

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ingeniería en Mecánica y

Ciencias de la Producción

“Optimización de eflorescencia y resistencia a la compresión de
geopolímeros manufacturados a partir de escorias de alto horno
mediante diseño estadístico de experimentos y análisis
multivariado“

TRABAJO FINAL DE GRADUACIÓN

Tesis de Grado

Previo la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentado por:

Carlos Xavier Zamora Olmedo

Víctor Antonio Vargas Manzo

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2015

AGRADECIMIENTO

A Dios, porque me ha brindado la fortaleza en todo momento de mi vida.

Al PhD. Mauricio Cornejo, por la paciencia, ayuda y estímulo para la culminación de esta tesis de grado, que sin su dirección no habría sido posible este nuevo logro.

A todo el personal del Laboratorio de Ensayos Metrológicos y Materiales (LEMAT), del Laboratorio de Mineralurgia y del Laboratorio de Suelos y Rocas de la FICT, por facilitar el uso de los equipos para desarrollar el estudio.

Víctor A. Vargas Manzo

AGRADECIMIENTO

A Dios, por guiarme en el camino de la sabiduría con paciencia, perseverancia y dedicación.

Al PhD. Mauricio Cornejo, por su apoyo, tiempo y su invaluable ayuda para la culminación de esta tesis de grado.

A mi familia, al club de robótica “Robota” y a todas las personas que de una u otra manera colaboraron en la realización de este trabajo.

A todo el personal del Laboratorio de Ensayos Metrológicos y Materiales (LEMAT), del Laboratorio de Mineralurgia y del Laboratorio de Suelos y Rocas de la FICT, por facilitar el uso de los equipos para desarrollar el estudio.

Carlos X. Zamora Olmedo

DEDICATORIA

A Dios que ha sido mi guía y fortaleza.

A MIS PADRES, Angel Zamora y Lorena Olmedo les dedico este proyecto como una pequeña retribución a su invaluable apoyo y paciencia durante mi carrera y metas cumplidas, ya que han sido pilares fundamentales en mi vida.

A MIS HERMANOS Y A TODA MI FAMILIA, por haber depositado su confianza y haberme brindado su apoyo cuando los necesitaba.

A LOS MAESTROS, que gracias a sus conocimientos y experiencias me supieron formar como buen profesional.

Carlos X. Zamora Olmedo

DEDICATORIA

A MIS PADRES, Julia y Antonio por el apoyo incondicional y comprensión a mis metas propuestas que, sin ellos no hubiera alcanzado.

A MIS ABUELOS, Antonio e Hilda pilares fundamentales en ésta etapa, siempre pendientes y con consejos oportunos que me ayudaron para no desmayar en alcanzar mi título.

A MI MADRINA, Aracely por estar siempre presente y atenta a todo lo referente a mi vida.

A TODA MI FAMILIA, a mis hermanas Lili y María, a mis tíos y primos por el apoyo brindo durante todos estos años.

Víctor A. Vargas Manzo

TRIBUNAL DE SUSTENTACIÓN

M.Sc. Jorge Duque R.

DECANO DE LA FIMCP

PRESIDENTE

Dr. Mauricio Cornejo Martínez.

DIRECTOR DE TESIS

Ing. Rodrigo Perugachi Benalcázar

VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de este Proyecto de Graduación, nos corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

Carlos Xavier Zamora Olmedo

Víctor Antonio Vargas Manzo

RESUMEN

Esta tesis de grado está basada en otros trabajos acerca de la zeolita como reemplazo del cemento ordinario Portland, para minimizar la emisión de CO₂ al ambiente y fomentar procesos ambientalmente amigables. Tomando en consideración que el tratado de Kyoto estimula la reducción de las emisiones de gases del efecto invernadero. Por lo que, el diseño de materiales que reduzcan su emisión son de crucial importancia en estos días.

Esta investigación forma parte del proyecto de desarrollo de cemento activado alcalinamente usando residuos sólidos urbanos cuyos resultados son alentadores desde el punto de vista ingenieril. Sin embargo, problemas con las eflorescencias (reacciones por exceso de activador con el dióxido de carbono ambiental formando carbonatos) se han levantado sugiriendo que este factor debe ser optimizados desde el diseño mismo del material. Por lo tanto, esta investigación trata de optimizar la mezcla alcalina con escorias de alto horno para obtener las mejores propiedades mecánicas y minimizar la eflorescencia.

Para lo cual se analizaron dos factores independientes como lo son el tiempo de curado y el tiempo de molienda, la combinación de estos factores termomecánicos poseen una influencia sobre las variables de respuestas seleccionadas. Las variables seleccionadas para los morteros fueron: la

resistencia mecánica a la compresión a los 7, 14 y 28 días además de la eflorescencia a los 28 y 55 días.

En esta investigación se empleó el diseño de experimento de “composición central bloqueado en forma de estrella” y análisis multivariado con las variables independientes y de respuestas antes mencionadas para encontrar relaciones significativas entre los factores de diseño a considerar.

Para esto se realizó una caracterización tecnológica usando difracción de rayos X (XRD) para la identificación de las fases presentes en los morteros según la mezcla y los días. También espectrometría de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) para observar el grado de porosidad de los morteros según el diseño, además de resistencia a la compresión y densidad.

De los resultados obtenidos mediante el análisis de varianza (ANOVA), se determinó que el factor más influyente para un incremento en la resistencia a la compresión fue el tiempo de molienda que para este trabajo estuvo en un rango de 27-150 minutos. Además los morteros con una relación de agua-sólido de 0,2 tuvieron mayores resistencias a la compresión que los morteros con un relación de 0,3.

Los valores de eflorescencia para los morteros fueron muy bajos inclusive a los 55 días después del moldeo siguiendo el diseño de experimento establecido.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	ii
ÍNDICE GENERAL	v
ABREVIATURAS.....	viii
SIMBOLOGÍA.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE TABLAS	xxii
INTRODUCCION	1
CAPÍTULO 1.....	2
1. INFORMACIÓN GENERAL	2
1.1. Antecedentes y Justificación.....	2
1.2. Planteamiento del Problema	5
1.3. Objetivos	7
1.3.1 Objetivos Generales.....	7
1.3.2 Objetivos Específicos.....	7
1.4. Metodología Utilizada	7
1.5. Equipos, Materiales e Insumos	10
CAPITULO 2.....	4
2. Marco Teórico	4
2.1. Geopolimerización de Escorias	4
2.1.1. Composición y microestructura de escorias	21
2.1.2. Evolución de la polimerización de cementos activados alcalinamente.....	25
2.1.3. Caracterización Tecnológica de los geopolímeros XRD, SEM-EDS, FTIR.	28
2.1.3. Propiedades Ingenieriles de los Geopolímeros.....	30
2.2. Escoria de Alto horno	33
2.2.1. Características Generales de las escorias.....	33

2.2.2.	Aplicaciones Industriales	35
2.3.	Factores a Optimizar. Estado del Arte.....	36
2.3.1.	Resistencia a la compresión de los geopolímeros	36
2.3.2.	Eflorescencias	41
CAPITULO 3	19
3.	Diseño de Experimentos	19
3.1.	Fundamentos matemáticos de las superficies de Respuestas	19
3.2.	Diseños experimentales para mejorar la superficie de respuesta	47
3.2.1.	Diseños para mejorar los modelos de primer orden	48
3.2.2.	Diseño para mejorar los modelos de segundo orden.....	49
3.3.	Diseño de composición central bloqueado en forma de estrella.....	51
3.4.	Selección del diseño, factores, variables de respuestas y niveles a experimentar	53
3.4.1.	Diseño	53
3.4.2.	Factores.....	53
3.4.3.	Variables de respuesta	54
3.4.4.	Niveles a experimentar	55
3.5.	Programación de la metodología experimental.....	62
CAPITULO 4	44
4.	Procedimiento Experimental.....	44
4.1.	Caracterización de materiales	44
4.1.1.	Análisis por XRD, SEM-EDS, FTIR de la materia prima	44
4.1.2.	Densidades	77
4.2.	Preparación de materiales.....	80
4.2.1.	Reducción del tamaño de partículas de las escorias.....	80
4.2.2.	Mezclado y curado de los geopolímeros basados en escoria..	88
4.3.	Prueba de Resistencia a la compresión	97
4.4.	Evaluación de los Geopolímeros	100
4.4.1.	XRD	100
4.4.2.	SEM – EDS	100
4.4.3.	FTR.....	101
4.4.4.	DENSIDADES	102

CAPÍTULO 5	64
5. ANÁLISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS	64
5.1. Análisis estadístico: ANOVA	64
5.2. Tablas de datos y Resultados	107
5.3. Interpretación de Resultados	119
5.4. Comprobación de las asunciones de Fisher y de bondad de ajuste del modelo	135
Capítulo 6	105
6. Conclusiones y Recomendaciones	105
6.1. Conclusiones	105
6.2. Recomendaciones	138
APÉNDICES	140
BIBLIOGRAFÍA	164

ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
SLAG	Escoria
SEM	Scanning Electron Microscopy
FTIR	Fourier Transform infrared spectroscopy
XRD	X-ray Diffraction
CCD	Diseño de Composición Central
kN	Kilo Newton
Mpa	Mega Pascal
g	Gramo
mg	Miligramo
In	Pulgadas
cm.	Centímetros
mm.	Milímetros
mm².	Milímetros Cuadrados
mm³.	Milímetros Cúbicos
ml.	Mililitro
μm	Micrómetro
Hp	Horse power
g /cm³	Gramo por centímetro cúbico
mol/l	Mol por litro
RPM	Revoluciones por minuto
W/B	Relación agua/solido
ANOVA	Análisis de Varianza
CCD	Diseño de composición central

V	Voltaje
amp.	Amperaje
Hz	Hertz
kg	Kilogramo
CC	Corriente continua
Tn	Toneladas
lbs/hr	Libras por hora
et al	Y otros en latin

SIMBOLOGÍA

F_c	Resistencia Mecánica a la Compresión
ρ	Densidad
%	Porcentaje
°C	Grado centígrado
F_o	Estadístico de Prueba
P	Probabilidad de obtención de resultado extremo
H_o	Hipótesis Nula
H₁	Hipótesis Alternativa
σ^2	Varianza
ϵ	Deformación
E	Esfuerzo
β_i	Coeficientes de Regresión
s	segundos
a	Ancho
L	Longitud
h	Altura

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. 1	METODOLOGÍA DE LA TESIS	8
FIGURA 2.1	COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ESCORIAS	22
FIGURA 2.2	POSICIÓN DE LAS ESCORIAS EN EL SISTEMA TERNARIO CaO-SiO ₂ -Al ₂ O ₃	23
FIGURA 2.3	MUESTRA EL MODELO CONCEPTUAL PARA LA GEOPOLIMERIZACIÓN POR GLUKHOVSKY.....	25
FIGURA 2.4	MUESTRA LA REACCIÓN IMPLICADA EN LA GEOPOLIMERIZACIÓN.....	28
FIGURA 2.5	INFLUENCIA DE LA SUPERFICIE ESPECÍFICA DE LA ESCORIA SOBRE LA RESISTENCIA MECÁNICA.....	38
FIGURA 2.6	INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE NAOH ADICIONADO EN EL DESARROLLO DE RESISTENCIAS MECÁNICAS.	39
FIGURA 3.2	MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA EN TRES DIMENSIONES EN BASE DOS VARIABLES INDEPENDIENTES.....	44
FIGURA 3.3	MUESTRA UN DISEÑO DE COMPOSICIÓN CENTRAL EN TRES DIMENSIONES K=3.	49
FIGURA 3.4	DISEÑO DE COMPOSICIÓN CENTRAL BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRELLA	51
FIGURA 4.1	BALANZA ANALÍTICA SHIMADZU AX 200	65

FIGURA 4.2	DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X PANALYTICAL X'PERT PRO.....	66
FIGURA 4.3	VIDRIO RELOJ UTILIZADO PARA EL PESAJE DE LAS MUESTRAS.....	67
FIGURA 4.4	PESAJE PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO DE XRD.....	67
FIGURA 4.5	ACCESORIOS PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO DE XRD.....	68
FIGURA 4.6	MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO.....	70
FIGURA 4.7	PORTAMUESTRA DEL SEM: DISCO DE CARBONO.....	71
FIGURA 4.8	COLOCANDO EL PORTAMUESTRA EN EL EQUIPO.....	71
FIGURA 4.9	ESPECTRÓMETRO PERKIN ELMER SPECTRUM 100....	73
FIGURA 4.10	BALANZA ANALÍTICA BOECO.....	74
FIGURA 4.11	MUESTRAS PARA EL FTIR.....	75
FIGURA 4.12	COLOCANDO LA MUESTRA EN EL FTIR.....	76
FIGURA 4.13	BALANZA PARA DETERMINAR DENSIDADES.....	78
FIGURA 4.14	MUESTRAS DE APROXIMADAMENTE 2 CM.....	78
FIGURA 4.15	BALANZA ARMADO CON LOS ACCESORIOS CORRESPONDIENTES.....	79
FIGURA 4.16	ACCESORIOS PARA LA BALANZA.....	80
FIGURA 4.17	TRITURADOR DE MANDÍBULAS.....	81
FIGURA 4.18	TRITURADOR DE RODILLOS.....	82

FIGURA 4.19	MOLINO DE BOLAS	83
FIGURA 4.20	TAMIZADOR ROTAP	84
FIGURA 4.21	TAMAÑO DE SALIDA DEL GRANO DE LA TRITURADORA DE MANDÍBULAS.	86
FIGURA 4.22	TAMAÑO DEL GRANO DESPUÉS DE 3 PASADAS POR EL TRITURADOR DE RODILLO	86
FIGURA 4.23	TAMAÑO EL GRANO DESPUÉS DE HABER MOLIDO DURANTE UNA HORA EN EL MOLINO DE BOLAS.	87
FIGURA 4.24	TAMIZANDO LA ESCORIA MOLIDA CON EL TAMIZ N°3688	
FIGURA 4.25	MOLDES DE BRONCE.	89
FIGURA 4.26	MEZCLADORA IKA DIGITAL	90
FIGURA 4.27	ESTUFA MEMMERT	91
FIGURA 4.28	REGULANDO Y VERIFICANDO LA VELOCIDAD DEL MOLINO DE BOLAS.	93
FIGURA 4.29	ACTIVADORES ALCALINOS.	94
FIGURA 4.30	PESANDO Y MIDIENDO LOS ACTIVADORES ALCALINOS Y LA ESCORIA.	94
FIGURA 4.31	MEZCLADO DE LA MUESTRA CON LOS ACTIVADORES.	95
FIGURA 4.32	ECHANDO LA MEZCLA EN LOS MOLDES.	96
FIGURA 4.33	MÁQUINA DE ENSAYO UNIVERSAL	98

FIGURA 4.34	COLOCACIÓN DEL CUBO PARA EL ENSAYO DE COMPRESIÓN	99
FIGURA 4.35	GRÁFICAS DE CARGA APLICADA VS DEFORMACIÓN ..	99
FIGURA 5.1	MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS DATOS DE RESISTENCIA A LA COMPRESION A LOS 7 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DEL 74,6%.	109
FIGURA 5.2	MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 7 DÍAS.	110
FIGURA 5.3	MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS DATOS DE RESISTENCIA LA COMPRESIÓN PARA FC 14 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DEL 91,4%.	111
FIGURA 5.4	MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 14 DÍAS.	112
FIGURA 5.5	MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 28 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 83,4%.	113
FIGURA 5.6	MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 28 DÍAS.	114

- FIGURA 5.7** MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 50,3%.116
- FIGURA 5.8** MUESTRA LOS CONTORNOS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS.116
- FIGURA 5.9** MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 50,3%.118
- FIGURA 5.10** MUESTRA LOS CONTORNOS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS.118
- FIGURA 5.11** MUESTRA LA COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE COMPRESIÓN ENTRE LOS MORTEROS A LOS 7, 14 Y 28 DÍAS CON LA RELACIÓN AGUA/SOLIDO (W/B) DE 0,2. 124
- FIGURA 5.12** MUESTRA LA COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE COMPRESIÓN ENTRE LOS MORTEROS A LOS 7, 14 Y 28 DÍAS CON LA RELACIÓN AGUA/SOLIDO (W/B) DE 0,3. 125
- FIGURA 5.13** MUESTRA EL MORTERO DE LA MEZCLA DE 36 HORAS DE CURADO CON 89 MINUTOS DE MOLIENDA Y UNA RELACIÓN AGUA-SÓLIDO DE 0,2 EL CUAL PRESENTA EL

	MAYOR VALOR DE EFLORESCENCIA DE LOS MORTEROS A LOS 55 DÍAS.....	127
FIGURA 5.14	Resultado del Ensayo del FTIR de la mezcla 0,3/36/27 a 7, 14 y 28 días.....	129
FIGURA 5.15	Ensayo FTIR de la mezcla 0,3/36/27 a 7 días.....	129
FIGURA 5.16	MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 10 A 10000X.....	130
FIGURA 5.17	MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 17 A 10000X.....	131
FIGURA 5.18	MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 38 A 10000X.....	131
FIGURA 5.19	MUESTRA EL DIFRACTOGRAMA DE LA ESCORIA DE ALTO HORNO ANTES DE SER ACTIVADA ALCALINAMENTE CON LA IDENTIFICACIÓN DE SUS FASES EN TODOS LOS PICOS PRESENTES DESDE 0-60°.	133
FIGURA 5.20	MUESTRA EL DIFRACTOGRAMA Y SU CUANTIFICACIÓN DE LA MEZCLA DE 36 HORAS DE CURADO, 27 MINUTOS DE MOLIENDA Y 0,3 DE RELACIÓN AGUA-SÓLIDO.....	134
FIGURA 5.21	MUESTRA LOS GRÁFICOS DE BONDAD DE AJUSTE PARA FC 7, FC 14 Y FC 28.....	135
FIGURA 5.22	MUESTRA LAS GRAFICAS DE BONDAD DE AJUSTE PARA EFLORESCENCIA A LOS 28 Y 55 DÍAS.	136
FIGURA A.1	CURVAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE LAS MUESTRAS 1 A LA 27.....	141

FIGURA A.2	CURVAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE LAS MUESTRAS 28 A LA 54	142
FIGURA A.3	EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/36/89 NIVEL 4 ...	145
FIGURA A.4	EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 NIVEL 3 ...	145
FIGURA A.5	EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/24/132 NIVEL 2 .	146
FIGURA A.6	EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,3/36/89 NIVEL 1 ...	146
FIGURA A.7	DIFRACTOGRMA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 A LOS 7 DÍAS	147
FIGURA A.8	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 14 DÍAS	147
FIGURA A.9	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 14 DÍAS	147
FIGURA A.10	IFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/45 A LOS 14 DÍAS	148
FIGURA A.11	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS	148
FIGURA A.12	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS	148
FIGURA A.13	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/132 A LOS 14 DÍAS	149
FIGURA A.14	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 14 DÍAS	149

FIGURA A.15	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 14 DÍAS	149
FIGURA A.16	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 7 DÍAS	150
FIGURA A.17	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/53/89 A LOS 14 DÍAS	150
FIGURA A.18	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 7 DÍAS	150
FIGURA A.19	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 7 DÍAS	151
FIGURA A.20	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 7 DÍAS	151
FIGURA A.21	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 7 DÍAS	151
FIGURA A.22	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 28 DÍAS	152
FIGURA A.23	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS	152
FIGURA A.24	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/45 A LOS 28 DÍAS	152
FIGURA A.25	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 7 DÍAS	153

FIGURA A.26	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 7 DÍAS	153
FIGURA A.27	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/27 A LOS 7 DÍAS	153
FIGURA A.28	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 28 DÍAS	154
FIGURA A.29	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 28 DÍAS	154
FIGURA A.30	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 28 DÍAS	154
FIGURA A.31	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS	155
FIGURA A.32	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 28 DÍAS	155
FIGURA A.33	DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/53/89 A LOS 28 DÍAS	155
FIGURA A.34	MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS	156
FIGURA A.35	MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS	156
FIGURA A.36	MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS	157
FIGURA A.37	MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS	157
FIGURA A.38	MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS	158
FIGURA A.39	MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS	158

FIGURA A.40	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .159
FIGURA A.41	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/48/132 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO159
FIGURA A.42	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/24/132 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO160
FIGURA A.43	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .160
FIGURA A.44	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/48/45 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .161
FIGURA A.45	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO161
FIGURA A.46	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .162
FIGURA A.47	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/27 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO 162
FIGURA A.48	ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .163

FIGURA A.49 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA
MEZCLA 0,3/53/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO .163

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1.1	OPERACIONALIZACIÓN DE LA HIPÓTESIS.....	6
TABLA 2.1	PRINCIPALES MINERALES PRESENTES DENTRO DE LAS ESCORIAS DE ALTO HORNO	24
TABLA 3.1	DISEÑO DE COMPOSICION CENTRAL BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRELLA (NIVELES CON VALORES CODIFICADOS).....	56
TABLA 3.2	FACTORES CON LOS NIVES CORRESPONDIENTES AL DISEÑO.....	60
TABLA 3.3	DISEÑO DE EXPERIMENTO DE COMPOSICION CENTRAL BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRALLA CON SUS VALORES NUMERICOS CORRESPONDIENTES.....	61
TABLA 4.1	TIEMPOS DE CURADO Y MOLIENDA DEL DISEÑO DE EXPERIMENTO.....	92
TABLA 4.2	COMPOSICIONES ÓPTIMAS DE LOS ACTIVADORES PARA CADA RELACIÓN W-B QUE SE UTILIZÓ EN LA FORMACIÓN DE LOS GEOPOLÍMEROS.....	93
TABLA 4.3	TABLA DE DENSIDADES DE LAS 30 MUESTRAS DE GEOPOLÍMEROS.....	103

TABLA 5.1 RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN (7, 14 Y 28 DÍAS).....	107
TABLA 5.2 EFECTO DE LA EFLORESCENCIA A LOS 28 Y 55 DÍAS.....	108
TABLA 5.3 ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA f_c 7	108
TABLA 5.4 VALORES OBSERVADOS Y VALORES PREDICHOS PARA f_c 7	109
TABLA 5.5 ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA f_c 14	110
TABLA 5.6 VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA f_c 14	111
TABLA 5.7 ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA f_c 28	112
TABLA 5.8 VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA f_c 28	113
TABLA 5.9 EQUIVALENCIAS PARA ANÁLISIS DE EFLORESCENCIA ..	114
TABLA 5.10 ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS	115
TABLA 5.11 VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA EFLORESCENCIA 28 DÍAS	115
TABLA 5.12 ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS	117
TABLA 5.13 VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS.....	117

TABLA 5.14 PUNTO ÓPTIMO PARA f_c 7.....	120
TABLA 5.15 PUNTO ÓPTIMO PARA f_c 14	121
TABLA 5.16 PUNTO ÓPTIMO PARA f_c 28	122
TABLA 5.17 FUNCIÓN DE RESPUESTA ESPERADA DE LA RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN PARA 7, 14 Y 28 DÍAS	122
TABLA 5.18 FASES MINERALÓGICAS PRESENTES EN LA ESCORIA DE ALTO HORNO	132
TABLA A.1 TABLA DE RESULTADOS DE ENSAYOS A MORTEROS DE CEMENTO PORTLAND	143
TABLA A.2 TABLA DE MEZCLAS DE CADA MORTERO DEL GEOPOLÍMERO A BASE DE ESCORIA CON SU RESPECTIVA NUMERACIÓN Y A DIFERENTES TIEMPOS DE FRAGUADO	144

INTRODUCCION

El concreto, es el material más usado en el mundo, se encuentra cambiando debido a las necesidades del mundo. Hoy en día el concreto moderno no es solo un mezcla de cemento, agua y agregado (arena, piedras, etc.). Este contiene cada vez más a menudo componentes minerales, mezclas químicas, fibras y otros componentes modernos para mejorar su calidad.

El desarrollo e implementación de estos nuevos concretos es el resultado de evolución en la ciencia del concreto, nuevas mezclas con la utilización de las herramientas científicas más sofisticadas disponibles que permiten observar en detalle la microestructura de este material. La propiedad más característica de los concretos es su resistencia a la compresión la cual es función del encierro de las partículas de cemento así como de las cantidades de cemento.

Tanto el cemento como el concreto deberán mejorar de acuerdo a las necesidades del entorno dentro de una perspectiva de desarrollo sustentable, lo que significa que sus componentes serán reemplazados por otros más amigables con el ambiente, que resulten en un ahorro de energía de producción y de emisiones de CO₂ y otros gases producto de su manufactura que contaminan la atmosfera. Además de mejorar sus propiedades como material de construcción y alargar su tiempo de vida útil y por ende las estructuras de concreto. Por esta razón desde hace varios años se

encuentran trabajos de investigación de materiales de construcción de orígenes naturales como son las zeolitas, escorias de alto horno y cenizas volantes, cuya finalidad es reemplazar el uso del cemento Portland ordinario como material base para la construcción.

Con la finalidad de encontrar mejoras en las propiedades estructurales de los concretos, reducir los costos de los materiales y reducir las emisiones de gases de efecto invernadero a la atmosfera, en esta tesis de grado centra en el análisis del efecto que tiene el grado de amorfización y del tiempo de curado a un temperatura constante (60°C) sobre la resistencia mecánica a la compresión de los morteros de escoria de alto horno activada alcalinamente, y su posible aplicación como material de construcción.

Para cumplir con el objetivo de esta tesis se realizó un diseño de experimento para analizar las variables independientes y las variables de respuesta que se especifican en el Capítulo 3. Los resultados del diseño de experimento se les aplico un análisis estadístico (ANOVA) para determinar cuál factor es el más influyente dentro del experimento, además de emplear diferentes técnicas de caracterización a las escorias activadas alcalinamente para complementar los resultados. Finalmente las conclusiones de obtenidas se muestran en el Capítulo 6.

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL

1.1. Antecedentes y Justificación

Este proyecto de investigación forma parte de un grupo de trabajos de graduación del Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales (LEMAT) de la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP) de la Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL), el cual forma parte de una serie de estudios acerca de la zeolita como reemplazo del cemento ordinario Portland, para minimizar la emisión de CO₂ al ambiente y fomentar procesos ambientalmente amigables. Tomando en consideración que el tratado de Kyoto estimula la reducción de las emisiones de gases del efecto invernadero. Por lo que, el diseño de materiales que reduzcan su emisión es de crucial importancia en estos días.

El presente estudio trata de optimizar una mezcla alcalina con escorias de alto horno para activarlo con el objetivo de obtener las mejores propiedades mecánicas y minimizar la eflorescencia. Este tipo de materiales se llaman geopolímeros. De esta manera, el estudio de la obtención de geopolímeros a través de la polimerización inorgánica de escoria de alto horno, producirá el conocimiento necesario para evaluar si la escoria de alto horno activada es capaz de ser utilizada como material de construcción.

Por lo que este estudio servirá como base a futuros proyectos de investigación que utilizarán activadores alcalinos para la formación de geopolímeros activados con el hidróxido de sodio, hidróxido de calcio y silicato de sodio. En este sentido, este proyecto realizó la caracterización de los geopolímeros y la optimización de los activadores para este material base. Como factores que hemos considerado en esta investigación son: la temperatura de curado, el tiempo de molienda y el tiempo de curado. Estos factores nos permitirán estimar su efecto sobre las propiedades mecánicas y la reacción que se produce durante la formación de los geopolímeros.

1.2. Planteamiento del Problema

El material base que se utilizará en este proyecto de investigación será la escoria de alto horno. En nuestro país, esta escoria no es aprovechada en ningún proceso industrial, ya que es un residuo de un proceso metalúrgico que generalmente termina siendo enterrado en el subsuelo en grandes cantidades, lo cual es muy perjudicial para el ambiente. De manera que, mediante este proyecto de investigación se busca contrarrestar la contaminación ambiental mediante el uso de esa escoria en la formación de geopolímeros activados alcalinamente, lo cual beneficiaría en muchos ámbitos al país, ya que aportamos con cambio a la matriz productiva que hoy en día es uno de los principales objetivos del gobierno.

En resumen, este estudio sobre los geopolímeros busca aprovechar la escoria de alto horno para un posible proyecto urbanístico, y al mismo tiempo disminuir la emisión de gases de efecto invernadero y reducir la contaminación del subsuelo de nuestro país como los principales problemas planteados.

Hipótesis y Operacionalización de la hipótesis.

La síntesis de los geopolímeros formados a partir de escoria de alto horno alcanzará valores de compresión de 15 Mpa y una presencia mínima de eflorescencia, lo que permitirá utilizarlos como material de construcción.

En la tabla 1.1 observamos el análisis de la operacionalización de la hipótesis.

TABLA 1.1
OPERACIONALIZACIÓN DE LA HIPÓTESIS.

Hipótesis	Variables	Factores
La síntesis de los geopolímeros formados a partir de escoria de alto horno alcanzará valores de resistencia a la compresión de 15 Mpa y una presencia mínima de eflorescencia, lo que permitirá utilizarlos como material de construcción.	Compresión Mecánica Eflorescencia	<ul style="list-style-type: none"> - Composición mineralógica de la escoria de alto horno. - Molaridad del Hidróxido de Sodio (ml) - Relación (w/v) escoria-activador alcalino. - Relación (w/w) silicato de sodio-hidróxido de sodio - Relación (w/v) escoria-hidróxido de calcio. - Temperatura de curado (°C) - Tiempo de molienda (° C)

1.3. Objetivos

1.3.1 Objetivos Generales

Optimizar las condiciones de activación de las escorias de alto horno para obtener las mejores propiedades mecánicas y minimizar la eflorescencia mediante el diseño estadístico de experimentos y análisis multivariado.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Diseñar un experimento para minimizar la eflorescencia en los morteros.
- Determinar la resistencia a la compresión de los geopolímero a los 7, 14 y 28 días de curado a 60°C
- Estimar los tiempos de curado y molienda óptimos para maximizar la resistencia a la compresión alta y minimizar la presencia de eflorescencia.

1.4. Metodología Utilizada

La metodología utilizada en la elaboración del proyecto de tesis se detalla en la Figura. 1.1.

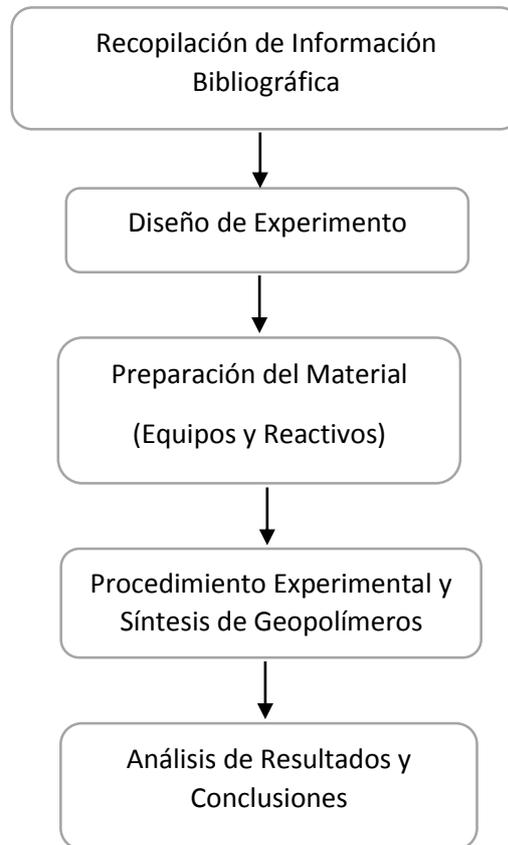


FIGURA 1. 1 METODOLOGÍA DE LA TESIS

La recopilación de información bibliográfica se basó en la búsqueda de información acerca de todo tipo de estudios relacionados con este tema. De manera que, básicamente es la descripción de los fundamentos teóricos existentes del activador y la escoria de alto horno, los mismos que son muy relevantes en el diseño de experimento, ya que nos sirve para determinar los factores importantes que influyen en polimerización inorgánica y con el cual se busca obtener una superficie de respuesta que optimice la combinación de las diferentes variables para alcanzar el

objetivo planteado. De esta manera, podemos conocer a ciencia cierta los factores influyentes de nuestro experimento, lo que nos permite a la vez conocer los equipos y reactivos necesarios para la preparación del material, ya que es en esta etapa donde se preparan todos los elementos y se pone a punto los equipos que vamos a utilizar en la investigación tales como: los diferentes tipos de molinos, el tamizador con sus respectivos tamices, la preparación y obtención de los activadores alcalinos, etc. y todos los equipos que vamos a utilizar para el análisis de nuestra investigación. Conjuntamente con la preparación del material nos anexamos a la síntesis de los geopolímeros y al procedimiento experimental, que son todos los procesos que se realizan a la materia prima (escoria de alto horno) desde que llega al laboratorio hasta que se hacen los morteros (cubos) y los ensayos necesarios para el análisis de los geopolímeros. Cada uno de estos sectores y procesos se detallará en el capítulo 4. Una vez realizados estos ensayos en el laboratorio "LEMAT" y obtenidos los resultados de cada espécimen, hicimos el análisis de resultados de cada ensayo y se utilizó para esto, el software estadístico libre modelo ANOVA para determinar el efecto que producen las variables dependientes e independientes y la interacción entre las mismas.

1.5. Equipos, Materiales e Insumos

En el proceso de reducción de tamaño del grano se utilizaron algunas máquinas que se detallarán a continuación:

Equipos de trituración y molienda:

Trituradora de Mandíbulas.- El equipo que se utilizó para triturar los pedazos de escoria y dejarlos como rocas pequeñas con un máximo de tamaño de 9mm aproximadamente era marca Denver, modelo 201659 de 2 Hp. Las especificaciones del equipo se mostrarán en el capítulo 4.

Trituradora de rodillos.- El equipo que se utilizó para triturar y dejar a los pedazos de escoria con un tamaño máximo de grano de 2,5mm aproximadamente era marca Denver, modelo 201659 de 5 Hp. Las especificaciones del equipo se mostrarán en el capítulo 4.

Molino de Bolas.- El equipo que se utilizó para moler el grano de escoria de 2,5 mm y dejarlo al tamaño menor a $425 \mu m$ era marca Denver serial 05-192568-005 de 0.25 Hp. Las especificaciones del equipo se mostrarán en el capítulo 4.

Tamizador.- El equipo que se utilizó para separar el grano de tamaño menor a $425 \mu m$ y el grano de mayor dimensión que volverá a ser molido en el molino de bolas era marca Ro-Tap, modelo B de 0.25 Hp con un tamiz N° 36. Las especificaciones del equipo se mostrarán en el capítulo 4.

Soluciones y reactivos para la preparación de morteros:

Silicato de Sodio (Na_2SiO_3).- Esta solución se utilizó como uno de los activadores alcalinos de la escoria de alto horno.

Hidróxido de Sodio (NaOH).- Esta solución 10 M NaOH que se utilizó es un activador para la formación del geopolímero a base de escoria.

Hidróxido de calcio ($Ca(OH)_2$).- Este reactivo es otro activador que se utilizó en la formación del geopolímero.

Agua Destilada.- Esta solución se usó para la formación del hidróxido de sodio 10 molar.

Materiales y equipos para la formación de morteros de geopolímeros:

Moldes par morteros.- Para la formación de los geopolímeros usamos moldes de acuerdo a la norma ASTM C 109/C 109M, los mismos que eran de bronce y que tenían una dureza que estaba en el rango entre 55 y 60 HRB. Las especificaciones del molde se encontrarán en el capítulo 4.

Espátula.- Este instrumento se utilizó para ayudar a mezclar a la escoria con los alcalinos, para pesar el hidróxido de calcio y la escoria de alto horno, y para ayudar a colocar la mezcla en los moldes.

Mezcladora.- Con esta mezcladora marca IKA modelo RW 20 se realizaron las mezclas de los alcalinos con la escoria de alto horno para formar los geopolímeros mediante los moldes de bronce. Las especificaciones se detallarán en el capítulo 4.

Vidrio reloj.- Este instrumento sirvió para pesar la escoria y el hidróxido de calcio para la mezcla de cada molde. Además fue de gran ayuda para el pesaje de las muestras necesarias en los geopolímeros y realizar los distintos ensayos como: FTIR, XRD, SEM-DSC.

