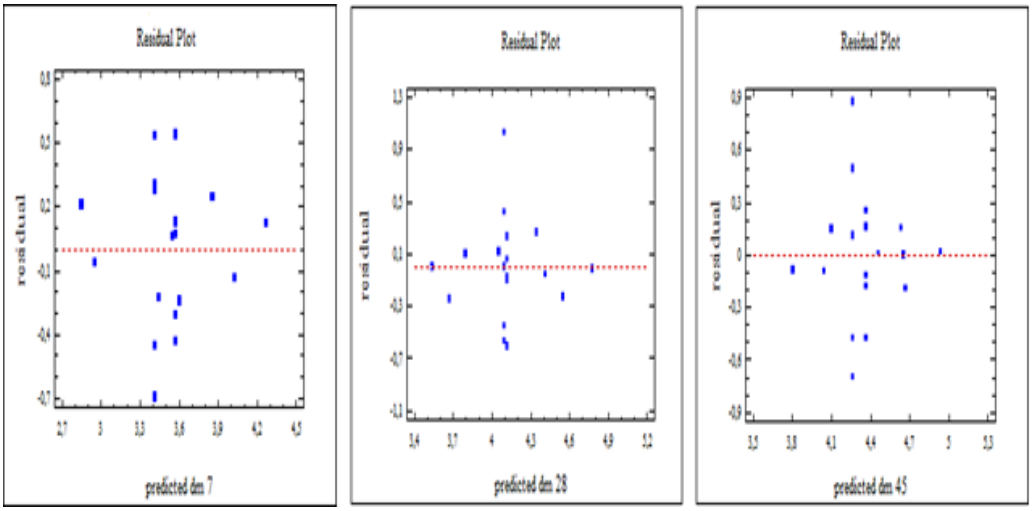


Fig. 5.40 Gráficas de Bondad de Ajuste de fc 7, fc 28, fc 45

La Fig. 5.40, presenta las gráficas de bondad de ajuste para fc 7, fc 28, fc 45, en donde los datos graficados se encuentran dispersos y no muestran ningún patrón lineal, por lo que el modelo se ajusta bien para cada una de las variables de respuesta en mención.

- **Variación de la masa por la hidratación (7 - 28 - 45 días)**

En las tablas 45, 48, 51 se observan los valores esperados y residuos para dm 7, dm 28, dm 45.

Graficando estos valores se comprueba la bondad de ajuste del modelo para la variación de la masa por la hidratación a los días descritos.

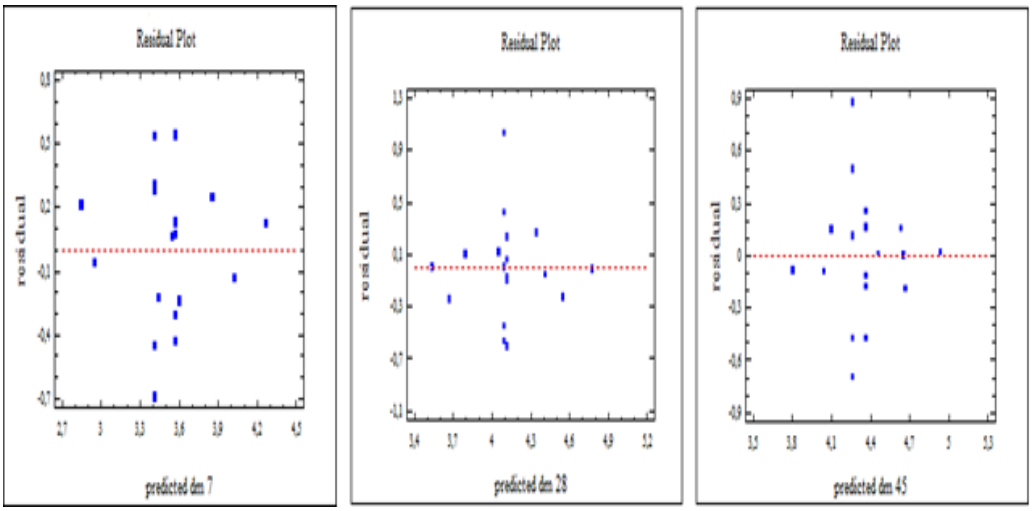


Fig. 5.41 Gráficas de bondad de Ajuste de dm 7, dm 28, dm 45

La Fig. 5.41, presenta las gráficas de bondad de ajuste para dm 7, dm 28, dm 45, en donde los datos graficados se encuentran dispersos y no muestran ningún patrón lineal, por lo que el modelo se ajusta bien para cada una de las variables de respuesta en mención.

- **Índice de Puzolanidad (7 - 28 días)**

En las tablas 54, 57 se observan los valores esperados y residuos para Ip 7, Ip 28.

Graficando estos valores se comprueba la bondad de ajuste del modelo para el índice de puzolanidad a los días descritos.

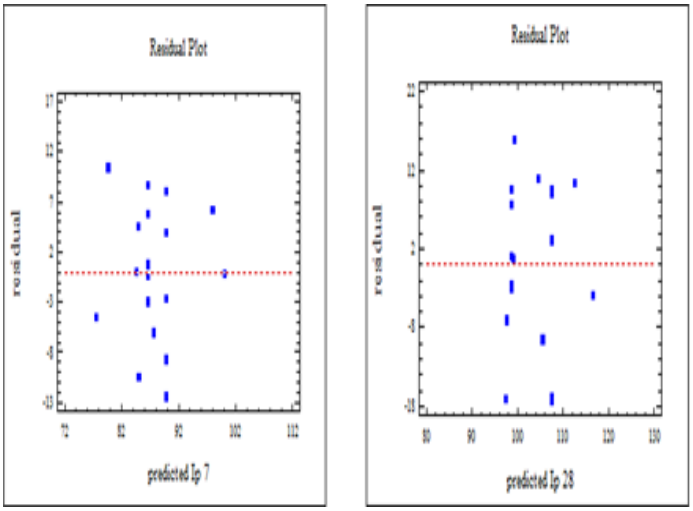


Fig. 5.42 Gráficas de bondad de Ajuste de Ip 7, Ip 28

La Fig. 5.42, presenta las gráficas de bondad de ajuste de Ip 7, Ip 28, en donde los datos graficados se encuentran dispersos y no muestran ningún patrón lineal por lo que el modelo se ajusta bien para cada una de las variables de respuesta en mención.

- **Contenido de Hidróxido de Calcio (7 - 28 días)**

En las tablas 60, 63 se observan los valores esperados y residuos para CH 7, CH 28.

Graficando estos valores se comprueba la bondad de ajuste del modelo para el contenido de hidróxido de calcio a los días descritos.

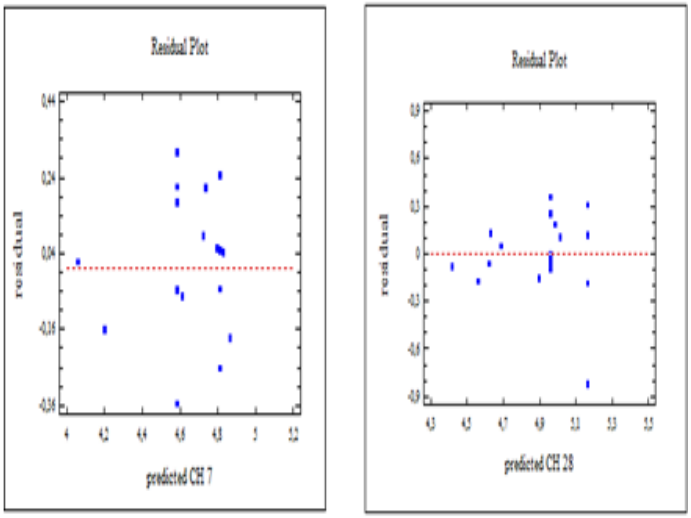


Fig. 5.43 Gráficas de bondad de Ajuste de CH 7, CH 28

La Fig. 5.43, presenta las gráficas de bondad de ajuste de CH 7, dm CH 28, en donde los datos graficados se encuentran dispersos y no muestran ningún patrón lineal por lo que el modelo se ajusta bien para cada una de las variables de respuesta en mención.

- **Grado de Amorfización / Deshidroxilización**

En la tabla 66 se observan los valores esperados y residuos para GA/D.

Graficando estos valores se comprueba la bondad de ajuste del modelo para el grado de amorfización de las zeolitas.

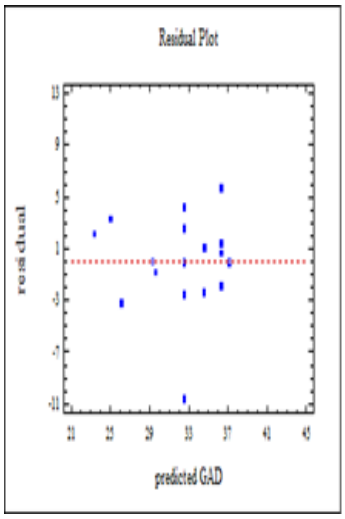


Fig. 5.44 Gráfica de bondad de Ajuste de GA/D

La Fig. 5.44, presenta la gráfica de bondad de ajuste de GA/D, en donde los datos graficados se encuentran dispersos y no muestran ningún patrón lineal por lo que el modelo se ajusta bien para la variable de respuesta mencionada.

