



UNIVERSIDAD DE CUENCA



UNIVERSIDAD DE CUENCA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

***“MODELO PARA LA DETERMINACIÓN DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR
CORRELACIÓN ENTRE: DIFRACTOMETRÍA, FLUORESCENCIA DE RAYOS X, Y
MÉTODO DEL CEMENTO”***

**TESIS DE GRADO PREVIO A LA OBTENCIÓN
DEL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO.**

AUTOR:

Francisco Xavier Molina Larrea.

DIRECTORA:

Ing. Sandra Catalina Peñaherrera Palacios.

COLABORADORES:

Dr. Manuel Guillermo Vega Cuesta.

Ing. Patricio Alejandro Ruiz Vázquez.

Julio de 2014

CUENCA – ECUADOR



RESUMEN.

En la actualidad uno de los principales materiales para la adición de cemento portland es la puzolana, material que finamente dividido junto con la mezcla íntima de cemento aporta e incrementa características cementantes, resultado de una reacción o actividad puzolánica que da lugar a la formación de compuestos estables poco solubles en agua, desarrollando así resistencia por endurecimiento hidráulico.

La sílice en fase amorfa es el compuesto químico principal y responsable del índice de actividad puzolánica.

El presente trabajo está dedicado a describir un modelo para estimar la actividad puzolánica por correlación entre difracción-fluorescencia de rayos X junto con los valores obtenidos con el método del cemento.

Este modelo permitirá efectuar un control en línea, mejorar la calidad en el ingreso y recepción de puzolanas utilizadas para la producción de cemento portland puzolánico, así como el tiempo de análisis proporcionando una determinación cualitativa y cuantitativa de este componente, ya que los métodos existentes exigen esperar 28 días para determinar si una puzolana presenta las características puzolánicas adecuadas.

Palabras claves: Puzolana, sílice, actividad puzolánica, cemento, fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X, modelo.



ABSTRACT.

Currently one of the main materials for the addition of portland cement is the pozzolan, finely divided material together with the intimate mixture of cement provides cementitious and increases, resulting in a pozzolanic reaction or activity that results in the formation of compounds sparingly soluble in water stable and hydraulic hardening developing resistance.

The amorphous silica phase is the main chemical responsible pozzolanic activity index.

The present work is devoted to describe a model to estimate the pozzolanic activity correlation between diffraction-XRF with the values obtained with the method of cement.

This model will carry out an online quality improvement in income and receipt of pozzolans used for the production of portland cement pozzolan and analysis time providing a qualitative and quantitative determination of this component because existing methods require wait 28 days to determine whether a pozzolan presents characteristics suitable pozzolanic.

Keywords: pozzolan, silica, pozzolanic activity, cement, XRF, XRD, model.



ÍNDICE

RESUMEN.....	2
ABSTRACT.....	3
DEDICATORIA.....	11
ÍNDICE.....	4
CAPITULO I.....	13
FUNDAMENTACIÓN DEL PROYECTO.....	14
1.1 INTRODUCCIÓN.....	14
1.2 PRESENTACIÓN DEL TEMA.....	15
1.3 OBJETIVOS.....	16
1.3.1 Objetivo general.....	16
1.3.2 Objetivos específicos.....	16
CAPITULO II.....	17
GENERALIDADES DE LAS PUZOLANAS COMO MATERIALES ALTERNATIVOS EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO.....	18
2.1 DEFINICIÓN DE PUZOLANA.....	18
2.2 CLASIFICACIÓN DE LAS PUZOLANAS.....	18
2.2.1 Puzolanas naturales.....	18
2.2.1.1 Tierra de diatomeas.....	18
2.2.1.2 Toba volcánica.....	19
2.2.1.3 Puzolana natural calcinada.....	19
2.2.2 Puzolanas artificiales.....	19
2.2.2.1 Puzolana de arcilla cocida.....	19
2.2.2.2 Cascote.....	19
2.3 CLASIFICACIÓN DE LOS COMPUESTOS DE PUZOLANA.....	19
2.3.1 Cemento portland puzolánico.....	20
2.3.2 Cemento Puzolánico.....	20
2.3.3 Mezcla de cal-puzolana.....	20
2.3.4 Hormigón de cal-puzolana.....	20
2.3.5 Hormigón de cemento puzolánico.....	20
2.4 PRINCIPALES YACIMIENTOS Y PROVEEDORES DE PUZOLANA DE LA INDUSTRIA GUAPÁN.....	20
2.5 MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO.....	21



2.5.1	Caliza.....	21
2.5.2	Arcilla.	21
2.5.3	Yeso.....	21
2.5.4	Clinker de cemento Portland.....	21
2.5.5	Puzolana.....	21
2.5.6	Cemento Portland.	21
2.5.7	Cemento Portland puzolánico.....	22
2.6	PROCESO DE PRODUCCIÓN DE CEMENTO PORTLAND PUZOLÁNICO TIPO IP EN LA INDUSTRIA GUAPÁN.	22
2.6.1	Explotación.....	22
2.6.2	Trituración.	23
2.6.3	Almacenamiento y pre homogenización.	23
2.6.4	Molienda de Crudo.....	24
2.6.5	Homogenización y pre-calcinación.....	25
2.6.6	Clinkerización.....	26
2.6.7	Molienda de Acabado.....	27
2.6.7.1	Proceso de secado de Puzolana en la Industria Guapán.....	27
2.6.8	Empaque y despacho.....	28
CAPITULO III.....		29
ESTUDIO FÍSICO Y QUÍMICO DE LAS PUZOLANAS.		30
3.1	CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LAS PUZOLANAS.	30
3.2	CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LAS PUZOLANAS.	31
3.3	CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD.	32
3.3.1	Requisitos físicos.....	32
3.3.2	Requisitos Químicos.....	33
3.3.3	CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS Y NORMAS INEN EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO PORTLAND PUZOLÁNICO TIPO IP EN LA PLANTA INDUSTRIAL GUAPÁN.	33
3.4	EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.....	34
3.4.1	Refinamiento de tamaño de poro.....	35
3.4.2	Refinamiento De Tamaño De Grano.....	35
3.5	APLICACIÓN DE LA NTE INEN 490 (ANEXO A).....	36
3.5.1	Alcance.....	37
3.5.2	Método De Ensayo.....	37
3.5.2.1	Preparación de los especímenes.....	37



3.5.2.2 Mezcla De Control.....	37
3.5.2.3 Mezcla de ensayo de puzolana:.....	37
3.5.2.4 Almacenamiento de los especímenes.....	37
3.5.2.5 Ensayos de resistencia a la compresión.....	38
3.5.2.6 Cálculos.....	38
3.5.2.7 Precisión y desviación.....	38
3.5.2.7.1 Precisión.....	38
3.5.2.7.2 Desviación.....	39
CAPITULO IV	40
MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS FÍSICO-QUÍMICO E INSTRUMENTAL PARA EL ANÁLISIS DE LA ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.	41
4.1 METODOLOGÍA.....	41
4.1.1 Procedimientos en planta:.....	41
4.1.2 Ensayos realizados:	41
4.1.3 Técnicas:	41
4.1.4 Métodos de control.....	42
4.2 MUESTREO, EXTRACCIÓN Y PREPARACIÓN.	43
4.2.1 ALCANCE.	43
4.2.2 DISPOSICIONES GENERALES DE MUESTREO:	43
4.2.3 INSTRUMENTAL.	44
4.2.4 PROCEDIMIENTO.....	44
4.3 ANÁLISIS Y ENSAYOS FÍSICOS.....	45
4.3.1 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL.....	45
4.3.1.1 RESULTADOS.....	45
4.3.2 DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD.	46
4.3.2.1 RESULTADOS.....	46
4.3.3 DETERMINACIÓN DE LA FINURA.....	46
4.3.3.1 RESULTADOS.....	47
4.3.4 DETERMINACIÓN DE PÉRDIDAS POR CALCINACIÓN.....	47
4.3.4.1 RESULTADOS.....	47
4.3.5 RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS.....	48
4.3.5.1 ALCANCE.	48
4.3.5.2 FÓRMULAS DE CÁLCULO Y PARÁMETROS.	48
4.3.5.3 RESULTADOS.....	49



4.4	DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X (DRX)	50
4.4.1	Análisis Por Difractometría De Rayos X.	50
4.4.2	Alcance y aplicación de estudio.	51
4.4.3	Datos técnicos del Equipo.....	52
4.4.4	Método de Ensayo.	52
4.4.4.1	RESULTADOS.	52
4.5	FLUORESCENCIA DE RAYOS X (FRX)	53
4.5.1	Análisis Por Fluorescencia De Rayos X.....	53
4.5.2	Alcance y aplicación de estudio.	55
4.5.3	Datos técnicos del Equipo.....	55
4.5.4	Método de Ensayo.	56
4.5.4.1	OBJETIVO	56
4.5.4.2	ANÁLISIS Y CALIBRACIÓN DE CURVA QUANT-EXPRESS.....	56
4.5.4.3	DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MUESTRAS DE PUZOLANAPOR FRX.....	58
4.5.4.3.1	RESULTADOS.....	59
4.6	DETERMINACIÓN DE SÍLICE EN FASE AMORFA	59
4.6.1	CÁLCULOS.....	59
4.6.2	ANÁLISIS DE RESULTADOS.	60
4.6.2.1	Prueba de Grubbs:.....	60
4.6.2.2	Prueba de Dixon:.....	61
4.7	DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR MÉTODO DEL CEMENTO	61
4.7.1	ANÁLISIS Y PROCESAMIENTO DE DATOS.....	62
4.7.2	CÁLCULO DEL ÍNDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.....	63
4.7.3	RESULTADOS.	63
CAPITULO V	65
CORRELACIÓN DE DATOS Y PLANTEAMIENTO DE UN MODELO MATEMÁTICO		66
5.1	CLASIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS EN ANÁLISIS	66
5.2	PROCESAMIENTO DE LOS RESULTADOS EN ANÁLISIS	66
5.3	CONFORMACIÓN DE LA FUNCIÓN GRÁFICA POR CORRELACIÓN DE LA FASE AMORFA VS ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR MÉTODO DEL CEMENTO	67
5.3.1	MODELOS PREDICTIVOS O DE REGRESIÓN.	67
5.3.2	MEDIDAS DE AJUSTE.	68
5.3.3	MODELOS PLANTEADOS.....	68



5.3.3.1	Modelo por regresión Lineal simple.....	68
5.3.3.2	Modelo de ajuste exponencial.....	69
5.3.3.3	Modelo de ajuste logarítmico.....	70
5.3.3.4	Modelo de ajuste potencial.....	71
5.3.3.5	Modelo de ajuste polinómico.....	72
5.4	COMPARACIÓN ESTADÍSTICA DE RESULTADOS.....	75
5.4.1	Prueba F para varianza de dos muestras.....	76
5.4.2	Prueba t para varianza de dos muestras.....	77
CAPITULO VI	79
6.1	CONCLUSIONES.....	80
6.2	RECOMENDACIONES.....	81
BIBLIOGRAFIA	82
ANEXOS	85
ANEXO 1	86
ANEXO 2	88
ANEXO 3	89
ANEXO 3.1	90
ANEXO 3.2	92
ANEXO 3.3	93
ANEXO 3.4	95
ANEXO 3.5	96
ANEXO 3.6	99
ANEXO 3.7	100
ANEXO 3.8	101
ANEXO 4	103
ANEXO 5	104
ANEXO 6	105



Yo, Francisco Xavier Molina Larrea autor de la tesis **“MODELO PARA LA DETERMINACIÓN DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR CORRELACIÓN ENTRE: DIFRACTOMETRÍA, FLUORESCENCIA DE RAYOS X, Y MÉTODO DEL CEMENTO”**, reconozco y acepto el derecho de la Universidad de Cuenca, en base al Art. 5 literal c) de su Reglamento de Propiedad Intelectual, de publicar este trabajo por cualquier medio conocido o por conocer, al ser este requisito para la obtención de mi título de Ingeniero Químico. El uso que la Universidad de Cuenca hiciera de este trabajo, no implicará afección alguna de mis derechos morales o patrimoniales como autor.