Vasos de precipitación.- Estos recipientes fueron utilizados para hacer las soluciones alcalinas en sus debidas proporciones. Durante todo el proceso se usó vasos de vidrio de 200 ml, 400 ml y de 500 ml.

Probetas.- Estos instrumentos de medición los usamos para medir cada solución de los activadores líquidos. Estas probetas graduadas de vidrio también fueron escogidas de acuerdo a lo estipulado en la norma ASTM C 109/C 109M.

Balanza.- Para el pesaje de las muestras utilizadas se usó dos balanzas diferentes, las mismas que fueron evaluadas de acuerdo a lo estipulado en la norma ASTM C 1005, la cual se la nombra en la norma ASTM C 109/C 109M. En el capítulo 4 conoceremos los datos más relevantes de las balanzas que se utilizó durante el proceso de preparación de los morteros y en su caracterización mediante los respectivos ensayos empleados.

Estufa electrónica.- Esta estufa fue utilizada para el curado del geopolímero una vez hecha la mezcla y vertido en el molde, de manera que cada molde debía estar en la estufa a 60°C el tiempo correspondiente al diseño de experimento escogido. La marca de la

estufa era Memmert, su fabricación de acero inoxidable y con un volumen de 108 l. Las especificaciones de la estufa se detallarán en el capítulo 4.

Desecador.- Es un recipiente de vidrio, el cual lo usamos para preservar las muestras sin humedad mediante el uso de un desecante de sílica en estado sólido que se encuentra dentro del recipiente.

Morteros.- Son recipientes de porcelana en los cuales se muelen las muestras de los polímeros para luego ser tamizados y utilizados en los diferentes ensayos requeridos.

Envases de plásticos de 20 ml.- Estos recipientes fueron utilizados para colocar la muestra de cada cubo y ponerlo en el desecador para deshumidificar las muestras y evitar que se contaminen con otras sustancias. También fueron usados para colocar las muestras después de la ruptura de cada cubo.

Fundas o Bolsas.- Se utilizaron fundas Ziploc con cierre hermético para el almacenamiento de los cubos de 2 in de muestras. Durante todo el proceso se usaron fundas de 16.5 cm X 14.9 cm y de 17.7 cm X 19.5 cm.

Equipos e insumos para el análisis y caracterización de los geopolímeros:

Máquina de Ensayo Universal.- Este equipo se utilizó para realizar el ensayo de compresión a los cubos de geopolímeros a base de escoria, ya que mediante este ensayo se pudo obtener la curva de esfuerzo vs deformación y carga aplicada vs deformación, las cuales nos sirvieron para obtener la carga máxima que pueden soportar cada cubo. La marca del equipo utilizado era Shimadzu, modelo UH-X de 600 KN.

FTIR (Espectroscopía de infrarrojos por Transformada de Fourier).-

Fue utilizado para identificar los diferentes compuestos que se encuentran en el geopolímero formado a base de escoria de alto horno, mediante la identificación de los picos que se reflejan en el espectrograma que se obtiene a partir de la energía absorbida a cada longitud de onda dentro del rango específico. El equipo utilizado era marca PerkinElmer, serie Spectrum 100 que trabaja en un rango de longitudes de ondas de $220 - 7800 \text{ cm}^{-1}$. Sus características se encuentran detalladas en el capítulo 4.

XRD (Difractómetro de rayos X).- Mediante este equipo se pudo realizar otro ensayo de las muestras de los geopolímeros a base de escoria de

alto horno para determinar las estructuras y fases cristalinas que se encuentran presentes en la muestra, y la cantidad de contenido amorfo. También se puede cuantificar el porcentaje de cada compuesto mediante un análisis cuantitativo. El equipo usado era marca Panalytical, modelo X'Pert Pro. Las especificaciones del equipo se detallarán más en el capítulo 4.

SEM - EDS (Microscopía Electrónica de Barrido).- Se lo usó para realizar ensayos a 3 muestras escogidas para conocer las estructuras cristalinas de cada una. Mediante este equipo se logró observar las estructuras cristalinas de las distintas fases minerales que se encuentran en los especímenes activados alcalinamente con la ayuda del software del equipo, el cuál era marca FEI modelo Inspect.

Balanza determinadora de densidades.- Fue utilizada para determinar las densidades de cada muestra de geopolímeros mediante un kit que viene en el equipo, el cual era marca Mettler Toledo modelo XP 205. La carga máxima que se puede pesar es de 220 g con una precisión de 0.1 mg.

Analizador de Tamaño de Partícula.- Este equipo se utilizó para obtener el tamaño de partícula seis muestras. El equipo usado era marca Malvern y modelo Masterizer.

CAPITULO 2

2. Marco Teórico

2.1. Geopolimerización de Escorias

Geopolimerización es una geo-síntesis (reacción que integra químicamente los minerales) que implica, que se produzcan naturalmente sílice-aluminatos. Cualquier compuesto puzolánico o fuente de sílice y alúmina, que es fácilmente disuelta en la solución alcalina, actúa como una fuente de geopolímero y por lo tanto se presta a geopolimerización. El componente alcalino como un activador es un compuesto del elemento del primer grupo en la tabla periódica, por lo que este tipo de material también se llama como aglutinantes de aluminosilicatos activados alcalinamente o material cementoso activado alcalinamente [1].

Los átomos de silicio y el aluminio reaccionan para formar moléculas que son química y estructuralmente comparables a aquellos que constituyen las rocas naturales. El material polimérico inorgánico puede ser considerado como un equivalente amorfo de feldespatos geológicos, pero sintetizados de una manera similar a polímeros orgánicos termoestables. Por esta razón, estos materiales se denominan como geopolímeros.

Esto ofrece una opción alterna y atractiva para aplicaciones industriales simples donde el gran volumen de material de desecho que necesita ser estabilizado. En función de la composición química inicial del material, los cementos alcalinos están clasificados dentro de dos grupos:

- a) Aglutinantes sintetizados a partir de materiales ricos en calcio como las escorias de alto horno que producen un gel de silicato de calcio hidratado cuando es activado alcalinamente.
- b) Materiales sintetizados con materia primas bajas en calcio y ricas en SiO_2 y Al_2O_3 como el metacaolín. Estos materiales cuando son activados alcalinamente, forman un material amorfo (aluminosilicato alcalino) que posee altas resistencias mecánicas

a edades tempranas y después de un curado térmico a bajas temperaturas.

Estos materiales difieren sustancialmente del cemento Portland ordinario, ya que emplean una ruta totalmente diferente de reacción para alcanzar la integridad estructural [1].

El proceso de fabricación industrial de cementos basados en la activación alcalina de escorias de alto horno comenzó en Ucrania entre 1960 y 1964. El uso de este tipo de cementos ha resuelto un importante problema económico: el uso de un subproducto industrial.

El uso de este tipo de cementos presenta ventaja económica debido a los bajos costos de energía para su producción, significativamente más baja si lo comparamos con los costos de energía en la producción del cemento Portland, pero presenta desventaja desde el punto de vista tecnológico para su manufactura.

2.1.1. Composición y microestructura de escorias

Las escorias siderúrgicas de alto horno son el resultado de la combinación de la ganga acida arcillosa del material de hierro y de las cenizas de azufre del coque (igual de carácter ácido), con la cal y la magnesia de las calizas más o menos dolomíticas utilizadas como fundentes.

La combinación de los ácidos básicos (SiO_2 y Al_2O_3) y óxidos básicos (CaO y MgO), y la formación de los constituyentes de la escoria tiene lugar por fusión a alta temperatura (cercana a 1600°C), y enfriamiento del magma del fluido desde 1400°C hasta la temperatura ambiental [2].

Estos subproductos industriales (escorias) están constituidos, por fases vítreas como cristalinas. Las escorias con altos contenidos en material vítreo son de naturaleza más ácida. Existen diferentes procesos de granulación o peletización que tiene como objetivo conseguir una escoria con una elevada proporción de fase vítrea. Una escoria granulada tiene como contenido materia vítrea entre 85-95% en peso [2].

La composición química de las escorias de alto horno varía entre los siguientes límites:

SiO ₂	= 27-40 %.
Al ₂ O ₃	= 5-33 %.
CaO	= 30-50 %.
MgO	= 1-21 %.
Fe ₂ O ₃	= < 1 %.
S	= < 3 %.
Cr ₂ O ₃	= 0,003-0,007 %.
Cl	= 0,19-0,26 %.
TiO ₂	= < 3 %.
F	= 0,09-0,23 %.
MnO ₂	= < 2 %.
P ₂ O ₅	= 0,02-0,09 %.
Na ₂ O + K ₂ O	= 1-3 %.

FIGURA 2.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE ESCORIAS

Fuente. F. Puertas (1993)

La composición química de las escorias varía dependiendo del proceso siderúrgico aplicado y del tipo de acero fundido. Sin embargo para un mismo acero la composición química de las escorias es muy similar.

La posición de las escorias de alto horno en el sistema ternario CaO-SiO₂-Al₂O₃ esta presentada en la figura 2.2, en donde se pueden distinguir los procesos ricos en cal, como los cementos portland y

aluminosos, las escorias de alto horno, las cenizas volantes, las puzolanas, los basaltos y el humo de sílice [2].

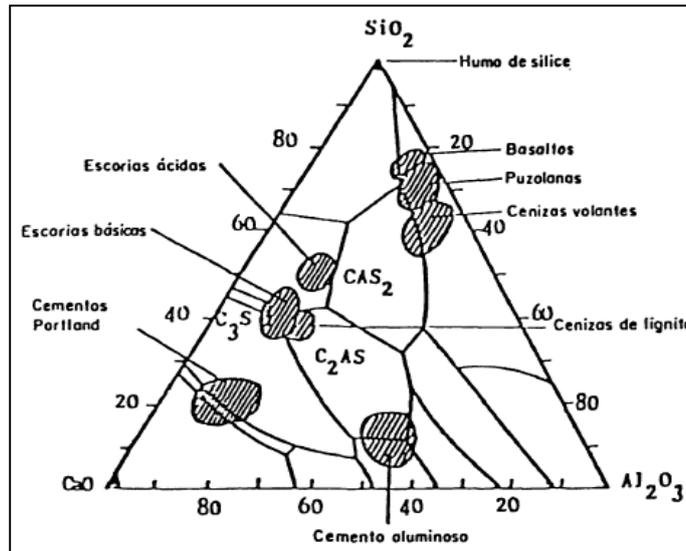


FIGURA 2.2 POSICIÓN DE LAS ESCORIAS EN EL SISTEMA
TERNARIO CaO-SiO₂-Al₂O₃

Fuente. F. Puertas (1993)

El mineral más significativo de las escorias cristalizadas es la melilita (disolución de gelinita, C₂AS y akermanita C₂MS₂). En la tabla 2.1 se resumen los minerales más importantes presentes en las escorias de alto horno.

TABLA 2.1

PRINCIPALES MINERALES PRESENTES DENTRO DE LAS

ESCORIAS DE ALTO HORNO.

Minerales principales		Minerales minoritarios		Minerales minoritario raramente observados	
Solución sólida	$2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (gelenita)	Silicato bicálcico** (α, α', β)	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	Anortita**	$\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$
Mellilita	$2\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$ (akermanita)	Monticellita*	$\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$	Forsterita	$2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$
Mervinita*	$3\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$	Rankinita	$3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$	Enstatita**	$\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$
Diopsido**	$\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$	Pseudo-wollastonita	$\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	Perowskita	$\text{CaO} \cdot \text{TiO}_2$
Otros pyroxenos		Oldhamita	CaS	Spinela	$\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$

* Sólo observado en las escorias básicas.

** Sólo observado en las escorias ácidas.

Fuente: F. Puertas (1993)

Los estudios de Minato [4] mediante microscopía óptica y electrónica acerca del proceso de crecimiento, la estructura y composición química de los cristales de mellilita en el seno de un fundido de escoria, concluyó que la mellilita cristalizada en forma dendrítica, dando lugar a unos cristales de composición química heterogénea desde el interior a los bordes. Las zonas centrales de los cristales son más ricas en gelenita, mientras que las áreas intermedias y externas tienen composiciones más próximas de la akermanita [2].

2.1.2. Evolución de la polimerización de cementos activados alcalinamente

En 1950 Glukhovsky [10] propuso un mecanismo general para la activación alcalina de materiales compuestos principalmente de sílice y alúmina reactiva. El modelo de Glukhovsky divide el proceso en tres etapas: 1) destrucción-coagulación; 2) coagulación-condensación; 3) condensación-cristalización.

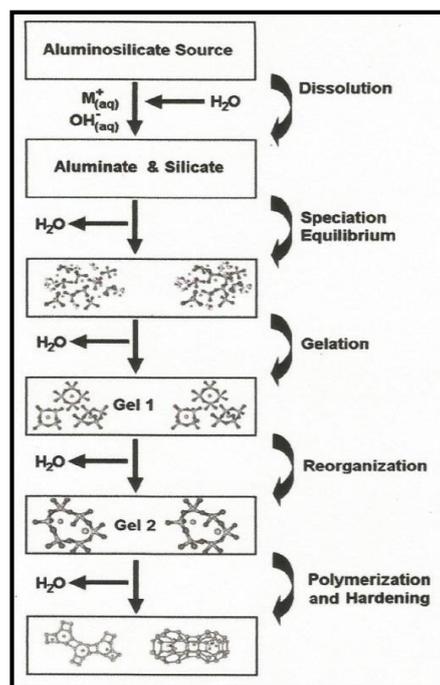


FIGURA 2.3 MUESTRA EL MODELO CONCEPTUAL PARA LA GEOPOLIMERIZACIÓN POR GLUKHOVSKY

Fuente. P. Duxon, A. Fernández-Jiménez, J. L. Provis, G. C. Lukey, A.

Palomo, J. S. J. van Deventer (2006)

En la figura 2.4 se muestra simplificado el mecanismo para geopolimerización. Dicho mecanismo mostrado delinea los procesos claves que suceden en la transformación de una fuente de aluminosilicato sólido en un aluminosilicato alcalino sintetizado.

La geopolimerización está basada en la química de la activación alcalina de aglutinantes orgánicos, los cuales fueron descubiertos por accidente por Purdon [11], él estudiaba el efecto del hidróxido de sodio sobre una variedad de minerales que contenían silicio y/o aluminio y resumiendo esto en dos pasos: a) liberación de silicio, aluminio y cal y b) formación de silicatos de calcio hidratados, aluminatos así como regeneración de solución caustica. P. Duxon et al, propusieron que el mecanismo de endurecimiento del aglutínate de aluminosilicato activado alcalinamente se debe a la disolución de Si o Al en presencia del hidróxido de sodio, y a la precipitación del silicato de calcio o aluminio hidratado con la generación de hidróxido de sodio [11].

Glukhovsky también identificó el silicato de calcio hidratado el calcio y el aluminosilicato hidratado como producto de la solidificación en la activación alcalina de escorias aglutinantes, concluyendo que la cal

mineral reacciona durante el tratamiento alcalino en donde forma aluminosilicato hidratado.

Finalmente, Davidovits [12] desarrollo un tipo de material de polímero mineral con cadena polysialate reticulado 3D, que resultó de la hidroxilación y poli-condensación reacción de minerales naturales como arcilla, escoria, cenizas volantes y puzolana en la activación alcalina por debajo de los 160°C. Este polímero inorgánico fue llamado inicialmente polysialate in 1976 y después lo nombraron como Geopolímero [1].

Davidovits ha sugerido limites en la síntesis para formar productos fuertes, composiciones satisfactorias se encuentran en el rango M_2O/SiO_2 entre: 0.2 a 0.48; SiO_2/Al_2O_3 entre: 3.3 a 4.5; H_2O/M_2O entre: 10-25; y M_2O/Al_2O_3 entre: 0.8-1.6 [1].

Los geopolímeros consisten en aluminio y sílice tetraédricamente interconectados alternativamente mediante el intercambio de todos los átomos de oxígeno. Una estructura polimería formada de Al-O-Si constituye los principales bloques de construcción de la estructura geopolimérica [1].

nuevas fases, definir el grado en el cual los materiales comienzan a reaccionar y evaluar el nivel de amorfisidad que posee el producto final [13].

SEM - EDS

La microscopía electrónica de barrido (SEM), consiste en un haz de electrones que se incide sobre la superficie de una muestra, cuando los electrones chocan con la muestra se generan una serie de señales, y esa la detección de estas señales la que produce una imagen o una composición básica de la muestra [13].

La técnica de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (ED) proporciona el análisis cuantitativo sobre la composición elemental con una profundidad de muestro de 1 a 2 micras, esto se debe a que los rayos x emitidos poseen características del elemento básico.

FTIR

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) esta técnica es empleada para conseguir un espectro infrarrojo de absorción, emisión fotoconductividad o dispersión de Raman de una muestra. Este

método es considerado apropiado para estudiar la evolución estructural de aluminosilicatos amorfos que presentan una alta heterogeneidad [13].

2.1.3. Propiedades Ingenieriles de los Geopolímeros

Los geopolímeros hablando en términos generales poseen características similares, pero sus propiedades como la resistencia a la compresión mecánica, estabilidad térmica, eflorescencia y otras de sus propiedades son distintas, dependen de muchos factores como son la cantidad de los activadores alcalinos, el tipo de activadores, la naturaleza y otros factores de la materia prima empleada para la síntesis.

Wallah [14] realizó pruebas en diferentes tiempos sobre la fluencia y contracción por secado para evaluar el desempeño y durabilidad del concreto geopolimérico a largo plazo. Los resultados arrojaron que el concreto geopolimérico presenta baja fluencia y muy poca contracción por secado. Hardjito [17] estudió el esfuerzo y la tensión detrás de los geopolímeros basado en cenizas volantes y los comparó con el cemento Portland, los resultados demostraron que el módulo de Young, el coeficiente de Poisson, resistencia a la tracción de estos geopolímeros

eran de las mismas características que los concretos basados en cemento portland [1].

Los morteros de geopolímeros basados en metacaolín permanecen estables y muestran una despreciable deterioración en la microestructura y en la resistencia luego de estar en contacto con agua de mar, solución de sulfato de sodio y de ácido sulfúrico [1].

Los cementos y hormigones basados en escorias activadas alcalinamente presentan una alta resistencia al frío, esto se debe a que las temperaturas de congelación de las disoluciones acuosas de metales alcalinos están por debajo de 0°C (del orden de -15°C a -20°C). Estudios realizados han comprobado que estos hormigones son capaces de superar los 1000 ciclos al hielo-deshielo, lo cual hace que estos hormigones sean idóneos para climas fríos. También son resistentes a las altas temperaturas, estos cementos de escorias son capaces de resistir y sin perder sus características estructurales, sin problemas temperaturas de hasta 700°C , por otro lado el cemento portland pierde esas características por debajo de los 500°C . Lo que hace que estos cementos puedan ser empleados como materiales refractarios [3].

Los geopolímeros muestran una alta estabilidad microbiana. Estudios realizados demuestran que las superficies de los geopolímeros permanecen sin afectar después de estar expuestas 4 semanas en una solución con alta concentración microbiana [1].

Los cementos basados en escorias de alto horno se caracterizan por bajos calores de hidratación. Esto se debe a la menor energía de hidratación de los metales alcalinos (K- 3.43×10^8 , Na- 4.14×10^8 J/Kg-ión) frente a la de los metales alcalinotérreos (Ca- 15.11×10^8 J/kg-ión).

El calor de hidratación de los cementos activados alcalinamente es 1/3-1/2 menor que el desarrollado por los cementos portland. Esos bajos calores de hidratación permiten el empleo de esos cementos para la fabricación de grandes obras que necesiten gran cantidad de material [3].

Los concretos de geopolímeros basados en la activación alcalina de puzolanas generalmente muestran resistencias más bajas que las mezclas de cemento portland a cortos tiempos de curado, pero estos mismos cementos de geopolímeros muestran resistencias mayores que el cemento portland después de largos periodos de curado [15].

2.2. Escoria de Alto horno

2.2.1. Características Generales de las escorias

Las escorias de alto horno son un subproducto que obtiene de la fundición de aceros, formado principalmente de silicatos y otras bases.

Como su nombre lo indica su origen radica en altos hornos los cuales son la instalación básica para la obtención de arrabio, que es la materia prima para la fabricación del acero.

El alto horno es un horno de cuba en el que se introduce gas reductor a presión generalmente CO por la parte inferior, luego ingresa una carga de material conformado de minerales de hierro, coque y fundentes por la parte superior, separándose dos productos: el hierro y las impurezas con los fundentes, que van cambiando en su composición hasta llegar a la parte baja del horno, formándose los dos materiales finales: arrabio y escoria. Estos productos fluyen juntos en estado líquido, a través de un orificio situado en la parte inferior del horno llamando piquera, a una balsa, produciéndose la separación del arrabio y la escoria por diferencia de densidad. La escoria que sale por la piquera a una temperatura cercana a 1500°C, puede ser sometida a distintas técnicas de

enfriamiento, obteniéndose materiales con características diferenciadas: escoria cristalizada, escoria vitrificada (granulada o peletizada) y escoria dilatada [16].

Escoria Cristalizada

Esta es obtenida por enfriamiento lento de la escoria líquida en grandes fosos. La materia cristalizada forma distintos componentes quedando únicamente una pequeña parte de ella en estado vítreo [16].

Escoria Granulada

Se obtiene por medio de un enfriamiento brusco de la escoria líquida, dejándole caer un potente chorro de agua fría, de tal forma que expanda y sirviendo el propio chorro como transporte a las balsas de decantación. Este proceso denomina granulación, porque la escoria se descompone en pequeñas partículas alveolares con aristas cortantes. La granulación vitrifica la escoria, convirtiéndola en un sólido cuyos átomos no han tenido tiempo de orientarse al estado cristalino por la rapidez del enfriamiento [16].

Escoria Peletizada

Se obtiene dejando caer la escoria fundida sobre un tambor giratorio, regado con agua, que lanza la escoria al aire, formando una pila al caer al suelo. Mediante ajustes de los equipos de peletización (velocidad del tambor, relación agua/escoria, etc.) es posible controlar las proporciones producidas de los tamaños de partículas, así como su grado de vitrificación [16].

Escoria Expandida

Es obtenida añadiendo a la escoria fundida una pequeña cantidad de agua. El vapor que se forma por el contacto con la escoria, produce una espuma plástica que, una vez enfriada y luego de un proceso de machaqueo, proporciona un árido ligero [16].

2.2.2. Aplicaciones Industriales

Dadas las características presentes en los cementos y hormigones de escorias activadas alcalinamente, pueden ser empleadas en las mismas aplicaciones que los hormigones de cemento Portland.

Entre sus principales aplicaciones se encuentran: cementos para pozos petrolíferos, para la canalización de agua, para el recubrimiento de túneles para Metro y líneas ferroviarias, para bloques prefabricados, para bases de carretera, obras portuarias, para inmovilizar residuos industriales, entre otras aplicaciones de construcción.

Una de las aplicaciones posibles y de gran interés del sector medioambiental, es la utilización de estos morteros y hormigones de escorias activadas alcalinamente como medio de inmovilizar residuos tóxicos y peligrosos [3].

2.3. Factores a Optimizar. Estado del Arte

2.3.1. Resistencia a la compresión de los geopolímeros

En morteros de escorias de alto horno activadas alcalinamente se pueden alcanzar resistencias de 40-120 Mpa [5]. En hormigones estos valores pueden llegar a ser de 60-150 Mpa, tanto con áridos calizos como silíceos. Se pueden alcanzar resistencias de hasta 30-35 Mpa a un sólo día, 40-55 Mpa, a los dos días y de 65.75 MPa a los tres días de hidratación. Estas resistencias a edades tempranas son bastantes superiores a las que son alcanzadas por el cemento portland de altas resistencias.

En el transcurso del tiempo ocurre un incremento de la resistencia. En un tiempo de 10 años de servicio, las resistencias pueden llegar a ser entre un 100-200% mayores a las que se desarrollan a los 28 días de curado [5].

Los hormigones de escorias activadas alcalinamente poseen resistencias mecánicas con una mayor desviación que los hormigones del cemento portland. Esto se debe a que el desarrollo de resistencias de esos hormigones depende de la naturaleza de la escoria como el de activador [3].

Según los estudios de Wang et al [6] determinaron que los factores que influyen a las resistencias mecánicas de las escorias activadas alcalinamente son: el tipo de activador, el método de adición del activador, la cantidad de activador, la naturaleza y finura de la escoria, la temperatura de curado, las relaciones agua/escoria y los aditivos. Además los resultados de sus trabajos indican que el silicato de sodio es el mejor activador en todos los casos.

El grado de polimerización de los aniones silicato tiene una gran influencia sobre las resistencias mecánicas del material. Las escorias

activadas con Na_2SiO_3 desarrollan mayores valores de resistencia mecánica que las escorias activadas con NaOH [3].

Con relación al método de adicionar el activador alcalino a la mezcla, la mejor forma es la disolución. La proporción óptima de Na_2O debe de encontrarse entre 3,0-5,5% en peso de escoria. El rango de superficie específica óptima de la escoria debe oscilar entre 4000-5500 cm^2/g (ver figura 2.5). La relación de disolución (volumen)/escoria (peso) debe de encontrarse entre 0,38-0,45 [3].

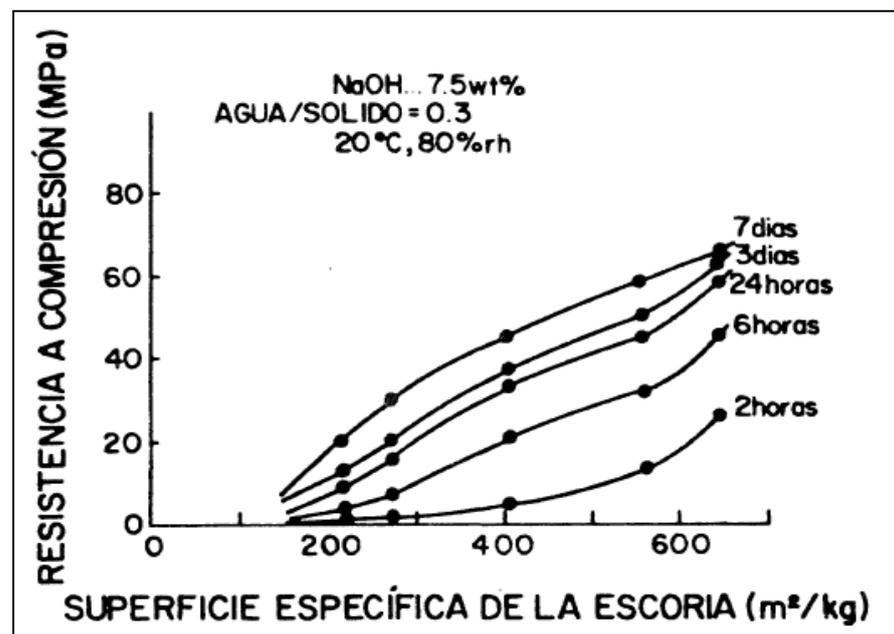


FIGURA 2.5 INFLUENCIA DE LA SUPERFICIE ESPECÍFICA DE LA ESCORIA SOBRE LA RESISTENCIA MECÁNICA.

Fuente: ISOZAKI, K.; IWAMOTO, S. y NAKAGAWA, K. (1986)

La figura 2.6, muestra el efecto de la proporción de NaOH sobre el desarrollo de resistencia mecánicas en probetas de cemento [7]. En ese estudio comprobaron que el contenido óptimo de NaOH para alcanzar las máximas resistencias oscila entre 7,5 y 10,0% en peso.

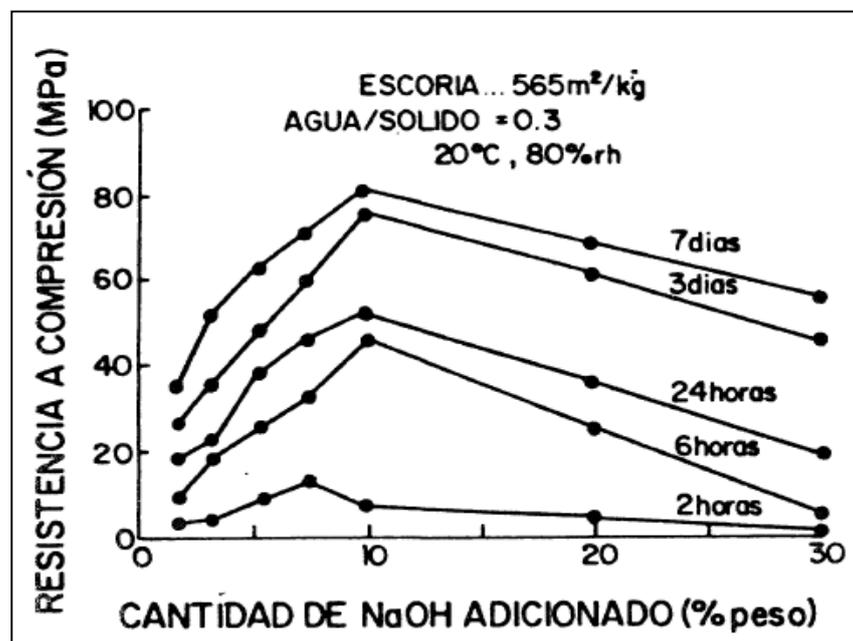


FIGURA 2.6 INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE NAOH ADICIONADO EN EL DESARROLLO DE RESISTENCIAS MECÁNICAS.

Fuente: K.; IWAMOTO, S. y NAKAGAWA, K. (1986)

Respecto a la temperatura de curado se encuentra que al aumentarla se incrementan las resistencias mecánicas de los cementos de las escorias

activadas alcalinamente. Debido a la temperatura, en la activación alcalina se forman productos de hidratación cristalinos, mientras que a temperatura ambiente esos productos son mayoritariamente de naturaleza amorfa.

Basándonos en los estudios de Wang et al [8] la consecuencia positiva del incremento de la resistencia al aumentar la temperatura de curado se manifiesta más marcadamente en las escorias ácidas o neutras, y sobre activadores de baja ó media alcalinidad. Shi et al [9] encontraron que al activar alcalinamente escorias de alto horno y fosforosas a 150°C, se obtienen pastas de elevadas resistencias con unos poros de radio comprendido entre 10 y 100 Å; en iguales condiciones las pastas del cemento portland tienen poros de radio muy superior a 100 Å.

Además por otros resultados obtenidos [10] sabemos que el orden de importancia de los factores que influyen en la resistencia mecánica de las escorias activadas alcalinamente es: la naturaleza del activador alcalino >>>concentración del activador > temperatura de curado \approx la superficie específica de la escoria [15].

2.3.2. Eflorescencias

El termino eflorescencia hace referencia a los casos de cristalización de sales solubles, pero tiene más relevancia al hablar de los depósitos de sales cristalinas que se forman sobre las superficie de ciertos materiales como los cementos y hormigones basados en geopolímeros.

La aparición de eflorescencias es un proceso complejo que lo influyen muchos factores físicos-químicos tales como [18]:

- Equilibrios químicos de las disoluciones de sales.
- Distribución heterogénea de las sales solubles en el interior del material.
- Estructura de la red capilar de porosidad.
- Grado de saturación acuosa de la red de poros.
- Configuración geométrica del conjunto y microestructura de la porosidad.
- Condiciones ambientales de humedad, temperatura, velocidad del aire, entre otros.

En los morteros y hormigones de escoria activada alcalinamente se ven afectados mayormente por las eflorescencias. Estas eflorescencias pueden ser de diferentes naturaleza y solubilidad, principalmente carbonatos y sulfatos alcalinos y alcalinotérreos.

El problema que conlleva la formación de eflorescencias, es la posible reducción en la impermeabilidad y durabilidad de los hormigones. La formación de esas eflorescencias depende, principalmente, del activador alcalino y de las condiciones de curado. Curados acelerados a humedades relativas superiores al 95%, pueden reducir estas eflorescencias [3].

CAPITULO 3

3. Diseño de Experimentos

3.1. Fundamentos matemáticos de las superficies de Respuestas

La superficie de respuesta es un método que está formado por un grupo de técnicas estadísticas y matemáticas que se emplean en el análisis y modelación de problemáticas en donde la respuesta que se desea es influenciada por varias variables, cuyo objetivo fundamental es la optimización de esta respuesta.

Suponiendo que todas las variables se escogen para ser medidas, se puede expresar la superficie de respuesta como:

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) + \epsilon \quad \text{(ec.3.1)}$$

Donde el error experimental de la superficie de respuesta se la representa simbólicamente mediante ϵ .

En el caso particular, en el que tenemos dos variables independientes, tal como el tiempo de molienda X_1 y la temperatura de curado X_2 , para este proceso la superficie de respuesta se expresa como:

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

La superficie de respuesta se la representa gráficamente según la figura 3.1, donde la respuesta esperada $E(y)$ es dibujada en base a los niveles de las variables independientes.

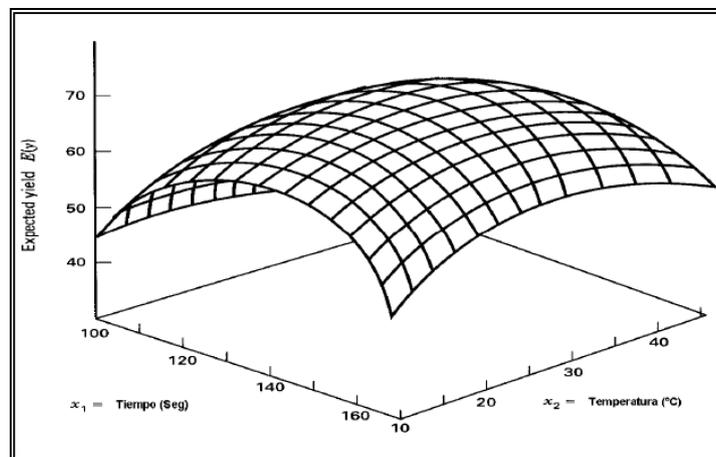


FIGURA 3.1 MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA EN TRES DIMENSIONES EN BASE DOS VARIABLES INDEPENDIENTES.

Fuente: Walter Correa Gonzales Tesis de Grado (2009)

En la mayoría de los problemas en la que se emplean superficies de respuesta, la manera en que se relacionan la respuesta esperada y las variables independientes frecuentemente no es muy clara e incluso desconocida. Por lo que el primer paso es encontrar la aproximación más acorde para la relación entre la función de respuesta y las variables independientes usadas. Esto determina el grado de utilización de los modelos matemáticos para la adecuada función de respuesta.

Si cuando la respuesta se la modela por una función lineal de las variables independientes seleccionadas, entonces la función de aproximación es un modelo de primer orden.

$$Y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \dots + \beta_kx_k + \epsilon \quad \text{(ec.3.3)}$$

Pero si se encuentra una curvatura en el sistema, un polinomio de grado mayor entonces deberá ser empleado para una mejor aproximación, como es el modelo de segundo grado.

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

La gran mayoría de los problemas que involucran el uso de superficies de respuesta emplean uno o ambos modelos. Hay pocas probabilidades

de que un modelo polinomial de una aproximación real de la verdadera función de respuesta, pero podemos emplear este modelo para regiones de la superficie relativamente pequeñas, en la que los resultados son bastante satisfactorios.

Los parámetros en los polinomios de la función de respuesta son estimados empleando el método de los mínimos cuadrados, entonces para analizar la superficie de respuesta se emplea la superficie mejorada, si la aproximación es apropiada para la función de respuesta verdadera siendo así el análisis será equivalente al análisis del sistema actual.

Para obtener un mejor estimado, los parámetros para el modelo se pueden encontrar empleando diseños experimental para obtener los datos. Estos 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 analizar y obtener mejoras en la superficie de respuesta se emplean diseños experimentales. Ciertas características para seleccionar el mejor diseño posible se enlistan a continuación:

- a) Realizar una distribución indicada de información (datos) en cada una de las partes de la región de análisis.
- b) Analizar suficientes modelos, incluyendo los menos precisos para ser investigados.
- c) Elaborar experimentos realizados en bloques.
- d) Permitir un estimado del cálculo interno del error.
- e) Realizar estimados preciso de los coeficientes del modelo analizado.
- f) Permitir un buen perfil para la predicción de la varianza a través de la región experimental.
- g) Permitir una razonable robustez contra los valores perdidos.
- h) No es necesario un alto número de corridas.
- i) No es necesario de varios niveles en las variables independientes.
- j) Permitir cálculos simples de los parámetros del modelo analizado.