CAPÍTULO 6

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

- 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.

- El grado de amorfización de las Zeo 1 fue de 36,33 % y para las Zeo 2 fue de 32,51 %.

- Al utilizar como puzolanas la Zeo 1 y Zeo 2 amorfizadas, en reemplazo de 15 % de cemento, 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. Superando ambas, los requerimientos de la norma **ASTM C 109/ C 109 M** (20 Mpa).
- Un decrecimiento en la variación de masa por la hidratación de morteros (ganancia de agua) a los 7, 28, 45 días que sus controles. Donde, Zeo 1 amorfizada menor que Zeo 2 amorfizada.
- Un incremento en el valor del índice de puzolanidad de morteros a los 7, 28 días que sus controles. Donde, Zeo 2 amorfizada mayor que Zeo 1 amorfizada. Superando ambas los requerimientos de la norma **ASTM C 595.** (75 %)
- 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.

- Como puzolanas naturales, la Zeo 2 presentó mayor actividad puzolánica que la Zeo 1.

- En el diseño de experimentos realizado (CCD), la superficie de respuesta esperada (modelo matemático de orden cuadrático), se ajusto bien a una función del mismo orden obtenida de los datos observados, para cada una de las variables de respuesta analizadas. Lo que finalmente se comprobó con la bondad del ajuste modelo.

RECOMENDACIONES

- Existen países que ya están aprovechando los beneficios de este material de construcción (Zeolita), como Cuba, México, China, entre otros, tratemos de canalizar el potencial uso de la zeolita como recurso disponible en nuestro país para obtener cementos puzolánicos de mejor calidad que los existentes en el mercado común.

- Para poder mejorar u obtener próximos 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, tanto para la amorfización por molienda como para la calcinación a diferentes temperaturas. Ya que el primero de estos, resultó poco influyente con los niveles experimentados.

- Al momento de la conformación de los cubos de morteros, tener cuidado en el apisonamiento de la mezcla al realizar el moldeo, ya que si no se logra reducir al máximo la formación de burbujas de aire, esta podría ocasionar poros, provocando de esta manera posibles alteraciones en las propiedades estructurales de los morteros.

- Evitar que el ambiente donde se curan los morteros resulte afectado, ya que posibles variaciones de temperatura o humedad podría ocasionar cambios en las propiedades estructurales de los morteros.

APÉNDICES

Apéndice

A Planificación de los Tratamientos Termomecánicos para obtener Zeolitas Amorfizadas.

B Planificación del proceso de mezclado, moldeo y ruptura de cubos de Morteros.

C Gráficas obtenidas del análisis térmico gravimétrico (TGA) para la determinación del grado de amorfización de las zeolitas.

D Procedimiento para la determinación del Contenido de Hidróxido de Calcio en Morteros con adición de 15 % de Zeolitas Amorfizadas.

APÉNDICE A

PLANIFICACION DE LOS TRATAMIENTOS TERMOMECANICOS PARA OBTENER ZEOLITAS AMORFIZADAS

TRATAMIENTO DE AMORFIZACION POR MOLIENDA				
Día	**Tipo de Zeolita**	**Tratamiento**	**Duración (min)**	**Hora**
Martes 16/09/2008	Zeolita 1	120-800	120	10:50 - 12:50
	Zeolita 1	120-600	120	13:30 - 15:30
Miércoles 17/09/2008	Zeolita 1	60-600	60	8:30 - 9:30
	Zeolita 1	60-800	60	10:00 - 11:00
	Zeolita 1	90-700	90	11:30 - 13:00
	Zeolita 1	90-700	90	13:30 -15:00
Jueves 18/09/2008	Zeolita 1	90-700	90	8:30 - 10:00
	Zeolita 1	90-700	90	10:30 - 12:00
	Zeolita 1	90-700	90	12:30 - 14:00
	Zeolita 2	90-700	90	14:30 - 16:00
Viernes 19/09/2008	Zeolita 2	132-700	132	8:30 - 10:42
	Zeolita 2	48-700	48	11:00 - 11:48
	Zeolita 2	90-559	90	12:00 - 13:30
	Zeolita 2	90-841	90	14:00 - 15:30
Lunes 22/09/2008	Zeolita 2	90-700	90	9:15 - 10:45
	Zeolita 2	90-700	90	11:00 - 12:30
	Zeolita 2	90-700	90	12:45 - 14:15
	Zeolita 2	90-700	90	14:30 - 16:00

APÉNDICE A

PLANIFICACION DE LOS TRATAMIENTOS TERMOMECANICOS PARA OBTENER ZEOLITAS AMORFIZADAS

TRATAMIENTO DE CALCINACION A DIFERENTES TEMPERATURAS					
Día	**Tipo de Zeolita**	**Tratamiento**	**Temperatura (° C)**	**Duración (hr)**	**Hora**
Jueves 18/09/2008	Zeolita 1	60 – 600	600	5	11:00 - 16:00
	Zeolita 1	120 – 600	600	5	11:00 - 16:00
Viernes 19/09/2008	Zeolita 1	60-800	800	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 1	120-800	800	5	9:30 - 14:30
Sábado 20/09/2008	Zeolita 1	90-700	700	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 1	90-700	700	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 1	90-700	700	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 1	90-700	700	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 1	90-700	700	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 2	132-700	700	5	9:30 - 14:30
Lunes 22/09/2008	Zeolita 2	90-559	559	5	9:30 - 14:30
	Zeolita 2	90-841	841	5	16:00 - 21:00
Martes 23/09/2008	Zeolita 2	90-700	700	5	10:30 - 15:30
	Zeolita 2	90-700	700	5	10:30 - 15:30
	Zeolita 2	90-700	700	5	10:30 - 15:30
	Zeolita 2	90-700	700	5	10:30 - 15:30
	Zeolita 2	90-700	700	5	10:30 - 15:30
	Zeolita 2	48-700	700	5	10:30 - 15:30