Cuenca, 28 de Noviembre de 2014

Francisco Xavier Molina Larrea.

C.I: 0105154017



Yo, Francisco Xavier Molina Larrea autor de la tesis **“MODELO PARA LA DETERMINACIÓN DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR CORRELACIÓN ENTRE: DIFRACTOMETRÍA, FLUORESCENCIA DE RAYOS X, Y MÉTODO DEL CEMENTO”**, certifico que todas las ideas, opiniones y contenidos expuestos en la presente investigación son de exclusiva responsabilidad de su autor.

Cuenca, 28 de Noviembre de 2014

Francisco Xavier Molina Larrea.

C.I: 0105154017



DEDICATORIA.

Ideas y conocimientos transcritos en miles de palabras expresadas en cientos de líneas, constituyen parte de muchos párrafos de un documento del cual deseo que forme parte mi guía principal, tu señor Jesús, mis padres y mi hermano, seres amados por mí; personas que han estado conmigo en los momentos más lindos y difíciles de mi diario caminar. A ellos quiero dedicarles un pedacito de todo el esfuerzo reflejado en años de estudio, diversión, y entrega; permitiendo hoy haber cumplido mi primer paso, sueño que me entrega como profesional, complemento de todas las piezas que forman parte de mi personalidad desde mi uso de razón, hasta los recuerdos que ya no forman parte de mi conciencia. Con todo el amor del mundo y lágrimas de satisfacción este logro va dedicado a ustedes.



AGRADECIMIENTO.

A ti papito Dios por cuidar de mí en todo este proceso, a todas las personas que aminoraron la carga en el desarrollo de este trabajo, a la Escuela de Ingeniería Química, a la planta industrial Guapán por toda la apertura brindada. De igual manera quiero agradecer a todos los profesores por transmitir sus conocimientos y de manera muy especial a dos grandes profesionales Ing. Patricio Ruiz y Sr. Orlando Romero, por su amistad y ayuda incondicional en el desarrollo de este tema.



CAPITULO I



FUNDAMENTACIÓN DEL PROYECTO.

1.1 INTRODUCCIÓN.

En la actualidad la tecnología de cementos continúa evolucionando en búsqueda de materiales que permitan reemplazar al clinker en la fabricación de cementos adicionados, convirtiéndose así en materia de estudio para las industrias cementeras.

Entre los principales beneficios y causas de una mayor utilización de este tipo de materiales alternativos tenemos:

- Incremento de capacidad de producción al reducir el factor clinker/cemento.
- Reducción de emisiones de CO₂ contribuyendo al cuidado ambiental, disminuyendo así el calentamiento global por disminución del efecto invernadero.
- Permite mejorar las propiedades específicas de los cementos, para ser utilizados en aplicaciones especiales como menor calor de hidratación, mayor resistencia a los sulfatos, mayor resistencia a las reacciones álcali-agregados, disminución la permeabilidad.

En la industria cementera GUAPÁN, la mezcla íntima entre cemento portland y puzolana (material de adición alternativo) en dosificación (% P/P) dentro de los límites permitidos, facilita obtener un *cemento hidráulico compuesto* que cumple con la norma técnica ecuatoriana INEN 490, donde el producto final obtenido se define como cemento portland puzolánico tipo IP.

Siendo la puzolana un material silíceo, silico-aluminoso, usado como material alternativo en la fabricación de este tipo de cemento, aporta propiedades cementantes al producto final; por tanto es indispensable realizar análisis y evaluación de uno de los factores responsables de este aporte, **la actividad puzolánica**, la misma que será determinada mediante un modelo entre la difracción y fluorescencia de rayos X (métodos de análisis químico y mineralógico) por correlación con el método del cemento (método mecánico-Índice de actividad puzolánica).

El presente trabajo está destinado a describir el método para estimar la actividad puzolánica de un material por Rayos X, obteniendo resultados de forma rápida, de manera que nos permitan efectuar el control en línea en el ingreso y recepción de materias primas utilizadas para la producción de cemento portland puzolánico, ya que los métodos existentes exigen esperar 28 días para determinar si un material presenta las propiedades puzolánicas adecuadas.



1.2 PRESENTACIÓN DEL TEMA.

El incremento permanente de los costos de producción en las empresas de fabricación de cemento, así como la disminución creciente de los recursos naturales entre los que se encuentra la materia prima para la producción de cemento, ha hecho que estas industrias consideren seriamente dedicar parte de sus recursos a las tareas de investigación de nuevas alternativas en la producción de cemento, esto también está ligado a cumplir acuerdos ambientales para la reducción de las emisiones de CO₂ debido a la descomposición de los Carbonatos.

En la etapa final del proceso de fabricación del cemento (molienda de cemento) es de mucha importancia la investigación de las bondades de los materiales que pudieran ser alternativos en la adición del cemento a fin de lograr la reducción de los costos de fabricación, sin que se alteren las condiciones y características del producto final.

Actualmente la planta Industrial Guapán, perteneciente a la Unión Cementera Nacional, ubicada en la ciudad de Azogues, Parroquia Guapán, utiliza un proceso de producción de cemento en funcionamiento de la línea 1100 t/día (vía seca); en el cual se usa como materiales alternativos yeso y puzolana en las etapas finales requiriendo cantidades considerables para satisfacer sus necesidades de funcionamiento.

Dicha industria cementera a través de estos últimos años ha venido acelerando la reducción de la disponibilidad de materias primas tradicionales. Esto también se ha ratificado en el país y el mundo, ya que durante este tiempo, los precios de éstas así como su disponibilidad tienen una marcada tendencia hacia la disminución y desgaste ambiental de los diferentes abastecimientos de materia prima como es el caso de la puzolana.

El uso de las puzolanas en la fabricación de cemento no es nuevo y data del siglo pasado con notables resultados tanto en la calidad de los cementos producidos así como en la rentabilidad de las empresas que lo usan, donde según la norma INEN (490:2011, p.4) “el cemento portland puzolánico tipo IP debe ser un cemento hidráulico, en el cual el constituyente puzolana se encuentra hasta 40% en masa del cemento compuesto”.

Con lo mencionado en la introducción de este trabajo, la puzolana es un material que por sí solo casi no presenta propiedades cementantes, sin embargo, en reacción con el cemento, aporta estas características además de propiedades de resistencia a la compresión a edades mayores a los 14 días, y disminución del efecto de componentes nocivos como la cal libre producto de una reacción incompleta en el proceso de clinkerización.



El índice de actividad puzolánica es la variable que permite clasificar a una puzolana para ser aprovechada en el proceso de producción de cemento, valor que internamente se considera como mínimo en un 75%¹. Los métodos físico-mecánicos existentes para la determinación de este índice exigen esperar 28 días a partir de la realización del ensayo expresado en la norma INEN 490, para estipular si un material presenta las propiedades puzolánicas aceptables para su uso. Esta situación no permite efectuar controles inmediatos durante el proceso de explotación en la cantera, recepción de materias primas, ni durante la molienda.

Siendo así, es importante contar con un modelo y/o aplicación que permita relacionar los resultados de análisis por difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X, con las técnicas físicas contempladas en la NTE INEN 490:2010, en una optimización de tiempo que a su vez hará posible agilizar criterios de decisión en la compra y uso adecuado de puzolanas.

El estudio tuvo lugar en la Planta Industrial Guapán, perteneciente a la Unión Cementera Nacional –U.C.E.M, en el laboratorio de Control de Calidad, con el uso de equipos y las técnicas de análisis modernas con la que se cuenta en la actualidad para monitorear la calidad de sus productos.

1.3 OBJETIVOS.

1.3.1 Objetivo general.

Desarrollar una aplicación y modelo matemático para la determinación de la actividad puzolánica por correlación entre Difracción de Rayos X y el método del cemento en la planta industrial Guapán.

1.3.2 Objetivos específicos.

- Optimización de tiempo y recursos en la determinación de la actividad puzolánica.
- Determinar las características físico-químicas de las puzolanas que son usadas en la fabricación de cemento en la planta industrial Guapán.

¹ INEN 490 TABLA 3, p 7: REQUISITOS PARA PUZOLANA PARA USO EN CEMENTOS COMPUESTOS Y PARA ESCORIA PARA USO EN CEMENTOS PORTLAND CON ESCORIA DE ALTOS HORNOS TIPO IS(<25) Y CEMENTOS COMPUESTOS TERNARIOS TIPO IT (S<25)



CAPITULO II



GENERALIDADES DE LAS PUZOLANAS COMO MATERIALES ALTERNATIVOS EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO.

Los materiales puzolánicos son sustancias naturales o industriales de composición silíceo o silico-aluminosa, o una combinación de ambas. Aunque las cenizas volantes y el humo de sílice tienen propiedades puzolánicas, estos materiales están contemplados en otros apartados.

2.1 DEFINICIÓN DE PUZOLANA. ²

Material silíceo-aluminoso, el cual por sí mismo posee poco o ningún valor cementante, pero que en forma finamente dividida y en presencia de humedad, reacciona químicamente con el hidróxido de calcio a temperatura ambiente para formar compuestos que poseen propiedades cementantes.

La puzolana o ceniza volcánica es un material generalmente de origen natural, usado en la fabricación de diferentes tipos de cementos como material alternativo, tal es el caso como adición de cemento portland en determinadas proporciones aportando alguna cualidad positiva y mejorando alguna de las características o propiedades de este material.

2.2 CLASIFICACIÓN DE LAS PUZOLANAS.

El material puzolánico (puzolanas) se pueden clasificar de acuerdo a su naturaleza en:

- Puzolanas naturales.
- puzolanas artificiales.

2.2.1 Puzolanas naturales.

Materiales de origen volcánico, materia sedimentaria de origen animal o vegetal de composición química mineralógica adecuada³, donde la proporción de cal CaO reactivo de la puzolana natural es insignificante.

Entre algunos ejemplos de puzolanas naturales se pueden citar:

2.2.1.1 Tierra de diatomeas.

Polvo silicio blanco y fino que se encuentra compuesto casi en su totalidad por restos de diatomeas (algas fluviales marinas microscópicas con paredes silíceas).

² PUZOLANA, NTE INEN 151:2010, Tercera Revisión, 2010 – 01.

³ Ver propiedades físicas de puzolanas.



2.2.1.2 Toba volcánica.

Tipo de roca pulverizada proveniente de ceniza o arena volcánica, sedimentada en las faldas de un volcán y compactada por su propio peso conjuntamente con la acción del agua.

2.2.1.3 Puzolana natural calcinada.

Las puzolanas naturales calcinadas son materiales de origen volcánico, arcillas, esquistos⁴ o rocas sedimentarias activadas por algún tratamiento térmico natural.

2.2.2 Puzolanas artificiales.

Materias tratadas y subproductos de fabricación industrial, muchas de ellas definidas como las escorias de la metalurgia de cobre (Cu), plomo (Pb), y de ferroaleaciones, las cuales deben cumplir las siguientes especificaciones:

- Su contenido en sílice reactiva⁵ no debe ser inferior al 25 %.
- No contener sustancias nocivas en proporciones tales que puedan afectar desfavorablemente a las propiedades y comportamientos de los conglomerados de cemento frescos y endurecidos, por acciones de tipo físico y químico (hidraulicidad, trabajabilidad, retención de agua, capilaridad, permeabilidad, retracción, fisuración, corrosión de armaduras, demanda de agua, etc.).