Estas características son muchas veces conflictivas, por lo que resulta mejor y más práctico usar el sentido común en el proceso de selección del diseño de experimento.

3.2.1. Diseños para mejorar los modelos de primer orden

Solo los Diseños ortogonales de Primer Orden minimizan la varianza de los coeficientes de regresión $[\beta_i]$, lo que da como resultado que el producto cruz de la columna de la matriz X resulten cero.

Los diseños ortogonales incluyen 2^k factorial y fracciones de 2^k series. Empleando estos diseños se da un nivel alto y uno bajo para los k factores, estos son recopilados como nivel ± 1 . El diseño 2^k no permite un cálculo del error experimental sí que sean aplicadas varias corridas.

Un método habitual de incluir replicas en estos diseños es adicionar al diseño una observación en el centro (los puntos $x_i = 0$, $i = 1, 2, 3, \dots, k$). El aumento de puntos en el centro no interfiere en los coeficientes de regresión para $i \geq 1$, pero el estimado de β_0 será el promedio general de todas las demás observaciones. También la adición de puntos en el centro de cambia las propiedades de ortogonalidad.

3.2.2. Diseño para mejorar los modelos de segundo orden.

El diseño más común para optimizar los modelos de segundo orden es el Diseño de composición central (CCD). Por lo general el CCD consiste de un 2^k factorial con n_F corridas, $2k$ axial o corridas en forma de estrella y n_c corridas en el centro. La figura 3.2 muestra el CCD para $k=3$ factores.

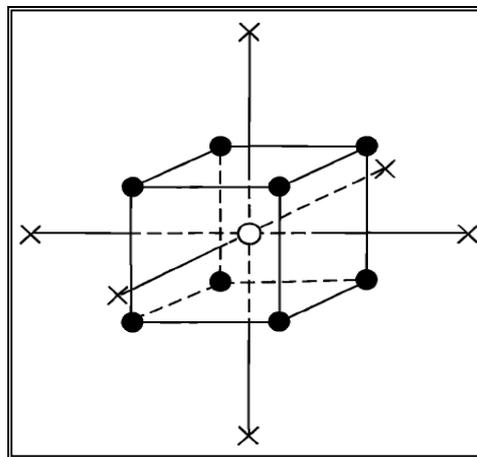


FIGURA 3.2 MUESTRA UN DISEÑO DE COMPOSICIÓN CENTRAL EN TRES DIMENSIONES $K=3$.

Fuente: Experiments "Planning, Analysis and Optimization" Second Edition Chapter 10.

Hay otros modelos como el diseño de cajón de Behnken, diseños equivalentes y combinaciones que son aplicados para optimizar los modelos de segundo orden.

Una importante consideración para garantizar un buen diseño de CCD, son dos parámetros que deben ser claramente especificados: como son la distancia α de las corridas axiales y el número de puntos centrales n_c en el diseño.

Puntos centrales: El diseño empleado debe asegurar una razonable y estable varianza de la respuesta esperada, por lo que generalmente se realizan 3 a 5 corridas en el centro para observar la repetitividad del diseño.

Rotabilidad: Para los modelos de segundo orden es importante obtener las mejores predicciones posibles en todas las partes de la región de análisis. Una forma de obtener un buen diseño es hacer que el modelo tenga una consistencia razonable y una varianza estable de la respuesta. Un CCD es rotatable dependiendo de la elección de α , donde este valor está relacionado con el número de puntos en la proporción factorial del diseño. En general $\alpha = (n_F)^{1/4}$ asegura un diseño de composición central rotatable, donde n_F es el número de puntos usados en la parte factorial del diseño.

3.3. Diseño de composición central bloqueado en forma de estrella

Para el diseño de composición central bloqueado en forma de estrella consiste en un 2^k factorial mas n_c puntos centrales, en donde k es el numero de factores del experimento, estos factores son agrupados en dos bloques, donde el primero de los bloques consiste en un porción factorial del diseño y el segundo de estos bloques consiste en puntos axiales de la otra porción. La figura 3.2 muestra un diseño de composición central bloqueado en forma de estrella.

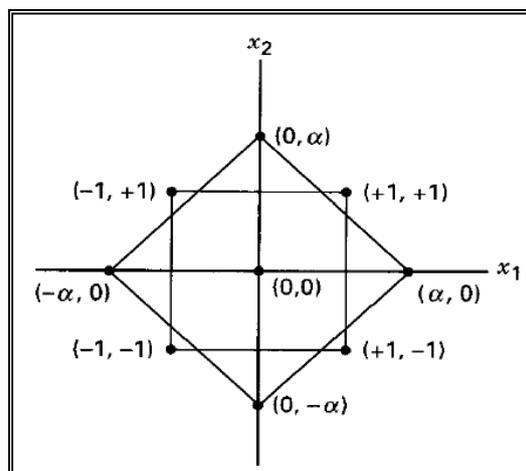


FIGURA 3.3 DISEÑO DE COMPOSICIÓN CENTRAL BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRELLA

Fuente: Walter Correa Gonzales Tesis de Grado (2009)

Cuando se realizan los diseños para superficie de respuesta con bloques hay que tener presente que sean ortogonales, para evitar que los parámetros calculados en la superficie de respuesta se vean afectados, lo que implica que 2 condiciones deben darse. Si en el experimento se encuentran presentes n_b observaciones en los bloques, estas condiciones deben ser cumplidas:

- 1) Cada bloque debe ser diseñado de primer orden, lo que implica que:

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

Donde x_{iu} y x_{ju} son los niveles de los i y j de las variables en las u corridas del experimento con $x_{ou} = 1$ 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 suceden en el bloque:

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

Donde N es el número de corridas en el diseño de experimento.

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

3.4.1. Diseño

Para la realización de esta tesis de grado elabora un modelo de superficie de respuesta de segundo orden, donde se diseña un experimento de composición central bloqueado en forma de estrella.

3.4.2. Factores

Las variables independientes para este experimento son:

- 1) El tiempo de curado definido como X_1 . La temperatura de curado será igual para todos los bloques del experimento (60°C).
- 2) El tamaño de partícula por el grado de molienda se encuentra en función del tiempo definida como X_2

Esto determina que el valor k del experimento será igual a 2.

Además para los bloques o variable categórica tenemos:

- 1) Relación agua-sólido (W/B) para la mezcla, podemos definir que para el primer bloque W-B igual 0,2 y para el segundo bloque W-B igual a 0,3.

Esto determina que se emplearan dos bloques para este diseño de experimento. Los factores o variables independientes que se analizan durante el experimento son los tratamientos térmicos y mecánicos que se le aplicaron a la escoria de alto horno.

3.4.3. Variables de respuesta

Las variables dependiente o de respuesta del ensayo son las propiedades estructurales de los morteros basados en la escoria de alto horno, para el caso particular de este trabajo la resistencia a la compresión y el grado de eflorescencia.

Siendo así se define a las variables dependientes como:

- 1) Resistencia a la compresión a los 7 días, expresada en Mpa, denominada como **fc7**.
- 2) Resistencia a la compresión a los 14 días, expresada en Mpa, denominada como **fc14**.
- 3) Resistencia a la compresión a los 28 días, expresada en Mpa, denominada como **fc28**.
- 4) Grado de eflorescencia a partir de los 28 días, denominada **Ef28**.
- 5) Grado de eflorescencia a partir de los 28 días, denominada **Ef55**.

3.4.4. Niveles a experimentar

El diseño de composición central bloqueado en forma de estrella es un $2k$ factorial $+n_c$ puntos centrales, con dos factores, dos bloques, por esta razón cada bloque tendrá 4 puntos. Donde el primer bloque estará representado por los niveles alto +1 y abajo -1, y para el segundo bloque por los extremos axiales $-\alpha$ y α , para el centro del diseño quedará en 0.

El valor numérico de los puntos axiales será calculado según la ecuación $\alpha = (n_F)^{1/4}$, donde n_F es el número de puntos empleados en la porción factorial de cada bloque del diseño el cual tiene un valor de 4.

Así que para $n_F = 4$ se obtendrá un $\alpha = 1,41421$. Con este valor se asegura que el diseño sea rotatable, además se agrega $n_c = 5$ para obtener un varianza estable y observar la repetitividad de la respuesta esperada.

TABLA 3.1
DISEÑO DE COMPOSICION CENTRAL BLOQUEADO EN FORMA DE
ESTRELLA (NIVELES CON VALORES CODIFICADOS)

Orden	Bloques	Variable X1	Variable X2
1	1	0	0
2	1	0	0
3	1	1	1
4	1	-1	1
5	1	-1	-1
6	1	0	0
7	1	0	0
8	1	0	0
9	1	1	-1
10	2	0	0
11	2	0	0
12	2	0	1,41421
13	2	- 1,41421	0
14	2	0	0
15	2	0	- 1,41421
16	2	0	0
17	2	1,41421	0
18	2	0	0

La próxima etapa es determinar la ortogonalidad de los bloques. Donde se emplean las ecuaciones 3.5 y 3.6 para tener un diseño acorde con lo necesario.

1. Para el primer bloque se tiene que cumplir la condición de acuerdo a la ecuación 3.5.

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

Esta condición puede ser mejor expresada de la siguiente manera:

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

Esto muestra que se cumple la condición para toda b para el primer bloque.

2. También se debe cumplir la condición de acuerdo a la ecuación 3.6:

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

Donde se tiene:

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

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

Por lo que queda comprobado.

1. Para el segundo bloque se tiene que cumplir la condición de acuerdo a la ecuación 3.5.

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

Esta condición puede ser mejor expresada de la siguiente manera:

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

Esto muestra que se cumple la condición para toda b para el segundo bloque.

2. También se debe cumplir la condición de acuerdo a la ecuación

3.6:

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

Donde se tiene:

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

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

Por lo que queda comprobado.

Así con el cumplimiento de las dos condiciones anteriores para ambos bloques, se posee un diseño de composición central bloqueado en forma de estrella que es rotable y además ortogonal.

Los valores codificados del diseño de experimento deben ser cambiados por valores numéricos, para de esta forma analizar los efectos de los tratamientos térmicos y mecánicos en las propiedades estructurales de los morteros en una región determinada en la superficie de respuesta.

La variable X_1 el tiempo de curado varía entre 19 a 53 horas y la variable X_2 el tiempo de molienda varia en un rango de 27 a 150 min. Según el diseño CCD estos valores se acomodan en forma de estrella, como se muestra en la tabla 3.2.

TABLA 3.2
FACTORES CON LOS NIVES CORRESPONDIENTES AL DISEÑO

	Niveles				
Factores	-1,41	-1	0	1	1,41
X1 tiempo de curado (horas)	19	24	36	48	53
X2 tiempo de molienda (min)	27	45	89	132	150

Los valores codificados de las variables independientes (X_1 y X_2) y la variable categórica (bloque) son cambiados por valores numéricos según los niveles de la región de interés en la tabla 3.2.

En la tabla 3.3 se detalla el diseño experimento con los niveles reemplazados con los valores numéricos que corresponden:

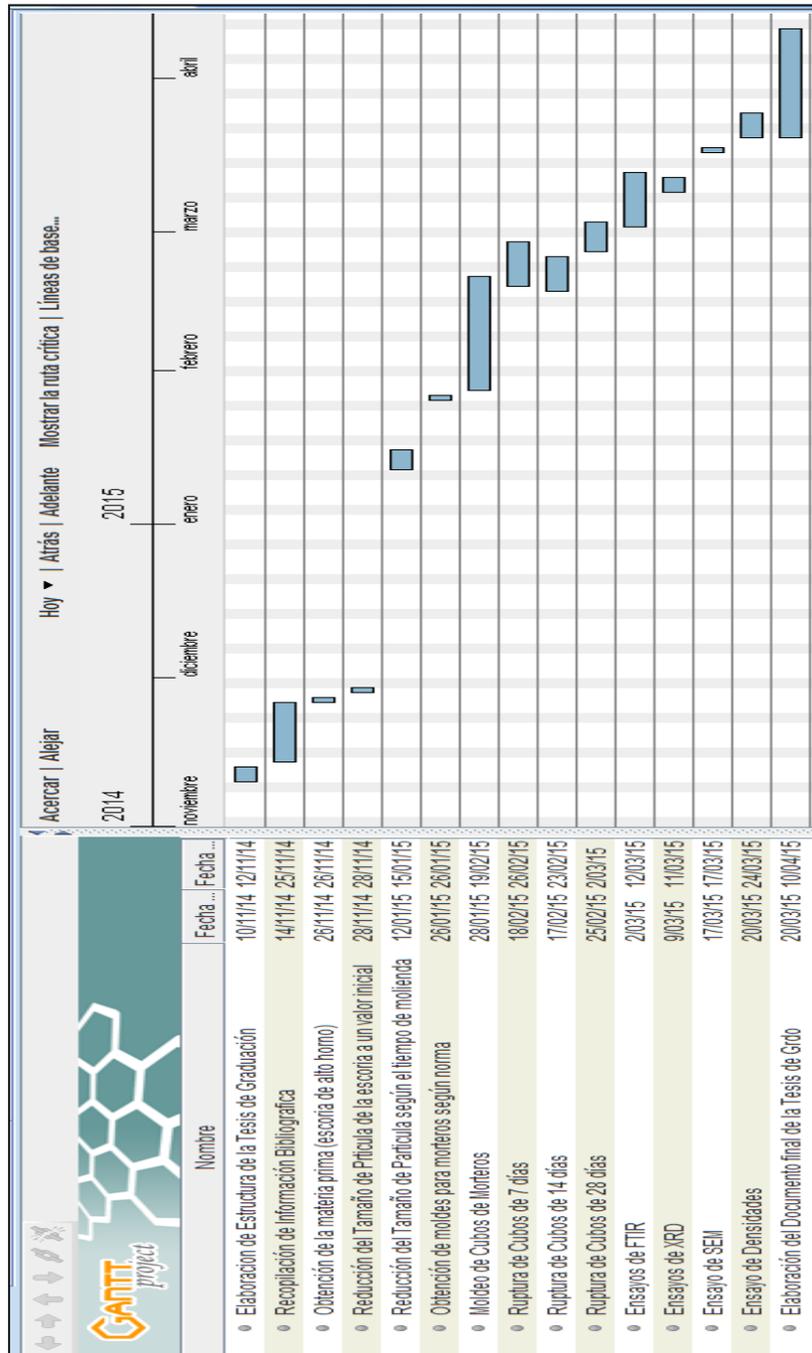
TABLA 3.3
DISEÑO DE EXPERIMENTO DE COMPOSICION CENTRAL
BLOQUEADO EN FORMA DE ESTRALLA CON SUS VALORES
NUMERICOS CORRESPONDIENTES.

Orden	W/B (relación agua solido)	tiempo de curado (h)	Tiempo de molienda (min)
1	0,2	36	89
2	0,2	36	89
3	0,2	48	132
4	0,2	24	132
5	0,2	24	45
6	0,2	36	89
7	0,2	36	89
8	0,2	36	89
9	0,2	48	45
10	0,3	36	89
11	0,3	36	89
12	0,3	36	150
13	0,3	19	89
14	0,3	36	89
15	0,3	36	27
16	0,3	36	89
17	0,3	53	89
18	0,3	36	89

Según este diseño de experimento de composición central bloqueado en forma de estrella se analizará el efecto de las variables independientes y

la superficie de respuesta para las características estructurales de los morteros mediante el análisis estadístico.

3.5. Programación de la metodología experimental.



CAPITULO 4

4. Procedimiento Experimental

4.1. Caracterización de materiales

Para la caracterización de la escoria de alto horno se realizaron ensayos de acuerdo a lo estipulado en la norma ASTM C989/989M – 14, “Standard Specification for slag cement for use in concrete and mortars”.

Las pruebas realizadas para este material se detallarán a continuación:

4.1.1. Análisis por XRD, SEM-EDS, FTIR de la materia prima

Difractómetro de Rayos X Panalytical X’Pert Pro [28], SEM – EDS [23], FTIR [29], Balanza Analítica [30]

XRD (Difractometría de Rayos X)

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Balanza analítica Shimadzu AX 200

Marca: Shimadzu

Modelo: AX200

Capacidad máxima de Carga: 200 g

Precisión: 0.1 mg

Dimensión del platillo de pesado: 80 mm de diámetro

Peso neto: 7 kg

Rango de temperatura de operación: 5 – 40 °C

Voltaje de entrada: 100 -250 V

Amperaje de entrada: 0.3 amp.

Frecuencia: 47 – 63 Hz



FIGURA 4.1 BALANZA ANALÍTICA SHIMADZU AX 200

Difractómetro de Rayos X Panalytical X'Pert Pro

Marca: Panalytical

Modelo: X'Pert Pro

Dimensiones (mm): 1972(H) X 1370(a) X 1131(L)

Peso: 1100 kg

Goniómetro: vertical (theta-2theta)

Rendijas de Divergencia: 1/20 a 1/320

Máscaras: 2 a 20 mm

Filtros: níquel

Resolución Angular: 0,0001



FIGURA 4.2 DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X PANALYTICAL
X'PERT PRO

- Procedimiento:

El procedimiento para la difracción de rayos X consistió primeramente en tener una muestra con un tamaño apropiado de aproximadamente $35 \mu\text{m}$, lo cual se logró escogiendo un pedazo del cubo y por medio del mortero se molió durante unos 10 min., finalmente se tamizó la muestra con el tamiz N° 325. Para la preparación de la muestra de este ensayo se necesitó 800 mg de escoria con un 10% de zincita, lo cual es pesado en un vidrio reloj (figura 4.3) mediante el uso de una balanza (figura 4.1) pesamos

ambas sustancias en el mismo recipiente como en la figura 4.4 para evitar la pérdida de muestra, ya que como sabemos las cantidades pesadas son mínimas.

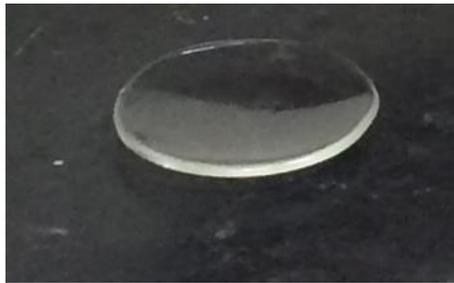


FIGURA 4.3 VIDRIO RELOJ UTILIZADO PARA EL PESAJE DE LAS MUESTRAS



FIGURA 4.4 PESAJE PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO DE XRD

Una vez pesado la escoria y la zincita, se procede a preparar la muestra mediante el uso de los accesorios mostrados en la figura 4.5, ya que se usa un pequeño mortero para mezclar uniformemente la zincita con la escoria, posteriormente se la coloca en un portamuestras y este finalmente en el equipo (figura 4.2) para realizar el ensayo. Después de que la muestra esté colocada correctamente en el brazo del equipo, se procede a realizar el ensayo de XRD con los siguientes parámetros del programa y accesorios del equipo:

Rendija de divergencia de $\frac{1}{4}$ "

Máscara 15 mm (Inc. Mask Fixed)

Rango de ángulos (2 Theta): 8 – 60 °



FIGURA 4.5 ACCESORIOS PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO DE XRD

SEM – EDS (Microscopía Electrónica de Barrido)

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Microscopio Electrónico de Barrido FEI Inspect

Marca: FEI

Modelo: Inspect

Peso: 450 kg

Voltaje de entrada: 230 V

Frecuencia: 50 – 60 Hz

Rango de operación de temperatura: 15 a 25 °C

Humedad Relativa: debajo de 80 %

Sistema de nitrógeno: 0.7 a 0.8 bar con un caudal de 10 l/min

Bomba: 1 bar con caudal de 2 l/min



FIGURA 4.6 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

- Procedimiento Experimental:

El procedimiento en el microscopio electrónico de barrido (figura 4.6) consistió primeramente en tener una muestra con un tamaño apropiado de aproximadamente $35 \mu m$, lo cual se logró escogiendo un pedazo del cubo y por medio del mortero moler durante unos 10 min., finalmente se tamizó la muestra con el tamiz N° 325. Para la preparación de la muestra de este ensayo se necesitaron 4 mg de muestra aproximadamente, ya que sólo se necesita esparcirla en un disco de carbono de aproximadamente 1 cm de diámetro (figura 4.7).



FIGURA 4.7 PORTAMUESTRA DEL SEM: DISCO DE CARBONO

Una vez que ya tenemos el portamuestra listo con la muestra, procedemos a abrir la compuerta del equipo y ponemos el portamuestra en el respectivo lugar como observamos en la figura 4.8, luego cerramos la compuerta y finalmente se procede a realizar el ensayo.



FIGURA 4.8 COLOCANDO EL PORTAMUESTRA EN EL EQUIPO

Una vez que la muestra está en el equipo y la compuerta está cerrada se procede a hacer el ensayo, de manera que mediante el programa

se posiciona en los tres ejes a la muestra en el equipo para poder enfocar con las lentes del microscopio. Finalmente mediante el programa se escoge el contraste, el voltaje, el brillo y el tipo de detector de las zonas de la microestructura que vamos a fotografiar. Este último paso se lo realiza para cada aumento, ya que al momento de cambiar los diferentes aumentos la imagen de la estructura se verá borrosa, de manera que se ajustan los parámetros correspondientes. Los parámetros que se escogieron para cada ensayo fueron los siguientes:

Voltaje: 7.5 V

Detector: BSED

FTIR (Espectrometría de infrarrojos por transformada de Fourier)

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Espectrómetro de infrarrojos por transformada de Fourier

Marca: PerkinElmer

Modelo: Spectrum 100

Peso: 34 kg

Rango de voltaje de entrada: 100 a 230 V

Frecuencia: 50 o 60 Hz

Rango de operación de temperatura: 15 a 35 °C

Humedad Relativa de trabajo: debajo de 75 %

Rango de longitudes de ondas: 220 – 7800 cm^{-1}

Resolución: 0,5 cm^{-1}

Detector: DTGS



FIGURA 4.9 ESPECTRÓMETRO PERKIN ELMER SPECTRUM

100

Balanza Analítica

Marca: BOECO

Modelo: BBC31

Capacidad máxima de Carga: 210 g

Precisión: 0.1 mg

Dimensión del platillo de pesado: 80 mm de diámetro

Temperatura de funcionamiento permisible: 5 – 40 °C

Peso neto: 5.3 kg

Voltaje de entrada: 100 -250 V

Amperaje de entrada: 0.3 amp.

Frecuencia: 47 – 63 Hz



FIGURA 4.10 BALANZA ANALÍTICA BOECO

- Procedimiento

El procedimiento para la espectrometría de infrarrojo por transformada de Fourier (figura 4.9) consistió primeramente en tener una muestra con un tamaño de grano apropiado de

aproximadamente $35 \mu m$, lo cual se logró escogiendo un pedazo del cubo y por medio del mortero se molió durante unos 10 min., finalmente se tamizó la muestra con el tamiz N° 325.

Para la preparación de la muestra de este ensayo se necesitaron 4 mg de muestra y 225 mg de bromuro de potasio, los mismos que fueron pesados en una balanza Boeco (figura 4.10) mediante un vidrio reloj. Luego, mediante los accesorios del equipo se procedió a realizar la pastilla, para lo cual primero se realizó la mezcla de ambas sustancias en un pequeño mortero, después esta mezcla homogénea se la colocó en un recipiente y mediante una presión de 7.5 kPa se comprimió la mezcla en el recipiente y se formó la pastilla (figura 4.11), la misma que de inmediato se la llevó al equipo para realizar el ensayo.

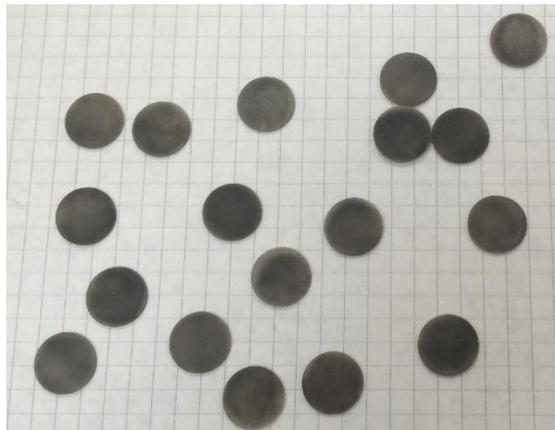


FIGURA 4.11 MUESTRAS PARA EL FTIR

Simultáneamente o antes del proceso de preparación de la muestra, se debe preparar el equipo mediante un background previo al ensayo, de manera que se deben escoger el rango de longitudes de ondas en el cuál se va a realizar el espectro. Una vez finalizado el background se procedió a colocar la muestra en el lugar correspondiente del equipo (figura 4.12) lo más rápido posible para evitar que absorba humedad del ambiente y finalmente se realizó el ensayo.

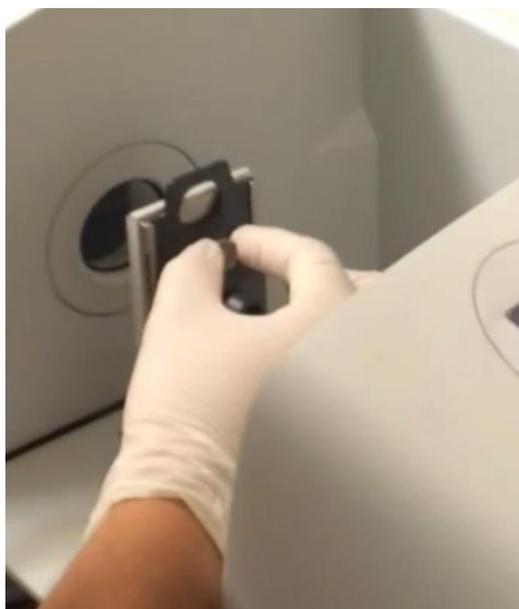


FIGURA 4.12 COLOCANDO LA MUESTRA EN EL FTIR

4.1.2. Densidades

Balanza analítica para determinar densidades [26].

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Balanza analítica para determinar densidades (figura 4.13)

Marca: Mettler Toledo

Modelo: XP205

Capacidad máxima de Carga: 220 g

Resolución: 0.01 mg

Peso mínimo de las muestras: 21 mg

Dimensiones de la balanza (mm): 263 (a) X 487 (L) X 322 (h)

Temperatura de funcionamiento permisible: 5 – 40 °C

Peso neto: 5.3 kg

Voltaje de entrada: 100 -240 V (CA)

Frecuencia: 50/60 Hz

Amperaje de entrada: 2 amp. (12 V CC)

Humedad Relativa: 80 a 50 %

Tiempo de estabilización: 2,5 s



FIGURA 4.13 BALANZA PARA DETERMINAR DENSIDADES.

- Procedimiento

El procedimiento para determinar las densidades de las muestras consistió primeramente en tener por lo menos 3 muestras de aproximadamente 2 cm. de cada cubo (figura 4.14), ya que necesitamos promediar los resultados.



FIGURA 4.14 MUESTRAS DE APROXIMADAMENTE 2 CM.

Una vez que tenemos las muestras listas, procedemos a armar el equipo (figura 4.15) con los accesorios correspondientes (figura 4.16). Después de colocar los accesorios, procedemos a iniciar el programa que hay en el software de la balanza para determinar las densidades, en el cuál se escoge el líquido de referencia que en este caso fue agua destilada, también se pone la temperatura a la que se encuentra y se aplasta el botón iniciar.



FIGURA 4.15 BALANZA ARMADO CON LOS ACCESORIOS
CORRESPONDIENTES

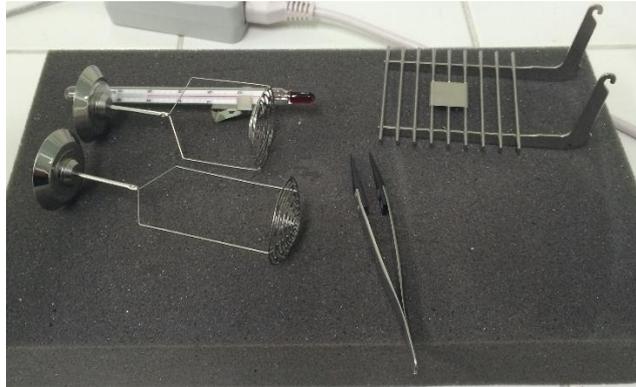


FIGURA 4.16 ACCESORIOS PARA LA BALANZA

Inmediatamente una vez que se inicia el programa, se pesa la muestra en uno de los platillos del pescante de la balanza, luego mediante una pinza se coge la muestra, se la moja y se la vuelve a pesar. Finalmente se coloca la muestra dentro del recipiente y se anota el resultado de la densidad que se muestra en la pantalla. Para cada pesaje hay que esperar que se estabilice la balanza.

4.2. Preparación de materiales

4.2.1. Reducción del tamaño de partículas de las escorias

Trituradora de Mandíbulas [22], Trituradora de Rodillos [22], Molino de Bolas [22], Tamizador RoTap [24],

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este proceso:

Trituradora de Mandíbulas (figura 4.17)

Marca: Denver

Modelo: 201659

Serial: 05-185666-002-1

Tamaño de la trituradora (in): 3 ¼ X 4 ½

Hp Requerido: 1

Hp Motor: 2

RPM: 350-425

Dimensiones (in): 18 ¾ X 18 7/8 X 17

Capacidad: 0.23 Tn/hr (500 lbs/hr)



FIGURA 4.17 TRITURADOR DE MANDÍBULAS

Trituradora de Rodillos (figura 4.18)

Marca: Denver

Modelo: 201659

Serial: 05-185666-002-1

Tamaño de la trituradora (in): 10 X 6

HP Motor: 5

RPM: 225

Dimensiones: 3 ½" X 2' X 1'5"

Capacidad: 2 Tn/hr



FIGURA 4.18 TRITURADOR DE RODILLOS

Molino de Bolas (figura 4.19)

Marca: Denver

Serial: 05-192568-005

Tamaño de la trituradora (in): 24"

Número de Cilindros: 2

Longitud de Cilindros: 24"

HP Motor: ¼

RPM: 40 - 50

Dimensiones: 42" X 24" X 11"



FIGURA 4.19 MOLINO DE BOLAS

Tamizador RoTap (figura 4.20)

Marca: Ro-Tap

Modelo: B

Serial: 5999

Diámetro del tamiz: 8" (200mm)

N° Tamiz: 6

HP Motor: 0.25

RPM: 1750

Dimensiones (in): 28 X 21 X 25

Temporizador: 0 – 30 min (automático)



FIGURA 4.20 TAMIZADOR ROTAP

- Procedimiento

Para reducir el tamaño de la partícula de la escoria de alto horno se utilizó un proceso de 3 pasos, los cuales consistían: primero en hacer pasar la escoria por el triturador de mandíbulas para obtener un tamaño de grano de 25 mm aproximadamente, luego pasar la escoria por el triturador de rodillos para obtener un grano de 4 mm aproximadamente y finalmente a este grano meterlo al molino de bolas durante una hora para dejar un grano menor a 425 μm .

A continuación se detallará el proceso de reducción de tamaño de las partículas de escoria:

- 1) La escoria inicialmente fue fraccionada mediante un martillo en pedazos entre 7 y 10 cm, para luego ser pasada en dos ocasiones por el triturador de mandíbulas para dejar el tamaño de grano no mayor a 25 mm (figura 4.21).



FIGURA 4.21 TAMAÑO DE SALIDA DEL GRANO DE LA TRITURADORA DE MANDÍBULAS.

2) Mediante el uso del triturador de rodillos se logró disminuir el tamaño de la escoria de 25 a 4 mm después de 3 pasadas (figura 4.22).



FIGURA 4.22 TAMAÑO DEL GRANO DESPUÉS DE 3 PASADAS POR EL TRITURADOR DE RODILLO

3) Después a este grano se lo introdujo en el molino de bolas para obtener un tamaño de grano menor a $425 \mu m$ (figura 4.23), lo cual se lo logró con una velocidad de rodillo de 65 RPM y con esferas de aproximadamente 7 cm de diámetro que llenaban parcialmente 1/5 del rodillo. Bajo estos parámetros la escoria se estuvo moliendo durante 1 hora.



FIGURA 4.23 TAMAÑO EL GRANO DESPUÉS DE HABER MOLIDO DURANTE UNA HORA EN EL MOLINO DE BOLAS.

4) Finalmente terminado la etapa de molienda, nos vamos al tamizador para hacer pasar la escoria molida en el tamiz N° 36 (figura 4.24).



FIGURA 4.24 TAMIZANDO LA ESCORIA MOLIDA CON EL TAMIZ

N°36

4.2.2. Mezclado y curado de los geopolímeros basados en escoria

Molde de Bronce (ASTM C 109/C 109M), Mezcladora Digital IKA [27], Estufa Memmert [25]. Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Molde de Bronce

Tamaño de las aristas de los moldes: 2in (50 mm)

Dureza de los moldes: 55 – 60 HRB

Material de los moldes: bronce



FIGURA 4.25 MOLDES DE BRONCE.

Mezcladora Digital IKA (figura 4.26)

Marca: IKA

Modelo: RW 20

Volumen máx. a agitar (agua): 20 l

Potencia requerida: 70 W

Rango de Velocidad: 20 – 2000 RPM

Esfuerzo de torsión máx. en el eje: 150 Ncm

Diámetro del eje: 13 mm

Longitud del eje: 160 mm

Peso: 3.1 Kg

Frecuencia: 50/60 Hz

Indicador de Velocidad: led



FIGURA 4.26 MEZCLADORA IKA DIGITAL

Estufa Memmert (figura 4.27)

Marca: Memmert

Material de la estufa: acero inoxidable (ASTM 304)

Volumen: 108 l (560 mm X 480 mm X 400 mm)

Rango de Temperatura: (5 – 70) °C

Peso neto: 66 Kg

Tensión: 230 V (50/70 Hz)



FIGURA 4.27 ESTUFA MEMMERT

- Procedimiento

Para la formación del geopolímero a base de escoria lo primero que se hizo fue el diseño de experimento con la ayuda del software estadístico libre, para lo cual se analizó los factores como el tiempo de molienda y el tiempo de curado que nosotros decidimos analizar con la ayuda de papers e investigaciones [15].

Con el diseño de experimento se obtuvieron los diferentes tiempos de curado y molienda que se utilizó para el mezclado de los geopolímeros.

(tabla 4.1)

TABLA 4.1
TIEMPOS DE CURADO Y MOLIENDA DEL DISEÑO DE
EXPERIMENTO.

W-B	tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)
0,2	36	89
0,2	36	89
0,2	48	132
0,2	24	132
0,2	24	45
0,2	36	89
0,2	36	89
0,2	36	89
0,2	48	45
0,3	36	89
0,3	36	89
0,3	36	150
0,3	19	89
0,3	36	89
0,3	36	27
0,3	36	89
0,3	53	89
0,3	36	89

Con los tiempos de molienda establecidos se procedió a moler la escoria de acuerdo a lo especificado en el diseño de experimento mediante el molino de bolas a una velocidad de 65 Rpm (figura 4.28). Con las muestras de escoria listas para realizar el mezclado, se utilizó el procedimiento experimental de la tesis del Ing. Roberto Murillo y la Ing. Andrea Gavilanes [35] para tomar los valores óptimos de los activadores alcalinos para la formación del geopolímero como: Na(OH) 10 M, las

cantidades en gramos del $Ca(OH)_2$ y los mililitros de $Na_2 SiO_3$ y Na (OH).
(tabla 4.2 y figura 4.29)

TABLA 4.2

**COMPOSICIONES ÓPTIMAS DE LOS ACTIVADORES PARA CADA
RELACIÓN W-B QUE SE UTILIZÓ EN LA FORMACIÓN DE LOS
GEPOLÍMEROS.**

	ml	ml	g	g
W-B	Na(OH)	$Na_2 SiO_3$	$Ca(OH)_2$	Escoria
0,2	13,34	26,66	4	200
0,3	20	40	4	200

Fuente: Tesis de los Ing. Roberto Murillo y Andrea Gavilanes



FIGURA 4.28 REGULANDO Y VERIFICANDO LA VELOCIDAD DEL
MOLINO DE BOLAS.