APÉNDICE B

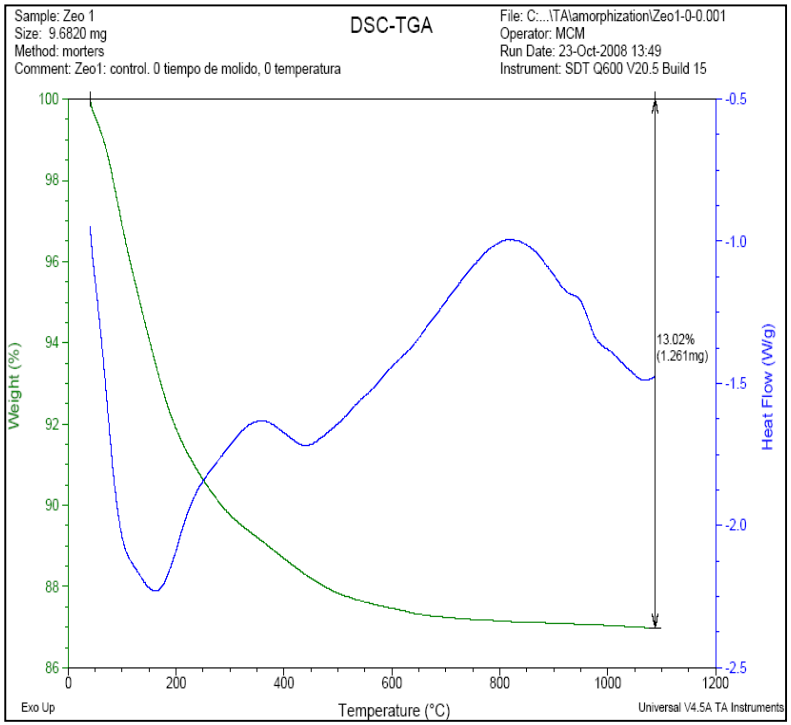
PLANIFICACION DEL PROCESO DE MEZCLADO, MOLDEO Y RUPTURA DE CUBOS

Variables Independientes				Variables dependientes				
Codificación	Bloque	X1 (Tiempo de Molienda)	X2 (Temperatura de Calcinación)	Día de Mezcla	Desmolde	fc 7 días	fc 28 días	fc 45 días
C1	Control Zeo 1	0	0	24/09/2008	25/09/2008	01/10/2008	22/10/2008	08/11/2008
E2	Zeolita 1	90	700	24/09/2008	25/09/2008	01/10/2008	22/10/2008	08/11/2008
C2	Control Zeo 2	0	0	24/09/2008	25/09/2008	01/10/2008	22/10/2008	08/11/2008
E12	Zeolita 2	90	700	24/09/2008	25/09/2008	01/10/2008	22/10/2008	08/11/2008
E1	Zeolita 1	60	800	25/09/2008	26/09/2008	02/10/2008	23/10/2008	09/11/2008
E3	Zeolita 1	90	700	25/09/2008	26/09/2008	02/10/2008	23/10/2008	09/11/2008
E7	Zeolita 1	60	600	25/09/2008	26/09/2008	02/10/2008	23/10/2008	09/11/2008
E4	Zeolita 1	90	700	25/09/2008	26/09/2008	02/10/2008	23/10/2008	09/11/2008
E5	Zeolita 1	120	800	26/09/2008	27/09/2008	03/10/2008	24/10/2008	10/11/2008
E6	Zeolita 1	90	700	26/09/2008	27/09/2008	03/10/2008	24/10/2008	10/11/2008
E9	Zeolita 1	120	600	26/09/2008	27/09/2008	03/10/2008	24/10/2008	10/11/2008
E8	Zeolita 1	90	700	26/09/2008	27/09/2008	03/10/2008	24/10/2008	10/11/2008
E10	Zeolita 2	90	841	29/09/2008	30/09/2008	06/10/2008	27/10/2008	13/11/2008
E13	Zeolita 2	90	700	29/09/2008	30/09/2008	06/10/2008	27/10/2008	13/11/2008
E11	Zeolita 2	90	559	29/09/2008	30/09/2008	06/10/2008	27/10/2008	13/11/2008
E14	Zeolita 2	90	700	29/09/2008	30/09/2008	06/10/2008	27/10/2008	13/11/2008
E16	Zeolita 2	48	700	30/09/2008	01/10/2008	07/10/2008	28/10/2008	14/11/2008
E15	Zeolita 2	90	700	30/09/2008	01/10/2008	07/10/2008	28/10/2008	14/11/2008
E18	Zeolita 2	132	700	30/09/2008	01/10/2008	07/10/2008	28/10/2008	14/11/2008
E17	Zeolita 2	90	700	30/09/2008	01/10/2008	07/10/2008	28/10/2008	14/11/2008

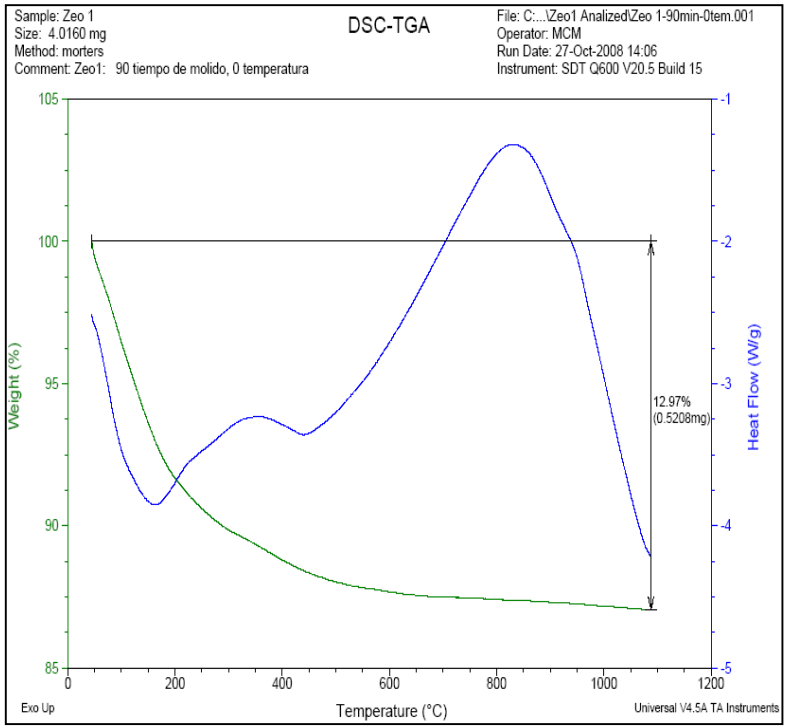
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 1 / 0 min – 0 ° C / CONTROL



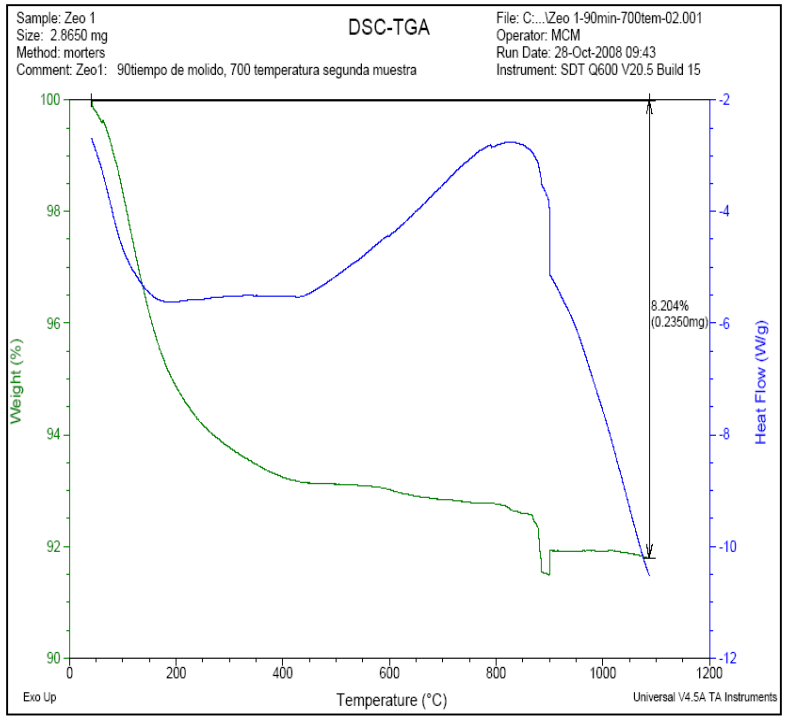
Zeo 1 / 90 min – 700 ° C / 1era muestra



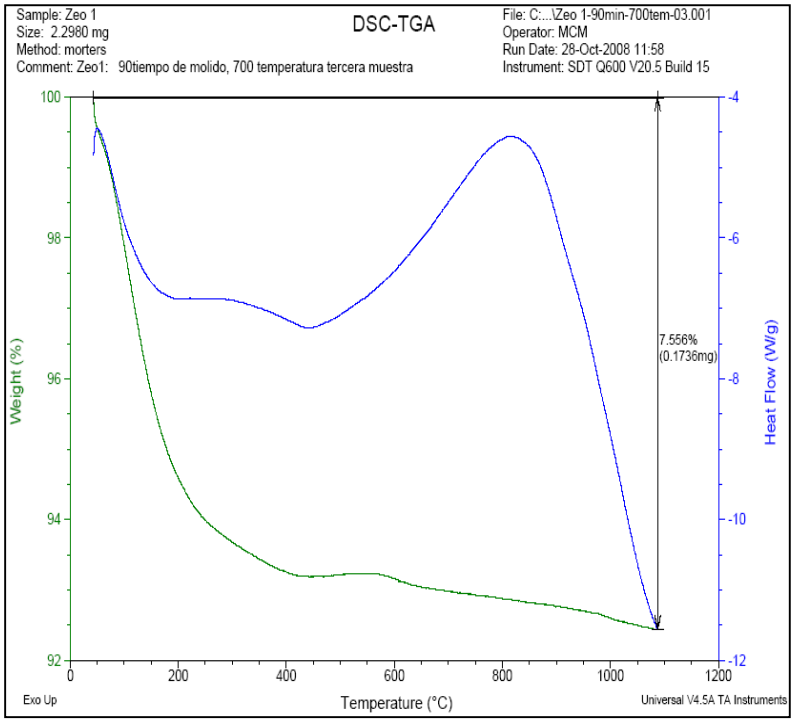
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 1 / 90 min – 700 ° C / 2da muestra