Entre varios ejemplos de puzolanas artificiales podemos mencionar:

2.2.2.1 Puzolana de arcilla cocida.

Esta puzolana se obtiene al cocer la arcilla y pulverizarla finamente bajo sus respectivas especificaciones industriales.

2.2.2.2 Cascote.

Puzolana obtenida por la rotura de ladrillo, el mismo que contiene un granulado grueso y que al ser pulverizado posee actividad puzolánica.

2.3 CLASIFICACIÓN DE LOS COMPUESTOS DE PUZOLANA.

⁴Esquistos: Roca sedimentaria terrosa de grano fino, compuesta de arcilla endurecida y caracterizada por una estructura de láminas delgadas, lo cual le diferencia de la arcilla común. Generalmente es más dura que la arcilla y tiene menor tendencia a hidratarse en contacto con el agua" (NTE INEN 491, 1980-10, p.1).

⁵Sílice reactiva: El dióxido de silicio (SiO_2) reactivo se define como la proporción de SiO_2 , que después de la disolución ácida con ácido clorhídrico (HCl) se disuelve cuando se lleva a ebullición en una disolución de hidróxido de potasio (KOH). La cantidad de SiO_2 reactivo se determina restando del SiO_2 total, el SiO_2 contenido en el residuo insoluble, después de los ataques anteriores, estando ambos referidos a muestra seca.



De acuerdo al porcentaje de puzolana presente en un compuesto, se tiene una amplia categorización, valores que varían parcialmente de acuerdo a diferentes autores. Las siguientes definiciones están referidas según la Norma técnica ecuatoriana INEN (491, 1980-10):

2.3.1 Cemento portland puzolánico.

Mezcla íntima de cemento Portland y puzolana fina, con un contenido de puzolana menor del 20% en masa. Este cemento no satisface necesariamente el requisito del coeficiente puzolánico establecido en la norma INEN 490.

2.3.2 Cemento Puzolánico.

Mezcla de clinker de cemento Portland y puzolana, íntimamente molido, con la posible adición de sulfato de calcio, constituyendo la puzolana más del 20% y menos del 50% de la mezcla, en masa.

2.3.3 Mezcla de cal-puzolana.

Mezcla de cal y puzolana, elaborada en una proporción específica.

2.3.4 Hormigón de cal-puzolana.

Hormigón que tiene como aglomerante una mezcla de cal-puzolana.

2.3.5 Hormigón de cemento puzolánico.

Hormigón que contiene puzolana en lugar de una parte de cemento, siendo el contenido en puzolana mayor del 10% de la masa combinada de cemento más puzolana.

2.4 PRINCIPALES YACIMIENTOS Y PROVEEDORES DE PUZOLANA DE LA INDUSTRIA GUAPÁN.

Al ser el Ecuador una región montañosa debido a su formación geológica poseedora de una gran cantidad de volcanes, muchos yacimientos de puzolanas naturales se pueden encontrar en los alrededores de los volcanes más activos del Ecuador.

Entre los principales yacimientos y proveedores que se encuentran en nuestra región y que han sido utilizados en la fabricación de cemento dentro de la industria Guapán se mencionan:

Mineral	Composición Química Básica	Cantera	Lugar de Procedencia	UBICACION GEOGRAFICA		Distancia de la Fábrica (Km)
				LONGITUD	LATITUD	
Puzolana	$\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$	Sr. Malo	Challuabamba	2°51'8.28" S	78°53'25,42" O	19
Puzolana	$\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$	Guapán	Deleg	2°47'17.10" S	78°55'32,88" O	24,5
Puzolana	$\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$	Latacunga	Latacunga	0°20'47.14" S	78°30'59,59" O	362

TABLA 1. Principales Yacimientos y proveedores de puzolana para la Industria Guapán.



Fuente: Departamento de Calidad de la planta industrial Guapán.

2.5 MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO.

La fabricación del cemento portland puzolánico de tipo IP la industria Guapán hace uso de diferentes materiales usados para la fabricación del mismo, a continuación se realizará una descripción general de términos y definiciones de cada uno de los materiales que intervienen en la elaboración de este producto:

2.5.1 Caliza.

Componente calcáreo que contienen más de 75% de CaCO_3 . Entre los cuales se puede mencionar a la caliza de alto grado, caliza, caliza margosa. Dentro de la fabricación de cemento se pretende contar con calizas con un contenido de 80% a 85% de CaCO_3 , ya que con estas características se confiere mayor facilidad en la molturabilidad y homogenización.

2.5.2 Arcilla.

Componente arcilloso que contiene sílice SiO_2 alrededor del 60%, aluminio, hierro. Los más utilizados en la fabricación de clinker son la marga, marga arcillosa, arcilla margosa y la arcilla.

2.5.3 Yeso.

Nombre general que se da a un material compuesto esencialmente por sulfato de calcio en uno o más de sus estados hidratados y que son utilizados como aditivos para alterar características del cemento.

Entre los diferentes tipos de estados hidratos del sulfato de calcio se puede mencionar:

- Anhidrita (CaSO_4).
- Yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- Hemidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$).

2.5.4 Clinker de cemento Portland.⁶

Clinker parcialmente fusionado por un proceso de calcinación que consiste predominantemente de silicatos cálcicos hidráulicos cristalinos.

2.5.5 Puzolana.

Material descrito en el numeral 2.1 de este texto.

2.5.6 Cemento Portland.⁷

Cemento hidráulico producido por pulverización de clinker, consistente esencialmente de silicatos cálcicos hidráulicos cristalinos y que usualmente contiene

⁶CLINKER DE CEMENTO PORTLAND, NTE INEN 151:2010, Tercera Revisión, 2010 – 01.

⁷ CEMENTO PORTLAND, NTE INEN 151:2010, Tercera Revisión, 2010 – 01.



uno o más de los siguientes elementos: agua, sulfato de calcio hasta 5%, piedra caliza y adiciones de proceso.

2.5.7 Cemento Portland puzolánico.⁸

Cemento hidráulico consistente en una mezcla íntima y uniforme de cemento Portland o cemento Portland de escoria de altos hornos y puzolana fina, producido por molido conjunto de clinker de cemento Portland y puzolana; por una mezcla de cemento Portland o cemento Portland de escoria de altos hornos y puzolana finamente dividida o una combinación de molido conjunto y mezclado, en el cual, la cantidad del componente puzolana está dentro de límites especificados.

2.6 PROCESO DE PRODUCCIÓN DE CEMENTO PORTLAND PUZOLÁNICO TIPO IP EN LA INDUSTRIA GUAPÁN.

En la planta industrial de Guapán la producción de cemento cumple con un proceso continuo de múltiples etapas desde la explotación de materias primas hasta su ensacado y distribución, donde la fabricación del mismo se realiza por un proceso tecnológico de vía seca.

El proceso tecnológico está dividido en ocho etapas:

1. Explotación.
2. Trituración.
3. Almacenamiento y Pre-homogenización.
4. Molienda de crudo.
5. Homogeneización y pre-calcinación.
6. Clinkerización.
7. Molienda de acabado.
8. Empaque / despacho.

2.6.1 Explotación.

La explotación de materias primas necesarias para la producción de cemento son extraídas de los yacimientos de roca caliza, arcilla y arena ferrosa.

Los materiales más utilizados como componentes calcáreos son la caliza de alto grado, caliza, caliza margosa. De preferencia se pretende contar con calizas con un contenido entre 80- 85% de CaCO_3 , ya que es más fácil triturar y homogenizar (CaCO_3 dispersa en la caliza) y, por tanto, requiere de menos material arcilloso para formar la mezcla cruda de cemento.

⁸ CEMENTO PORTLAND PUZOLANICO, NTE INEN 151:2010, Tercera Revisión, 2010 – 01.



FIGURA 1. Imagen de los principales materiales para elaboración de cemento (caliza).
Fuente: Cantera-planta Industrial Guapán.

2.6.2 Trituración.

Proceso que realiza primera disminución de tamaño de materia prima traída desde las respectivas canteras. El equipo que interviene en este proceso dentro de la industria es una trituradora de martillos de un solo paso de capacidad de 500 t/h para una caliza de 8% de humedad máxima. El material entra al triturador con dimensiones aproximadas de 1200 x 900 x 700 mm y sale con 95% de reducción de tamaño menor a 25 mm. Posterior a la trituración del material éste es transportado por medio de bandas transportadoras hasta el hall de almacenamiento y pre-homogenización de este material.



FIGURA 2. Imagen del Triturador de martillos. Imagen del área de trituración de materia prima.
Fuente: Planta industrial Guapán.

2.6.3 Almacenamiento y pre homogenización.

En esta área de almacenamiento la maquinaria utilizada pre-homogeniza el material por medio del método CHEVRON, donde el material llega a un ducto vertical que descarga la caliza triturada a una banda de apilonamiento circular que tiene la capacidad de girar para la correcta formación de la pila y para definir el crecimiento vertical de la pila. La segunda etapa de pre-homogenización consta de un rascador que tiene movimiento transversal y longitudinal que permite mezclar y recuperar las calizas hacia una cadena de paletas sin fin para luego enviar a través de



alimentadores vibratorios y banda transportadora las calizas pre-homogenizadas al proceso de molienda fina. Este proceso pretende realizar una mezcla para la disminución de la desviación estándar de las variables de calidad tanto en su granulometría como en el porcentaje de CaCO_3 .

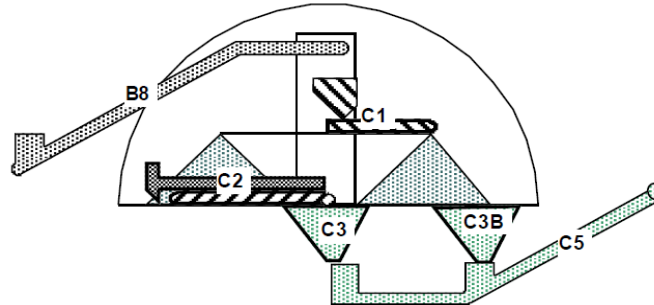


FIGURA 3. Diagrama del proceso de pre homogenización.

B8: Banda transportadora; C1: Apilador y rastrillo mezclador de caliza triturada. C2: Recuperador de calizas de la pila; C3-C3B: Alimentadores vibratorios de material C5: Banda transportadora de calizas a la molienda

Fuente: Lloret, F. (2012). Apuntes asignatura *Tecnología de Cementos* (modulo 1).Ecuador: Universidad de Cuenca.



FIGURA 4. Imagen del área de pre-homogenización de calizas trituradas.

Fuente: Planta Industrial Guapán.

2.6.4 Molienda de Crudo.

La trituración del material procedente de la pre-homogenización pasa a un sistema de molienda horizontal de bolas, circuito cerrado con cámara de secado y dos cámaras de molienda y descarga central, con una capacidad de 90 t/h. Para el secado de este material es aprovechado el calor desprendido en el pre-calentador del horno rotatorio.

El circuito cerrado utiliza un elevador de cangilones para transportar el material desde la descarga del molino hasta un separador, equipo en el que las partículas



finas son separadas por acción centrífuga y enviadas al sistema de transporte neumático hasta los silos de homogenización; las partículas gruesas regresan a la segunda cámara de molienda.



FIGURA 5. Imagen del área de molienda de crudo.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

2.6.5 Homogenización y pre-calcinación.

El polvo de crudo llega a los silos de homogenización realizando esta acción por medio de aire comprimido el cual es inyectado a impulsos para la generación de su movimiento interno. Los silos tienen una capacidad de 2340 m³.