FIGURA 4.29 ACTIVADORES ALCALINOS.

Una vez que se conocieron los valores de todos los activadores y la cantidad de muestra necesaria (200 g para cada cubo) para cada cubo se procedió a medir y pesar cada activador (figura 4.30).



FIGURA 4.30 PESANDO Y MIDIENDO LOS ACTIVADORES ALCALINOS Y LA ESCORIA.

Una vez que se midió y pesó todo, se procedió a mezclar con una mezcladora IKA (figura 4.26). Inicialmente se coloca la muestra en una bandeja junto con el hidróxido de calcio, luego se va echando poco a poco los activadores líquidos mientras la mezcladora esté con una velocidad de giro de 300 RPM. Finalmente se sube las revoluciones a 900 RPM después de haber transcurrido un tiempo determinado (figura 4.31). El tiempo de mezclado varió dependiendo el tipo de mezcla, ya que hubieron algunas mezclas que se tuvo muy poco tiempo para mezclarlas por la rapidez de fraguado del geopolímero bajo ciertas condiciones.



FIGURA 4.31 MEZCLADO DE LA MUESTRA CON LOS
ACTIVADORES.

Una vez viendo que se haya mezclado por completo los activadores con la escoria se procede a poner la mezcla en los moldes de bronce (figura 4.25 y figura 4.32)



FIGURA 4.32 ECHANDO LA MEZCLA EN LOS MOLDES.

Finalmente una vez que se hizo las mezclas para los 3 cubos del molde, se procedió a colocar el molde en el horno (figura 4.27) a 60 °C durante los tiempos especificados en el diseño de experimentos que se observa en la tabla 4.1.

4.3. Prueba de Resistencia a la compresión

Máquina de Ensayo Universal [31]

- Especificaciones Técnicas: a continuación se presentarán las especificaciones técnicas de los instrumentos y equipos utilizados en este ensayo:

Máquina de Ensayo Universal (figura 4.33)

Marca: Shimadzu

Modelo: UH-600 kN

Capacidad Máxima: 600 kN

Dimensiones (W X D X H): 3000 X 2350 X 3000 mm

Máxima distancia entre agarraderas (tensión): 900 mm

Máxima distancia entre platos (compresión): 800 mm

Recorrido Vertical: 250 mm

Rango de Temperatura: (5 – 40) °C

Peso neto: 1700 kg

Tensión: 220 V (60 Hz)



FIGURA 4.33 MÁQUINA DE ENSAYO UNIVERSAL

- Procedimiento

Antes de comenzar con este ensayo se midieron todos los cubos mediante un calibrador Vernier, de manera que estos datos fueron ingresados en el software del equipo en forma de tabla. Una vez medidos todos los cubos, se procedió a colocar a cada cubo en posición correcta para poder hacer en ensayo de compresión. (figura 4.34)



FIGURA 4.34 COLOCACIÓN DEL CUBO PARA EL ENSAYO DE COMPRESIÓN

Finalmente una vez colocado el cubo en la posición correcta se procedió a iniciar con el ensayo, lo cual se fue observando lo que iba pasando con el ensayo en las pantallas del equipo y de la computadora, mediante la gráfica de carga aplicada vs deformación. (figura 4.35)

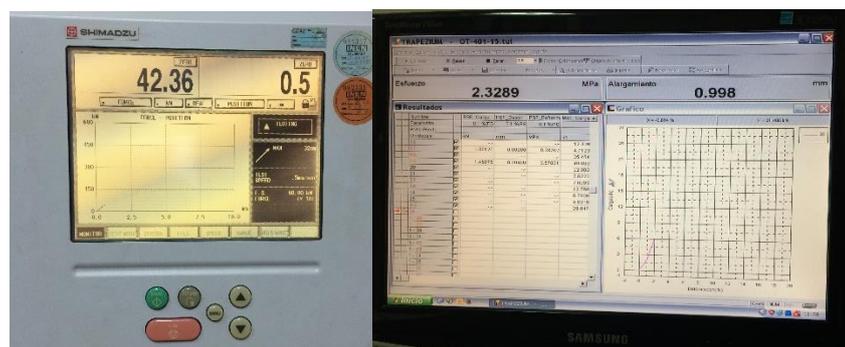


FIGURA 4.35 GRÁFICAS DE CARGA APLICADA VS DEFORMACIÓN

4.4. Evaluación de los Geopolímeros

4.4.1. XRD

La técnica que se utilizó para evaluar las difracciones de rayos X fue la siguiente: una vez que se obtuvieron las difracciones de las 30 muestras y con el conocimiento de la composición química de las escorias de alto horno en general, se procedió a analizar cada muestra con la ayuda del software High scores del equipo, en el cual se identificaba las fases cristalinas presentes mediante la comparación de los picos patrones de cada fase con los picos de la muestra. El software sugería todas las fases que podrían estar presentes en la muestra, de manera que se analizaron y se escogieron las fases que de acuerdo a la mineralogía e investigaciones [32].

4.4.2. SEM – EDS

En la evaluación de las microscopías de barrido por infrarrojo mientras se enfocaba el lente en la muestra se evaluaba la preparación de la misma, ya que si la muestra estaba mal preparada, al momento de enfocar se observaba zonas muy oscuras por la acumulación de muestra, de manera que ni variando los parámetros de iluminación, brillo, contraste y voltaje se veía con claridad, razón por lo cual la muestra debía estar

totalmente dispersa en el portamuestra para poder observar la estructura. Una vez que se determinó que la muestra estaba bien dispersa, se procedió a realizar la toma de fotos de la estructura amorfa de la muestra.

4.4.3. FTR

Para evaluar las muestras de este ensayo, se analizaron las espectroscopías de todas las muestras y se iba observando específicamente si la muestra presentaba un alto porcentaje de humedad, ya que ese es uno de los principales problemas de este ensayo para obtener un buen espectrograma.

Una vez que las muestras pasaron la primera inspección, se procedió a analizar cada pico de cada difractograma para ir obteniendo un registro de las fases que se iban presentando, para luego poder comparar con los demás ensayos y mineralogía de la escoria. Si aparecía una fase que no debía estar presente en la muestra, probablemente era por contaminación de la muestra y por lo cual implicaba repetir el ensayo.

4.4.4. DENSIDADES

Como podemos observar en la tabla 4.3 encontramos las densidades de las 30 muestras de los geopolímero, los valores de las densidades oscilan entre 1,7812 y 2,4408 g/cm³. Estos valores representan la porosidad de cada muestra, pero cada valor de densidad debe oscilar alrededor de 2 g/cm³ [33], ya que es la densidad promedio de los morteros de cemento portland y nuestra densidad de referencia.

TABLA 4.3
TABLA DE DENSIDADES DE LAS 30 MUESTRAS DE
GEPOLÍMEROS

Tabla de Densidades					
N° Cubo	Mezcla	Densidades			
		Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio
1	0,2/24/45	2,1031	2,057	2,0755	2,0785
2	0,2/24/132	2,1314	2,2009	1,9862	2,1062
3	0,3/36/27	2,1097	2,0089	1,9317	2,0168
4	0,2/36/89	2,1721	2,1526	2,1624	2,1624
7	0,2/48/45	2,3001	2,3167	2,3059	2,3076
8	0,2/24/45	2,2202	2,1414	1,9766	2,1127
10	0,3/36/150	2,1163	1,9609	2,0214	2,0329
16	0,3/53/89	2,1647	2,1636	2,1642	2,1642
17	0,3/19/89	1,8816	1,8778	1,8762	1,8785
18	0,2/24/132	2,3416	2,1778	2,2258	2,2484
19	0,2/48/132	2,4643	2,4124	2,4458	2,4408
22	0,3/36/89	1,8758	1,9493	1,7142	1,8464
25	0,3/36/89	1,9559	1,9321	1,9483	1,9454
26	0,3/53/89	1,8893	1,932	1,9108	1,9107
27	0,3/19/89	1,9051	1,8879	1,8953	1,8961
28	0,2/36/89	2,1455	2,1842	2,1682	2,1660
31	0,2/48/132	2,0632	2,0621	2,0627	2,0627
32	0,2/48/45	2,2854	2,176	2,3652	2,2755
33	0,2/48/132	2,1096	2,2923	2,2215	2,2078
35	0,2/24/132	2,2873	2,2908	2,2858	2,2880
37	0,2/24/45	2,2905	2,1044	2,2912	2,2287
39	0,3/36/150	2,0426	1,9936	2,0253	2,0205
42	0,3/36/27	2,0072	2,0348	2,0186	2,0202
43	0,2/48/45	2,3611	2,2873	2,0678	2,2387
44	0,3/36/150	2,1205	1,9961	2,0281	2,0482
47	0,3/36/89	1,9885	1,9391	1,9857	1,9711
48	0,2/36/89	2,0949	2,0937	2,0943	2,0943
49	0,3/19/89	1,7161	1,842	1,7856	1,7812
50	0,3/53/89	1,9708	2,0462	2,0059	2,0076
51	0,3/36/27	2,0739	2,1161	2,0945	2,0948

CAPÍTULO 5

5. ANÁLISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS

5.1. Análisis estadístico: ANOVA

El análisis estadístico ANOVA (o de varianza), permite obtener los efectos e interacciones estadísticamente significativos. Para las variables independientes y las variables de respuesta para este caso, ambas fueron definidas en el capítulo 3.

Antes de comenzar con el análisis ANOVA, primero se establecerán las hipótesis, entendiendo que se espera obtener un modelo matemático de orden cuadrático según el diseño de experimento de composición central bloqueado en forma de estrella.

$$Y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_3x_1^2 + \beta_4x_1x_2 + \beta_5x_2^2 + \epsilon \quad (\text{ec. 5.1})$$

Donde X_1 y X_2 son las variables independientes tiempo de curado y tiempo de molienda respectivamente.

Con la ecuación 5.1 planteada, se definen las hipótesis como:

$$H_0 = \beta_i = 0$$

$$H_1 = \text{Algún } \beta_i \neq 0$$

Para: $i=1, 2, 3, \dots, n$

Donde **H₀** es la hipótesis nula, en la que se expresa que todos los coeficientes de la ecuación son iguales a cero. Si la hipótesis **H₀** se rechaza se concluye que los efectos de los tratamientos de los factores afectan significativamente a las variables de respuesta. Por otro lado **H₁** es la hipótesis alternativa, que expresa que al menos un coeficiente diferente de cero, por tanto que existe una relación entre las variables.

Para probar hipótesis se asume que los errores del modelo estadístico son variables aleatorias independientes, con una distribución normal, medio cero y un varianza σ^2 .

Particularmente para esta tesis de grado consiste en probar la hipótesis acerca de la influencia de los efectos de los tratamientos termomecánicos aplicados a los morteros de escoria (X1 y X2).

Para rechazar **H₀** se deben analizar los marcadores estadísticos **P** y **F₀**, donde P es la probabilidad de obtener un resultado al menos tan extremo como el valor observado, como resultado H₀ es aceptada, **F₀** es la variable de FISHER que es empleada para verificar si dos muestras provienen de poblaciones que poseen varianzas iguales. Esta prueba es útil para determinar si una población normal tiene una mayor varianza que otra o para comparar varias medias poblacionales a la vez.

Los criterios para rechazar **H₀** son:

$$P < \alpha = 0.05 \quad \text{o} \quad F_0 > F(\alpha, gl. \text{tratamineto}, gl. \text{error})$$

Donde F está en función de 3 valores. El valor de $\alpha = 0.05$ representa el 5% de significancia y 95% de probabilidad, y el de gl., representa los grados de libertad tanto para los tratamientos como para el error.

Con la ayuda del software estadístico libre, se obtendrán estos valores y se analizará cada una de las propiedades estructurales planteadas anteriormente para los morteros de escoria activada alcalinamente.

5.2. Tablas de datos y Resultados

TABLA 5.1
RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN (7, 14 Y 28 DÍAS)

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	fc 7 (Mpa)	fc 14 (Mpa)	fc 28 (Mpa)
1	0,2	36	89	10,4	11,9	11,1
2	0,2	36	89	9,9	10,9	13,4
3	0,2	48	132	11,0	19,2	11,6
4	0,2	24	132	8,8	13,9	17,9
5	0,2	24	45	4,7	14,5	19,1
6	0,2	36	89	9,1	10,3	10,7
7	0,2	36	89	8,5	9,1	10,8
8	0,2	36	89	7,8	8,9	12,5
9	0,2	48	45	15,3	16,6	18,6
10	0,3	36	89	4,8	5,1	4,8
11	0,3	36	89	2,6	3,2	5,0
12	0,3	36	150	9,8	8,0	18,0
13	0,3	19	89	3,4	1,8	4,3
14	0,3	36	89	2,7	4,9	5,2
15	0,3	36	27	4,9	8,1	8,8
16	0,3	36	89	1,9	2,8	5,6
17	0,3	53	89	4,8	3,6	4,5
18	0,3	36	89	4,9	2,8	5,2

TABLA 5.2
EFFECTO DE LA EFLORESCENCIA A LOS 28 Y 55 DÍAS

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	Eflorescencia 28 días	Eflorescencia 55 días
1	0,2	36	89	Medio	Alto
2	0,2	36	89	Medio	Alto
3	0,2	48	132	Nada	Bajo
4	0,2	24	132	Medio	Alto
5	0,2	24	45	Bajo	Medio
6	0,2	36	89	Medio	Alto
7	0,2	36	89	Medio	Alto
8	0,2	36	89	Medio	Alto
9	0,2	48	45	Bajo	Bajo
10	0,3	36	89	Nada	Bajo
11	0,3	36	89	Nada	Bajo
12	0,3	36	150	Bajo	Medio
13	0,3	19	89	Bajo	Medio
14	0,3	36	89	Nada	Bajo
15	0,3	36	27	Nada	Bajo
16	0,3	36	89	Nada	Bajo
17	0,3	53	89	Bajo	Medio
18	0,3	36	89	Nada	Bajo

Resultados Obtenidos del Análisis Estadístico

Resistencia Mecánica a la Compresión a los 7 días (fc 7)

TABLA 5.3
ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA fc 7

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrado Medio	Razón-Fo	Valor-P
A:Tiempo de Curado	1	0,22	0,22	1,78	0,21
B:Tiempo de Molienda	1	0,00	0,00	0,01	0,94
AA	1	0,00	0,00	0,01	0,93
AB	1	0,49	0,49	3,90	0,07
BB	1	0,85	0,85	6,77	0,02
bloques	1	4,58	4,58	36,41	0,00
Error total	11	1,38	0,13		
Total (corr.)	17	8,42			

TABLA 5.4
VALORES OBSERVADOS Y VALORES PREDICHOS PARA $f_c 7$

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	$f_c 7$ (Mpa) Observada	$f_c 7$ (Mpa) Predicho	$f_c 7$ (Mpa) Residuo
1	0,2	36	89	10,4	8,5	1,9
2	0,2	36	89	9,9	8,5	1,4
3	0,2	48	132	11,0	11,5	-0,5
4	0,2	24	132	8,8	11,8	-3,0
5	0,2	24	45	4,7	5,5	-0,8
6	0,2	36	89	9,1	8,5	0,6
7	0,2	36	89	8,5	8,5	0,0
8	0,2	36	89	7,8	8,5	-0,7
9	0,2	48	45	15,3	13,7	1,6
10	0,3	36	89	4,8	3,6	1,2
11	0,3	36	89	2,6	3,6	-1,0
12	0,3	36	150	9,8	7,9	1,9
13	0,3	19	89	3,4	2,0	1,4
14	0,3	36	89	2,7	3,6	-0,9
15	0,3	36	27	4,9	5,2	-0,3
16	0,3	36	89	1,9	3,6	-1,7
17	0,3	53	89	4,8	5,5	-0,7
18	0,3	36	89	4,9	3,6	1,3

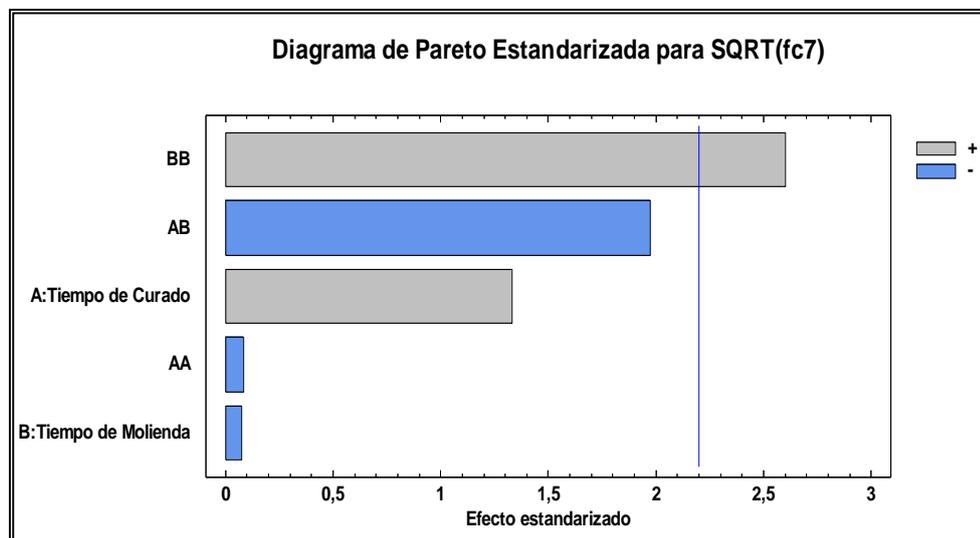


FIGURA 5.1 MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS DATOS DE RESISTENCIA A LA COMPRESION A LOS 7 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DEL 74,6%.

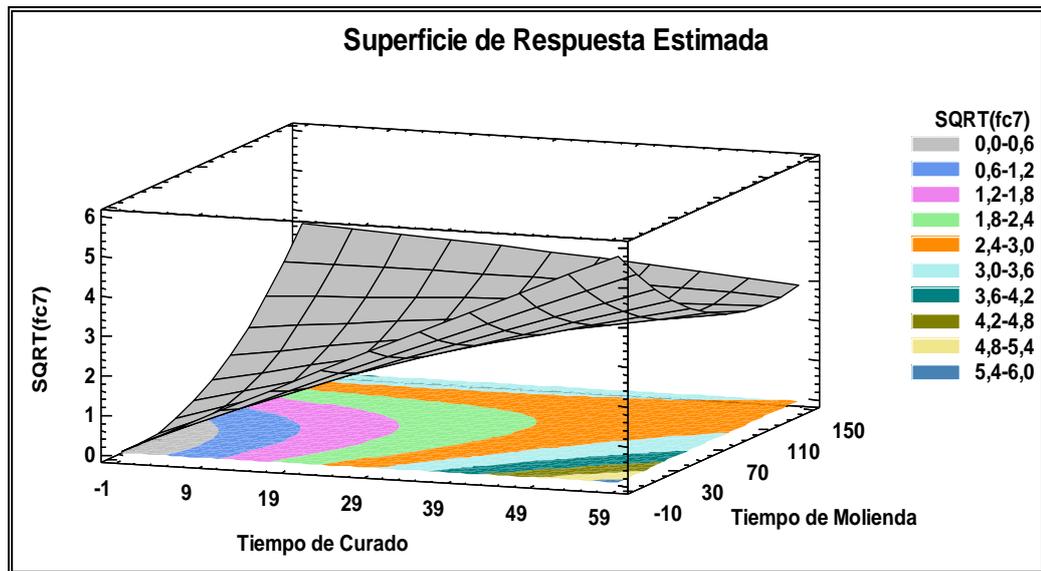


FIGURA 5.2 MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 7 DÍAS.

Resistencia Mecánica a la compresión a los 14 días (fc 14).

TABLA 5.5
ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA fc 14

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrado Medio	Razón-Fo	Valor-P
A:Tiempo de Curado	1	0,00	0,00	0,06	0,81
B:Tiempo de Molienda	1	1,60	1,60	22,63	0,00
AA	1	0,00	0,00	0,06	0,81
AB	1	0,04	0,04	0,54	0,48
BB	1	2,83	2,83	40,19	0,00
bloques	1	9,95	9,95	141,11	0,00
Error total	11	0,78	0,07		
Total (corr.)	17	13,97			

TABLA 5.6
VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA fc 14

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	fc 14 (Mpa) Observada	fc 14 (Mpa) Predicho	fc 14 (Mpa) Residuo
1	0,2	36	89	11,9	10,9	1,0
2	0,2	36	89	10,9	10,9	0,0
3	0,2	48	132	19,2	17,6	1,6
4	0,2	24	132	13,8	12,8	1,1
5	0,2	24	45	14,5	13,8	0,7
6	0,2	36	89	10,3	10,9	-0,6
7	0,2	36	89	9,1	10,9	-1,8
8	0,2	36	89	8,9	10,9	-2,0
9	0,2	48	45	16,6	15,6	1,0
10	0,3	36	89	5,1	3,3	1,8
11	0,3	36	89	3,2	3,3	0,0
12	0,3	36	150	8,0	9,1	-1,0
13	0,3	19	89	1,8	2,2	-0,3
14	0,3	36	89	4,9	3,3	1,6
15	0,3	36	27	8,1	8,6	-0,5
16	0,3	36	89	2,8	3,3	-0,5
17	0,3	53	89	3,6	4,3	-0,6
18	0,3	36	89	2,7	3,3	-0,5

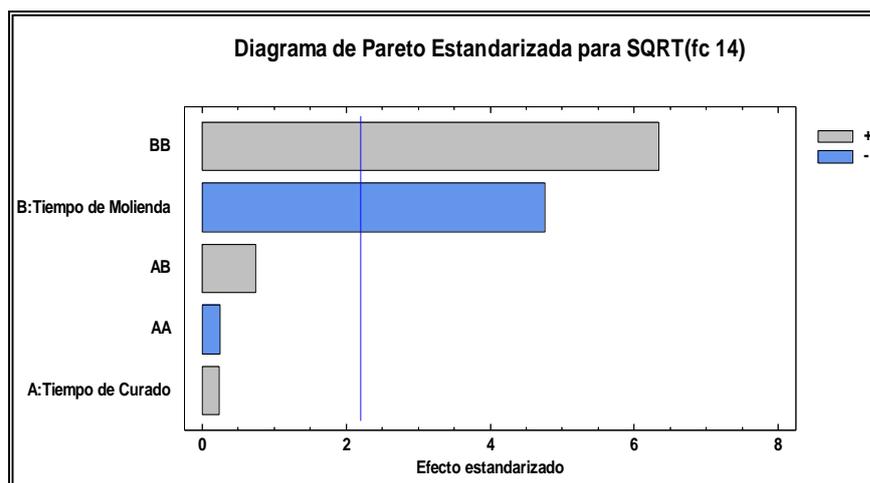


FIGURA 5.3 MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS DATOS DE RESISTENCIA LA COMPRESIÓN PARA FC 14 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DEL 91,4%.

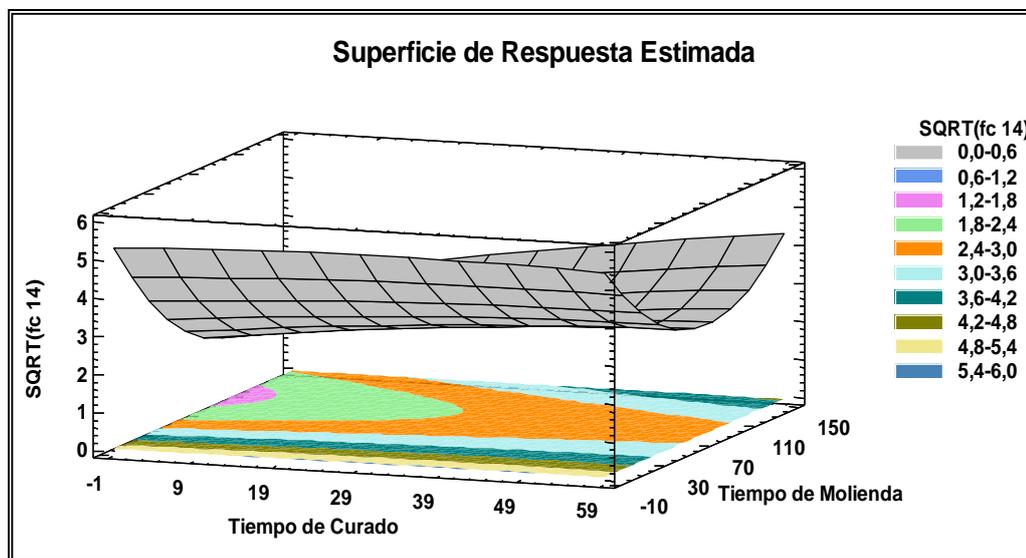


FIGURA 5.4 MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 14 DÍAS.

Resistencia Mecánica a la compresión a los 28 días (fc 28)

TABLA 5.7

ANÁLISIS DE LA VARIANZA PARA fc 28

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrado Medio	Razón-Fo	Valor-P
A:Tiempo de Curado	1	0,09	0,09	0,75	0,40
B:Tiempo de Molienda	1	1,05	1,05	9,12	0,01
AA	1	0,04	0,04	0,33	0,58
AB	1	0,14	0,14	1,25	0,29
BB	1	3,99	3,99	34,59	0,00
bloques	1	6,27	6,27	54,38	0,00
Error total	11	1,27	0,12		
Total (corr.)	17	11,82			

TABLA 5.8
VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA f_c 28

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	f_c 28 (Mpa) Observada	f_c 28 (Mpa) Predicho	f_c 28 (Mpa) Residuo
1	0,2	36	89	11,1	11,8	-0,7
2	0,2	36	89	13,4	11,8	1,6
3	0,2	48	132	11,6	14,9	-3,3
4	0,2	24	132	17,9	19,7	-1,8
5	0,2	24	45	19,1	15,0	4,1
6	0,2	36	89	10,7	11,8	-1,1
7	0,2	36	89	10,8	11,8	-1,0
8	0,2	36	89	12,5	11,8	0,7
9	0,2	48	45	18,6	16,4	2,2
10	0,3	36	89	4,8	5,1	-0,2
11	0,3	36	89	5,0	5,1	0,0
12	0,3	36	150	18,0	14,2	3,8
13	0,3	19	89	4,3	5,1	-0,8
14	0,3	36	89	5,2	5,1	0,1
15	0,3	36	27	8,8	12,2	-3,4
16	0,3	36	89	5,6	5,1	0,5
17	0,3	53	89	4,5	3,9	0,6
18	0,3	36	89	5,2	5,1	0,1

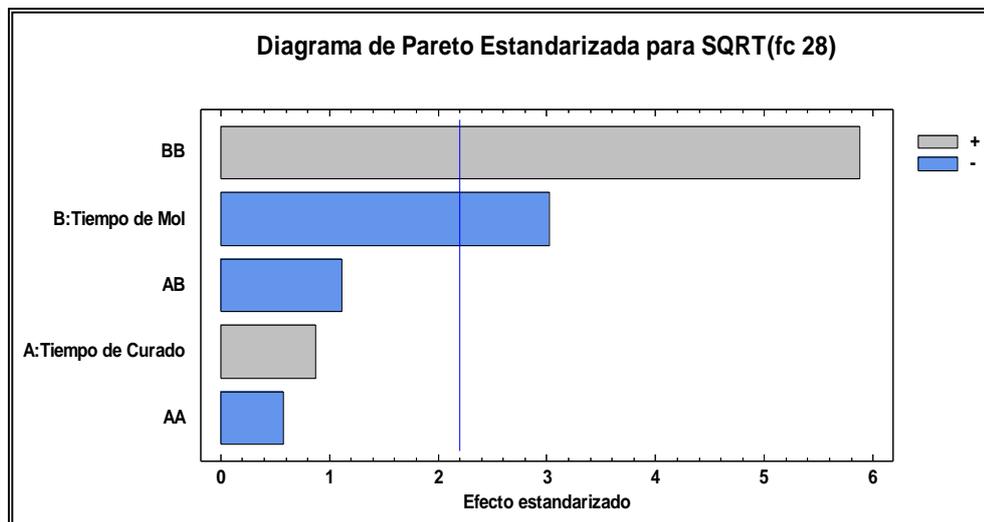


FIGURA 5.5 MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 28 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 83,4%.

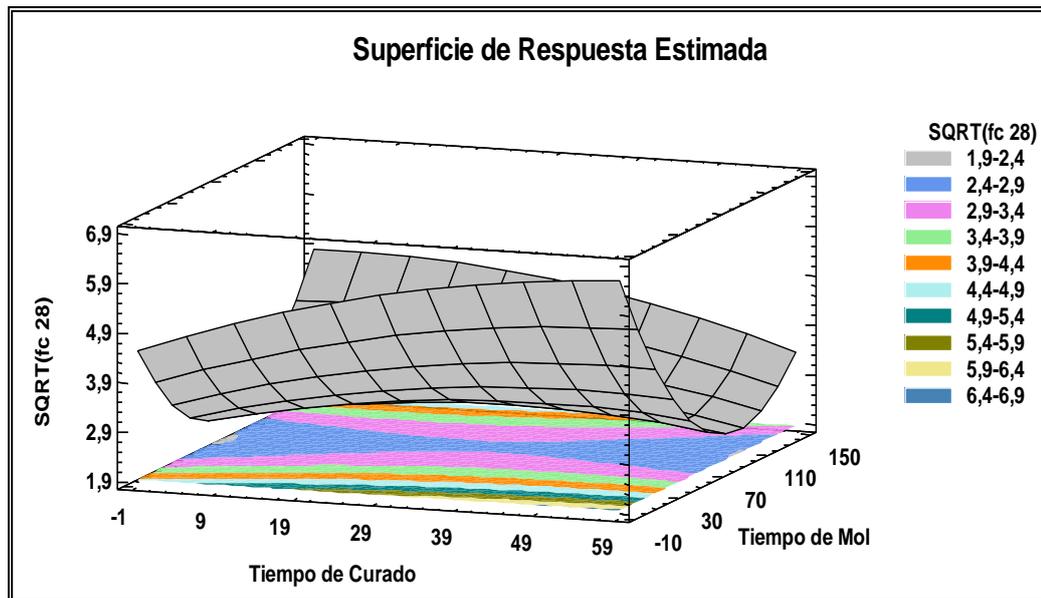


FIGURA 5.6 MUESTRA LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN A LOS 28 DÍAS.

Eflorescencia a los 28 días

Para realizar el análisis con el software SATGRAPHICS reemplazamos las observaciones cualitativas por números según la tabla 5.9.

TABLA 5.9
EQUIVALENCIAS PARA ANÁLISIS DE EFLORESCENCIA

Nada	Bajo	Medio	Alto
1	2	3	4

TABLA 5.10
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Tiempo de Curado	1	0,03	0,03	0,07	0,79
B:Tiempo de Molienda	1	1,36	1,36	3,60	0,08
AA	1	0,03	0,03	0,09	0,77
AB	1	0,99	0,99	2,61	0,13
BB	1	0,29	0,29	0,77	0,40
bloques	1	6,73	6,73	17,79	0,00
Error total	11	4,16	0,38		
Total (corr.)	17	12,94			

TABLA 5.11
VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA EFLORESCENCIA 28 DÍAS

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	Eflorescencia Observada	Eflorescencia Predicho
1	0,2	36	89	3	2,6
2	0,2	36	89	3	2,6
3	0,2	48	132	1	1,9
4	0,2	24	132	3	3,4
5	0,2	24	45	2	2,1
6	0,2	36	89	3	2,6
7	0,2	36	89	3	2,6
8	0,2	36	89	3	2,6
9	0,2	48	45	2	2,6
10	0,3	36	89	1	1,4
11	0,3	36	89	1	1,4
12	0,3	36	150	2	1,3
13	0,3	19	89	2	1,8
14	0,3	36	89	1	1,4
15	0,3	36	27	1	0,8
16	0,3	36	89	1	1,4
17	0,3	53	89	2	1,2
18	0,3	36	89	1	1,4

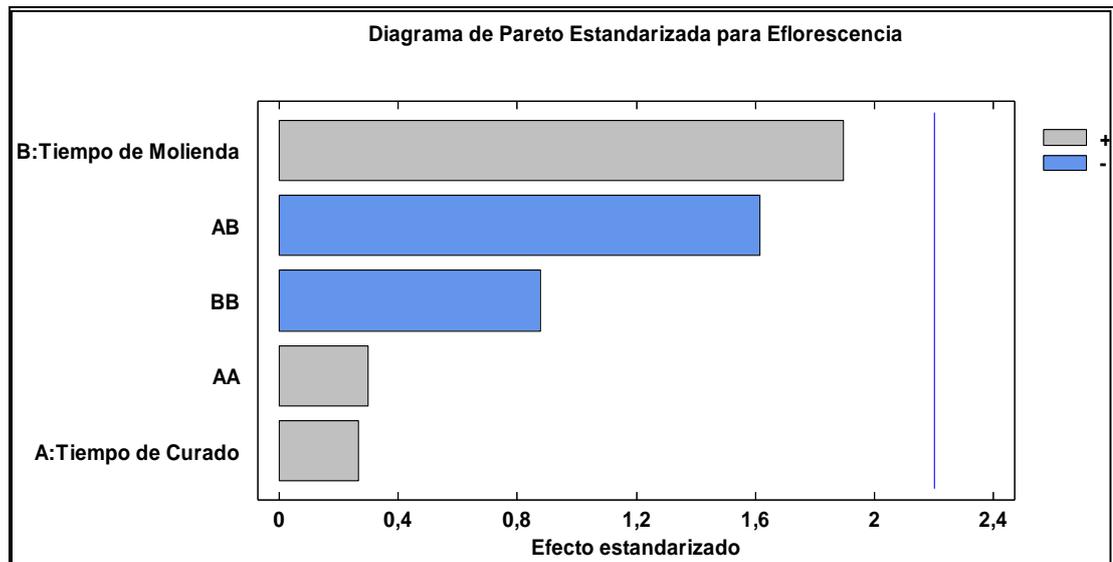


FIGURA 5.7 MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 50,3%.

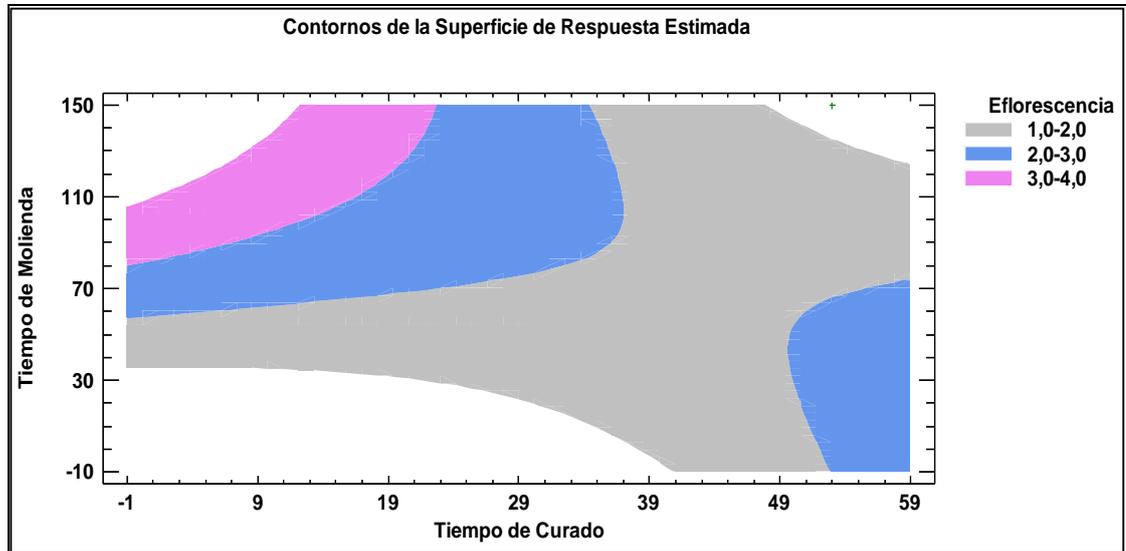


FIGURA 5.8 MUESTRA LOS CONTORNOS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 28 DÍAS.