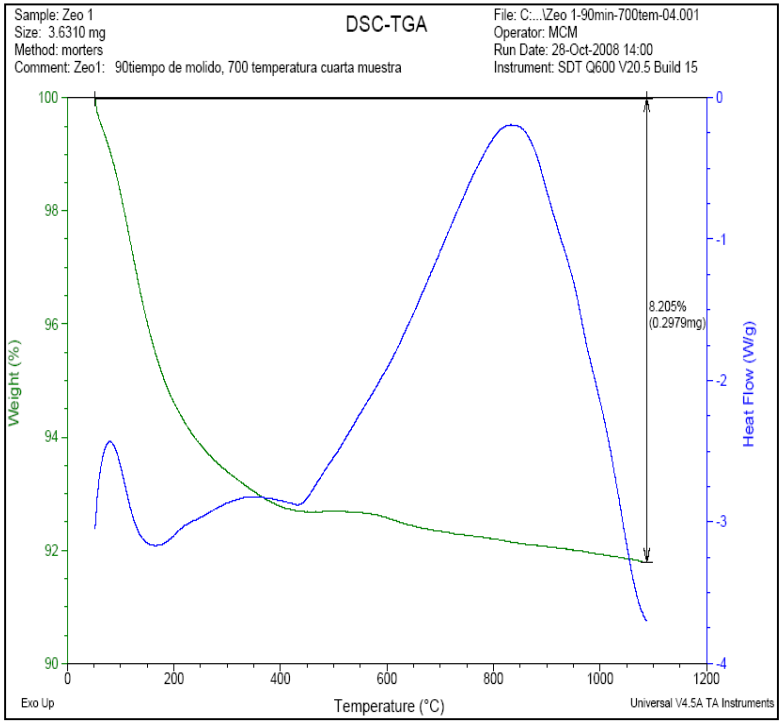
Zeo 1 / 90 min – 700 ° C / 3era muestra



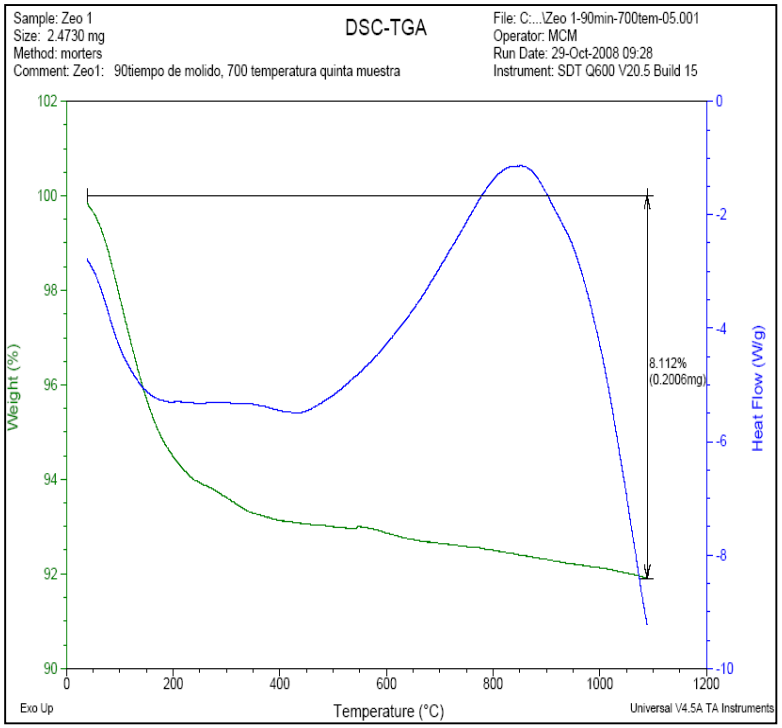
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 1 / 90 min – 700 ° C / 4ta muestra



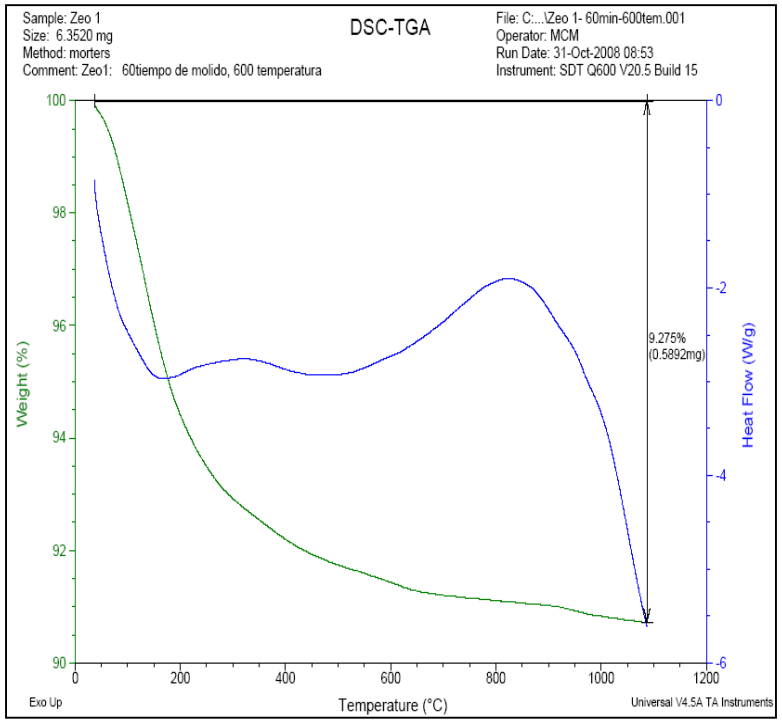
Zeo 1 / 90 min – 700 ° C / 5ta muestra



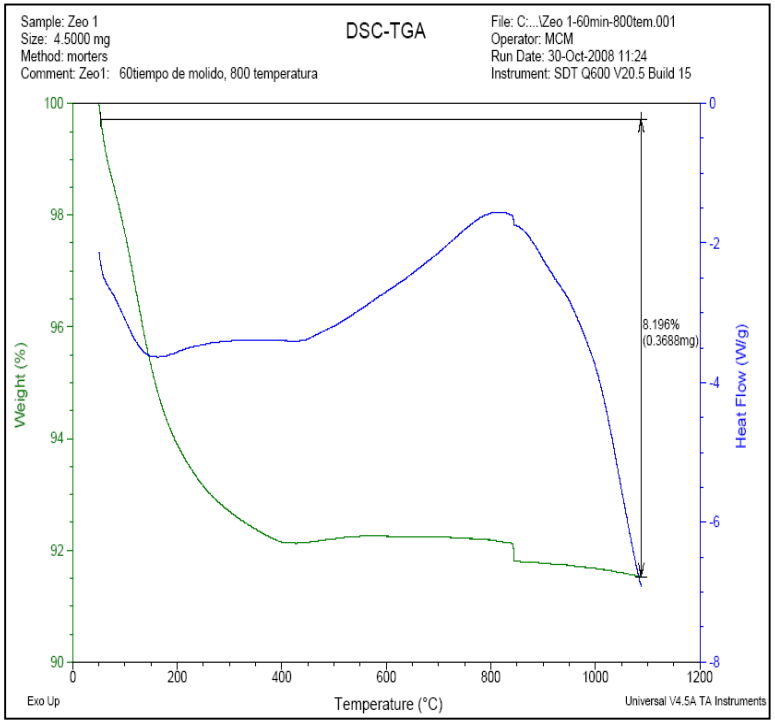
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 1 / 60 min – 600 ° C



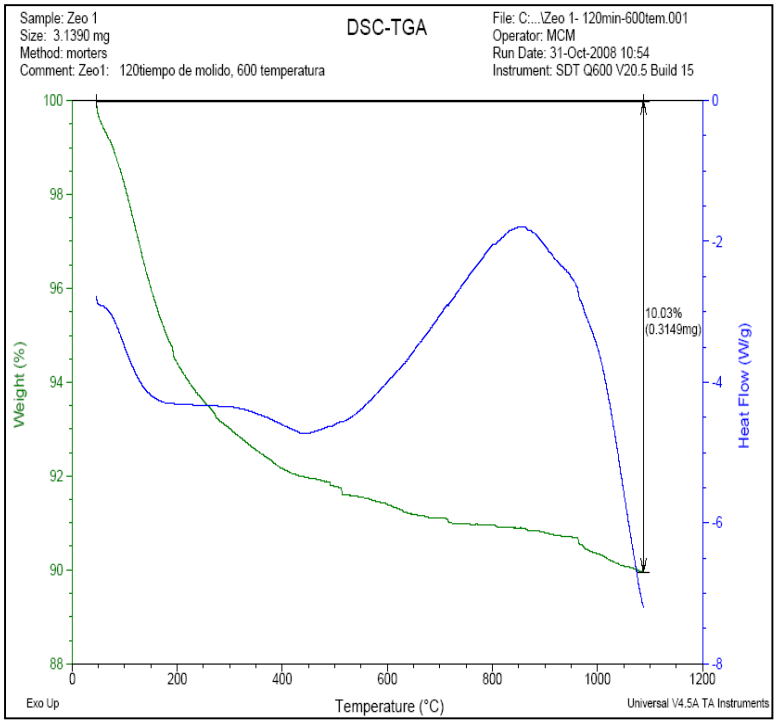
Zeo 1 / 60 min – 800 ° C



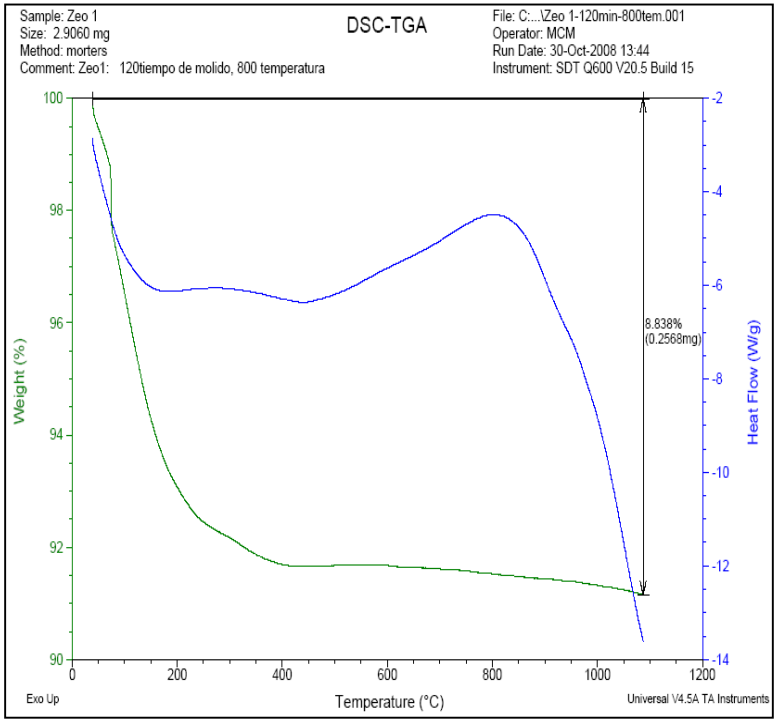
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 1 / 120 min – 600 ° C