Luego de homogenizado el material se da paso hacia los silos de almacenamiento con una capacidad de 4540 m³, donde la harina cruda debe contar con el porcentaje de CaCO₃ dentro de los límites establecidos por la fábrica para ser llevados al pre-calentador ciclónico del horno.

El pre-calentador cuenta con 4 etapas, trabajando a una temperatura superior a 750°C en la parte inferior de la torre y 300°C en la parte más alta de la misma; donde el material fino ingresa por intermedio de un elevador de cangilones por la parte superior de la torre, y se va calentando en contacto con los gases calientes del horno en un proceso a contracorriente a medida que desciende por cada etapa hasta lograr su pre descarbonatación.

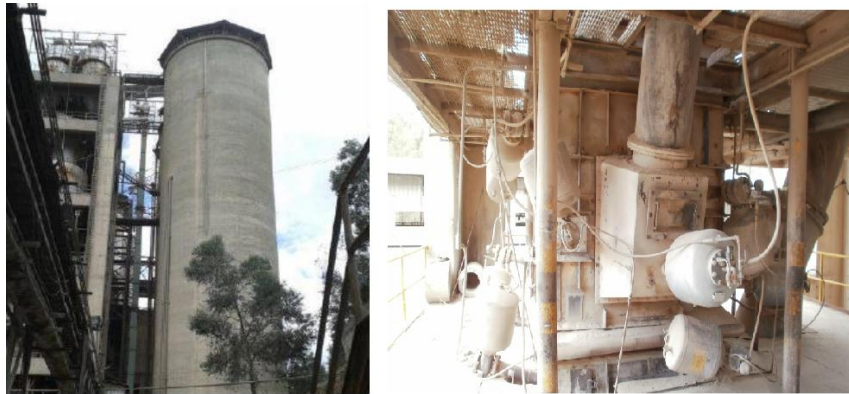


FIGURA 6. Imagen de los silos de Crudo. Imagen del pre-calentador del horno.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

2.6.6 Clinkerización.

El proceso de Clinkerización en la planta industrial Guapán tiene lugar en el horno rotatorio, con una capacidad de producción de 1100 t/día de clinker para cemento. El horno se encuentra revestido interiormente con material de calidad refractaria de acuerdo al área de calentamiento.

La temperatura en el proceso de Clinkerización es de 1350 °C en la zona más caliente del horno, luego de la reacción y cocción de la harina cruda así como sus transformaciones físicas y químicas el clinker producido sale del horno a una temperatura 1000 °C aproximadamente.

El clinker producido pasa por un enfriador bajando la temperatura del material a 90-100 °C y se fragmenta en un triturador de rodillos de clinker para clasificar su tamaño. Posteriormente este material es transportado a un hall de clinker cubierto donde es almacenado.

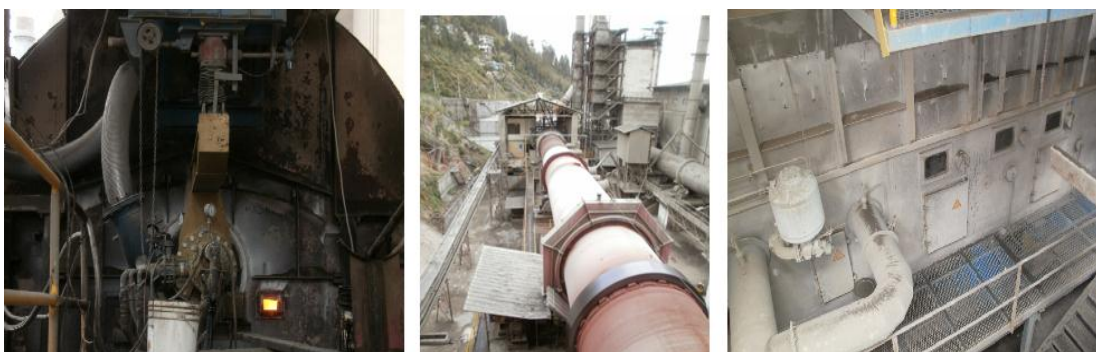


FIGURA 7. Imagen del quemador de horno para la combustión. Imagen del horno rotatorio. Imagen del enfriador de clinker que sale del horno.
Fuente: Planta industrial Guapán.



2.6.7 Molienda de Acabado.

Cerca de la finalizar el proceso de elaboración de cemento portland, se encuentra la etapa de molienda y acabado, en la cual se dosifican y adicionan materiales en determinadas proporciones que son molidos conjuntamente con el cemento para aportar y mejorar características así como propiedades del cemento y la finura del mismo. Según las especificaciones de fábrica se pretende tener una superficie específica -BLAINE-de $4200 \text{ cm}^2/\text{g}$.

La dosificación se realiza en un molino de bolas, la misma que se encuentra formada por una mezcla entre 65-75% de clinker, 20 - 25 % de puzolana seca, 3-4 % de yeso y un filler calcáreo inactivo con una dosificación de entre 3 a 5 % del total de la mezcla para obtener como producto final un cemento hidráulico compuesto tipo IP puzolánico que es el que mayoritariamente elabora la Planta Guapán.



FIGURA 8. Imagen del molino de cemento.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

Cabe destacar que la planta industrial Guapán cuenta con un sistema de tratamiento de secado de puzolana ya que de este proceso (unión íntima cemento-puzolana) dependen también muchas de las características y propiedades físicas del cemento como son el tiempo de fraguado, falso fraguado, resistencia a la compresión, superficie específica etc.

2.6.7.1 Proceso de secado de Puzolana en la Industria Guapán.

El sistema de secado de puzolana está conformado por un sistema quemador-secador rotativo, para secar puzolana con alrededor del 12 % de humedad hasta un rango del 2 al 3 %. Este sistema está conformado por una banda transportadora que lleva puzolana húmeda hacia el secador de puzolana, quemador, secador rotativo y un elevador de cangilones que transfiere el material seco al silo de puzolana. El sistema finalmente cuenta con colector de polvos para evitar polución.



FIGURA 9. Imagen del área de secado de puzolana.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

2.6.8 Empaque y despacho.

La distribución y venta de cemento se hace a través de dos áreas: el área de empaque y despacho y el área de la distribución al granel. En la primera área el empaque y despacho se realiza a través de uno sacos de cemento diseñado y estructurado bajo las especificaciones de fábrica y bajo el correcto cumplimiento de la NTE INEN 1902:2012, los cuales son llevados a los vehículos de despacho por medio de bandas transportadoras.

El área de distribución a granel está a cargo de dos sistemas de alimentación para camiones cisterna. El despacho es controlado a la salida del camión por una balanza electrónica de 80 Toneladas de capacidad.

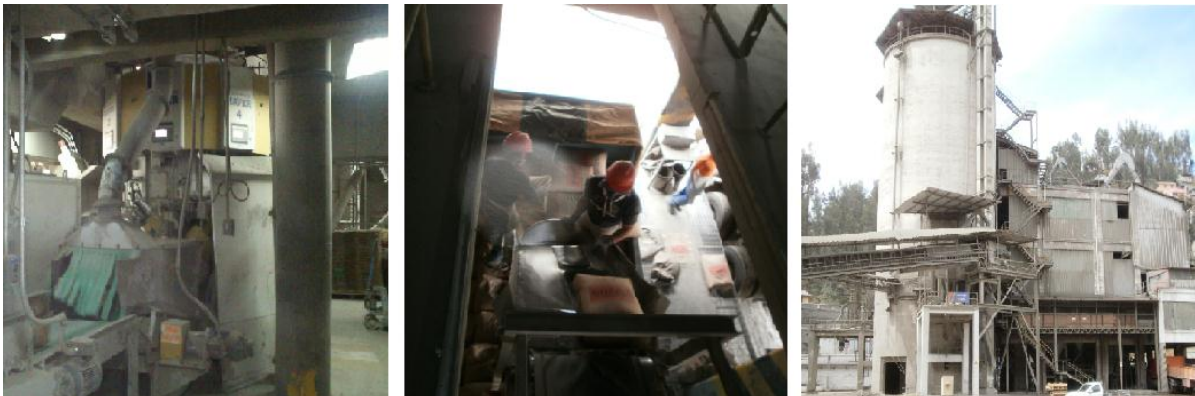


FIGURA 10. Imagen del área de empaque y despacho. Imagen del área de distribución al granel.
Fuente: Planta Industrial Guapán.



CAPITULO III



ESTUDIO FÍSICO Y QUÍMICO DE LAS PUZOLANAS.

Las diferentes propiedades que presentan las puzolanas junto con materiales cementantes son debido a su composición y caracterización físico-química, puesto que por sí mismos no endurecen cuando se amasan con agua, pero finamente molidos y en presencia de agua reaccionan, a la temperatura ambiente, con el hidróxido de calcio disuelto $-Ca(OH)_2-$ y forman compuestos de silicato de calcio y aluminato de calcio capaces de desarrollar resistencia. Estos compuestos son similares a los que se forman durante el endurecimiento de los materiales hidráulicos.

La composición química del material puzolánico consta de sílice reactiva SiO_2^9 y óxido de aluminio Al_2O_3 , el resto contiene Fe_2O_3 y otros óxidos. La proporción de óxido de calcio reactivo (CaO) es de poca importancia para el endurecimiento.

Para la elaboración de materiales cementantes con la adicción de puzolana, ésta debe ser preparada correctamente, es decir, debe ser seleccionada, homogenizada, secada y pulverizada, dependiendo de su estado de producción o de suministro.

3.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LAS PUZOLANAS.

Las puzolanas son materiales de diferentes colores según sus yacimientos y composición química; pueden presentar colores rosados, rojizos o plomos. No presentan olor, son insolubles en agua, presentando un porcentaje de humedad dependiendo de las condiciones ambientales en el lugar de extracción (3% -15%) siendo más fácil su trituración y molienda cuando está seca. Su punto de fusión está comprendido entre los 950-1500 °C, dependiendo del tipo de puzolana.

La porosidad de la puzolana puede variar entre el 40 y el 60 % del volumen según las granulometrías. Contrariamente a lo que pasa con otros áridos, son los elementos más gruesos los que tienen un coeficiente de porosidad más importante.

Los materiales puzolánicos presentan una densidad menor que el clinker de cemento portland (2,30 a 2,80 g/ml), por lo que al ser molturadas muy finamente son más eficaces para fijar una fuerte proporción de cal.

Las características físicas de las puzolanas dependen en su gran mayoría de la composición química de la misma, así como de su granulometría y la forma que el material presenta, ya que en su mayor parte está compuesto por una fase vítrea

⁹Sílice reactiva: El dióxido de silicio (SiO_2) reactivo se define como la proporción de SiO_2 , que después de la disolución ácida con ácido clorhídrico (HCl) se disuelve cuando se lleva a ebullición en una disolución de hidróxido de potasio (KOH). La cantidad de SiO_2 reactivo se determina restando del SiO_2 total, el SiO_2 contenido en el residuo insoluble, después de los ataques anteriores, estando ambos referidos a muestra seca.



(amorfa), siendo su fase cristalina muy pequeña lo que hace que sean materiales de alta reactividad.

3.2 CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LAS PUZOLANAS.

La composición química media de las puzolanas analizadas en este estudio fue realizada en el Departamento de Calidad de la industria Guapán, obteniendo los siguientes resultados:

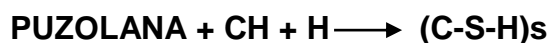
COMPONENTE	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
(%)	65,26	16,63	4,70	4,22	1,75	0,04	4,88	2,66	0,58	0,09	0,14

TABLA 2. Descripción porcentual general de la composición química de las puzolanas.