Eflorescencia a los 55 días

TABLA 5.12

ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS

Efecto	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Tiempo de Curado	1	0,03	0,03	0,07	0,79
B:Tiempo de Molienda	1	1,36	1,36	3,60	0,08
AA	1	0,03	0,03	0,09	0,77
AB	1	0,99	0,99	2,61	0,13
BB	1	0,29	0,29	0,77	0,40
bloques	1	6,73	6,73	17,79	0,00
Error total	11	4,16	0,38		
Total (corr.)	17	12,94			

TABLA 5.13

VALORES OBSERVADOS Y PREDICHOS PARA EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS

Orden	W/B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	Eflorescencia Observada	Eflorescencia Predicho
1	0,2	36	89	4	3,6
2	0,2	36	89	4	3,6
3	0,2	48	132	2	2,9
4	0,2	24	132	4	4,4
5	0,2	24	45	3	3,1
6	0,2	36	89	4	3,6
7	0,2	36	89	4	3,6
8	0,2	36	89	4	3,6
9	0,2	48	45	3	3,6
10	0,3	36	89	2	2,4
11	0,3	36	89	2	2,4
12	0,3	36	150	3	2,3
13	0,3	19	89	3	2,9
14	0,3	36	89	2	2,4
15	0,3	36	27	2	1,8
16	0,3	36	89	2	2,4
17	0,3	53	89	3	2,2
18	0,3	36	89	2	2,4

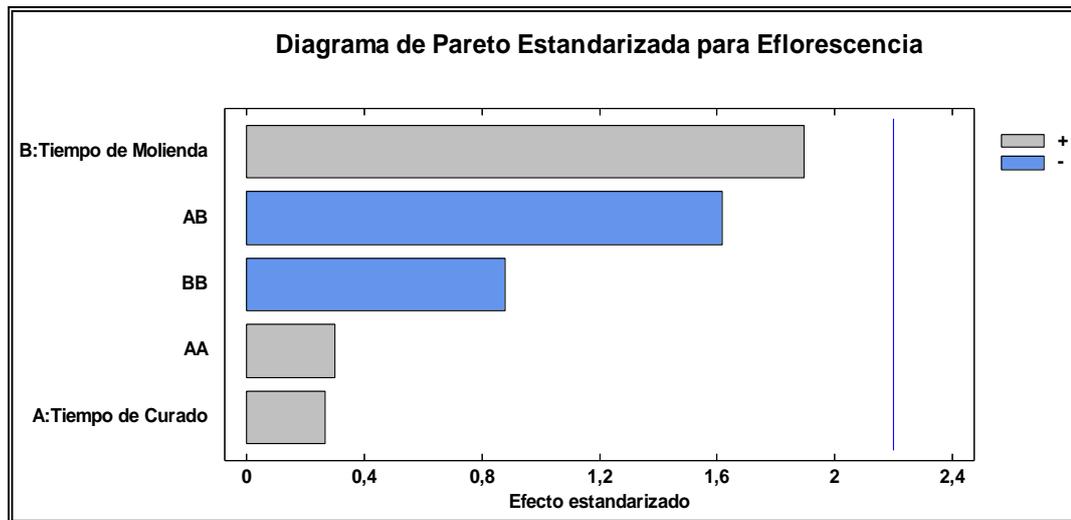


FIGURA 5.9 MUESTRA EL DIAGRAMA DE PARETO PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS CON UN R-CUADRADO AJUSTADO DE 50,3%.

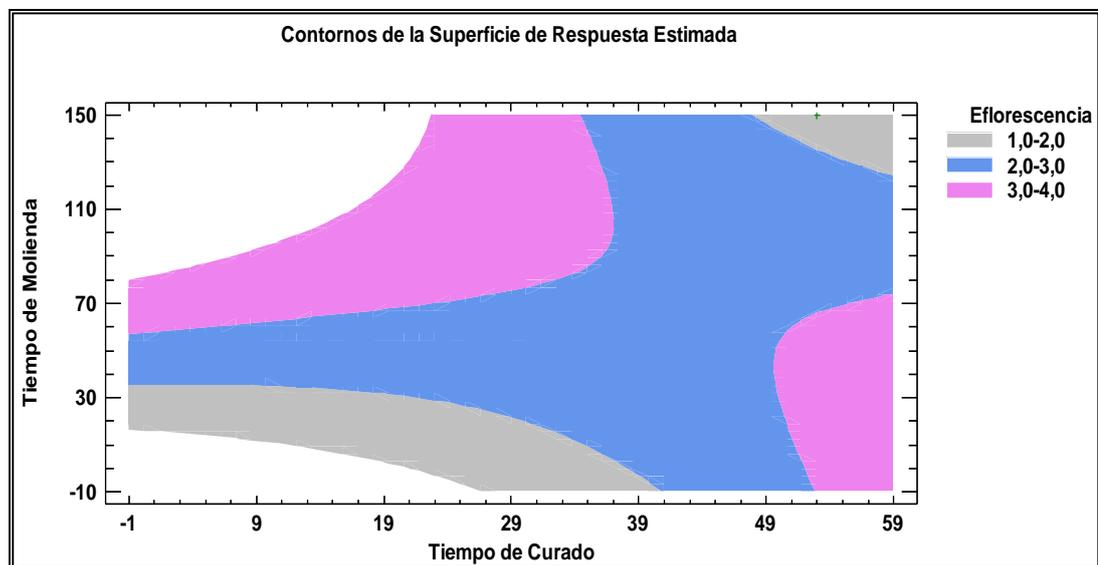


FIGURA 5.10 MUESTRA LOS CONTORNOS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LOS VALORES DE EFLORESCENCIA A LOS 55 DÍAS.

5.3. Interpretación de Resultados

Para la concierne interpretación de los resultados del análisis estadístico expuesto en el inciso 5.2, que fueron obtenidos empleando el software estadístico libre, se procede a analizar cada una de las variables de respuesta que se detallan a continuación:

Resistencia Mecánica a la Compresión (7-14-28 días)

Análisis de Varianza (ANOVA)

Las tablas 5.3, 5.5, 5.7 presentan el análisis ANOVA para $f_c 7$, $f_c 14$ y $f_c 28$ respectivamente, y según los valores **P** se rechaza o no la hipótesis **H₀**.

La tabla 5.3, muestra los efectos correspondientes para la variable de respuesta **$f_c 7$** . Como se puede apreciar en la tabla existe un valor menor a 0,05 lo que significa que se puede rechazar **H₀**. Se aprecia que de todos los valores presentes en la tabla el más significativo es el tiempo de molienda cuadrático que posee un valor P de 0,02 menor a 0,05 es decir el valor el cual influye más para un posible incremento en la

resistencia a la compresión a los 7 días. La interacción entre el tiempo de curado y el tiempo de molienda ($X_1 * X_2$), posee un valor P de 0,07 bastante cercano a 0,05 pero sin poseer influencia sobre la resistencia a la compresión. El resto de las interacciones no afectan a la resistencia. La tabla 5.14 nos muestra la interacción de los factores independientes que resulto la mayor resistencia mecánica para $f_c 7$.

TABLA 5.14
PUNTO ÓPTIMO PARA $f_c 7$

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tiempo de Curado	19	53	19
Tiempo de Molienda	27	150	150

La tabla 5.5, muestra los efectos correspondientes para la variable de respuesta **$f_c 14$** . Como se puede apreciar en la tabla existen dos valores menores a 0,05 lo que significa que se puede rechazar **H_0** . Se aprecia que de todos los valores presentes en la tabla el más significativo es el tiempo de molienda cuadrático que posee un valor P de 0,00 menor a 0,05 es decir el valor el cual influye más para un posible incremento en la resistencia a la compresión a los 14 días. El segundo factor con mayor influencia sobre un incremento en la resistencia a la compresión es el tiempo de molienda el cual posee un valor P de 0,00. El resto de las interacciones no tienen influencia sobre la resistencia, esto queda claro

observando el diagrama de Pareto figura 5.3. La tabla 5.15 nos muestra la interacción de los factores independientes que resulto la mayor resistencia mecánica para fc 14.

TABLA 5.15
PUNTO ÓPTIMO PARA fc 14

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tiempo de Curado	19	53	53
Tiempo de Molienda	27	150	150

La tabla 5.7, muestra los efectos correspondientes para la variable de respuesta **fc 28**. Como se puede apreciar en la tabla existen dos valores menores a 0,05 lo que significa que se puede rechazar **H₀**. Se aprecia que de todos los valores presentes en la tabla el más significativo es el tiempo de molienda cuadrático que posee un valor P de 0,00 menor a 0,05 es decir el valor el cual influye más para un posible incremento en la resistencia a la compresión a los 28 días. El segundo factor con mayor influencia sobre un incremento en la resistencia a la compresión es el tiempo de molienda el cual posee un valor P de 0,01. El resto de las interacciones tienen influencia sobre la resistencia, esto queda claro observando el diagrama de Pareto figura 5.5. La tabla 5.16 nos muestra la interacción de los factores independientes que resulto la mayor resistencia mecánica para fc 28.

TABLA 5.16
PUNTO ÓPTIMO PARA fc 28

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tiempo de Curado	19	53	19
Tiempo de Molienda	27	150	150

Con el análisis anterior se puede interpretar que el factor con mayor influencia en el incremento de la resistencia mecánica a la compresión para 7, 14 y 28 días es el tiempo de molienda cuadrático que determina el grado de amorfización de la escoria.

Función de respuesta Esperada

Con la ayuda del software estadístico libre se calcularon los parámetros del modelo matemático para el diseño de experimento, es decir los coeficientes de regresión lineal β_i , con intervalos de confianza del 95%. Los coeficientes serán reemplazados en el modelo y se obtendrá la función de respuesta esperada para fc 7, fc 14 y fc 28.

TABLA 5.17
FUNCIÓN DE RESPUESTA ESPERADA DE LA RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN PARA 7, 14 Y 28 DÍAS

$SQRT(fc\ 7) = 0,128053 + 0,0916935X_1 - 0,0012408X_2 - 0,0000709327X_1^2 - 0,000670678X_1X_2 + 0,000168037X_2^2$
$SQRT(fc\ 14) = 4,66592 + 0,0124094X_1 - 0,060474X_2 - 0,000157679X_1^2 - 0,000187764X_1X_2 + 0,000306788X_2^2$
$SQRT(fc\ 28) = 4,0351 + 0,0573079X_1 - 0,049075X_2 - 0,000465578X_1^2 - 0,00036336X_1X_2 + 0,000363807X_2^2$

Superficie de Respuesta

Las figuras 5.2, 5.4 y 5.6 muestran las superficies de respuesta par fc 7, fc 14 y fc 15 respectivamente obtenidas mediante el software estadístico libre empleando los datos obtenidos de la experimentación.

Para la superficie de respuesta de fc 7 se observa una forma de plano dobla en uno de sus lados, los valores de resistencia se encuentran entre 1,9 y 15,3 Mpa. Donde el tiempo de curado posee la mayor influencia para fc 7 como se puede ver en el diagrama de Pareto figura 5.1.

La superficie de respuesta para fc 14 se observa una forma de montura de caballo invertida, los valores de resistencia se encuentran entre 1,8 y 19,8 Mpa. Donde el tiempo de molienda es el factor independiente que afecta mayormente a la resistencia a la compresión.

La superficie de respuesta para fc 28 tiene una forma de montura de caballo invertida con mayor flexión que la de 14 días, los valores de resistencia se encuentran 4,4 y 19,1 Mpa. Donde igualmente el tiempo de molienda es el factor de mayor influencia para la resistencia a la compresión.

Comparación de la Resistencia a la Compresión según la Relación agua-sólido (W/B)

En la figura 5.11 podemos ver los valores de resistencia mecánica a la compresión para cada una de las mezclas y para 7, 14 y 28 días con la relación agua-sólido de 0,2. Fácilmente se aprecia en la mayoría que la resistencia va aumentando conforme pasan los días, obteniendo la mayor resistencia a los 28 días como era de esperarse. Con excepción de la mezcla de 48 horas de curado y 132 minutos de molienda que alcanzo la mayor resistencia a los 14 días, el resto se comporta según lo esperado.

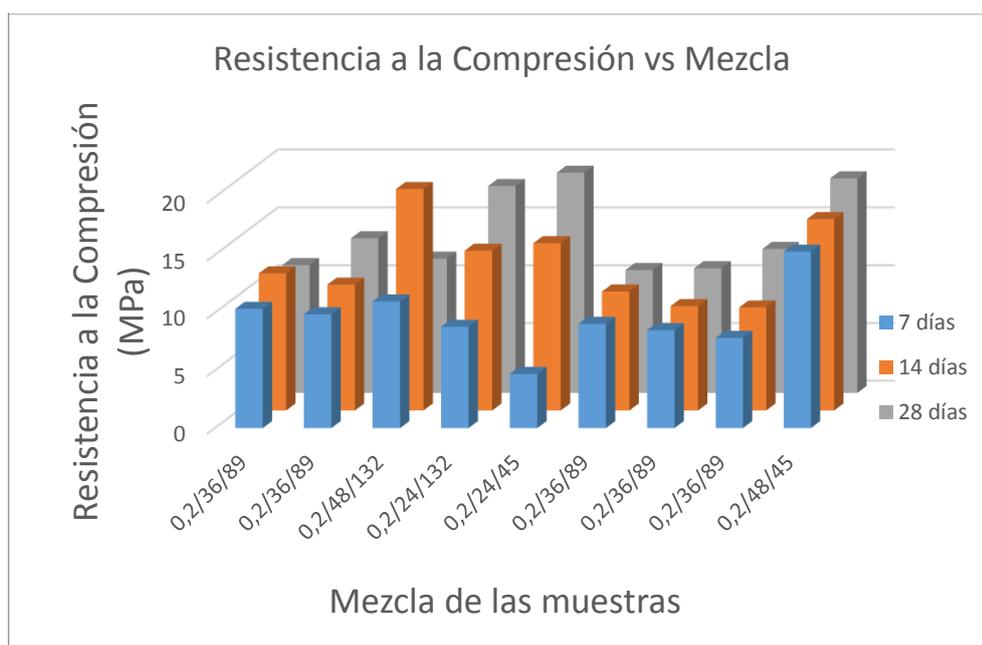


FIGURA 5.11 MUESTRA LA COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE COMPRESIÓN ENTRE LOS MORTEROS A LOS 7, 14 Y 28 DÍAS CON LA RELACIÓN AGUA/SOLIDO (W/B) DE 0,2.

En la figura 5.12 se aprecian los valores de resistencia mecánica a la compresión para cada una de las mezclas y para 7, 14 y 28 días con la relación agua-sólido de 0,3. Se aprecia en la mayoría que la resistencia va aumentando conforme pasan los días, obteniendo la mayor resistencia a los 28 días como era de esperarse. La mezcla con mayor resistencia mecánica fue la de 36 horas de curado y 150 min de molienda a los 28 días. Pero en general los valores de resistencia para todas las mezclas son menores a los valores de resistencia de las mezclas con una relación agua-sólido de 0,2. Se confirma que a menores relaciones agua-sólido se obtienen mayores resistencias.

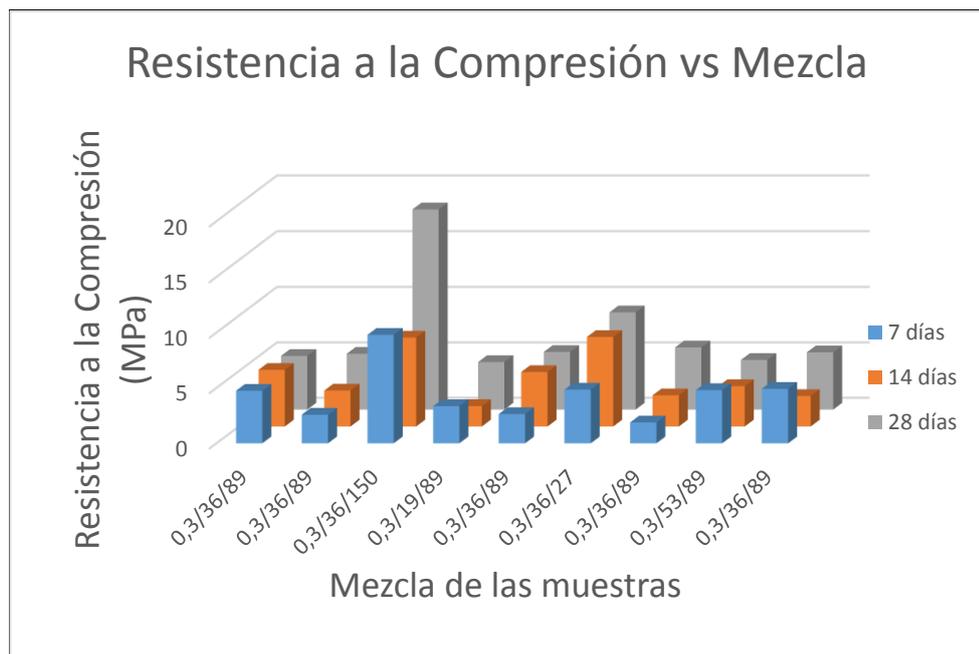


FIGURA 5.12 MUESTRA LA COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE COMPRESIÓN ENTRE LOS MORTEROS A LOS 7, 14 Y 28 DÍAS CON LA RELACIÓN AGUA/SOLIDO (W/B) DE 0,3.

Eflorescencia (28 y 55 días)

En la tabla 5.10 se muestra el análisis estadístico de varianza para los valores de eflorescencia a los 28 días, como se aprecia en la tabla todos los valores P son mayores a 0,05 por lo cual no se puede rechazar las hipótesis **H₀**. Esto queda evidenciado en el diagrama de Pareto en el figura 5.7 con un R-cuadrado de 50,3% lo que indica que el modelo no ajusta para esta variable de respuesta. En la figura 5.8 se muestran los contornos de la superficie de respuesta, donde se pueden apreciar que la mayoría de los valores de eflorescencia para los morteros a los 28 días se encuentran entre 1 y 2 lo que corresponde a nada y baja eflorescencia.

En la tabla 5.12 se muestra el análisis estadístico de varianza para los valores de eflorescencia a los 55 días, como se aprecia en la tabla todos los valores P son mayores a 0,05 por lo cual no se puede rechazar las hipótesis **H₀**. Esto queda evidenciado en el diagrama de Pareto en el figura 5.9 con un R-cuadrado de 50,3% lo que indica que el modelo no ajusta para esta variable de respuesta. En la figura 5.10 se muestran los contornos de la superficie de respuesta, donde se pueden apreciar que la mayoría de los valores de eflorescencia para los morteros a los 55 días se encuentran entre 2 y 3 lo que corresponde a nada y baja eflorescencia,

así mismo se presentan morteros con un mayor valor de eflorescencia de 4 que corresponde a una alta eflorescencia según los resultados.



FIGURA 5.13 MUESTRA EL MORTERO DE LA MEZCLA DE 36 HORAS DE CURADO CON 89 MINUTOS DE MOLIENDA Y UNA RELACIÓN AGUA-SÓLIDO DE 0,2 EL CUAL PRESENTA EL MAYOR VALOR DE EFLORESCENCIA DE LOS MORTEROS A LOS 55 DÍAS.

FTIR

En el espectrograma de la mezcla 0,3/36/27 que se muestra en la figura 5.14, podemos observar picos que son característicos de la escoria de alto horno. De igual manera, se observan los picos que pueden disminuir o incrementar como producto de la activación alcalina, lo cual depende de cada activador usado en la formación del geopolímero.

En la figura 5.15 podemos observar un pico en $458,96\text{ cm}^{-1}$, el cual representa al enlace de O-Si-O. Los picos en $510,47$, $527,84$ y $972,35\text{ cm}^{-1}$ implican la presencia de sorosilicato $(\text{Si}_2\text{O}_7)^{-6}$, el pico en $676,17\text{ cm}^{-1}$ se relaciona con el enlace Si-O-Al, el pico que se observa en $1411,58\text{ cm}^{-1}$ implica grupos de carbonatos $(\text{CO}_3)^{2-}$, el pico de $1645,13\text{ cm}^{-1}$ indica la presencia de agua y el pico de $3432,61\text{ cm}^{-1}$ nos indican la presencia de O-H.

En la figura 5.14 podemos observar que el pico que representa a los grupos de carbonatos que es en la longitud de onda $1411,58\text{ cm}^{-1}$ va incrementando conforme aumentan los días de fraguado y la longitud de onda del agua que es en $1645,13\text{ cm}^{-1}$ en cambio va decreciendo.

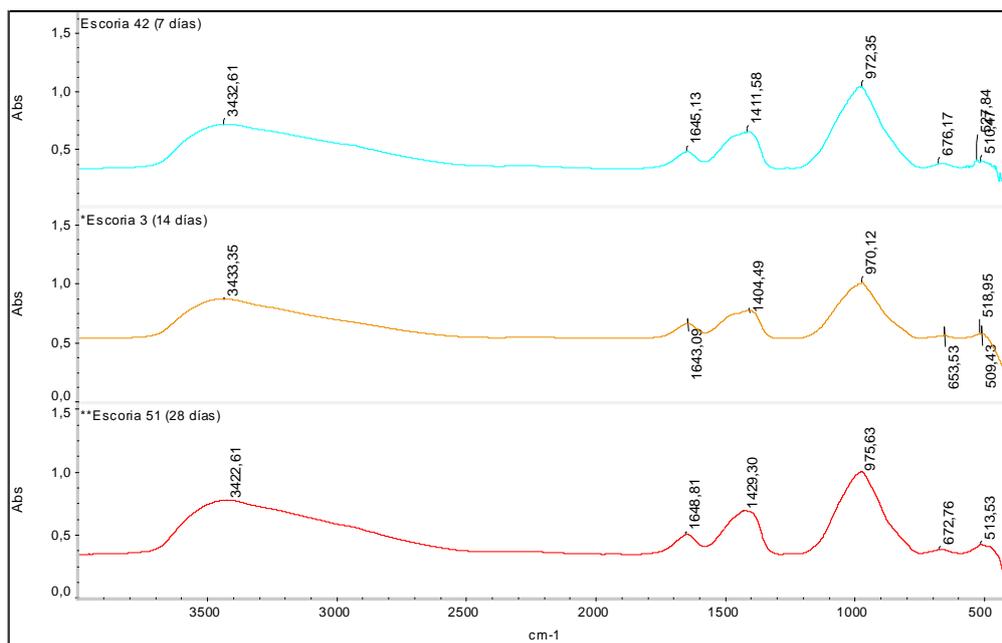


FIGURA 5.14 Resultado del Ensayo del FTIR de la mezcla 0,3/36/27 a 7, 14 y 28 días.

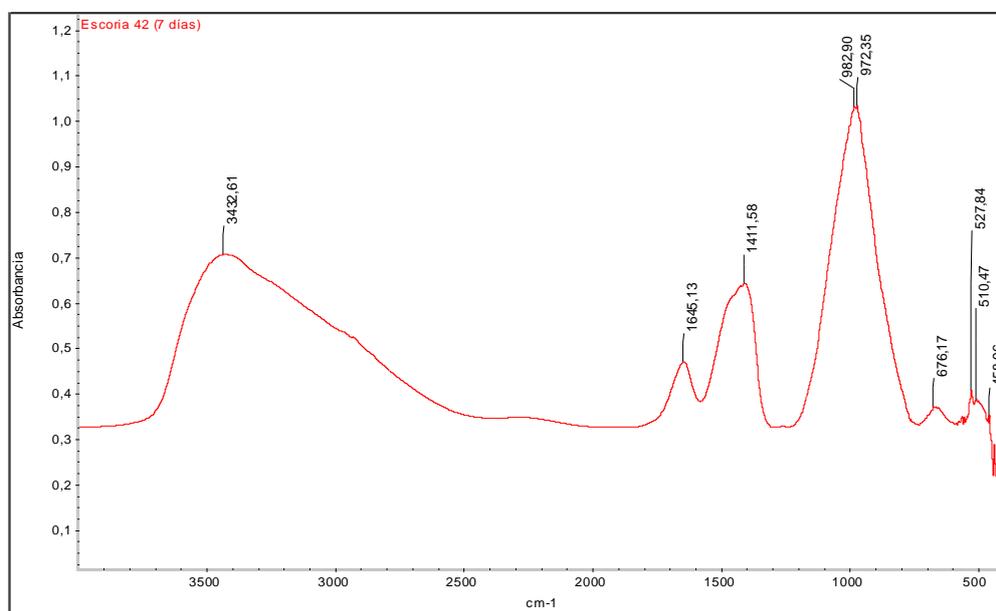


FIGURA 5.15 Ensayo FTIR de la mezcla 0,3/36/27 a 7 días

SEM – EDS

Este ensayo se lo realizó a tres muestras aleatorias 10 (mezcla 0,3/36/150), 17 (mezcla 0,3/19/89) y 38 (mezcla 0,2/36/89), las cuales se las puede observar en las **figuras 5.16, 5.17 y 5.18**, y de donde podemos deducir que por lo compactas que se ven las microscopías de barrido de las 3 muestras, las microestructuras muestran gran porcentaje de formación de fase amorfa C-S-H.

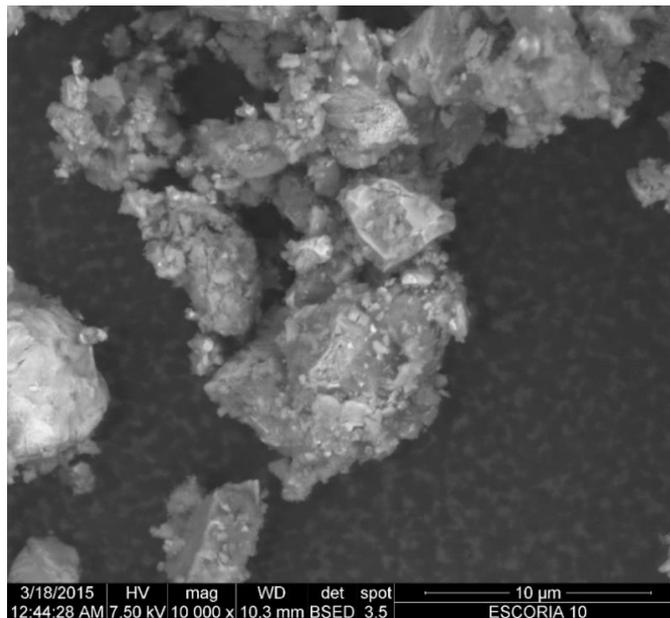


FIGURA 5.16 MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 10 A 10000X

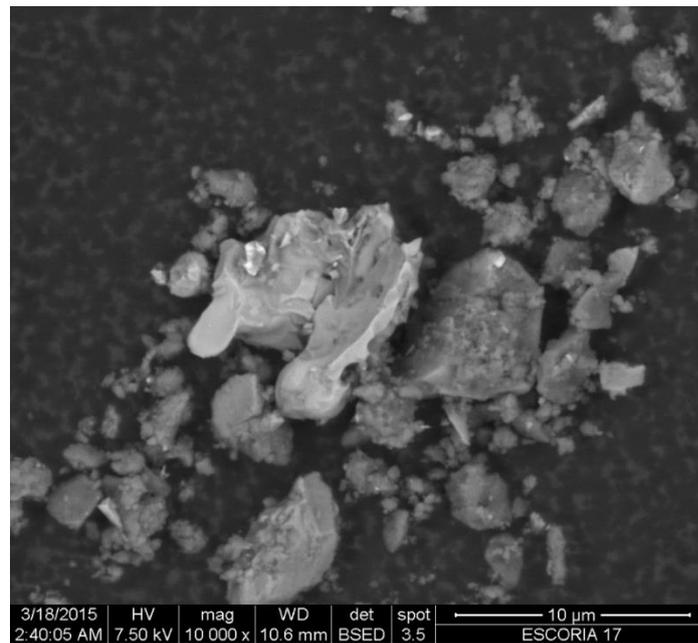


FIGURA 5.17 MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 17 A 10000X

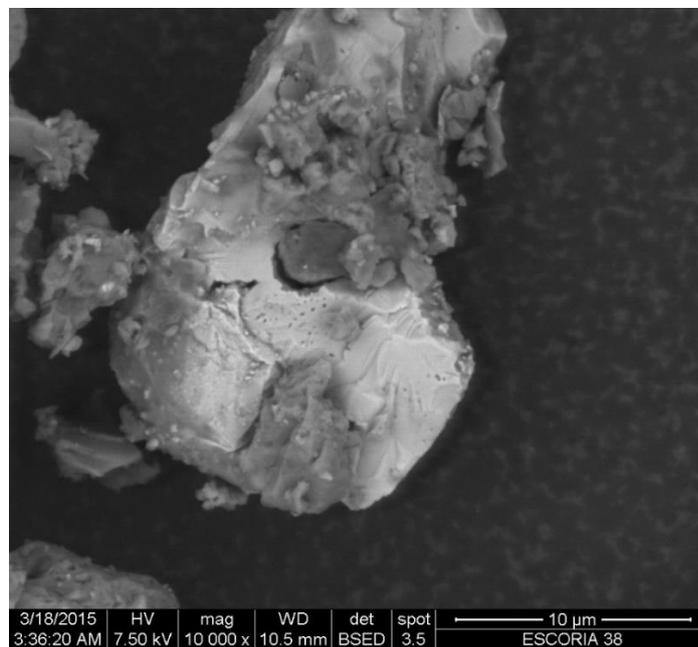


FIGURA 5.18 MICROSCOPIA DE LA MUESTRA 38 A 10000X

XRD

En la figura 5.19 se puede observar la identificación de los picos del difractograma de la escoria de alto horno sin activar alcalinamente, cada pico principal representa una fase presente en el material. Los elementos presentes en la escoria se detallan en la tabla 5.18.

TABLA 5.18

FASES MINERALÓGICAS PRESENTES EN LA ESCORIA DE ALTO HORNO

Tipo de Mineral	Formula
Cincita	ZnO
Hardistonita	Ca ₂ ZnSi ₂ O ₇
Larnita	Ca ₂ SiO ₄
Gelenita	Ca ₂ Al(SiAl)O ₇

La zincita no es una fase propia de la escoria de alto horno sino que se la incluye durante el ensayo para poder comparar el difractograma con la base de la zincita.

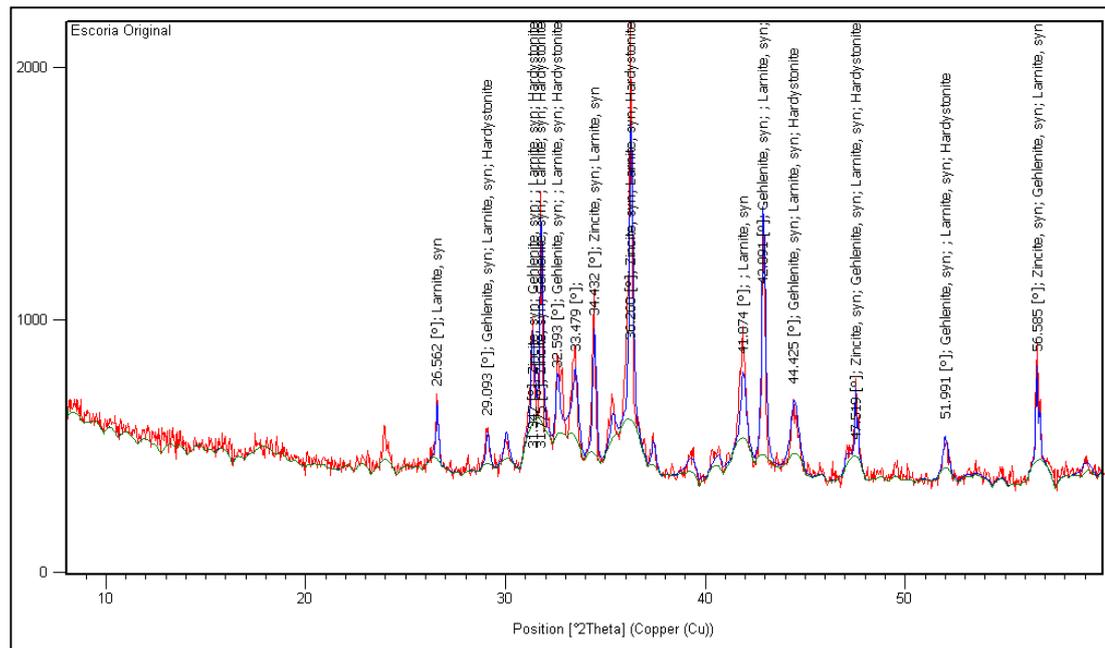


FIGURA 5.19 MUESTRA EL DIFRACTOGRAMA DE LA ESCORIA DE ALTO HORNO ANTES DE SER ACTIVADA ALCALINAMENTE CON LA IDENTIFICACIÓN DE SUS FASES EN TODOS LOS PICOS PRESENTES DESDE 0-60°.

Luego de la activación alcalina de la escoria algunas estas fases cambian para dar lugar a unas nuevas producto de la síntesis.

Como se puede apreciar en la figura 5.20 aparecen nuevas faces después de la activación de la escoria estas nuevas fases aparecen producto de la reacción de geopolimerización. La fase que siempre aparece en todas las muestras sin importar la mezcla o si es de 7, 14 o 28 días es la Gelenita. Las nuevas fases que se presentan son silicato

de calcio hidratado, níquel niobio arsénico, óxido de hierro calcio, óxido de titanio hidratado. Estas fases aparecen todas juntas o parcialmente según cuál sea la mezcla.

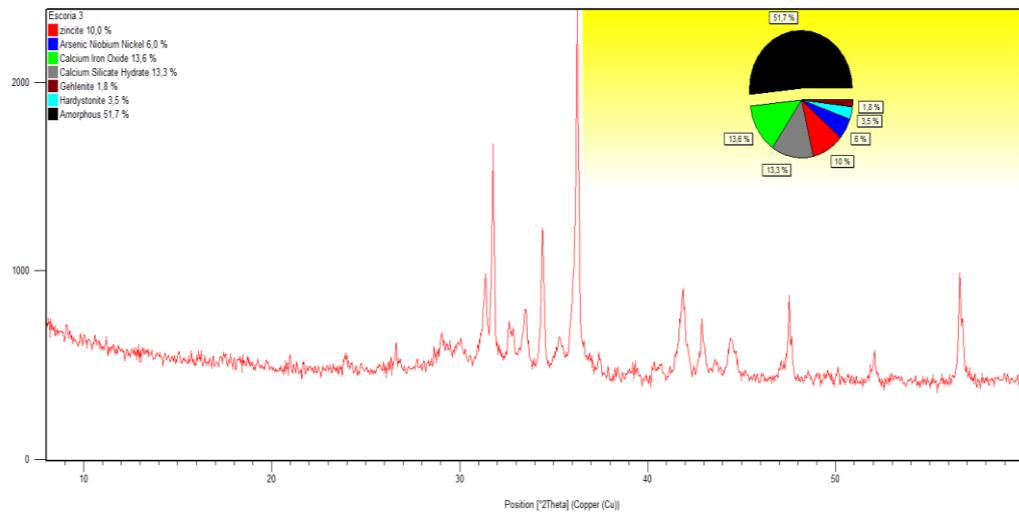


FIGURA 5.20 MUESTRA EL DIFRACTOGRAMA Y SU CUANTIFICACIÓN DE LA MEZCLA DE 36 HORAS DE CURADO, 27 MINUTOS DE MOLIENDA Y 0,3 DE RELACIÓN AGUA-SÓLIDO.

Observando los difractogramas de las mezclas se puede apreciar que la intensidad de los picos aumenta conforme aumenta lo días, esto se debe a que la reacción continua y la estructura cristalina se desordena luego se reagrupa de manera desordenada.