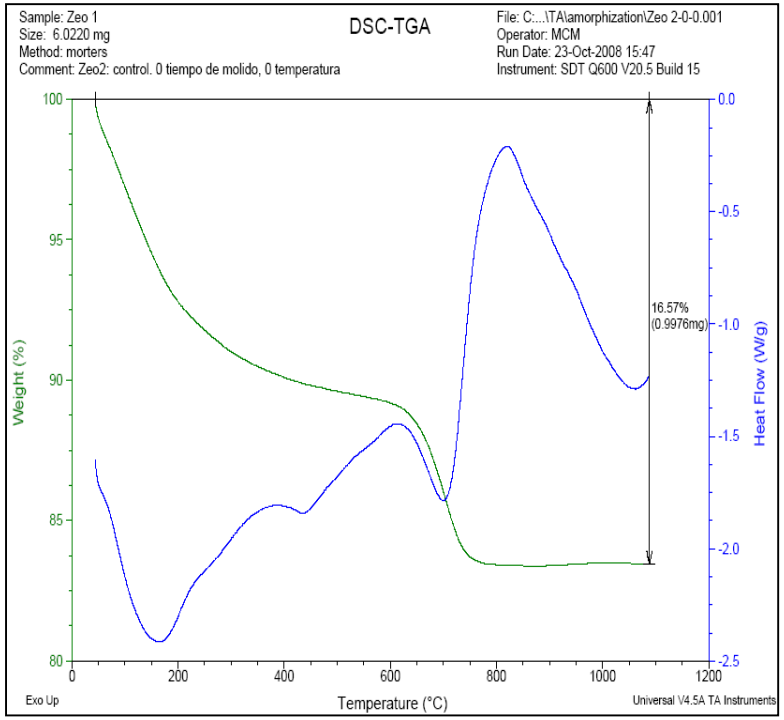
Zeo 1 / 120 min – 800 ° C



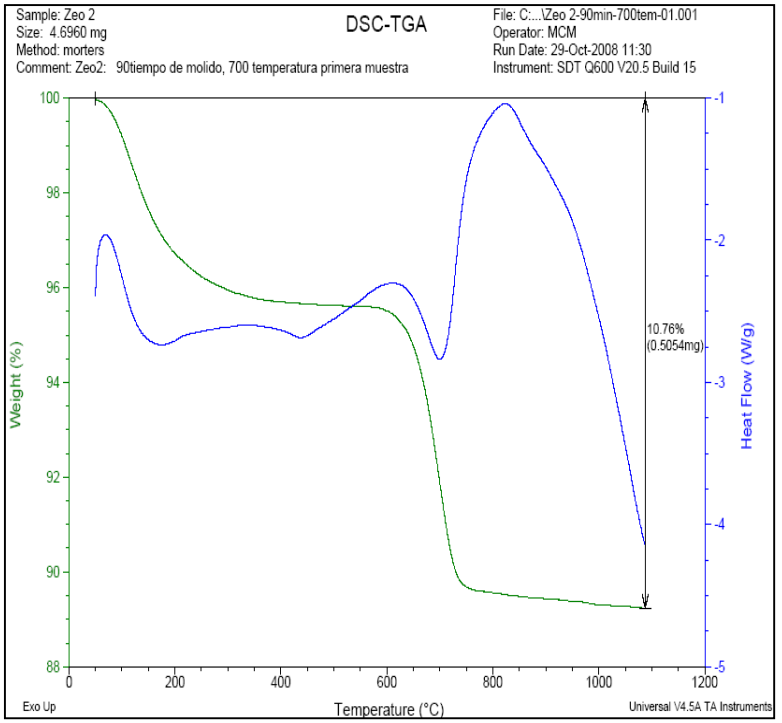
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 2 / 0 min – 0 ° C / CONTROL



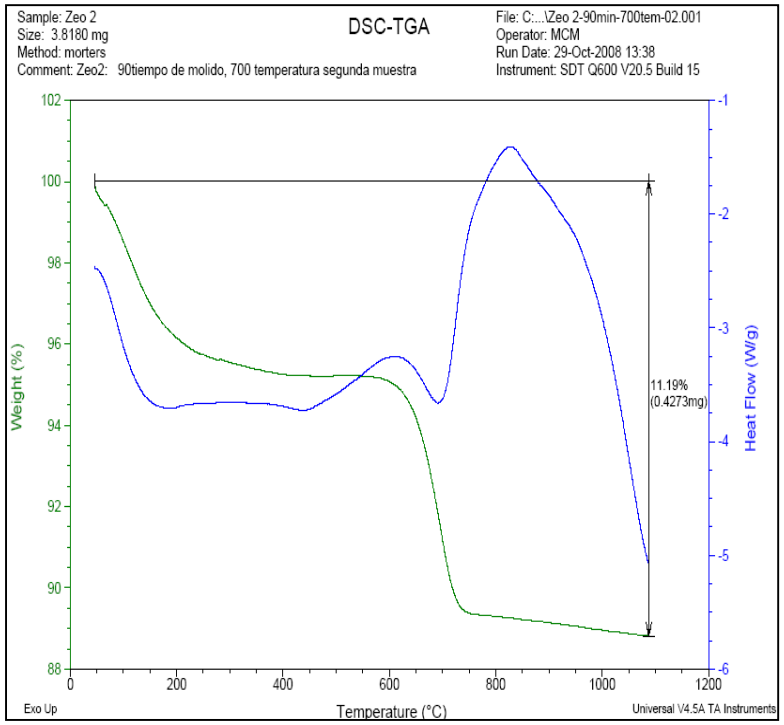
Zeo 2 / 90 min – 700 ° C / 1era muestra



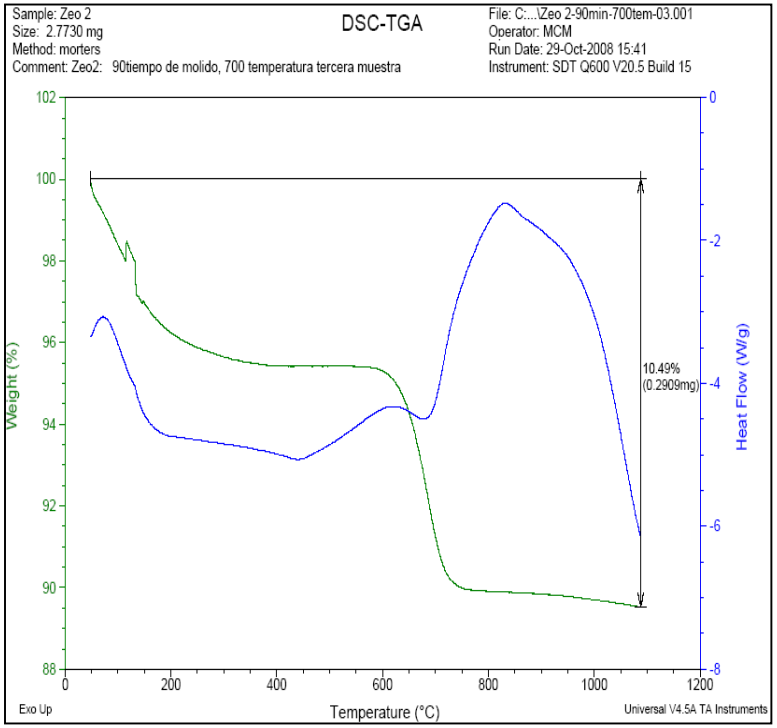
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 2 / 90 min – 700 ° C / 2da muestra