Donde el contenido de sílice y óxido de aluminio alcanzan un porcentaje entre 76% y 82%, lo cual proporciona un carácter ácido al material y por tanto una gran afinidad por la cal (hidróxido cálcico-ACTIVADOR), dando lugar a la *formación de compuestos estables*, poco solubles en el agua y que poseen características cementantes (capacidad de desarrollar resistencia por endurecimiento hidráulico).

Como ya se mencionó anteriormente cuando una puzolana se usa en combinación con el cemento portland (fuente de hidróxido cálcico) éste reacciona con los alúmino-silicatos presentes en la puzolana formando silicato de calcio y aluminato de calcio.

La reacción puzolánica puede representarse mediante:



Donde:

- CH: óxido de calcio hidratado
- H: molécula de agua
- (C-S-H)_s: Silicatos de calcio hidratados de estequiometría no definida.

Las propiedades químicas de los materiales con adiciones puzolánicas, denotan tres características presentes en la reacción puzolánica:

1. Una reacción lenta, contraria a la reacción de hidratación del cemento que es rápida, por tanto, la velocidad de liberación del calor y el desarrollo de resistencias serán procesos más lentos.



2. Una reacción que consume hidróxido de calcio en vez de generarlo, lo que es importante para la durabilidad de las pastas hidratadas en ambientes ácidos.
3. Al producirse en un tiempo posterior, los productos de reacción rellenan de forma muy eficiente los espacios capilares que quedan después de la hidratación de los componentes del cemento. Así se mejora la impermeabilidad y la resistencia mecánicas del sistema (Menor porosidad).

3.3 CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD.

En la elaboración de cemento portland puzolánico tipo IP, la adición de puzolana debe cumplir con parámetros físicos y químicos para ser considerada de calidad. Las características de calidad que se consideran en la industria para las puzolanas están contemplados en la INTE INEN 494:1980 “Puzolanas Requisitos”.

3.3.1 Requisitos físicos.

REQUISITO		Unidad	Mín	Máx	METODO DE ENSAYO
Superficie específica		m ² /kg	300	–	INEN 196
Índice de actividad puzolánica	Con Cemento Portland a los 28 días	%	75	–	INEN 495
	Con cal a los 7 días	MPa	4	–	INEN 496
Constancia de volumen	Expansión en autoclave	%	–	0,5	INEN 200

TABLA 3. Requisitos físicos para puzolanas.

Fuente: NORMA INEN 494: 1980-11.



3.3.2 Requisitos Químicos.

REQUISITO	Unidad	Mín	Máx	METODO DE ENSAYO
Oxido de magnesio soluble total	%	–	5	INEN 497
Trióxido de azufre	%	–	3	INEN 497
Pérdida por calcinación	%	–	10	INEN 498

TABLA 4. Requisitos químicos para puzolanas.
Fuente: NORMA INEN 494: 1980-11.

3.3.3 CUMPLIMIENTO DE REQUISITOS Y NORMAS INEN EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTO PORTLAND PUZOLÁNICO TIPO IP EN LA PLANTA INDUSTRIAL GUAPÁN.

La elaboración del cemento portland puzolánico tipo IP en la industria de Guapán está regido a través de la aplicación de diferentes procedimientos e instrucciones en las áreas del proceso de producción, pudiendo así satisfacer y cumplir con los requisitos de calidad que se especifican en la Norma INEN 490:2011 (Cementos Hidráulicos. Requisitos). Su principal objetivo brindar a los clientes la seguridad y calidad del producto elaborado.

En la ANEXO 1. constan las NORMAS INEN complementarias a la mencionada anteriormente; en base a las cuales se desarrollan las pruebas y ensayos para determinar el cumplimiento de requisitos de calidad del producto.

En la actualidad este producto se encuentra dentro de las características de calidad tanto físicas¹⁰ como químicas¹⁰, siendo así que la planta industrial Guapán dispone del Sello de Calidad INEN para su producto.

Así también la planta industrial Guapán, cuenta con un sistema de calidad propio de la fábrica, en el cual se encuentran definidos y desarrollados procedimientos e instructivos para el control de actividades, pruebas y ensayos en el Departamento de Control de Calidad. Todos estos instructivos han sido desarrollados por el personal de este departamento, siendo revisados por el jefe a cargo y aprobados

¹⁰ANEXO 1: NTE INEN 490:2011 quinta revisión “CEMENTOS HIDRÁULICOS COMPUESTOS. REQUISITOS”, p5, p6.



por el representante de la Dirección tomando en consideración los aspectos contemplados en las Normas que regulan la calidad del producto.

El contenido de cada uno de estos documentos contempla:

- Propósito.
- Alcance.
- Definiciones.
- Equipo necesario.
- Procedimiento.
- Cálculos.
- Registro y reporte de resultados.

En el *ANEXO 2*. Se detallan la identificación y título de cada uno de los instructivos del Manual de Calidad con el que se desarrollan las pruebas y ensayos en el departamento de control de calidad.

3.4 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.

Una de las propiedades más importantes en el uso y aplicación de puzolana en cementos hidráulicos es su índice de actividad o grado de reactividad, el cual está definido como la capacidad y velocidad de reacción que tiene la puzolana (sílice) con hidróxido de calcio para formar compuestos cementantes. Estos compuestos tienen características insolubles y propiedades hidráulicas.

El grado o índice de reactividad puzolánica depende de muchos factores, tales como su estructura química y morfológica, en donde su factor determinante es el contenido de fase amorfa.

La actividad puzolánica depende de la relación entre cemento y puzolana de la mezcla, temperatura de reacción y el grado de finura (superficie específica) ya que al ser finamente dividida y la gran porosidad que presenta el material aumenta la superficie de contacto con la cal.

En efecto con lo anteriormente descrito en el *numeral 3.2* “características químicas de las puzolanas”, se tiene que los silicatos de calcio hidratados formados son los materiales con características cementantes¹¹ que hacen posible que exista un grado o índice de actividad de este compuesto al estar como adición con el cemento, donde la reacción química entre las partículas de puzolana y de hidróxido de calcio presentan dos efectos físicos en su porosimetría¹², estos efectos son:

¹¹ Reacción química de las puzolanas, base de la actividad Puzolánica.

¹² Porosimetría: distribución del tamaño de poro.

- Refinamiento de tamaño de poro.
- Refinamiento de tamaño de grano.

3.4.1 Refinamiento de tamaño de poro.

Es el proceso de transformación de un sistema que contiene grandes cavidades capilares en un producto micro poroso que contiene numerosos poros finos. Para este caso de aplicación está producido por la formación de productos de hidratación secundarios que tienden a rellenar las grandes cavidades capilares (principalmente silicatos de calcio hidratados) alrededor de las partículas de puzolana, los mismos que son de baja densidad (FIGURA 11.).

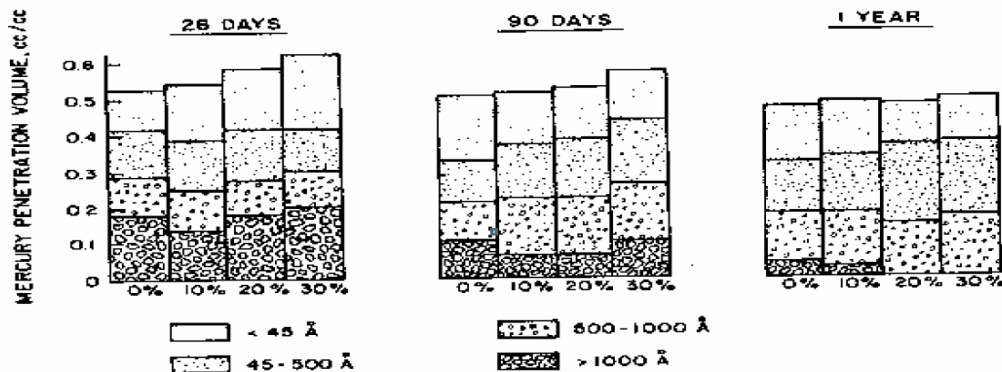


FIGURA 11. Cambios, En Función Del Tiempo, En La Distribución Del Tamaño De Poro De Pastas De Cemento Con Contenido Variable De Puzolana

Fuente: Anónimo. <http://www6.uniovi.es/~usr/fblanco/Tema7.CEMENTOS.R.pdf>

3.4.2 Refinamiento De Tamaño De Grano.

Proceso de transformación de un sistema que contiene granos grandes de un componente en un producto que contiene los granos más pequeños. Por lo que, la nucleación del hidróxido de calcio alrededor de finas partículas de puzolana reemplazan a grandes y orientados cristales de hidróxido de calcio (FIGURA 12).

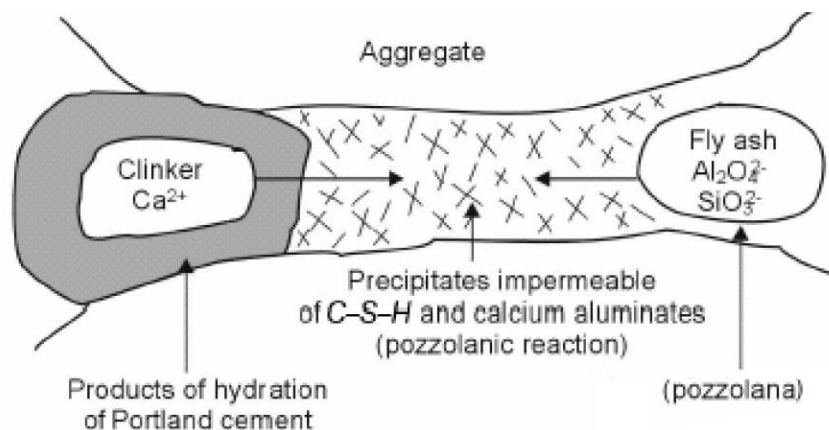




FIGURA 12. Cambios, en función del tiempo, en la distribución del tamaño de grano de pastas de cemento con adicción de puzolana.

Fuente: Anónimo. <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/Tema7.CEMENTOS.R.pdf>

Estos dos procesos fortalecen la impermeabilidad y durabilidad, permitiendo así el aumento en la resistencia de la pasta de cemento hidráulico.

Para la evaluación del índice de actividad puzolánica se han desarrollado diferentes métodos químicos, físico-químicos y mecánicos, efectuados sobre suspensiones acuosas, pastas o morteros cal-puzolana/puzolana-cemento.

En la industria de cemento, los métodos señalados por las normas técnicas industriales para evaluar la actividad puzolánica de un material de adición son mucho más prácticos, la evaluación de la resistencia a la compresión de morteros puzolana-cal¹³ y resistencia a la compresión de morteros de cemento-puzolana.¹⁴ Se pueden mencionar los siguientes métodos para la determinación de la actividad puzolánica según la referencia de algunas normas:

- Método del cemento, NTE INEN 0496:81 (UNE¹⁵80280/88; EN 196-5).
- La evaluación del Índice de Actividad Resistentes con Cementos Portland, UNE 83-451-86.
- La evaluación del Índice de Actividad Puzolánica con Cemento, ASTM¹⁶C-311.

Por consiguiente, las técnicas tradicionales contempladas en las Normas de producto, demandan un tiempo no menor a 28 días para la determinación de esta característica de calidad, puesto que se realiza la parte mecánica de la prueba y un proceso de maduración para obtener el resultado a esa edad. Siendo así, es importante contar con un modelo y/o aplicación que permita relacionar los resultados de análisis por difracción y fluorescencia de rayos X con las técnicas mecánicas contempladas en la NTE INEN 490:2011.