5.4. Comprobación de las asunciones de Fisher y de bondad de ajuste del modelo

Resistencia a la Compresión (7, 14 y 29 días)

En la figura 5.21 se muestra los gráficos de bondad de ajuste para los valores de resistencia a los 7, 14 y 28 días respectivamente. Considerando las asunciones de Fisher que nos dice que los valores en un gráfico de bondad de ajuste deben estar distribuidos de tal manera que formen un ovalo. Tomando lo anterior podemos ver que los valores de resistencia en la figura 5.21 se encuentran distribuidos a lo largo y ancho de la línea base del gráfico, esto determina que el modelo que empleamos ajusta bien para cada una de las variables de respuesta, a pesar de que no formen un ovalo debido a que son pocos datos.

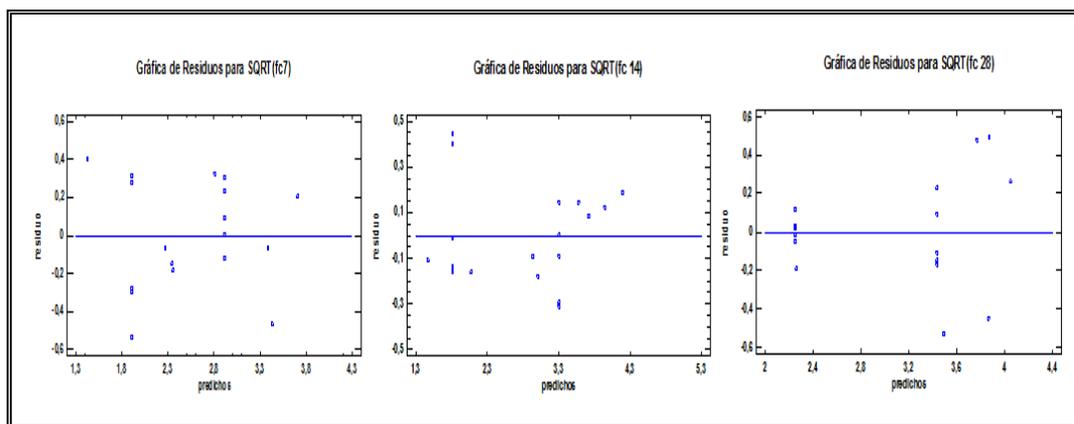


FIGURA 5.21 MUESTRA LOS GRÁFICOS DE BONDAD DE AJUSTE PARA FC 7, FC 14 Y FC 28.

Eflorescencia (28 y 55 días)

En la figura 5.22 nos muestra los gráficos de bondad de ajuste para los valores de eflorescencia a los 28 y 55 días. Se nota fácilmente que los valores se encuentran distribuidos a lo largo y ancho de la línea base del gráfico, siendo así el modelo empleado ajusta correctamente a las variables de respuestas seleccionadas.

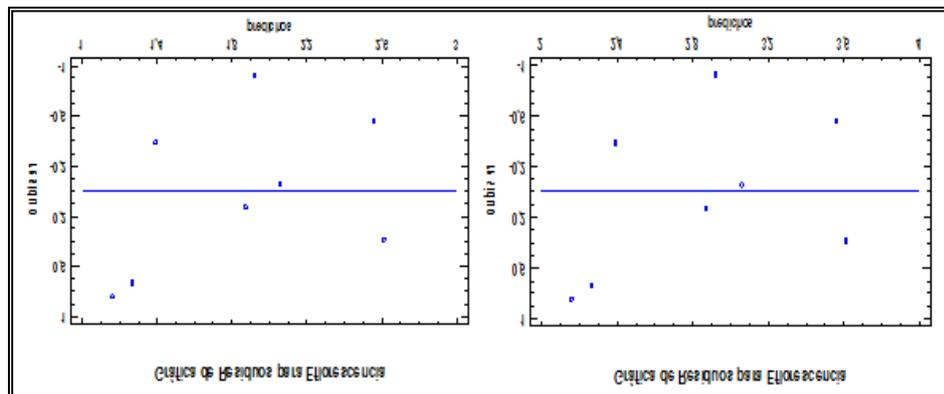


FIGURA 5.22 MUESTRA LAS GRAFICAS DE BONDAD DE AJUSTE PARA EFLORESCENCIA A LOS 28 Y 55 DÍAS.

Capítulo 6

6. Conclusiones y Recomendaciones

6.1. Conclusiones

- Se concluyó que la síntesis de los geopolímeros formados a partir de escoria de alto horno y activados alcalinamente alcanzaron valores de resistencia a la compresión de 15 Mpa.
- Se determinó que la reducción del tamaño de partícula a diferentes tiempos de molienda fue el factor más influyente sobre un incremento en la resistencia a la compresión, que el tiempo de curado para los niveles empleados en el experimento.
- Se obtuvieron mínima presencia de eflorescencia en cada una de las mezclas, mediante el análisis ANOVA se concluye que el tiempo de curado y el tiempo de molienda no son factores influyentes para la aparición de eflorescencia.

- De los resultados obtenidos del ensayo de resistencia a la compresión se concluye que con menor relación agua-sólido (W/B) la resistencia a la compresión es mayor.

6.2. Recomendaciones

- Para obtener mejores resultados para la resistencia a la compresión de los morteros, emplear un mezclador con mayor potencia logrando unas mezclas más uniformes en especial las mezclas con tiempos de molienda de más de 90 min.
- Durante el conformado de cubos de mortero, asegurarse de sacar en lo posible el máximo de burbujas, ya que si quedan atrapadas burbujas al momento de realizar el ensayo de compresión a los morteros, estos se convierten en concentradores de esfuerzos y la resistencia bajaría considerablemente.
- Durante la realización de los ensayos hacer limpieza de los equipos y accesorios para evitar contaminaciones entre muestras y posibles resultados erróneos.
- Durante el ensayo de densidad el tamaño de la muestra debe ser similar y pequeña para todas las mezclas para evitar que la balanza demore en estabilizar y registrar el peso de la muestra bajo el agua cuando esta es muy porosa.

- Las muestras que se preparan para el FTIR no se los deben exponer a un ambiente húmedo porque el bromuro de potasio capta rápidamente la humedad provocando malas lecturas, por eso una vez preparada la muestra (pastilla) se debe realizar el ensayo lo más rápido posible.
- En el análisis cuantitativo del XRD se debe escoger un modelo que asemeje a la curva del difractograma con un goodness of fit menor a 5 (5% de error).

APÉNDICES

APÉNDICE A

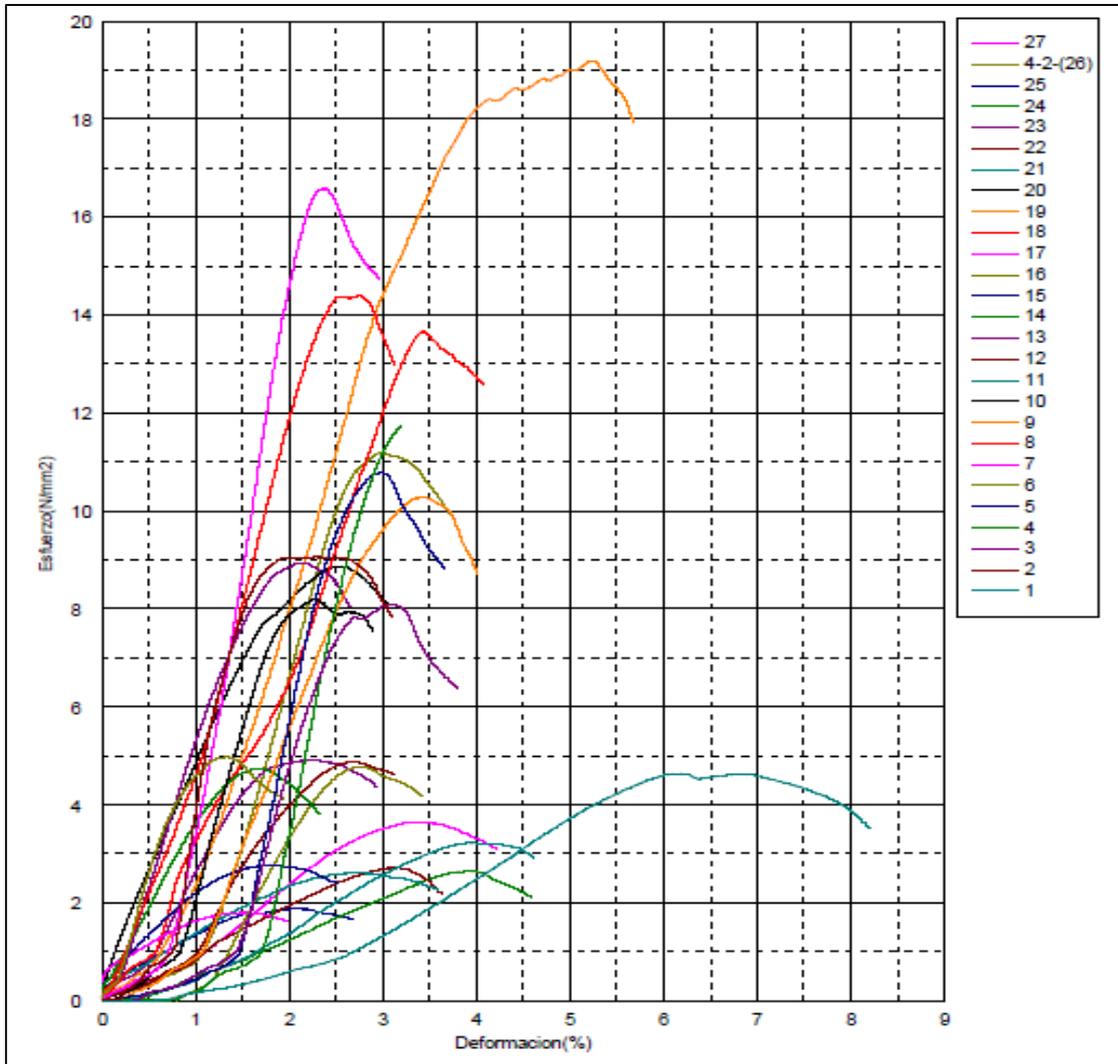


FIGURA A.1 CURVAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE LAS MUESTRAS 1 A LA 27

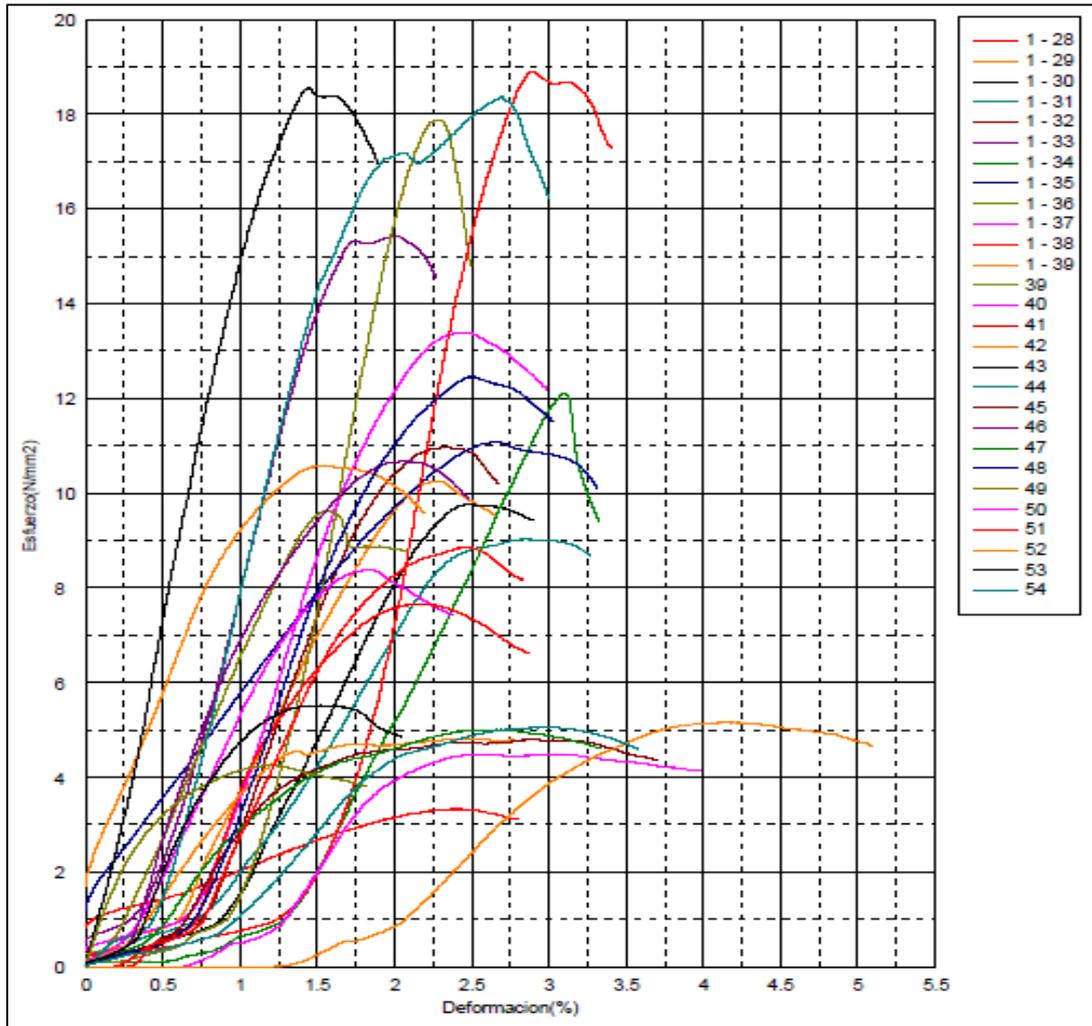


FIGURA A.2 CURVAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE LAS MUESTRAS 28 A LA 54

TABLA A.1

TABLA DE RESULTADOS DE ENSAYOS A MORTEROS DE CEMENTO PORTLAND

Identificación del mortero	Aire atrapado estimado, %	Densidad mortero fresco, kg/m ³	Consistencia, mm	Resistencia flexotracción, MPa	Resistencia compresión, MPa
I42,5-0,50-00	1,4	2270	211	7,7	45,8
I42,5-0,50-10	4,6	1790	186	4,1	20,7
I42,5-0,50-15	4,1	1610	173	4,0	19,1
I42,5-0,50-18	8,8	1430	173	-	18,9
I42,5-0,58-20	8,9	1370	170	2,5	14,1
I42,5-0,70-00	5,1	2170	140	-	25,2
I42,5-0,70-10	2,8	1820	196	-	13,8
I42,5-0,70-15	2,8	1640	178	3,0	13,1
I42,5-0,70-20	7,3	1420	170	-	12,3
I42,5-1,00-00	5,3	2150	141	2,7	11,3
I42,5-1,00-10	3,2	1810	194	2,4	8,9
I42,5-0,90-15	2,5	1640	184	2,6	9,1
I42,5-1,00-20	7,6	1400	175	2,2	7,6
I52,5-0,50-00	1,8	2260	178	7,1	50,0
I52,5-0,50-10	4,7	1740	196	3,4	27,7
I52,5-0,50-15	7,4	1490	179	2,5	27,7
I52,5-0,70-00	2,8	2220	160	-	35,2
I52,5-0,70-10	3,4	1780	196	-	18,9
I52,5-0,70-15	2,6	1610	178	2,2	15,7
I52,5-0,70-20	7,4	1380	171	-	14,6
I52,5-0,64-20	7,8	1370	172	2,2	16,8
I52,5-1,00-00	3,0	2200	153	3,5	15,9
I52,5-1,00-10	1,6	1840	188	2,7	11,6
I52,5-0,90-15	2,3	1620	178	2,5	11,7
I52,5-1,00-20	5,7	1410	186	1,5	9,5

TABLA A.2

TABLA DE MEZCLAS DE CADA MORTERO DEL GEOPOLÍMERO A BASE DE ESCORIA CON SU RESPECTIVA NUMERACIÓN Y A DIFERENTES TIEMPOS DE FRAGUADO

W-B	Tiempo de curado (H)	Tiempo de molienda (min)	7dias	14 dias	28dias
0,2	36	89	28	4	34
0,2	36	89	29	5	36
0,2	48	132	31	19	33
0,2	24	132	2	18	35
0,2	24	45	1	8	37
0,2	36	89	30	9	38
0,2	36	89	40	13	46
0,2	36	89	41	20	48
0,2	48	45	32	7	43
0,3	36	89	14	6	45
0,3	36	89	21	11	47
0,3	36	150	39	10	44
0,3	19	89	27	17	49
0,3	36	89	24	12	52
0,3	36	27	42	3	51
0,3	36	89	25	15	53
0,3	53	89	16	26	50
0,3	36	89	23	22	54



FIGURA A.3 EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/36/89 NIVEL 4



FIGURA A.4 EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 NIVEL 3



FIGURA A.5 EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,2/24/132 NIVEL 2



FIGURA A.6 EFLORESCENCIA DE LA MEZCLA 0,3/36/89 NIVEL 1

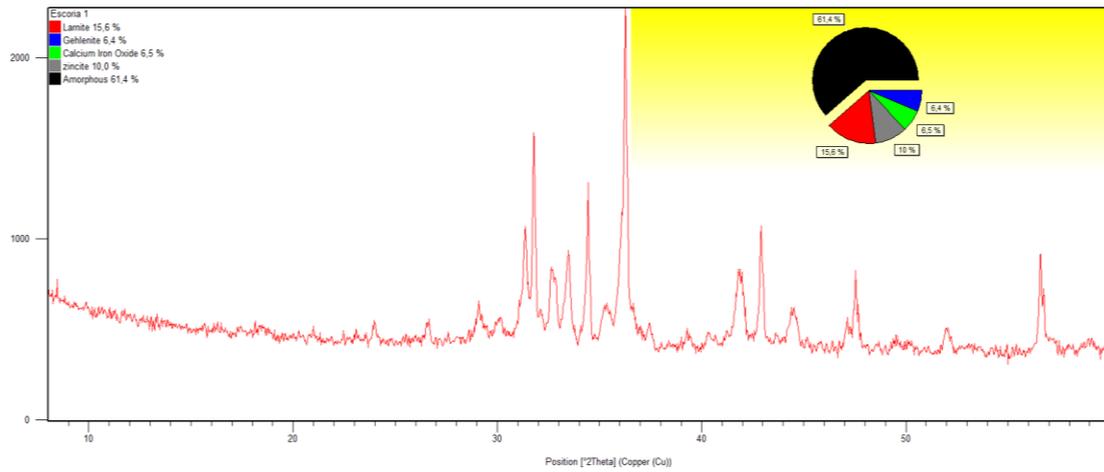


FIGURA A.7 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 A LOS 7 DÍAS

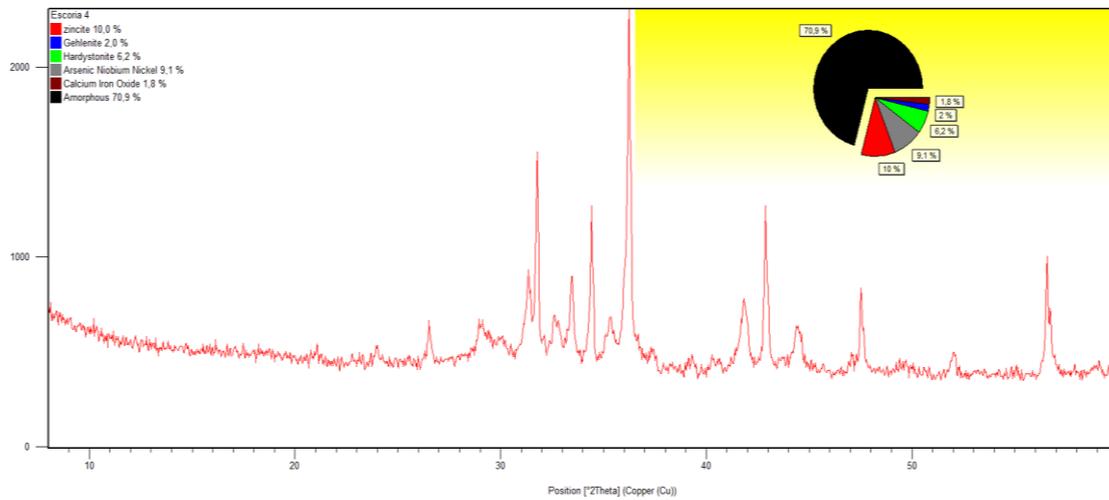


FIGURA A.8 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 14 DÍAS

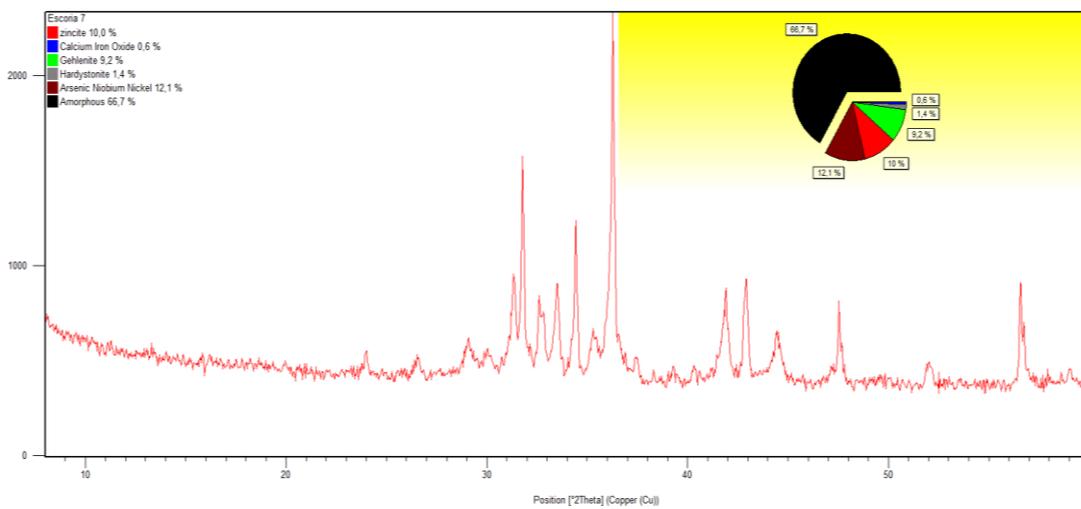


FIGURA A.9 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 14 DÍAS

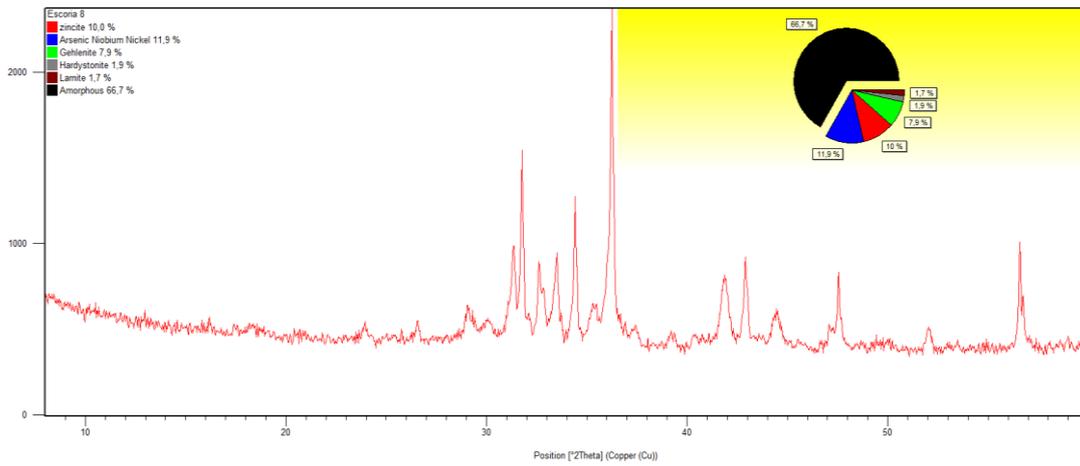


FIGURA A. 10 IFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/45 A LOS 14 DÍAS

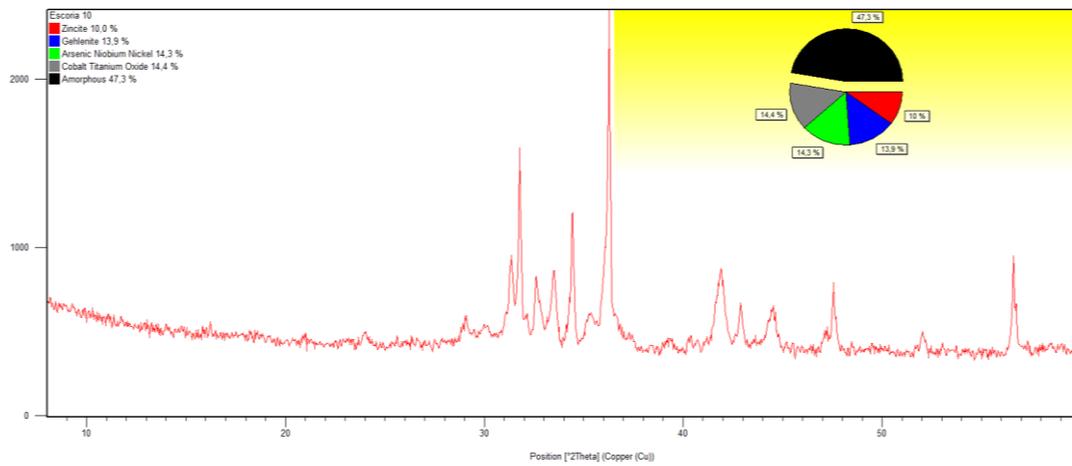


FIGURA A.11 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS

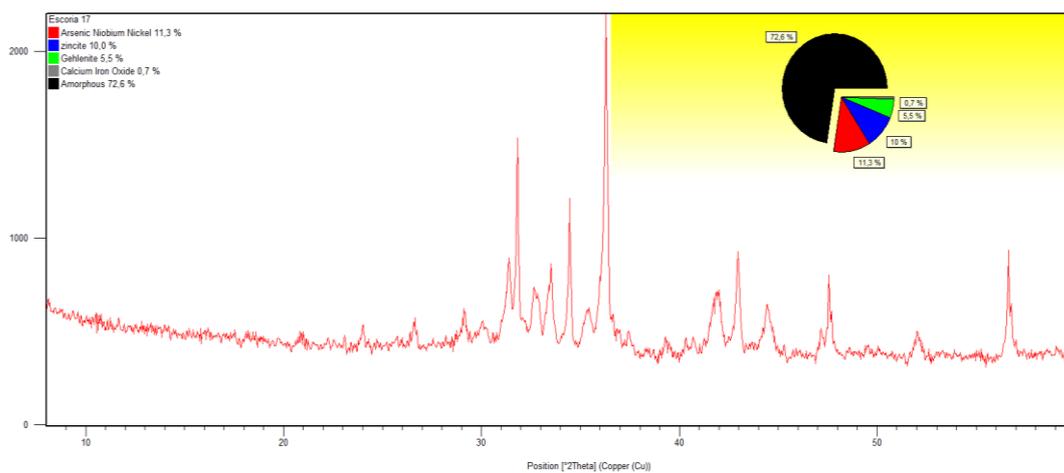


FIGURA A.12 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS

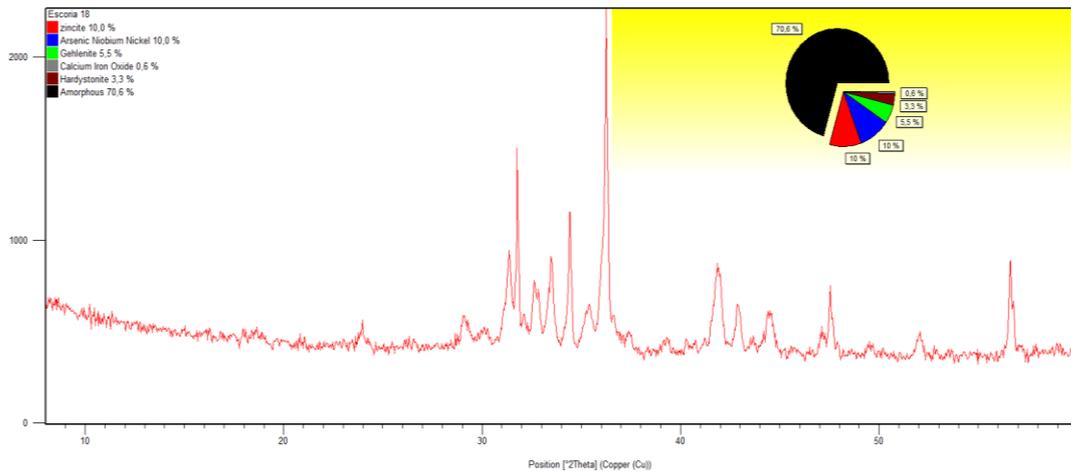


FIGURA A.13 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/132 A LOS 14 DÍAS

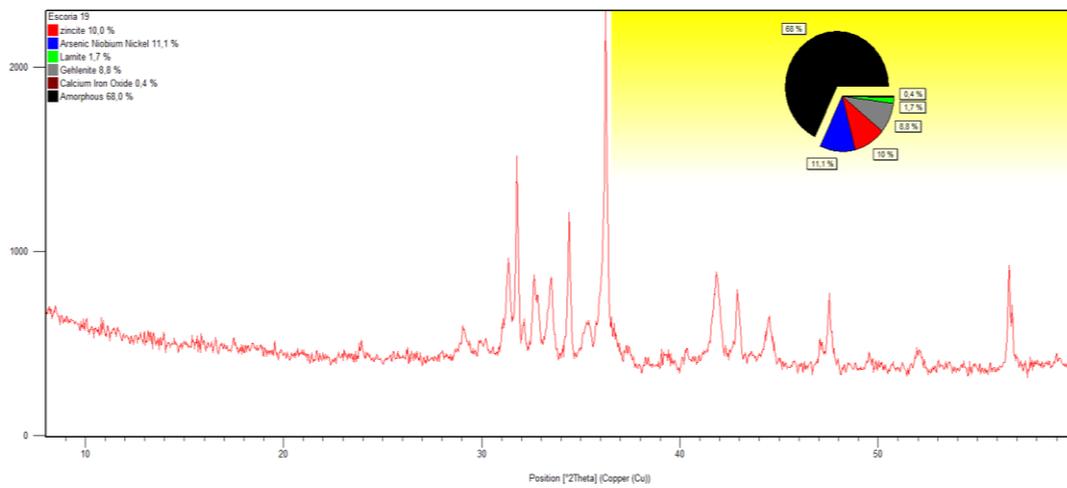


FIGURA A.14 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 14 DÍAS

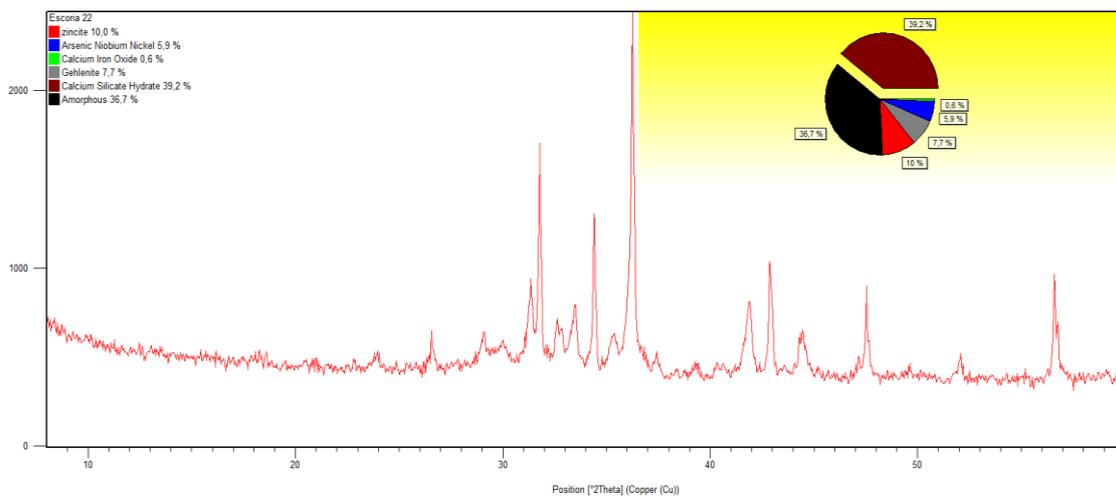


FIGURA A.15 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 14 DÍAS

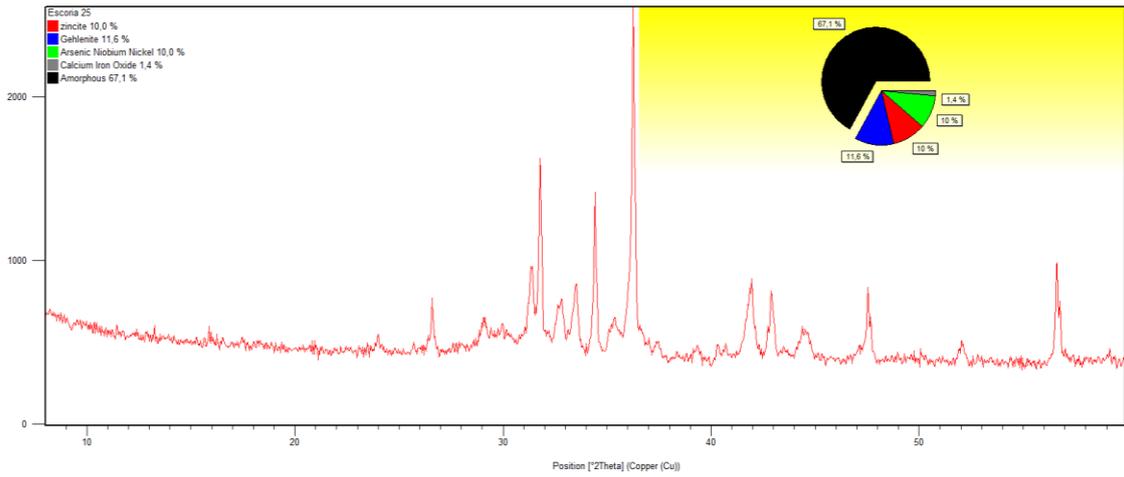


FIGURA A.16 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 7 DÍAS

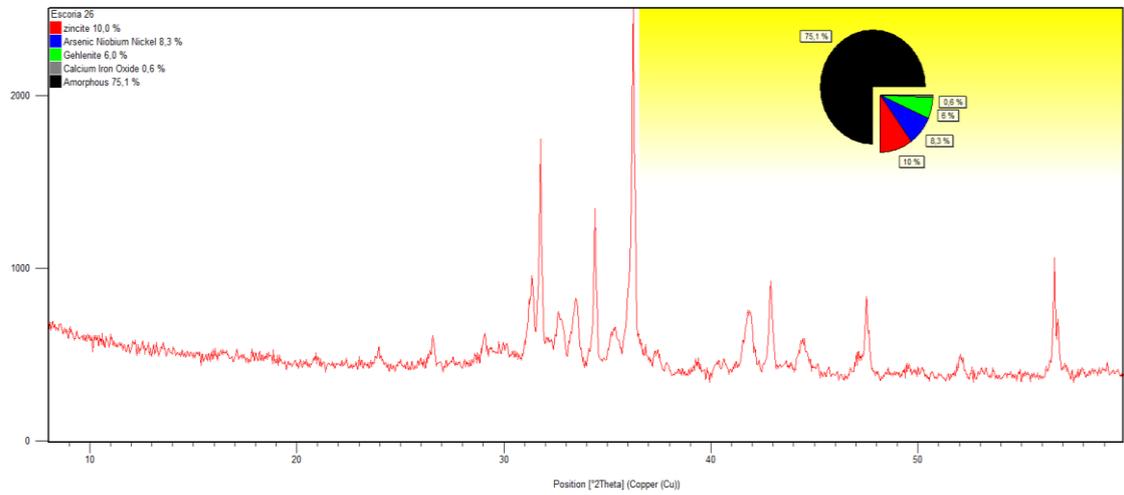


FIGURA A.17 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/53/89 A LOS 14 DÍAS