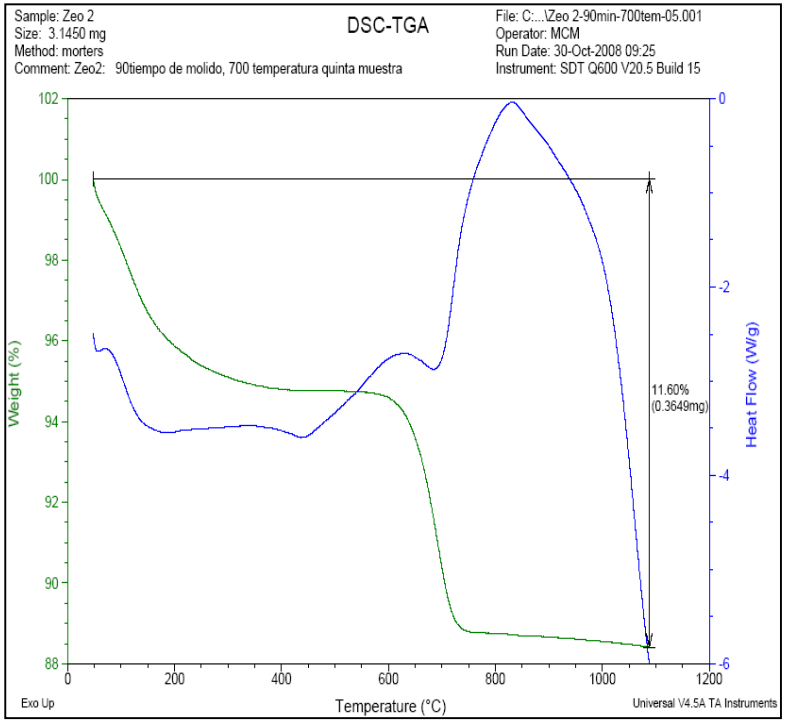
Zeo 2 / 90 min – 700 ° C / 3era muestra



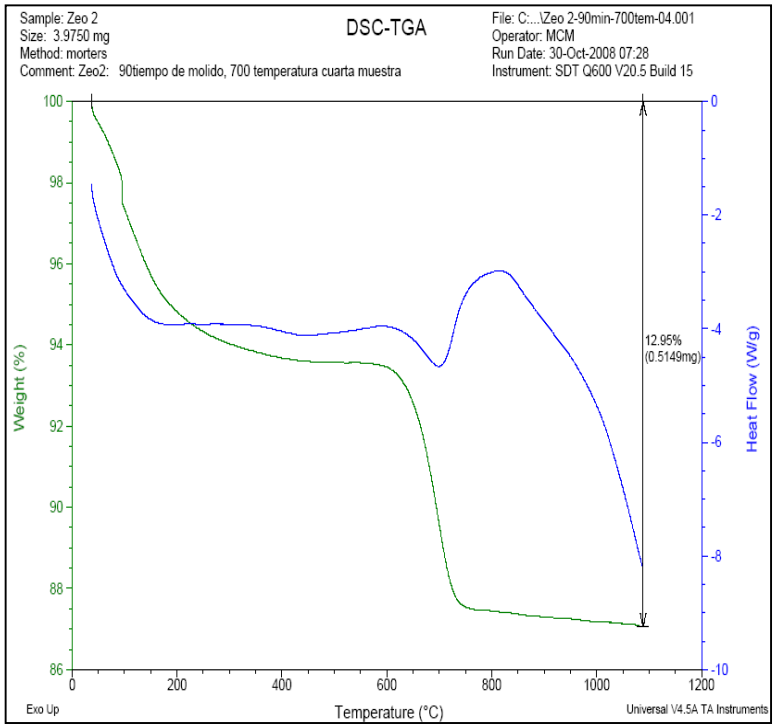
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 2 / 90 min – 700 ° C / 4ta muestra



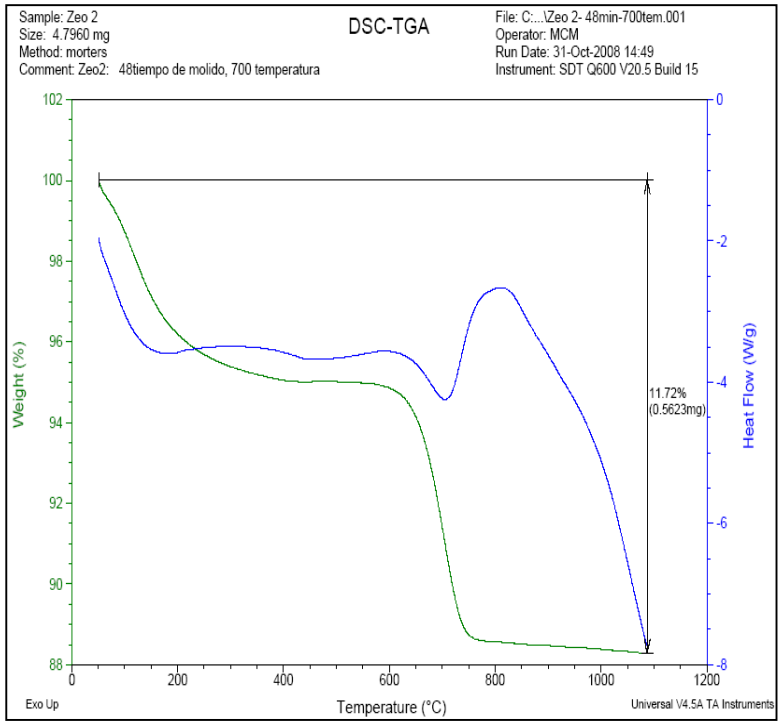
Zeo 2 / 90 min – 700 ° C / 5ta muestra



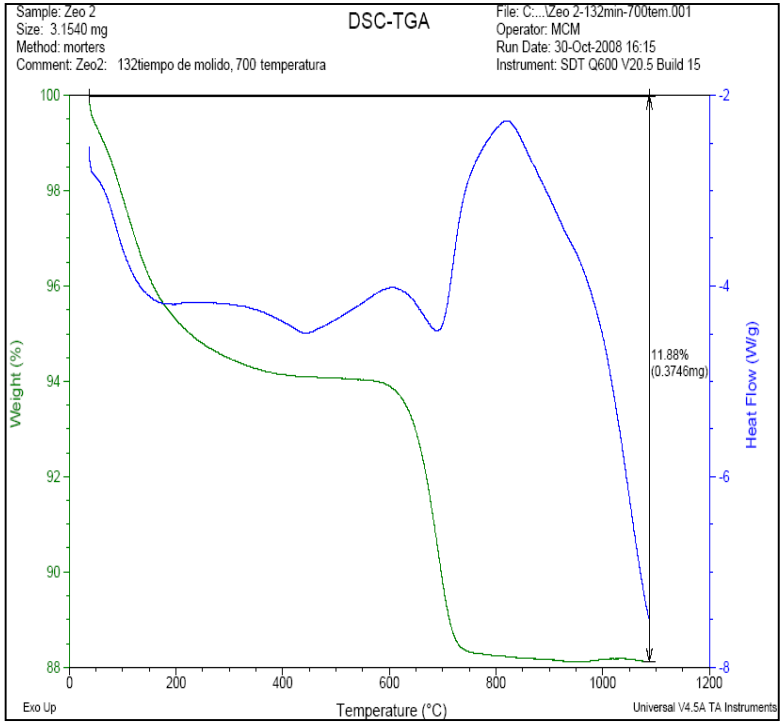
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 2 / 48 min – 700 ° C