3.5 APLICACIÓN DE LA NTE INEN 490 (ANEXO A).

La determinación y evaluación del índice de actividad puzolánica está basado de acuerdo a la normativa INEN, puesto que el trabajo en estudio tuvo lugar en la planta industrial Guapán, industria que cuenta con el sello de calidad INEN.

¹³ Referido a la NTE INEN 496: 1980-11 “**DETERMINACION DEL INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLANICA**”.

¹⁴ Referido al *anexo A de* la NTE INEN 490:2011 quinta revisión “**CEMENTOS HIDRAULICOS COMPUESTOS. REQUISITOS**”

¹⁵ UNE, Una Norma Española.

¹⁶ ASTM, American Society for Testing and Materials.



El método utilizado es un método físico-mecánico basado en la preparación de un mortero de cemento portland, puzolana, arena y agua, los cuales son sometidos a ensayos de resistencia a la compresión. El índice de actividad es determinado por comparación entre la resistencia a la compresión de los morteros de cemento portland con puzolana con la resistencia a la compresión del mortero de cemento portland sin puzolana (mortero patrón).

3.5.1 Alcance.

Esta norma comprende puzolanas naturales o calcinadas, usadas en obras de construcción usadas como aditivos para morteros y hormigones de cemento.

3.5.2 Método De Ensayo.¹⁷

3.5.2.1 Preparación de los especímenes.

Moldear, curar y ensayar los especímenes de una mezcla de control y de una mezcla de ensayo de acuerdo con la **NTE INEN 488**. El cemento portland empleado en la mezcla de control debe cumplir los requisitos de la **NTE INEN 152** y debe ser del tipo y, si hay disponible, de la marca de cemento a ser empleado en la obra. Fabricar amasadas para tres cubos como sigue: (Para amasadas para seis o nueve cubos, duplicar o triplicar, respectivamente, las cantidades de los ingredientes secos).

3.5.2.2 Mezcla De Control.

250 g de cemento portland

687,5 g de arena de Ottawa graduada

X cm³ de agua requerida para obtener un flujo de 100 a 115

3.5.2.3 Mezcla de ensayo de puzolana:

162,5 g de cemento portland

$$\text{Puzolana} = 87,5 \times \frac{\text{gravedad específica de la muestra}}{\text{gravedad específica del cemento portland}} \text{ (gramos)}$$

687,5 g de arena de Ottawa graduada

Y cm³ de agua requerida para obtener un flujo de 100 a 115

3.5.2.4 Almacenamiento de los especímenes.

Después de moldearlos, colocar los especímenes en los moldes (sobre sus lacas de base) en la cámara de curado, a 23,0 °C ± 2,0 °C durante 20 a 24 horas.

¹⁷NTE INEN 490:2011 quinta revisión "CEMENTOS HIDRÁULICOS COMPUESTOS. REQUISITOS"



Mientras se encuentren en la cámara de curado, proteger la superficie de los especímenes de goteo de agua. Retirar los moldes de la cámara de curado y extraer los cubos de los moldes. Colocar los cubos en recipientes de metal o vidrio de ajuste perfecto (**ver nota 1**), sellar los recipientes herméticamente y almacenarlos a $38,0\text{ °C} \pm 2,0\text{ °C}$ durante 27 días. Dejar enfriar las muestras hasta $23,0\text{ °C} \pm 2,0\text{ °C}$ antes de ensayarlas.

3.5.2.5 Ensayos de resistencia a la compresión.

Determinar la resistencia a la compresión de los tres especímenes de la mezcla de control y de la mezcla de ensayo a una edad de 28 días en concordancia con el método de ensayo de la NTE INEN 488.

NOTA 1. Utilizar cualquier recipiente metálico que tenga capacidad para tres cubos si puede ser sellado herméticamente. Se han encontrado satisfactorios recipientes de lámina metálica con estaño liviano, con dimensiones interiores de 52 mm por 52 mm por 160 mm. Se han encontrado satisfactorias botellas Mason de boca ancha de 1 litro de capacidad a condición de que se tomen precauciones para prevenir su rotura.

3.5.2.6 Cálculos.

Calcular el índice de actividad con cemento portland como sigue:

$$\text{Índice de actividad concemento portland} = \frac{A}{B} \times 100$$

Donde:

A = resistencia a la compresión promedio de los cubos de la mezcla de ensayo, MPa

B = resistencia a la compresión promedio de los cubos de la mezcla de control, MPa

3.5.2.7 Precisión y desviación

3.5.2.7.1 Precisión.

La precisión para un solo operador, sobre cementos compuestos, utilizando ceniza volante, es esencialmente la misma que sobre mezclas: ceniza volante/cementos compuestos del reporte de investigación C 09 – 1 001 (**ver nota 2**) y se encontró que tiene un coeficiente de variación de 3,8% (1s%). Esto significa que los resultados de dos ensayos apropiadamente realizados por el mismo operador no deben diferir en más del 10,7% (d2s) del promedio de los dos resultados. Debido a que el ensayo se realiza solamente con propósitos de certificación del fabricante ninguna precisión multi-laboratorio sobre la calidad de la materia prima, es aplicable.



3.5.2.7.2 Desviación.

Ya que no hay material normalizado de referencia, la desviación no puede ser determinada.



CAPITULO IV



MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS FÍSICO-QUÍMICO E INSTRUMENTAL PARA EL ANÁLISIS DE LA ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.

4.1 METODOLOGÍA.

4.1.1 Procedimientos en planta:

Los siguientes procedimientos usados en la planta en la planta industrial Guapán se realizaron con la finalidad de:

- Observar la situación actual del proceso productivo y conocer lo referente a la producción y utilización de materias primas.
- Identificar las condiciones actuales en las que se obtiene y procesa la materia prima para la fabricación de cemento.
- Conocer cuáles son los ensayos físicos, químicos, difracción y espectrometría que se llevan a cabo y aplicarlos en el análisis de la puzolana a ser utilizada.

4.1.2 Ensayos realizados:

- En el laboratorio de Control de Calidad haciendo uso de los siguientes equipos:

Equipo de Difracción de Rayos X DZ-PHASER.

Espectrofotómetro de Fluorescencia de Rayos X S8 TIGER.

Perladora de Materiales Sólidos KATANAX.

- En los lugares de descarga y almacenamiento de puzolana se tomaron muestras de este material así como en las minas de DELEG Y CHALLUABAMBA, lugares cercanos a la Planta industrial de Guapán.

4.1.3 Técnicas:

- Para llevar cabo este estudio se realizaron ensayos aplicando normas y procedimientos de análisis físicos y químicos que se manejan en el laboratorio de control de calidad.

La Siguiete tabla, presenta el listado de Normas INEN, manuales y procedimientos en las que nos basamos para las correspondientes pruebas y ensayos realizados en las muestras de puzolana y morteros de cemento.



NORMA	DOCUMENTO	REVISION
151	CEMENTO HIDRAULICO DEFINICION DE TERMINOS	2010-01
153	CEMENTO HIDRAULICO. MUESTREO Y ENSAYOS	2009'07
156	CEMENTO HIDRAULICO DET. DE LA DENSIDAD	2009-06
488	DET. DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESION DE MORTEROS EN CUBOS..	2009-07
492	PUZOLANAS. MUESTREO	1980-10
494	PUZOLANAS. REQUISITOS	1980-11
498	PUZOLANAS: PERDIDAS POR CALCINACION	1980-11
957	DETERMINACION DE LA FINURA METODO HUM.	2012-05
2502	DETERMINACION DEL FLUJO EN MORTEROS	2009-08

TABLA 5. Normas INEN para cemento hidráulico.

Fuente: Normas INEN.

CODIGO	MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DEL LABORATORIO DE CALIDAD
I.CK-7,1-01	TOMA Y PREPARACION DE MUESTRAS
GCI02CK	DETERMINACION DE LA HUMEDAD
I.CK-7,1-03	DETERMINACION DE LA FINURA
I.CK-7,1-13	ANALISIS DE MUESTRAS POR DIFRACCION DE RAYOS X.
I.CK-7,1-09	DETERMINACION DE LAS PERDIDAS POR CALCINACION
I.CK-7,1-10	ANALISIS DE MUESTRAS POR RAYOS .X.
I.CK-7,1-12	DETERMINACION DE LA DENSIDAD REAL
GCI24CK	DETERMINACION DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN
GCI28CK	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE RETENIDO EN EL TAMIZ ASTM 325
GCP10CK	CONTROL DE CALIDAD SOBRE PUZOLANA

TABLA 6. Manual de procedimientos del laboratorio de calidad.

Fuente: Planta Industrial Guapán.

4.1.4 Métodos de control.

- Para cada una de estas muestras se realizó un análisis cualitativo y cuantitativo en el equipo de difracción de rayos X.
- La sílice total se determinará por Fluorescencia de Rayos X y la sílice cristalina como cuarzo se determinará por Difracción de Rayos X.
- La sílice amorfa se determinará como la diferencia entre la sílice total y la sílice cristalina como cuarzo.
- Elaboración de perlas patrón a partir de las muestras de puzolana.
- Valoración y caracterización cuantitativa y cualitativa de las perlas patrón de puzolana por medio del programa Quant-Express en el equipo de fluorescencia de rayos X.



- Desarrollo de la aplicación “Puzolana” mediante la calibración de las curvas de los diferentes componentes del material mencionado una vez que se determinó la composición química de las perlas patrón, trabajo realizado en el equipo de análisis de fluorescencia de Rayos X”.
- Los análisis físicos para la determinación de la actividad puzolánica se realizaron en el laboratorio de control de calidad con la aplicación del método contemplado en el anexo A de la Norma Técnica ecuatoriana INEN 490, resultados con los que se elaboraron el modelo matemático conjuntamente con los datos obtenidos en el equipo de difracción y fluorescencia de Rayos X.
- Correlación y formulación de un modelo matemático para la determinación de la actividad puzolánica haciendo uso de los resultados de sílice amorfa y índice de actividad puzolánica (método del cemento).

4.2 MUESTREO, EXTRACCIÓN Y PREPARACIÓN.

La extracción de muestras de puzolanas así como su recolección y preparación se describe en un resumen, el cual está basado según el manual de procedimientos de la industria¹⁸ y normas INEN¹⁹ utilizados por el departamento de control de calidad de la planta Guapán.

4.2.1 ALCANCE.

Esta operación está destinada y aplicada a las puzolanas provenientes de los diferentes proveedores y canteras, la cual se encuentra almacenada en el **Hall** “sala de almacenamiento de puzolana”.

4.2.2 DISPOSICIONES GENERALES DE MUESTREO:

Las muestras tomadas son **muestras simples aleatorias**.²⁰

Peso aproximado de 5kg por muestra.

Número total de muestras 10²¹

Peso y número de muestras definido por el jefe del Departamento de Calidad por el procedimiento interno. La **TABLA 7**. describe el número de muestras y el lugar de procedencia de las muestras de puzolana:

¹⁸ **MANUAL DE PROCEDIMIENTOS** I.CK-7.1-01 (2014). *Instructivo para toma y preparación de muestras* (5ta. Revisión). Azogues: Industria Guapán.

¹⁹ NTE INEN 153:2009 segunda revisión “**CEMENTOS HIDRAULICOS. MUESTREO ENSAYOS**”. NTE INEN 492 1980-10 “**PUZOLANAS MUESTREO**”.

²⁰ **Muestras simples aleatoria**: “muestra tomada desde un embarque al granel, en una sola operación” (INEN 153:2009, 2009-07 p, 2)

²¹ Según la norma NTE INEN 492 1980-10 “PUZOLANAS MUESTREO” se puede tomar cualquier número de muestras ya que se encuentra dentro del límite de 100 toneladas (carros cargados).