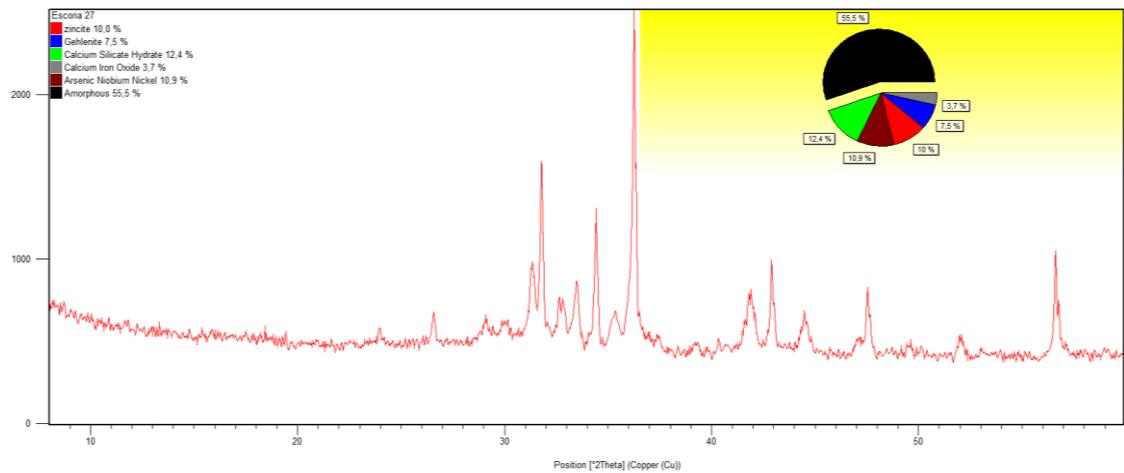


FIGURA A.18 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 7 DÍAS

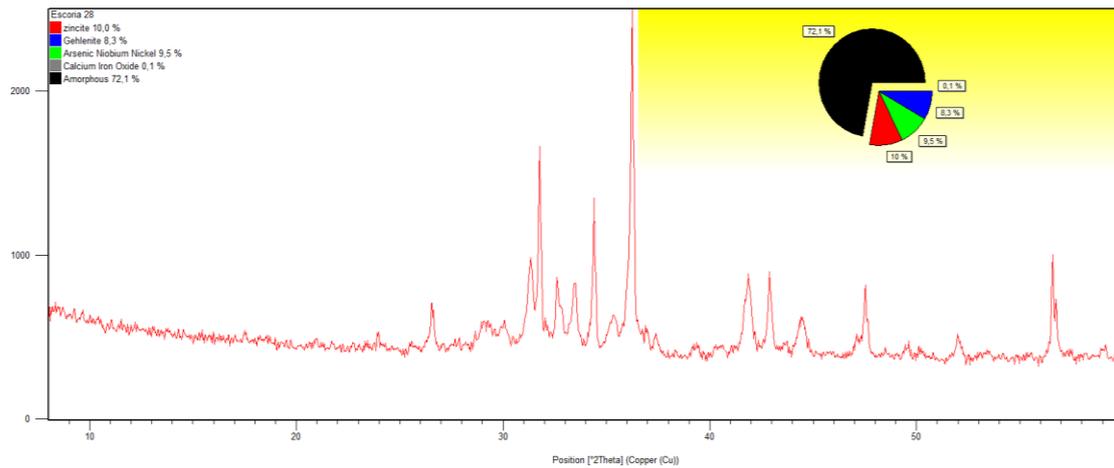


FIGURA A.19 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 7 DÍAS

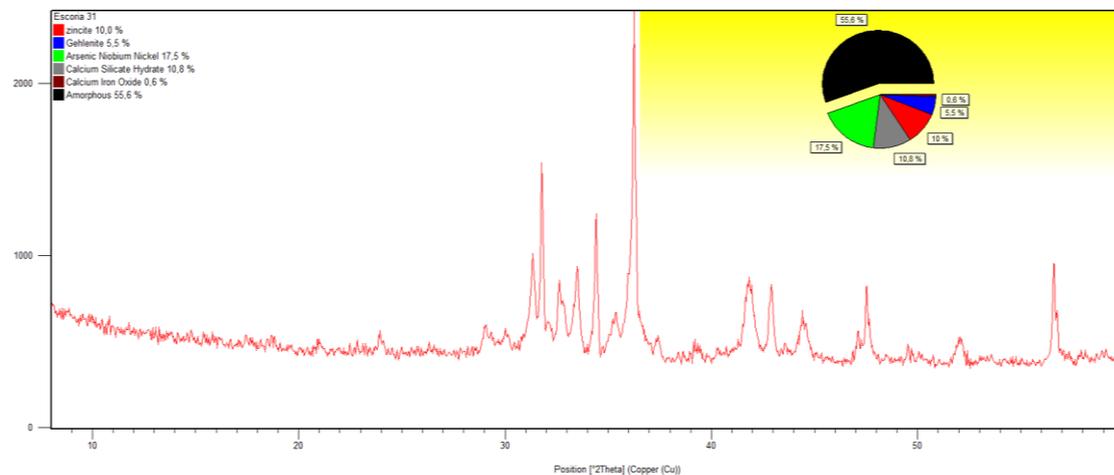


FIGURA A.20 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 7 DÍAS

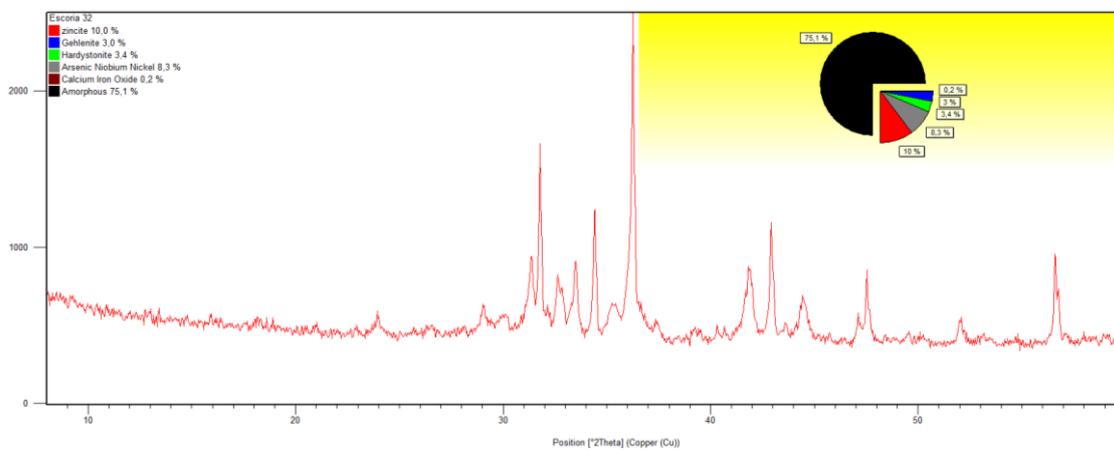


FIGURA A.21 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 7 DÍAS

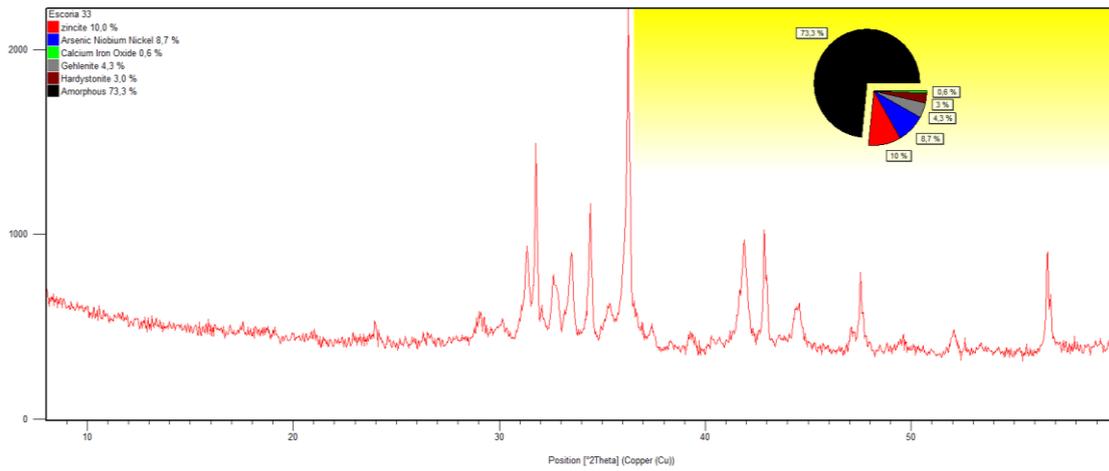


FIGURA A.22 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/132 A LOS 28 DÍAS

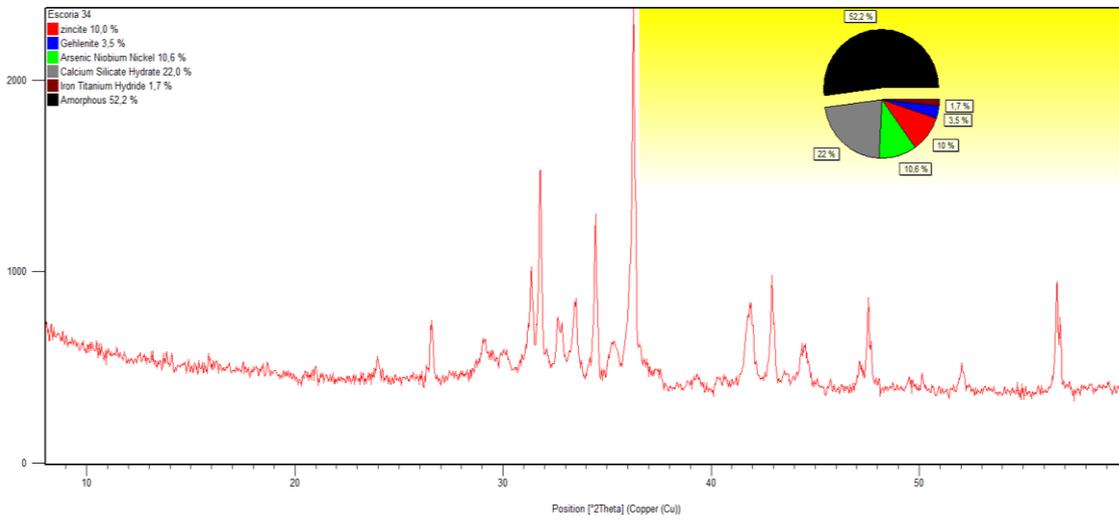


FIGURA A.23 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS

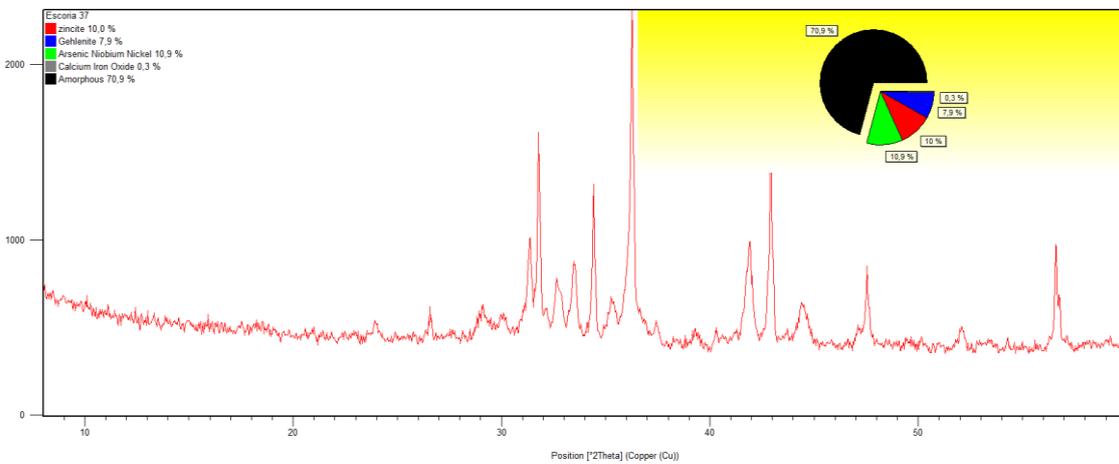


FIGURA A.24 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/24/45 A LOS 28 DÍAS

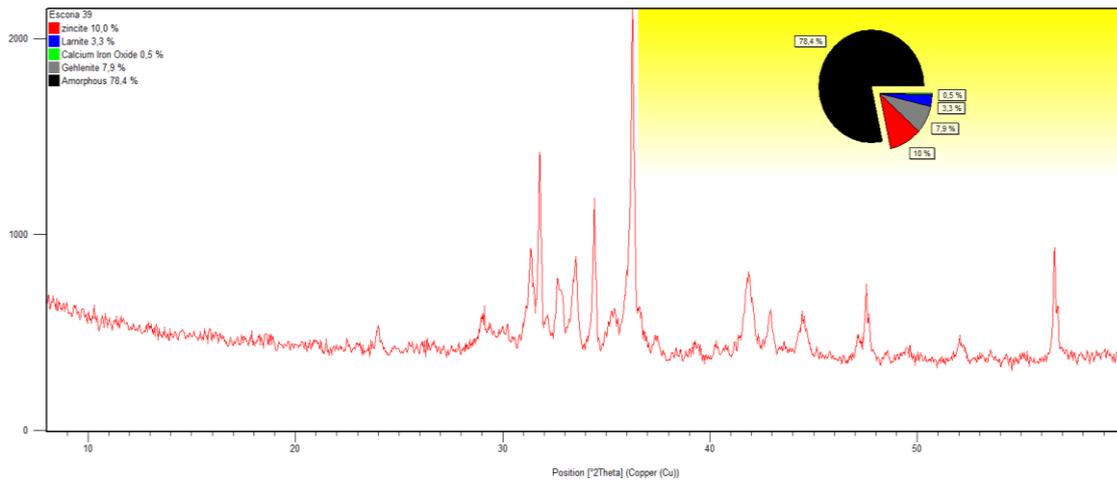


FIGURA A.25 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 7 DÍAS

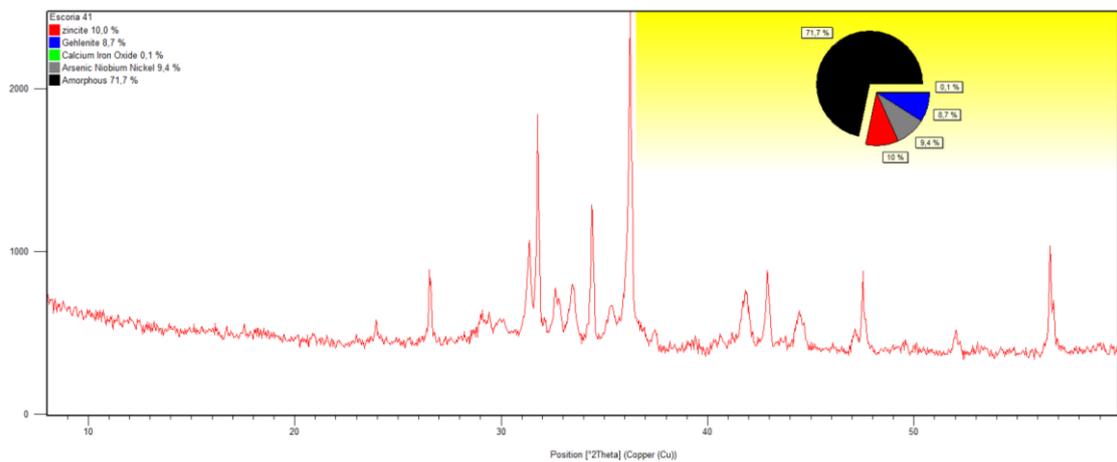


FIGURA A.26 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 7 DÍAS

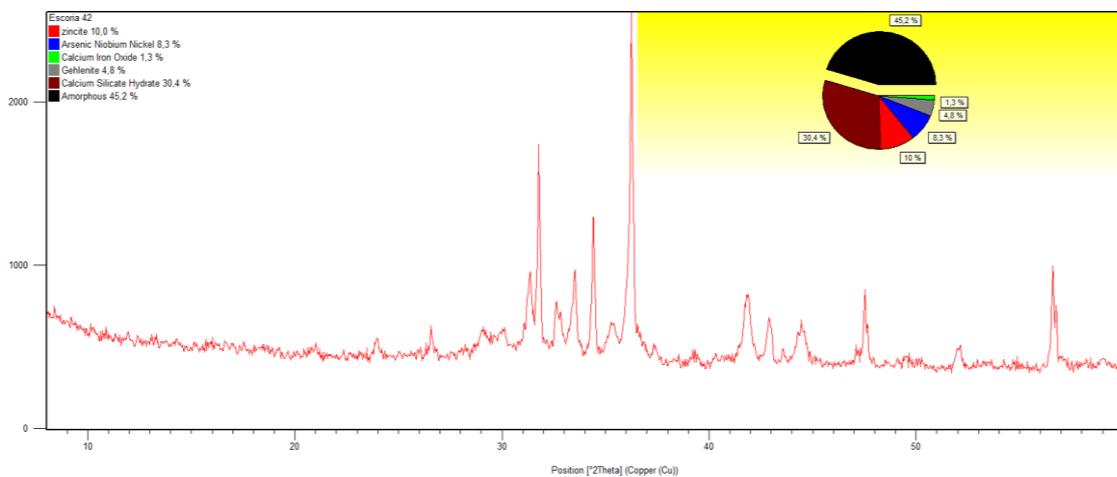


FIGURA A.27 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/27 A LOS 7 DÍAS

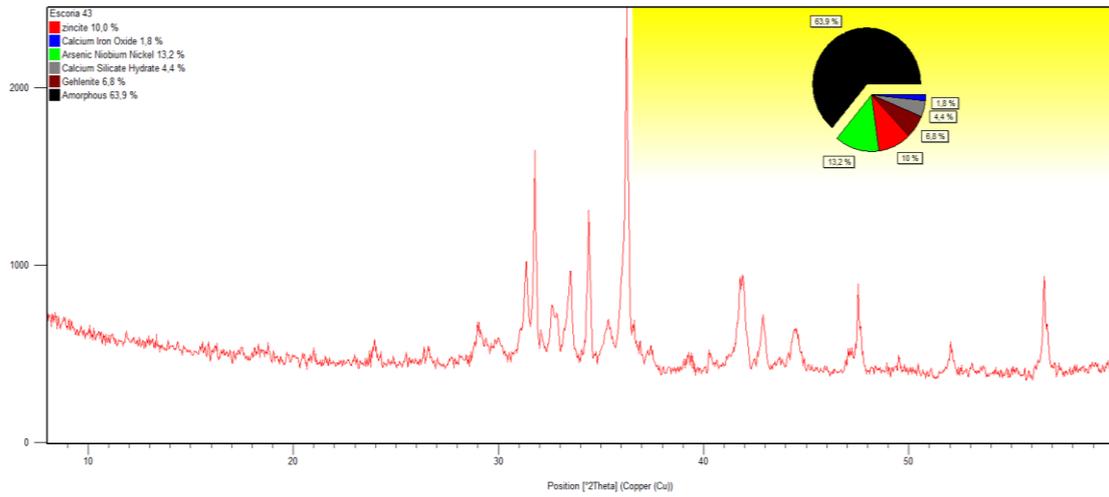


FIGURA A.28 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/48/45 A LOS 28 DÍAS

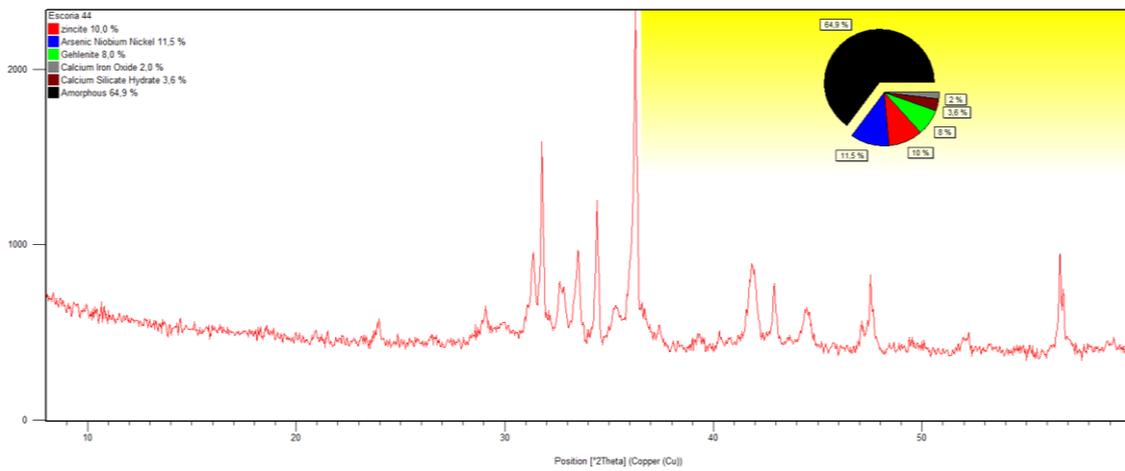


FIGURA A.29 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/150 A LOS 28 DÍAS

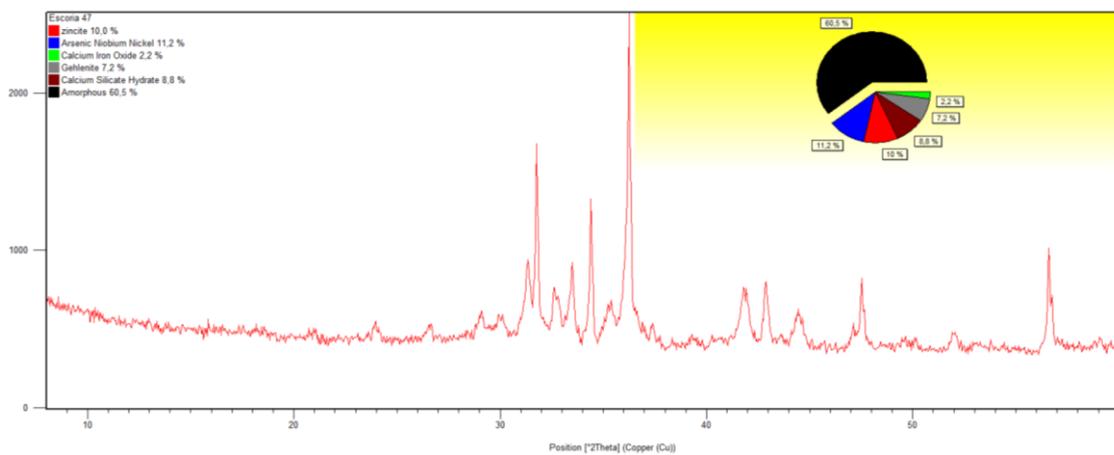


FIGURA A.30 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/36/89 A LOS 28 DÍAS

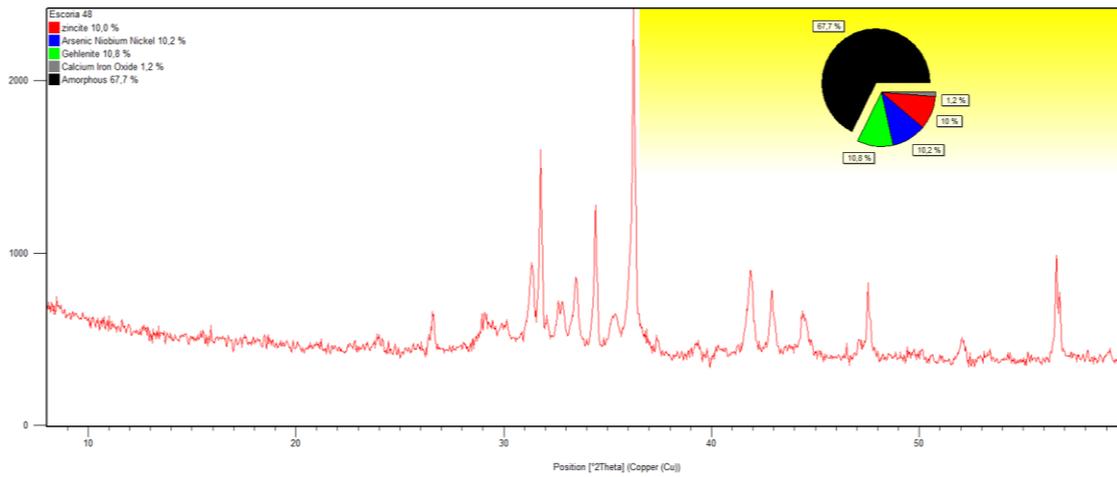


FIGURA A.31 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS

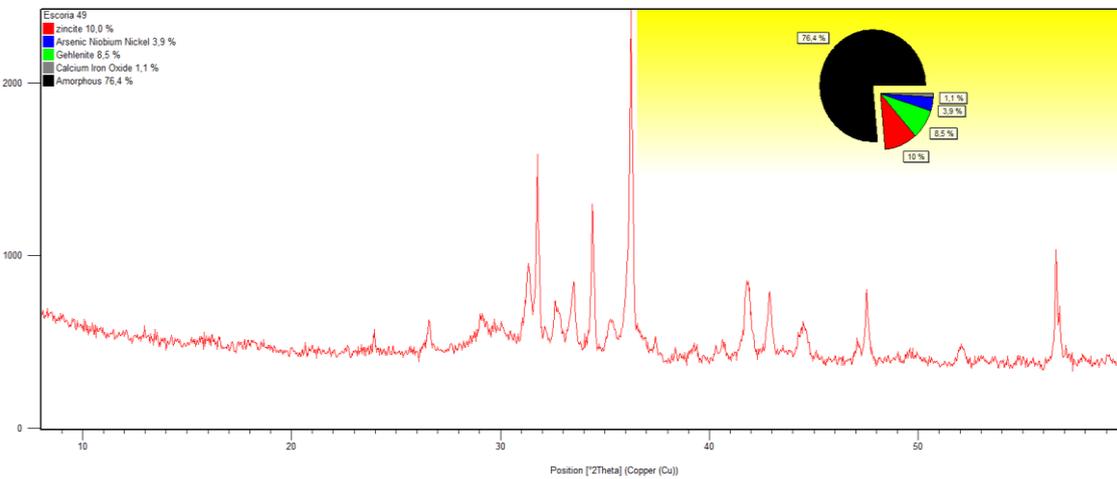


FIGURA A.32 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/19/89 A LOS 28 DÍAS