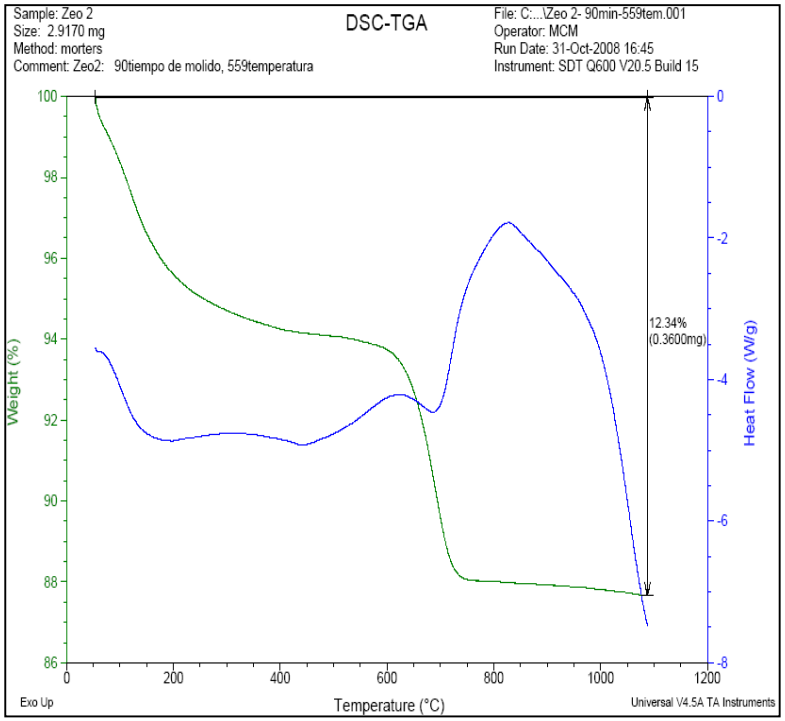
Zeo 2 / 132 min – 700 ° C



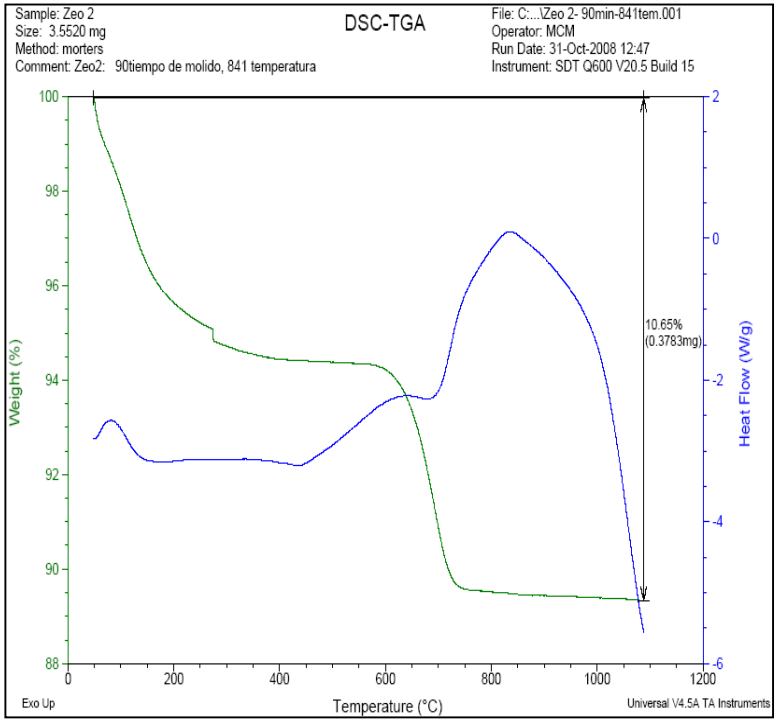
APÉNDICE C

GRAFICAS OBTENIDAS DEL ANALISIS TERMICO GRAVIMETRICO (TGA) PARA LA DETERMINACION DEL GRADO DE AMORFIZACION DE LAS ZEOLITAS

Zeo 2 / 90 min – 559 ° C



Zeo 2 / 90 min – 841 ° C



APÉNDICE D

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIDRÓXIDO DE CALCIO EN MORTEROS CON ADICIÓN DE 15 % DE ZEOLITAS AMORFIZADAS

1) Del análisis térmico gravimétrico obtener el cambio de masa en un rango entre 400 a 520 °C, ya que este representa el porcentaje de Oxidrilos desprendidos en forma de agua de la muestra de los morteros y registrar la masa de la muestra empleada en la prueba.
2) De la reacción estequiométrica $Ca(OH)_2 \leftrightarrow CaO + H_2O$, calcular la fracción molar del agua. Dividendo el peso molecular del agua (10) para el respectivo peso molecular de la reacción $CaO + H_2O$ (38).
3) Finalmente emplear la ecuación siguiente:

$$CH\ (\%) = \frac{\left[\frac{\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O}{Fraccion\ Molar H_2O}\right]}{\boldsymbol{y}\ mg} \times 100$$

Donde:

$CH\ (\%)$ = Contenido de hidróxido de calcio del mortero

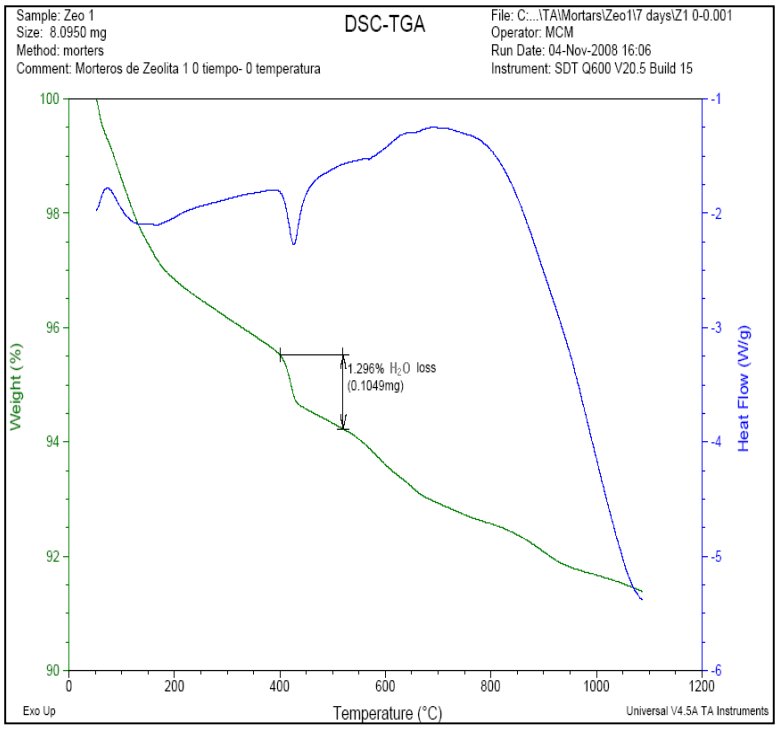
$\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O$ = Oxidrilos desprendidos en forma de agua

$\boldsymbol{y}\ mg$ = Masa de la muestra del mortero

APÉNDICE D

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIDRÓXIDO DE CALCIO EN MORTEROS CON ADICIÓN DE 15 % DE ZEOLITAS AMORFIZADAS

Morteros Zeo 1 / 0 min – 0 ° C / CONTROL / 7 días



1. De la gráfica de análisis TGA de morteros obtenemos:

   $\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O$ = 0,1049 mg

   $\boldsymbol{y}\ mg$ = 8,0950 mg

2. Donde la fracción molar de H_2O es igual a 10/38 = 0,26

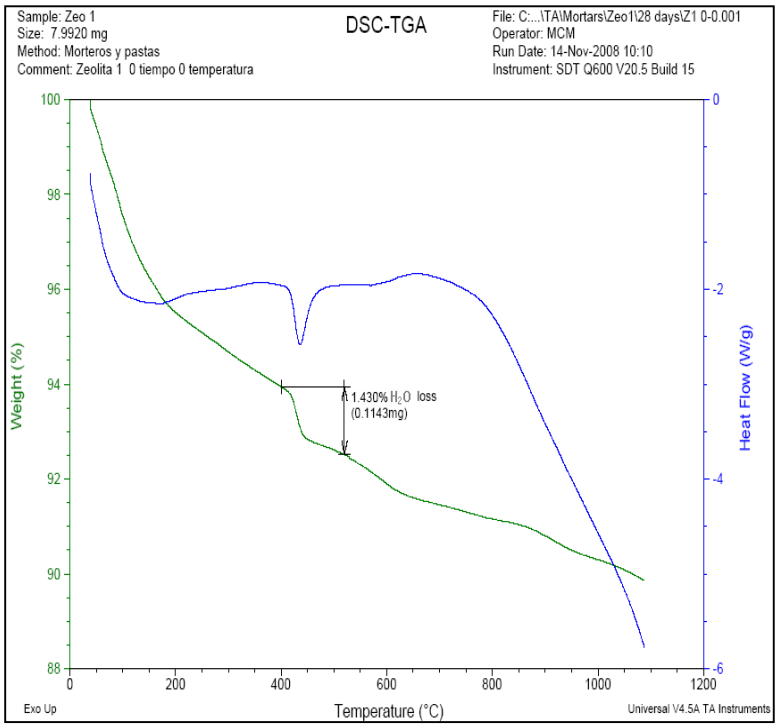
3. Aplicando la ecuación de CH (%):

$$\boldsymbol{CH}\ (\%) = \frac{\left[\frac{0{,}1049}{0{,}26}\right]}{8{,}0950} \times 100 = \mathbf{4{,}98}\ \%$$

APÉNDICE D

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIDRÓXIDO DE CALCIO EN MORTEROS CON ADICIÓN DE 15 % DE ZEOLITAS AMORFIZADAS

Morteros Zeo 1 / 0 min – 0 ° C / CONTROL / 28 días



1. De la gráfica de análisis TGA de morteros obtenemos:

   $\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O$ = 0,1143 mg

   $\boldsymbol{y}\ mg$ = 7,9920 mg

2. Donde la fracción molar de H_2O es igual a 10/38 = 0,26

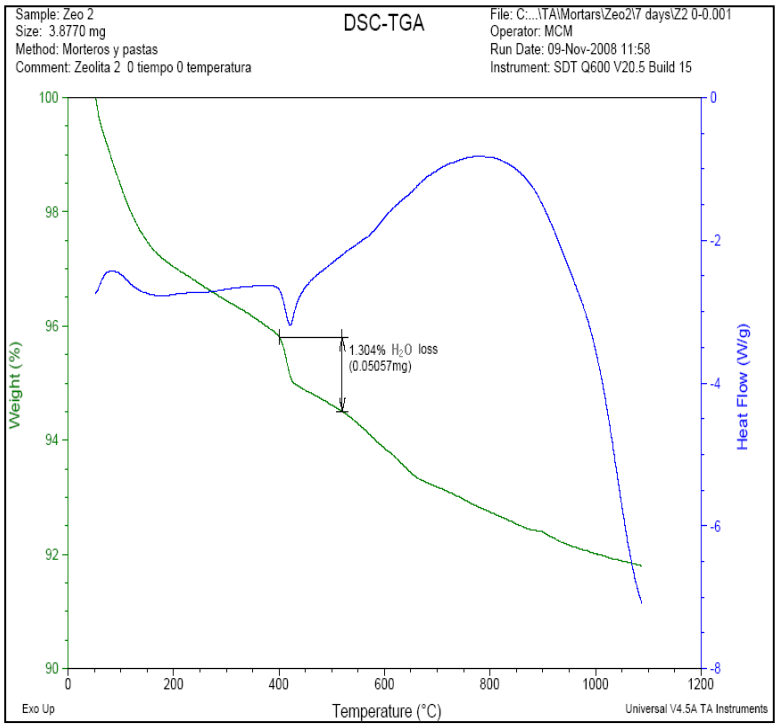
3. Aplicando la ecuación de CH (%):

$$\boldsymbol{CH}\ (\%) = \frac{\left[\frac{0{,}1143}{0{,}26}\right]}{7{,}9920} \times 100 = \mathbf{5{,}50}\ \%$$

APÉNDICE D

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIDRÓXIDO DE CALCIO EN MORTEROS CON ADICIÓN DE 15 % DE ZEOLITAS AMORFIZADAS

Morteros Zeo 2 / 0 min – 0 ° C / CONTROL / 7 días



1. De la gráfica de análisis TGA de morteros obtenemos:

   $\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O$ = 0,05057 mg

   $\boldsymbol{y}\ mg$ = 3,8770 mg

2. Donde la fracción molar de H_2O es igual a 10/38 = 0,26

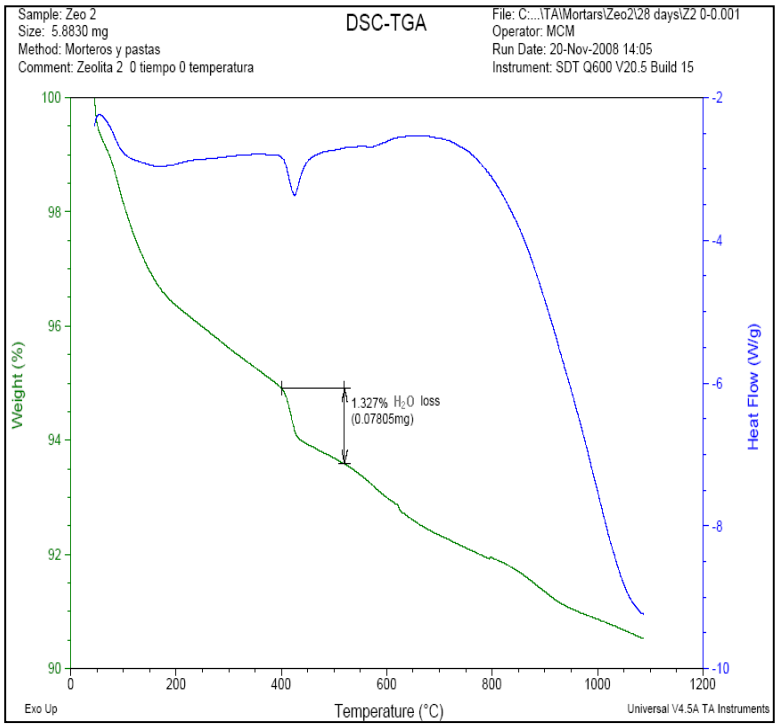
3. Aplicando la ecuación de CH (%):

$$\boldsymbol{CH}\ (\%) = \frac{\left[\frac{0{,}05057}{0{,}26}\right]}{3{,}8770} \times 100 = \mathbf{5{,}02}\ \%$$

APÉNDICE D

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIDRÓXIDO DE CALCIO EN MORTEROS CON ADICIÓN DE 15 % DE ZEOLITAS AMORFIZADAS

Morteros Zeo 2 / 0 min – 0 ° C / CONTROL / 28 días



1. De la gráfica de análisis TGA de morteros obtenemos:

   $\boldsymbol{x}\ mg\ H_2O$ = 0,07805 mg

   $\boldsymbol{y}\ mg$ = 5,8830 mg

2. Donde la fracción molar de H_2O es igual a 10/38 = 0,26

3. Aplicando la ecuación de CH (%):

$$\boldsymbol{CH}\ (\%) = \frac{\left[\frac{0{,}07805}{0{,}26}\right]}{5{,}8830} \times 100 = \mathbf{5{,}10}\ \%$$

BIBLIOGRAFÍA

1. Briz Xavier, Adsorción de contaminantes orgánicos por medio de zeolitas naturales", 2007. Capitulo 5.

2. Robalino Paola, El uso de la zeolita como adición mineral para producir cemento puzolánico, 2004. Capitulo 4.

3. Kosmatka, Kerkhoff, Panarese, Design and Control of Concretes Mixtures, Cement Association of Canada, 17th edition. Chapters 2-3-9.

4. Taylor, H.F.W., Cement Chemistry, Thomas Telford Publishing, London, 1997.

5. Campbell, Donald H., Microscopical Examination and Interpretation of Portland Cement and Clinker, Portland Cement Association, 1999.

6. Brunauer, S., Some aspects of the Physics and Chemistry of Cement, Portland Cement Association, 1957.

7. Copeland, Electron optical investigation of the hydration Products of calcium Silicates and Portland Cement, Portland Cement Association, 1962.

8. Lea, F.M, The Chemistry of Cement and Concrete, 3th edition, New York, 1971.

9. Powers, T.C, and Brownyard, T. L, Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste, Portland Cement Association, 1978.

10. Bhatty, Javed I., Role of Minor Elements in Cement Manufacture and Use, Portland Cement Association, 1995.

11. ASTM C 150, “Standard Specification for Portland Cement”

12. Davis R., A review of Pozzolanic materials and their use in concrete, ASTM - 1950.

13. ASTM C 595, “Standard Specification for Blended Hydraulic Cements”

14. Lea FM Stockholm, Proceedings of the Symposium on the Chemistry of Cement, 1938.

15. Giuseppe Giannetto Pace, Zeolitas: Características, propiedades y aplicaciones industriales, UCV, Madrid.

16. Chan, X. Ji, Cement and Concrete Composites, 1999.

17. Vizcayno, Castello, Ranz, Calvo, Some physico-chemical alterations caused by mechanochemical treatments, 2004.

18. Yong-Xin Li, Yi Min Chen, Jiang-Xiong Wei, and others, A study on the relationship between porosity of cement paste with mineral additives and compressive strength of mortar based on this paste, 2004.

19. Khandaker M. Anwar Hossain, Blended cement using volcanic ash and pumice, 2002.

20. Rodriguez, Camacho, Uribe, Afif, Importance of using the natural pozzolans on concrete durability, 2001.

21. Ganesan, Rajagopal, Thangavel, Evaluation of bagasse ash as supplementary cementitious material, 2007.

22. Tangpagasit, Cheerarot, Jaturapitakkul, Kiattikomol, Packing effect and Pozzolanic reaction of fly ash in mortar, 2004.

23. Atis, Kilic, Korkut Sevim, Strength and Shrinkage properties of mortars containing a nonstandard high-calcium fly ash, 2003.

24. Poon C.S, Wong Y.L and Lan, The influence of different curing conditions on the pore structure and related properties of fly ash cement pastes and mortars, 1997.

25. Yilmaz B., Ucar A., Oteyaka B., Uz V., Properties of zeolitic tuff (Clinoptilolite) blended portland cement, 2006.

26. Montgomery D., Design and Analysis of Experiments, 5th edition, Chapters 7, 11.

27. Cornejo Mauricio, Polo de Promoción minero Ambiental en el contexto de la Agenda Local 21: Península de Santa Elena (Ecuador). Capitulo 2.

28. ASTM C 618-03, “Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Concrete”.

29. ASTM C 188, “Standard Test Methods for Density of Hydraulic Cement”.

30. ASTM C 311-98b, “Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly Ash or Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Portland - Cement Concrete”.

31. ASTM C 778, “Specification for Standard Sand of Hydraulic Cement Mortars”.

32. ASTM C 109/C109M–02, “Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars”.

33. UNE-EN 196-5:2005, “Ensayo de puzolanidad para cementos puzolánicos”.