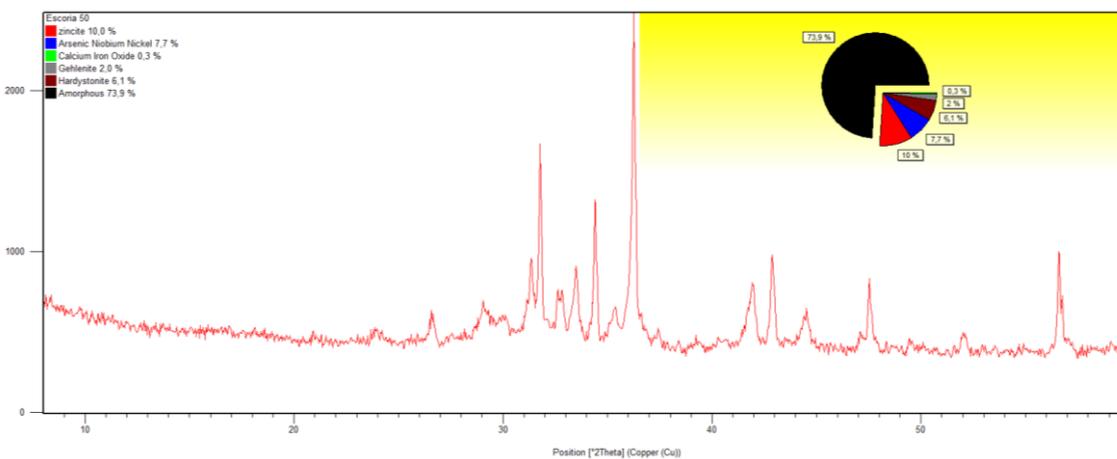


FIGURA A.33 DIFRACTOGRAMA DE LA MEZCLA DE 0,3/53/89 A LOS 28 DÍAS

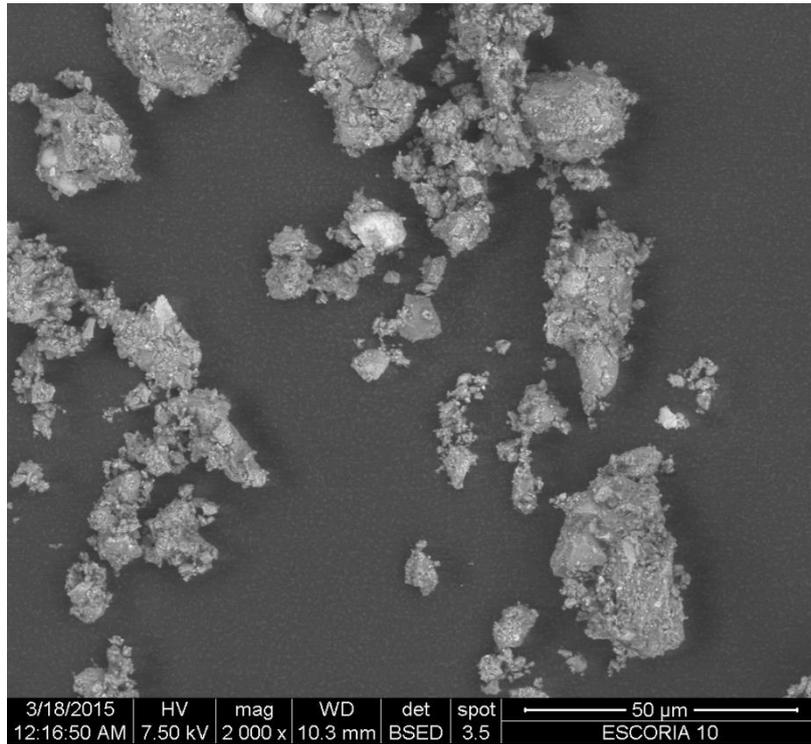


FIGURA A.34 MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS

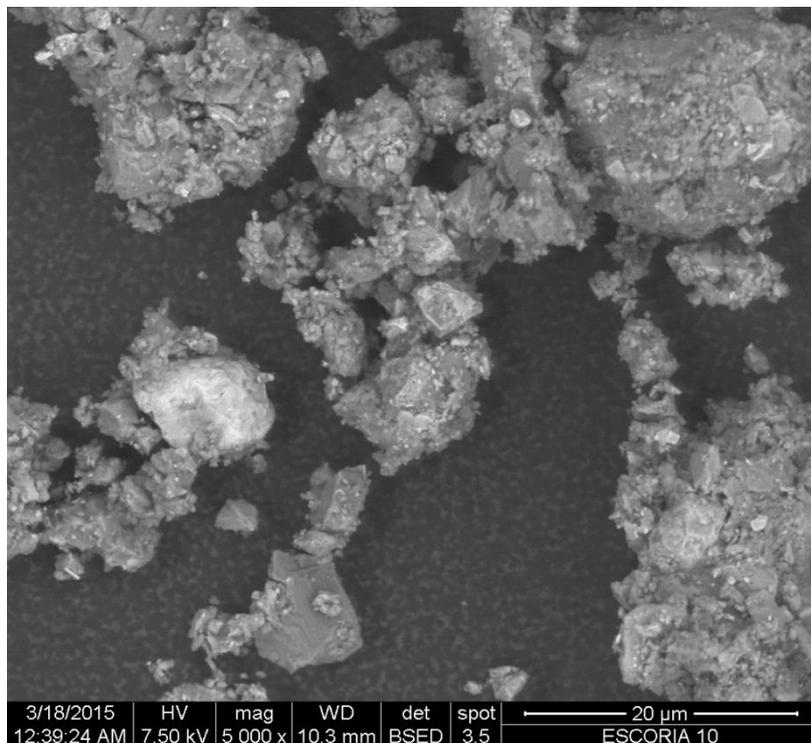


FIGURA A.35 MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 14 DÍAS

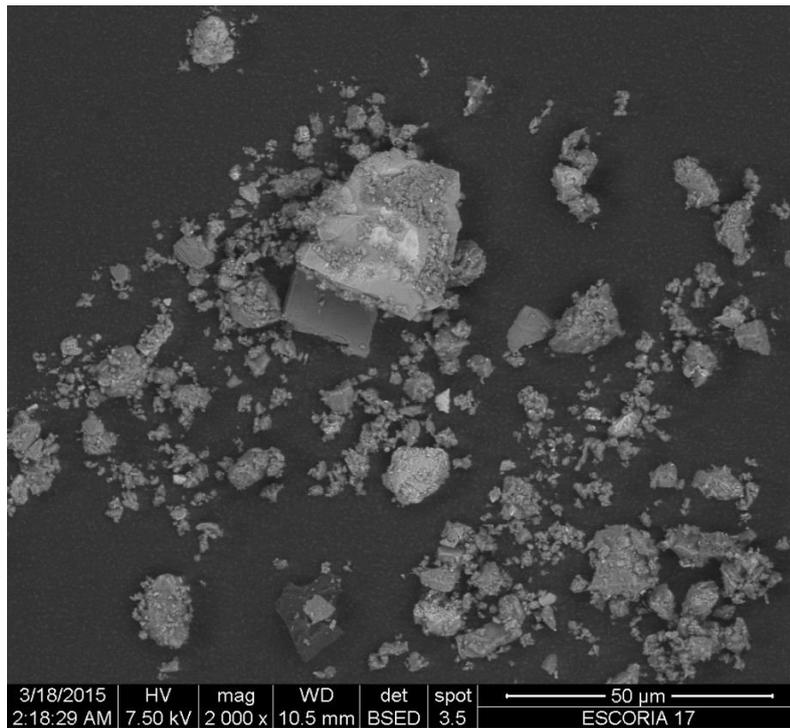


FIGURA A.36 MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS

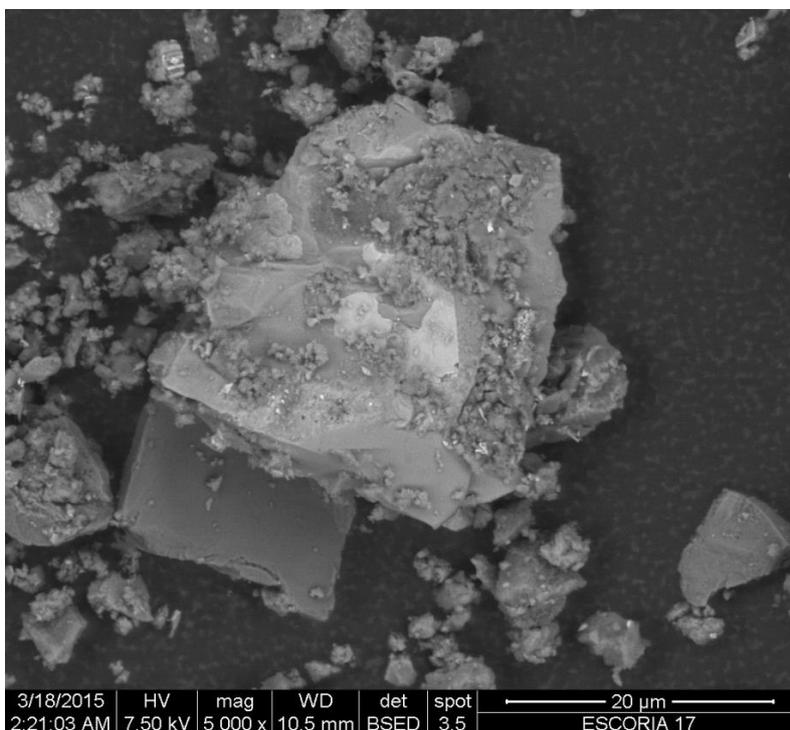


FIGURA A.37 MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 14 DÍAS

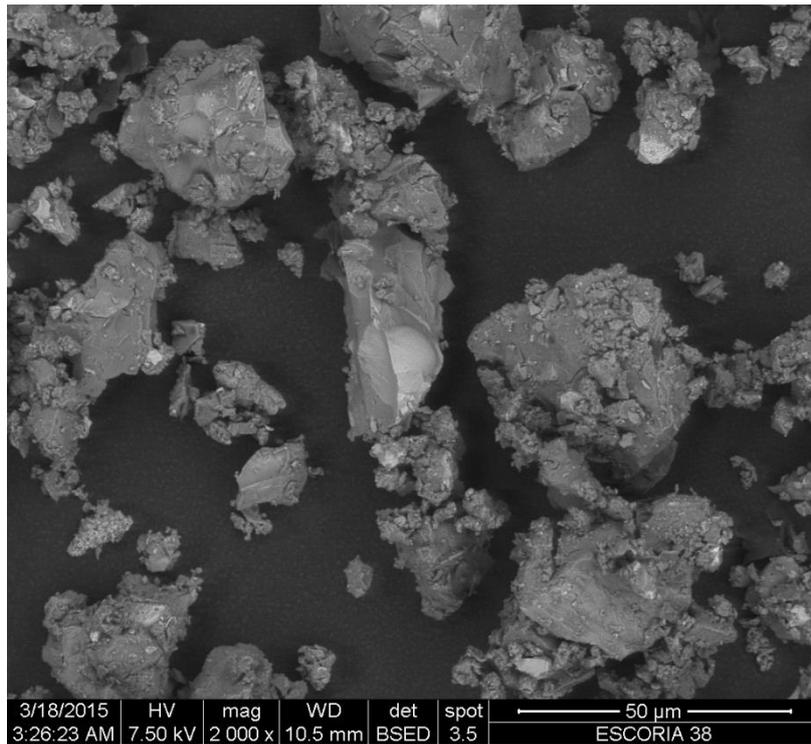


FIGURA A.38 MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS

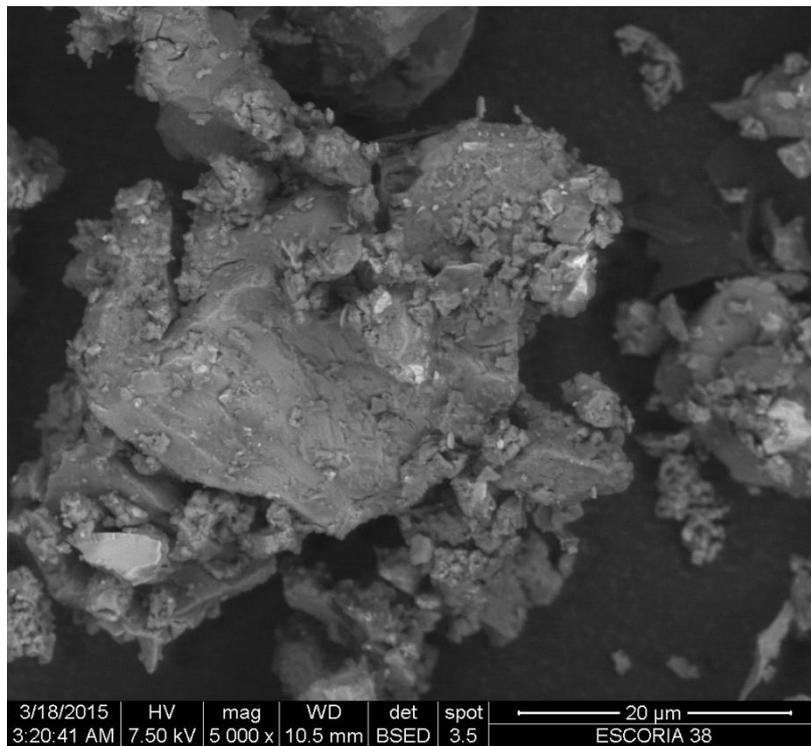


FIGURA A.39 MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 28 DÍAS

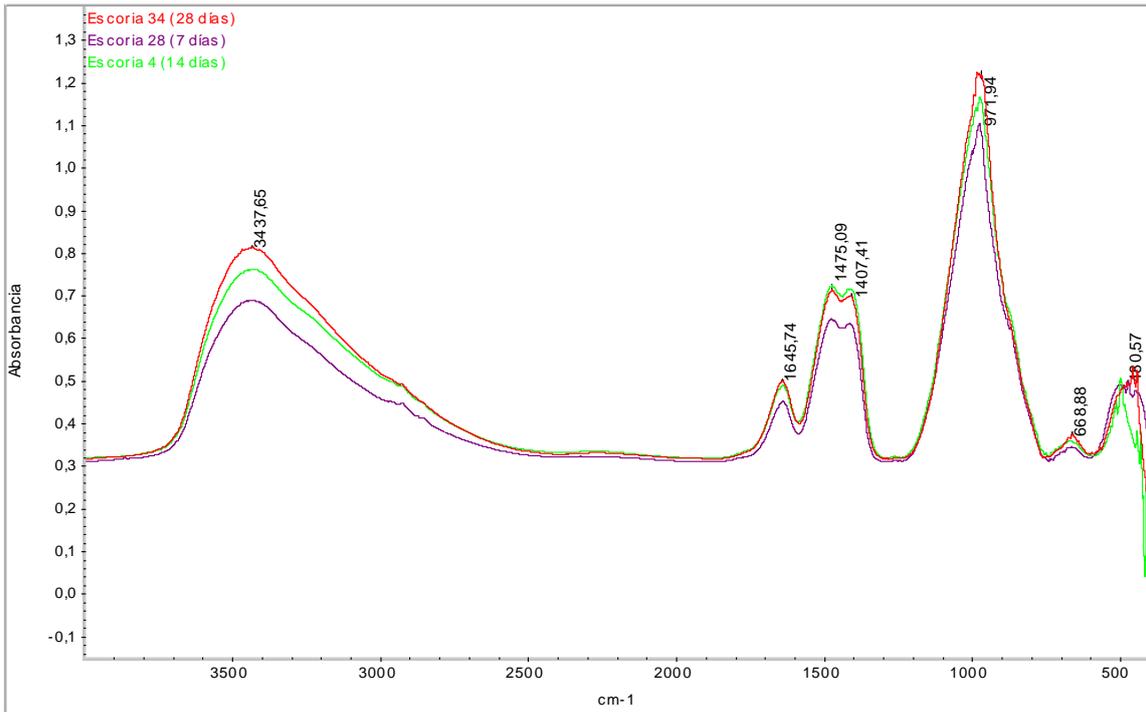


FIGURA A.40 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/36/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

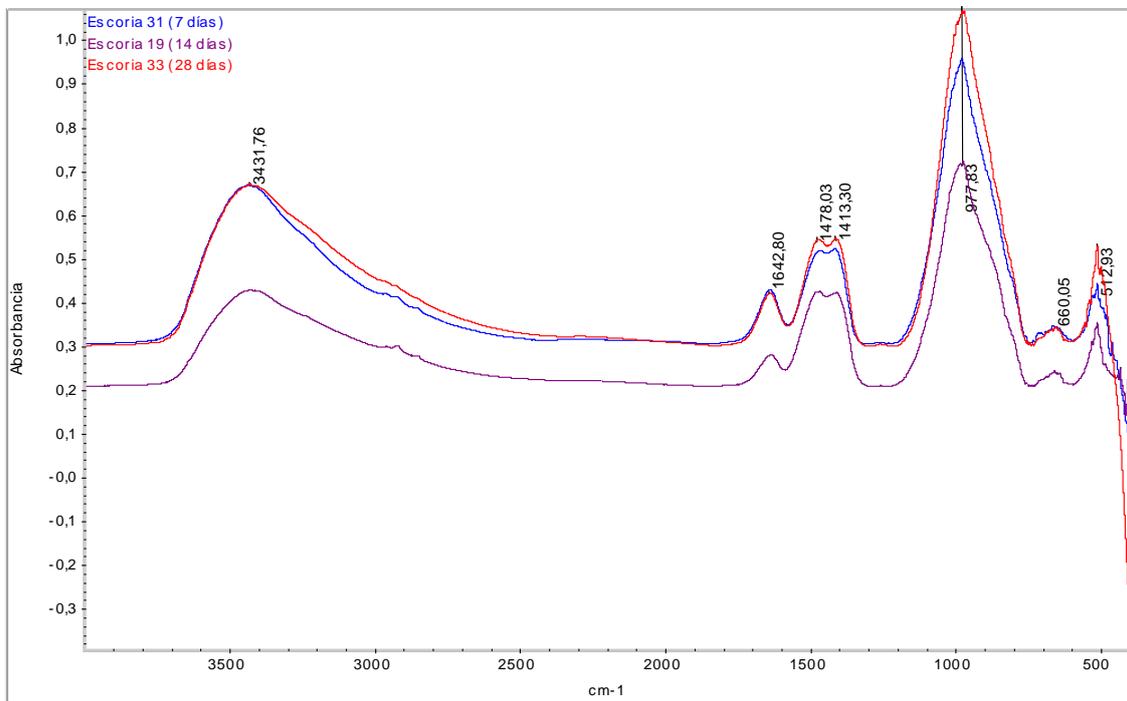


FIGURA A.41 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/48/132 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

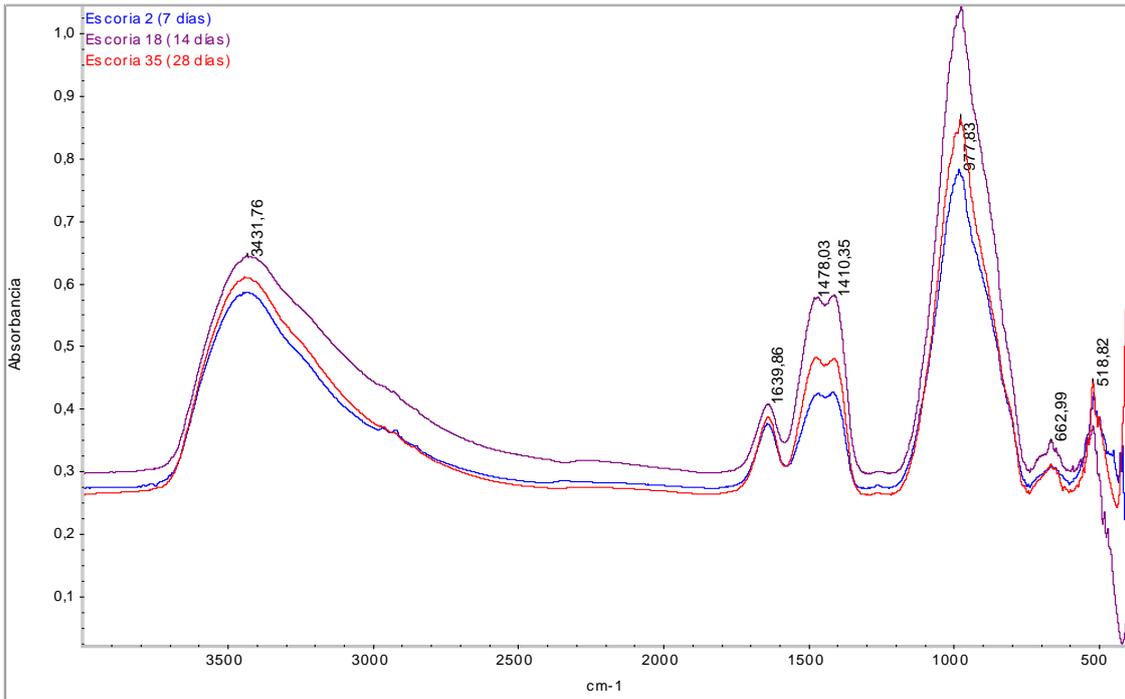


FIGURA A.42 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/24/132 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

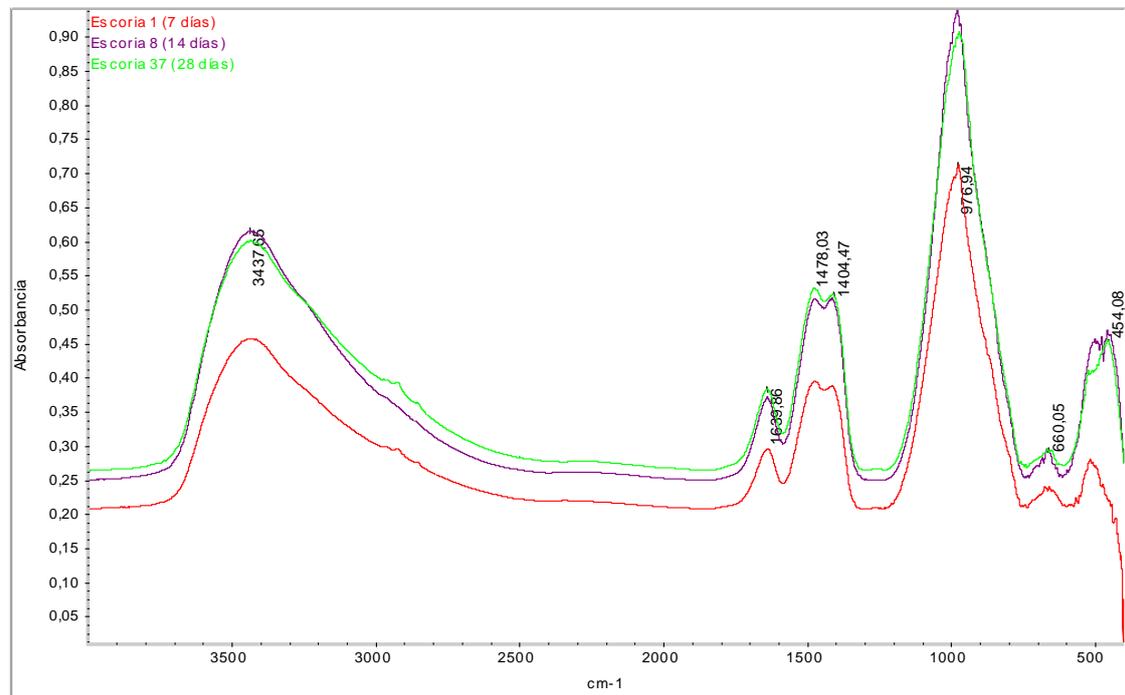


FIGURA A.43 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/24/45 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

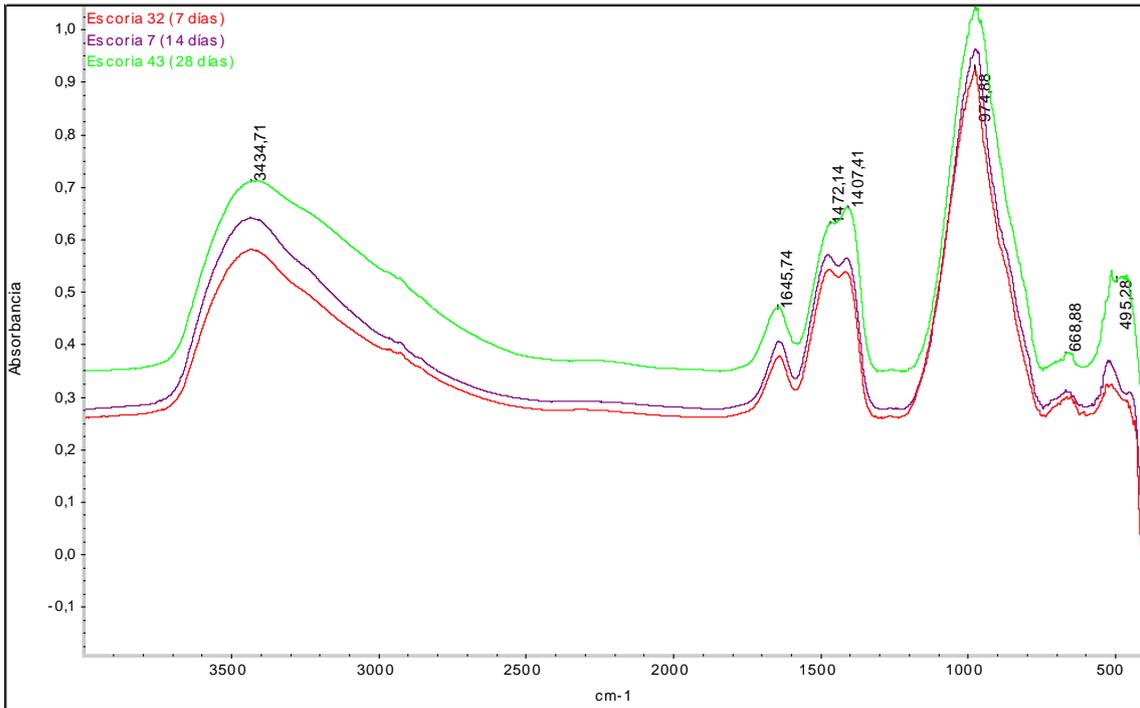


FIGURA A.44 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,2/48/45 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

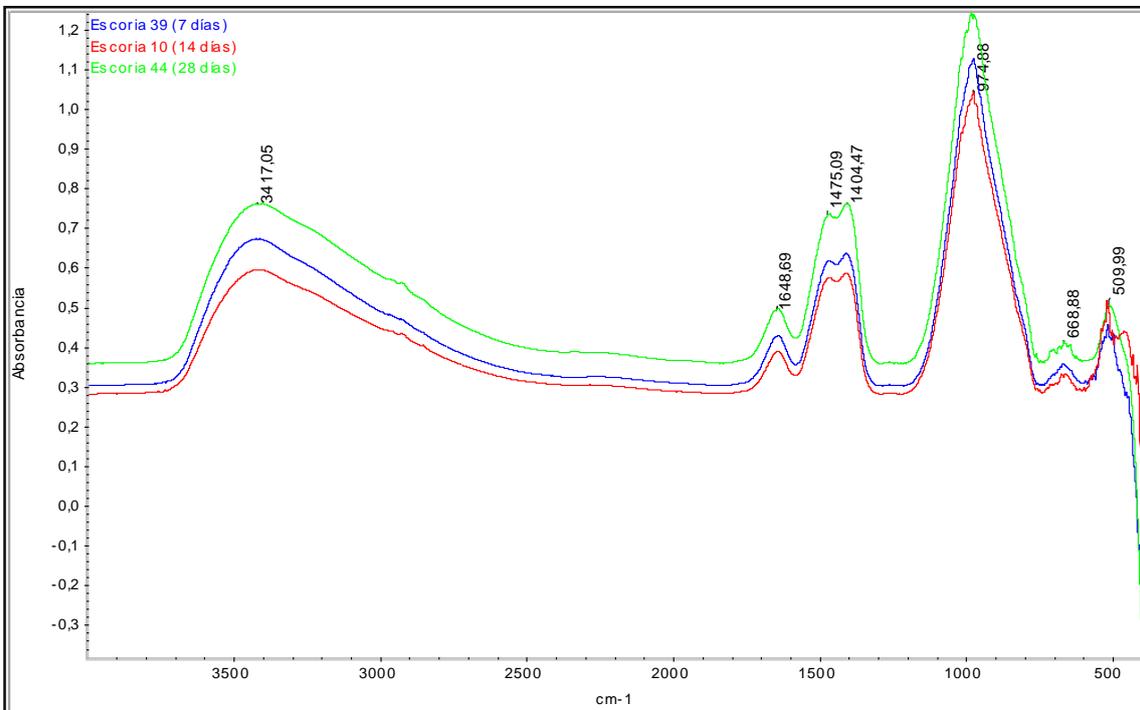


FIGURA A.45 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/150 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

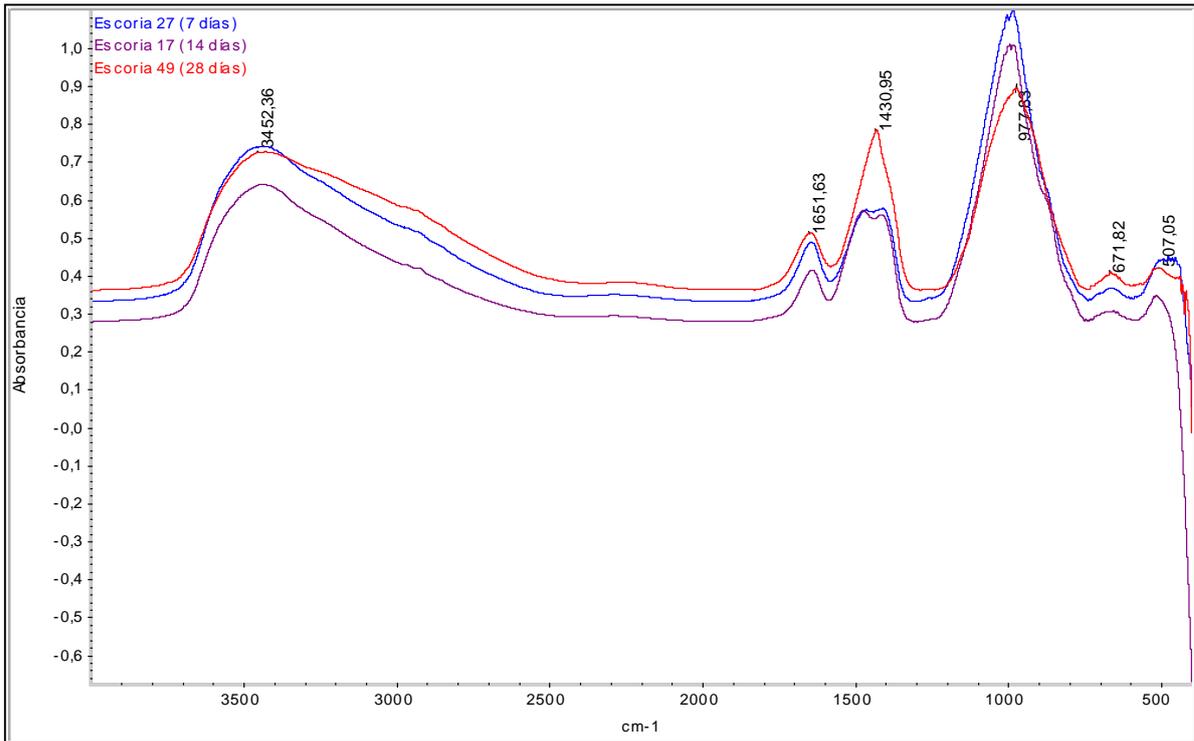


FIGURA A.46 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/19/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

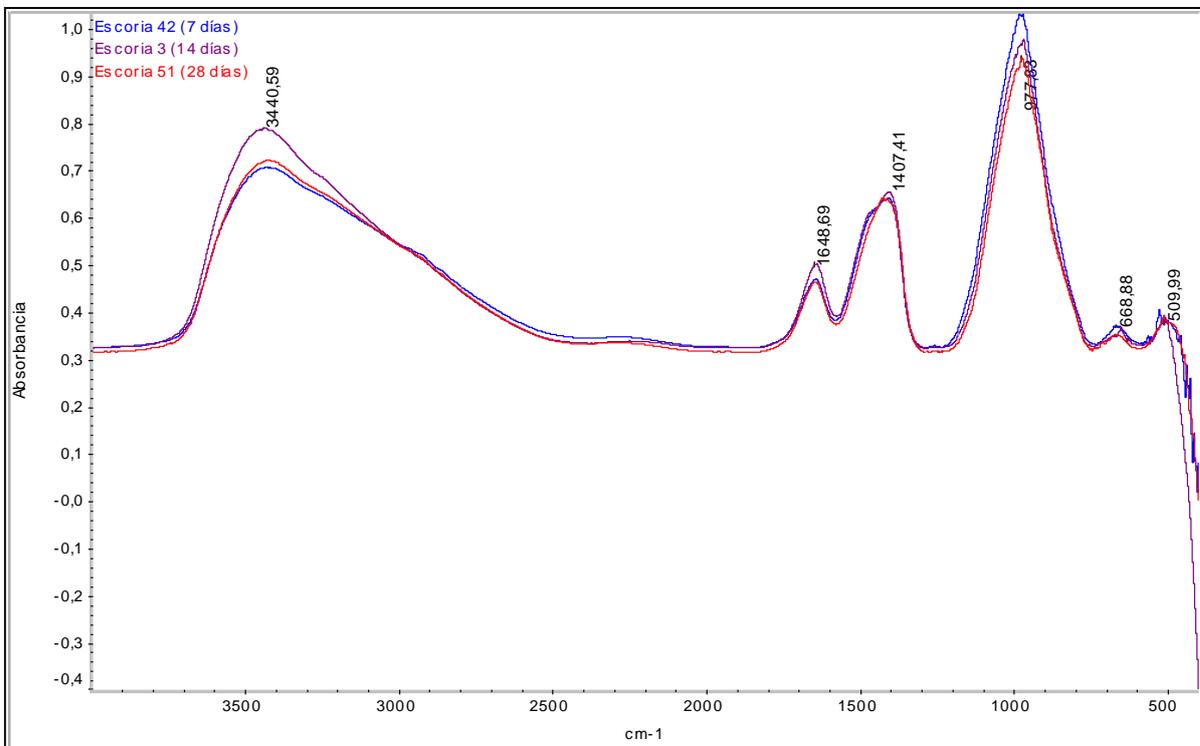


FIGURA A.47 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/27 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

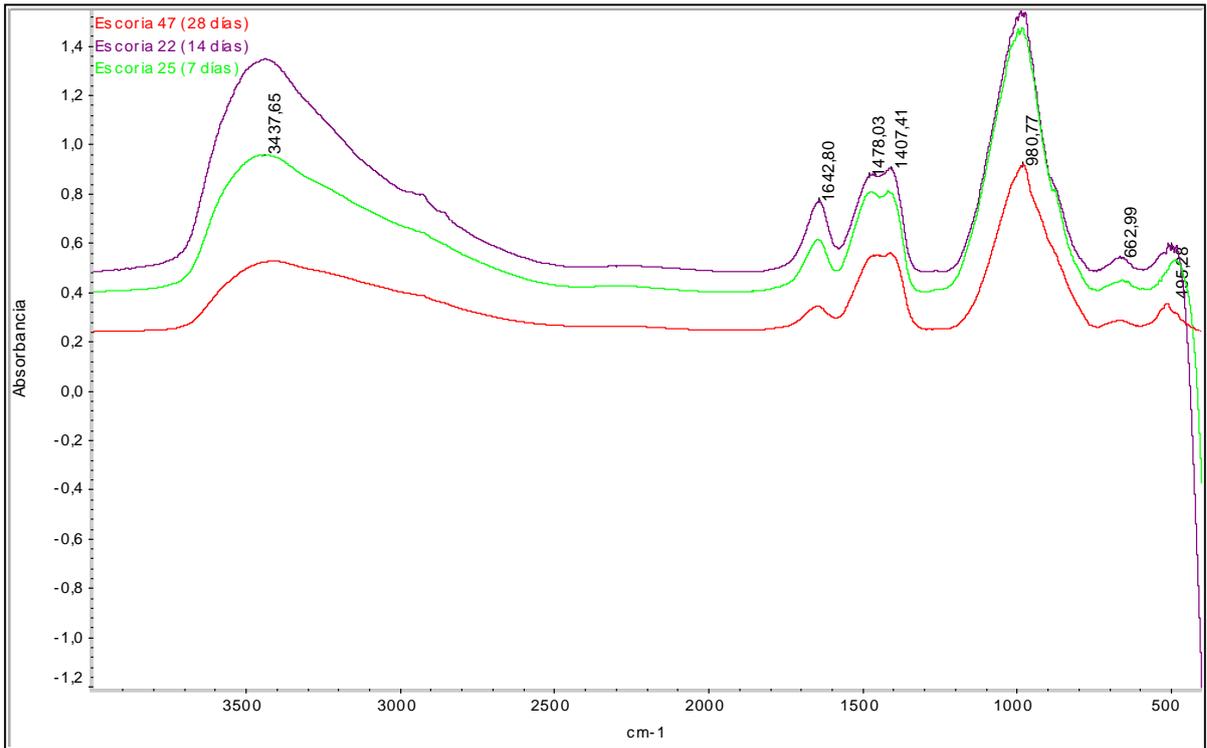


FIGURA A.48 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/36/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

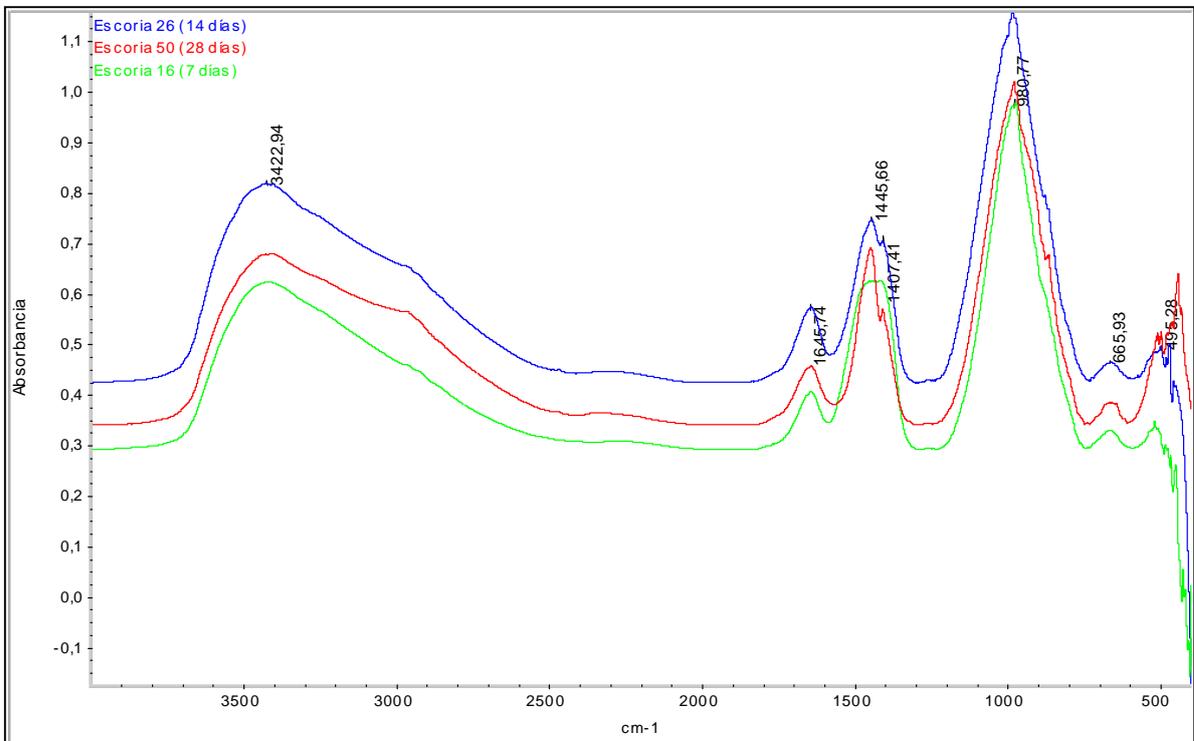


FIGURA A.49 ANÁLISIS DE ESPECTROMETRÍA INFRARROJA DE LA MEZCLA 0,3/53/89 A LOS 3 TIEMPOS DE FRAGUADO

BIBLIOGRAFÍA

1. Divya Khale, Rubina Chaudhary (2007) Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review.
2. F. Puertas (1993) Escorias de alto horno: composición y comportamiento hidráulico.
3. F. Puertas (1995) Cementos de escorias activadas alcalinamente: Situación actual y perspectivas de futuro.
4. MINATO, H. VII Congreso internacional del al Química del Cemento (París), Vol. IV, pp. 263-269 (1980).
5. Glukhovsky, V.D.; Rostovskaja, G.S. y Rumyna, G.V. (1980): "High strength slag-alkaline cements". 7th Intern. Congr.Chem. Cem. (Paris), 3, V-164-168.
6. WANG, S.D.; SCRIVENER, K.L. y PRATT, P.L. (1994): "Factors affecting the strength of alkali-activated slag". Cem. Concr, Res. Vol 24, 1033-1043.
7. ISOZAKI, K.; IWAMOTO, S. y NAKAGAWA, K. (1986): "Some properties of alkali activated slag cement". Vül Intem. Congr. Chem. Cem. (Rio de Janeiro), 6, 395-399.
8. WANG, S.D.; SCRIVENER, K.L. y PRATT, P.L. (1994): "Factors affecting the strength of alkali-activated slag". cem. Concr, Res. Vol 24, 1033-1043.
9. SHI, C; WU, XUEQUAN y TANG, M. (1991): "Hydration of alkaü-slag cements at 150°C". Cem. Concr. Res. Vol 21, pp. 91-100.
10. Glukhovsky VD (1959) Soil silicates. Gosstroyizdat, Kiev, 154pp.

11. P. Duxon, A. Fernández-Jiménez, J. L. Provis, G. C. Lukey, A. Palomo, J. S. J. van Deventer (2006): "Geopolymer technology: the current state of the art".
12. Davidovits J, Sawyer JL (1985) US Patent, No. 4509985.
13. K. Komnitsas and D. Zaharaki (2009): "Utilisation of low-calcium slags to improve the strength and durability of geopolymers".
14. Wallah SE, Hardjito D, Sumajouw DMJ, Rangan BV (2004) In: International conference on fiber composites, high-performance concretes and smart material.
15. A. Fernández-Jiménez, J. G. Palomo, F. Puertas (1999): "Alkali-activated slag mortars Mechanical strength behaviour".
16. Ruíz Rubio, A.; Vaquero García, J.J. (1989): "Aplicaciones de las escorias de horno alto en la técnica de carreteras", Revista Ingeniería Civil, CEDEX nº 71.
17. Hardjito D, Wallah SE, Sumajouw DMJ, Rangan BV (2004) In: 18th Australasian conference on the mechanics of structures and materials (ACMSM) 1-3. Perth Australia.
18. J. Ma. Rincón, M. Romero (2000): "Fundamentos y clasificación de las eflorescencias en ladrillos de construcción", Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja-CSIC.
19. Tesis de Grado "Analizar el efecto del grado de amortización de dos diferentes zeolitas naturales por medio de tratamientos termomecánicos sobre la resistencia a la compresión de morteros. Y su aplicación como puzolanas" por Walter Correa Gonzales (2009).

20. C.F. Jeff Wu and Michael S. Hamada (2009): Experiments “Planning, Analysis and Optimization” Second Edition Chapter 10.
21. Boeckel & Co. (1993). *Boeco BBC*. Hamburg: Boeckel
22. Denver. (1954). Denver Equipment Company Handbook. In D. E. Company, *Denver Equipment Company Handbook* (pp. 50,51,63). Colorado: DECO.
23. FEI. (2015, marzo 15). *FEI*. Retrieved from <http://www.fei.com/products/sem/inspect/>
24. IKA-Werke. *IKA*. Retrieved from IKA: http://www.ika.com/owa/ika/catalog.technical_data?iProduct=3593000&iProductgroup=187&iSubgroup=1&iCS=1
25. Memmert. (1947). *Estufas UIS*. Schwabach: Memmert.
26. Mettler Toledo. (n.d.). *Instrucciones de Manejo*. Barcelona: Mettler Toledo.
27. *MG Scientific*. Retrieved from MG Scientific: <http://www.mgscientific.com/products/model-b-ro-tapandreg-sieve-shaker/>
28. Panalytical. *Panalytical* . Retrieved from X-Ray Diffractometers: <http://www.panalytical.com/Xray-diffractometers.htm>
29. Perkin Elmer. (2005). *Spectrum 100 Series User's Guide*. United Kingdom: Penkir Elmer Inc.
30. SHIMADZU. *Instruction Manual for Electronic Manual*. Kyoto (Japan): Shimadzu Corporation.

31. Shimadzu Corporation. (2011). *Hydraulic Universal Testing Machines UH-X/FX Series*. Japón: Shimadzu Corporation.
32. W. Mozgawa, J. D. (2008). *Spectroscopic studies of alkaline activated slag geopolymers*. Krakow, Poland: Elsevier.
33. Zetola Vargas, García Santos, Neila Gonzalez (2013): Mortero de Cemento Portland con parafinas microcapsuladas.
34. Tesis de Grado “Síntesis y Caracterización de la Cinética de la Reacción, Propiedades de Resistencia Mecánica y Conductividad Térmica de un Geopolímero formado por Activación Alcalina de Zeolita Natural Ecuatoriana como un material aislante térmico” por Roberto Murillo y Andrea Gavilanes (2014).