LUGAR	Nro. De Muestras
Challuabamba	2
Deleg	2
Latacunga	6

TABLA 7. Selección de muestreo de puzolanas.

4.2.3 INSTRUMENTAL.

El instrumental utilizado para la recolección de muestras es el indicado en la norma INEN 153.

- Tubo muestreador.
- Tubo muestreador ranurado.

4.2.4 PROCEDIMIENTO.

Se extraen porciones de puzolana durante la carga o descarga del material, separando una determinada cantidad al comienzo e iguales cantidades al finalizar la operación. El conjunto de porciones extraídas son mezcladas y homogenizadas, para tomar finalmente una cantidad representativa (5kg).

Colocar las muestras en fundas herméticas de plástico e identificar las mismas. Cada muestra debe ser identificada y contener la siguiente especificación:

- Número de muestra.
- Fecha de muestreo.
- Lugar de procedencia de la puzolana escogida.
- Observaciones que se consideren necesarias.

Nro MUESTRA	IDENTIFICACIÓN	LUGAR DE PROCEDENCIA	FECHA TOMA DE MUESTRA	OBSERVACIONES
1	PUZOLANA 1	LATACUNGA	17/02/2014	-
2	PUZOLANA 2	LATACUNGA	17/02/2014	-
3	PUZOLANA 3	LATACUNGA	17/02/2014	-
4	PUZOLANA 4	LATACUNGA	17/02/2014	-
5	PUZOLANA 5	LATACUNGA	17/02/2014	-
6	PUZOLANA 6	LATACUNGA	17/02/2014	-
7	PUZOLANA 7	DELEG	25/02/2014	-
8	PUZOLANA 8	DELEG	25/02/2014	-
9	PUZOLANA 9	CHALLUABAMBA	25/02/2014	-
10	PUZOLANA 10	CHALLUABAMBA	25/02/2014	-

TABLA 8. Identificación de muestras de puzolanas.



FIGURA 13. Hall de puzolana. Almacenamiento y rotulación de muestras de puzolana.

4.3 ANÁLISIS Y ENSAYOS FÍSICOS.

4.3.1 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL.²²

Se refiere a la cantidad de masa contenida en un determinado volumen de sustancia. El método de ensayo utilizado es el método del frasco volumétrico de Le Chatelier.

La técnica y Método se encuentran adjuntos en el ANEXO 3.1.

4.3.1.1 RESULTADOS.

DETERMINACION DE LA DENSIDAD DE LA PUZOLANA
(METODO LE CHATELIER)

No de Muestra	Temperatura de referencia (°C)	1ra Medicion (ml.)	2da Medicion (ml.)	Masa de la muestra (g.)	Densidad calculada (g/ml)
1	20	0,6	21,1	50	2,439
2	20	0,8	21	50	2,475
3	20	0,8	21,1	50	2,463
4	20	1	21,4	50	2,451
5	20	0,2	20,2	50	2,500
6	20	0,2	20,5	50	2,463
7	20	0,8	20,4	50	2,551
8	20	0,4	19,5	50	2,618
9	20	0,8	20	50	2,604
10	20	0,5	19,8	50	2,591

TABLA 9. Resultados del ensayo densidad real de puzolana.

²² NTE INEN 156:2009 segunda revisión "CEMENTO HIDRÁUICO. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD". MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-12 (2014). Instructivo para la determinación de la densidad real (4ta. Revisión). Azogues: Industria Guapán.



4.3.2 DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD.²³

Se refiere a la cantidad de agua retenida en una muestra de puzolana. El resultado es expresado como porcentaje total de humedad higroscópica en una cantidad de masa exacta.

Humedad Higroscópica.- cantidad de agua absorbida en una muestra expresada en porcentaje de su peso, hasta los 105 °C.

La técnica y Método se encuentran adjuntos en el ANEXO 3.2.

4.3.2.1 RESULTADOS.

DETERMINACION DE LA HUMEDAD

No de Muestra	Masa inicial (g.)	Masa final (g.)	% de Humedad
1	50	45,14	9,72
2	50	44,55	10,9
3	50	44,56	10,88
4	50	44,48	11,04
5	50	44,2	11,6
6	50	44,17	11,66
7	50	41,14	17,72
8	50	42,6	14,8
9	50	43,05	13,9
10	50	44,31	11,38

TABLA 10. Resultados del ensayo determinación del % de humedad de puzolana.

4.3.3 DETERMINACIÓN DE LA FINURA.²⁴

Método y procedimiento para la determinación de la finura y porcentaje de material retenido (puzolana) mediante el tamiz de 45µm (Nro. 325 ASTM).

La técnica y Método se encuentran adjuntos en el ANEXO 3.3.

²³ GCI02CK "DETERMINACION DE LA HUMEDAD". Manual De Procedimientos Industria Guapán.

²⁴ NTE INEN 957:2012tercera revisión "CEMENTO HIDRÁUICO. DETERMINACIÓN DE LA FINURA MEDIANTE EL TAMIZ 45µm (No 325)"
MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-03 (2014). *Instructivo para la determinación de la Fineza* (4ta. Revisión). Azogues: Industria Guapán.

**4.3.3.1 RESULTADOS.****DETERMINACIÓN DEL GRADO DE FINURA Y % RETENCION**

Nro. Muestra	Masa inicial (g.)	Masa final (g.)	% Retencion en tamiz Nro. 325	FINURA
1	1	0,0788	7,88	92,12
2	1	0,0865	8,65	91,35
3	1	0,0704	7,04	92,96
4	1	0,0864	8,64	91,36
5	1	0,0633	6,33	93,67
6	1	0,0728	7,28	92,72
7	1	0,0765	7,65	92,35
8	1	0,0416	4,16	95,84
9	1	0,0585	5,85	94,15
10	1	0,0705	7,05	92,95

TABLA 11. Resultados del ensayo determinación del % Finura-Retención de puzolana.

4.3.4 DETERMINACIÓN DE PÉRDIDAS POR CALCINACIÓN.²⁵

Método y procedimiento para determinar la pérdida de contenido de carbono por calcinación de las puzolanas.

La técnica y Método se encuentran adjuntos en el ANEXO 3.4.

4.3.4.1 RESULTADOS.**DETERMINACION DE PERDIDAS POR CALCINACIÓN PARA PUZOLANAS (%PFC)**

No de Muestra	Peso de Crisol (g.)	Peso de la muestra (g.)	Peso total 900°C (g.)	% PFC
1	29,6855	5,0008	34,5535	2,6556
2	29,8091	5,0005	34,7102	1,9878
3	29,6365	5,0012	34,5624	1,5056
4	29,9511	5	34,8578	1,8660
5	29,667	5,0021	34,5717	1,9472
6	29,2324	5,0061	34,1378	2,0115
7	29,8117	5,003	34,6904	2,4845
8	29,9522	5,0003	34,8615	1,8199
9	29,6672	5,0011	34,5716	1,9336
10	29,6379	5,0067	34,5362	2,1651

TABLA 12. Resultados del ensayo determinación del % perdidas de calcinación de puzolana.

²⁵ NTE INEN 498 1980-11 "PUZOLANAS. DETERMINACIÓN DE LA PERDIDA POR CALCINACIÓN".

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-09 (2014). Instructivo para la determinación de pérdidas por calcinación. Azogues: Industria Guapán.



4.3.5 RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS.²⁶

Método y procedimiento para determinar la resistencia a la compresión de morteros elaborados con cemento hidráulico, usando cubos de 50 mm de arista.

4.3.5.1 ALCANCE.

Preparación de un número de especímenes (morteros) de cemento portland patrón, y cemento portland con adición de puzolana a partir de las cantidades necesarias de material que forman parte de las diferentes mezclas, según las siguientes especificaciones:

Unidad	Material	Requerimientos
Nro de Especímenes		6
gramos (g.)	Cemento + Puzolana	500
gramos (g.)	Arena normalizada	1375
mililitros (ml.)	Agua	según tabla de flujo

TABLA 13. Especificaciones y requerimientos para la elaboración de morteros.

Fuente: NTE INEN 488:2009 segunda revisión.

Cabe denotar que el procedimiento descrito en este apartado es indispensable para la determinación del índice de actividad puzolánica por el método del cemento, unificando así los procedimientos de la norma **INEN 488**²⁷ y complementando la misma con los requerimientos y procedimientos del **ANEXO A DE LA NORMA INEN 490**.²⁸

4.3.5.2 FÓRMULAS DE CÁLCULO Y PARÁMETROS.

La determinación de estas especificaciones se realizaron siguiendo la metodología y técnicas del procedimiento descrito en el apartado 3.5.2.2 con referencia a la **NTE INEN 490:2011** quinta revisión "CEMENTOS HIDRAULICOS COMPUESTOS. REQUISITOS".

- 162,5 g de cemento portland para 3 morteros de cemento **(A)**.
- **Y**: cm³ de agua según tabla de flujo de 100 ± 5 %

²⁶NTE INEN 488:2009 segunda revisión "CEMENTO HIDRÁUICO. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS EN CUBOS DE 50mm DE ARISTA"

²⁷NTE INEN 488:2009 segunda revisión "CEMENTO HIDRÁUICO. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS EN CUBOS DE 50mm DE ARISTA"

²⁸NTE INEN 490:2011 quinta revisión "CEMENTOS HIDRAULICOS COMPUESTOS. REQUISITOS"



- $$Puzolana = 87,5 \times \frac{\text{grvedad especifica de la muestra}}{\text{grvedad especifica del cemento portland}} (\text{gramos})(B)$$
- 687,5 g de arena de Ottawa graduada para 3 morteros de cemento
 "Z" g de arena de ottawa para 6 morteros de cemento

Nro de muestra	A: cemento para 3 morteros (g)	gravedad especifica de la muestra (g/cc)	gravedad especifica del cemento patrón (g/cc)	B: Puzolana para 3 morteros (g)	arena normalizada para 3 morteros (g)	Z: arena normalizada para 6 morteros (g)	A+B (g)	(A) g. para mezcla de 500 g	(B) g. para mezcla de 500 g	Y:Agua para tabla de flujo (ml)	Tabla de flujo 110±5 (%)
1	162,5	2,439	3,15	67,75	687,5	1375	230,25	352,88	147,12	257	111,5
2	162,5	2,475	3,15	68,76	687,5	1375	231,26	351,34	148,66	257	111,5
3	162,5	2,463	3,15	68,42	687,5	1375	230,92	351,86	148,14	257	111,5
4	162,5	2,451	3,15	68,08	687,5	1375	230,58	352,37	147,63	257	114
5	162,5	2,500	3,15	69,44	687,5	1375	231,94	350,30	149,70	257	114
6	162,5	2,463	3,15	68,42	687,5	1375	230,92	351,86	148,14	257	114
7	162,5	2,551	3,15	70,86	687,5	1375	233,36	348,17	151,83	257	107,5
8	162,5	2,618	3,15	72,72	687,5	1375	235,22	345,43	154,57	257	107,5
9	162,5	2,604	3,15	72,34	687,5	1375	234,84	345,98	154,02	257	108
10	162,5	2,591	3,15	71,96	687,5	1375	234,46	346,54	153,46	257	108
PATRÓN	162,5	-	3,15	0	687,5	1375	162,5	500,00	0,00	257	110

TABLA 14. Resultados para la dosificación de componentes en la elaboración de morteros.

La técnica y Método se encuentran adjuntos en el ANEXO 3.5.

4.3.5.3 RESULTADOS.

VALORES DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS DE CEMENTO PORTLAND PATRÓN	
Kgf.	
6110	7290
6610	7480
6560	7410
7650	7380
7330	7310
7120	7280

TABLA 15. Resultados del ensayo determinación de la resistencia a la compresión de morteros patrón de cemento portland.



PRUEBAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESION DE CUBOS (CEMENTO PORTLAND PUZOLANICO TIPO IP)									
Kgf.									
MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4	MUESTRA 5	MUESTRA 6	MUESTRA 7	MUESTRA 8	MUESTRA 9	MUESTRA 10
7010	6620	6680	5850	6650	6910	5900	6080	5740	5590
7570	6920	6490	6700	6710	6820	5910	5970	5820	5180
7980	6230	6230	6570	6440	7070	5920	5780	5650	5740
7950	6580	6580	6110	7530	7750	5970	5570	5750	5380
7730	6950	6950	6150	7620	7090	5880	5650	5970	5230
7140	6850	6850	5420	7590	7800	6170	6360	5430	5590

TABLA 16. Resultados del ensayo determinación de la resistencia a la compresión de morteros de cemento portland con adición de puzolana (Muestras).

4.4 DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X (DRX).

La difracción de Rayos X consiste en la interferencia constructiva de ondas de rayos X que se produce en determinadas direcciones de espacio; donde la interacción de los rayos X con la materia produce un proceso en el que algunos fotones del haz de luz incidente son desviados sin pérdida de energía, constituyendo la radiación dispersada exactamente con la misma λ (longitud de onda) que la radiación incidente originando así el fenómeno de difracción.

Un rayo difractado puede definirse como un rayo compuesto de un gran número de rayos dispersados que se refuerzan mutuamente. La difracción es, por tanto, en esencia un fenómeno de dispersión. Los átomos dispersan la radiación incidente en todas direcciones, y en algunas direcciones los rayos dispersados estarán completamente en fase y por tanto se refuerzan mutuamente para formar rayos difractados.

4.4.1 Análisis Por Difractometría De Rayos X.

El análisis por difracción de rayos X puede proporcionar información detallada sobre la organización tridimensional de estructuras sólidas, ya sean cristalinas, compuestos orgánicos, inorgánicos y órgano-metálicos, consistiendo en la descripción geométrica en términos de distancias y ángulos de enlace; así también información sobre empaquetamientos, interacciones intermoleculares, etc.

Dependiendo de la distribución interna que sostienen los átomos, los sólidos pueden ser clasificados en:

- Los sólidos amorfos no poseen una estructura atómica definida.
- Los poli-cristalinos están divididos en regiones o gránulos que poseen estructuras propias definidas pero de tamaños y orientaciones irregulares.
- Los sólidos cristalinos se diferencian porque sus átomos constituyentes se encuentran distribuidos en forma regular y ordenada a través del cuerpo.



Es así que la difracción por rayos X apoya el estudio cristalográfico de las especies en estudio, por medio de la cual se manifiesta la interacción fundamental de la intensidad del haz de rayos X difractado con los cristales, expresado como un difractograma.



FIGURA 14. Esquema de un difractograma de una muestra de puzolana en el equipo de DRX.
Fuente: Equipo de difracción RX D2 PHASER.

La intensidad del haz difractado depende de:

- La intensidad y la longitud de onda del haz incidente.
- La estructura del cristal, es decir, del arreglo de los átomos en la celda unitaria “factor de estructura”.
- El volumen de los cristales que difractan.
- El ángulo de difracción.
- La absorción de rayos X por el cristal.

4.4.2 Alcance y aplicación de estudio.

Siendo la difracción de rayos X una técnica muy versátil para el análisis cualitativo y cuantitativo de compuestos cristalinos, el estudio de difracción aplicado a las muestras de puzolanas incluye información de los tipos de fases cristalinas, estructura de las mismas, grado de cristalinidad, cantidad de contenido amorfo, tamaño y orientación de cristales.

4.4.3 Datos técnicos del Equipo.

El equipo utilizado para la evaluación de muestras es el **D2 PHASER**, herramienta de difracción de rayos X que permite analizar materiales poli-cristalinos, el mismo que está equipado con goniómetro ultra compacto, que trabaja con componentes como el detector 1-DIMENSION LYNXEYE; este detector de gran eficiencia captura simultáneamente un gran rango angular y reduce radicalmente los tiempos de medida del sistema de manera autónoma. El equipo trabaja con el software DIFFRAC.SUITE de flujo de trabajo de medición y análisis inmediato.

Los datos técnicos del equipo de difracción de rayos X “D2-Phaser”. Se describen en el ANEXO 4.



FIGURA 15. Imagen del equipo de difracción rayos X “D2-Phaser”.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

4.4.4 Método de Ensayo.²⁹

El método DRX de puzolanas se realizó usando el manual de procedimientos del laboratorio de calidad de la industria Guapán. La descripción del método se encuentra descrito en el ANEXO 3.6.

4.4.4.1 RESULTADOS.

²⁹ **MANUAL DE PROCEDIMIENTOS** I.CK-7.1-13 (2014). *Instructivo para análisis de muestras por difracción de rayos X*. Azogues: Industria Guapán.



MUESTRAS DE PUZOLANAS		Quartz	Muscovite 2M1	Anorthite	Albite high K0.1	Calcite	Dolomite	Gypsum	Actinolite	FASE CRISTALINA
Nro.		%	%	%	%	%	%	%	%	%
10	PUZOLANA CHALLUABAMBA N10 2014-04-22	4,838	1,553	0,032	79,744	0,101	0,327	1,43	11,977	89,1
1	PUZOLANA LATACUNGA N1 2014-04-22	5,725	1,77	3,089	77,506	0,36	0,43	5,735	5,386	23,2
2	PUZOLANA LATACUNGA N2 2014-04-22	6,194	2,968	4,496	77,814	0,13	0	5,444	2,954	21,254
3	PUZOLANA LATACUNGA N3 2014-04-22	5,48	2,005	0,023	82,829	0,632	0,082	5,427	3,522	22,98
5	PUZOLANA LATACUNGA N5 2014-04-22	5,411	2,349	0,042	81,989	0,772	0	6,429	3,008	24,774
6	PUZOLANA LATACUNGA N6 2014-04-22	13,633	2,621	0,006	73,199	0,488	0	3,825	6,228	24,842
9	PUZOLANA CHALLUABAMBA N9 2014-04-22	5,62	1,156	0,04	78,219	0,114	0,116	1,41	13,325	89,289
8	PUZOLANA DELEG N8 2014-04-22	4,66	1,461	0,012	74,759	0,004	0,16	2,127	16,816	87,11
7	PUZOLANA DELEG N7 2014-04-22	4,296	1,51	4,66	72,408	0,137	0,082	1,529	15,378	87,32
4	PUZOLANA LATACUNGA N4 2014-04-22	6,26	2,054	0,034	73,57	9,456	0,003	6,314	2,309	25,54

TABLA 17. Resultados del ensayo de análisis por Difracción de rayos X de las muestras de puzolana.

4.5 FLUORESCENCIA DE RAYOS X (FRX).

La Fluorescencia de rayos X se fundamenta en la existencia de un sistema atómico con distintos niveles de energía y las posibles transiciones electrónicas entre ellos, por medio de la cual se puede realizar una determinación cuantitativa de los diferentes constituyentes de la muestra en análisis.

A la excitación producida por bombardeo de electrones se le denomina excitación primaria, y a la radiación así obtenida se le llama radiación X primaria. Los tubos de rayos X son fuentes de la radiación X primaria. Al proceso de excitación con otra radiación X se le denomina excitación secundaria, y la radiación X producida por excitación de otra radiación X se denomina radiación X secundaria o radiación de fluorescencia. Esta radiación es producida por los electrones de capas más externas que ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones; radiación característica que se utiliza para el análisis químico en los espectrómetros de fluorescencia de rayos X con una longitud de onda propia del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra.

4.5.1 Análisis Por Fluorescencia De Rayos X.



La base de la técnica analítica de la Fluorescencia de rayos-X está apoyada en la medición de la energía de radiación emitida en éstas transiciones energéticas. El fenómeno de fluorescencia de rayos-X se puede describir en dos etapas:

- **Excitación.** Si se considera un sistema en su estado fundamental, es decir de menor energía, al aplicarse una energía de una magnitud suficiente, ésta puede ser absorbida por el sistema, pasando éste a un estado de mayor energía o estado excitado debido a la salida de electrones del átomo. A la excitación producida por rayos X que provienen del tubo de rayos-X, se le llama radiación primaria o fotones de rayos-X primarios.
- **Emisión.** Los estados excitados son inestables, y el átomo tiende a volver a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones desde los niveles más externos hacia los niveles más internos, para ocupar los huecos producidos. Este proceso produce desprendimiento de energía en forma de radiación de rayos-X secundaria llamada fluorescencia de rayos-X.

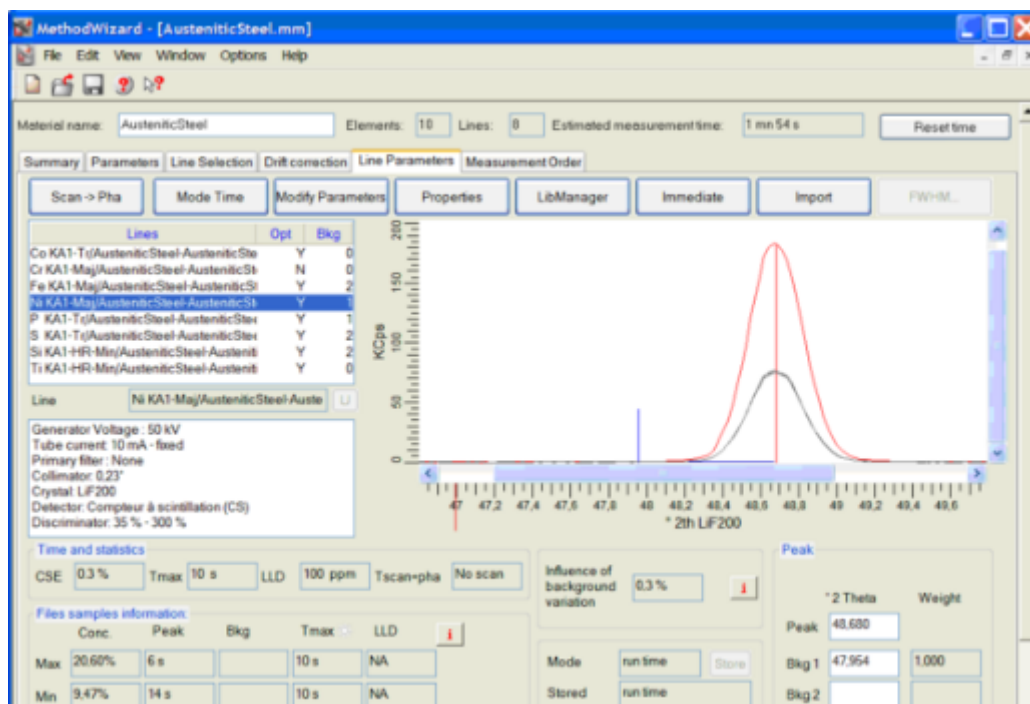


FIGURA 16. Esquema de un difractograma de una muestra de puzolana en el equipo de FRX.

Fuente: Equipo de fluorescencia de RX S8 TIGER



4.5.2 Alcance y aplicación de estudio.³⁰

El análisis de fluorescencia de rayos X (FRX) es una de las mejores técnicas analíticas para realizar análisis elementales en cualquier tipo de muestras, independientemente de que se deban analizar líquidos, sólidos o polvos sueltos.

FRX combina una exactitud y una precisión superiores con una preparación de muestras de una manera rápida y sencilla para el análisis de elementos, que incluyen desde el berilio (Be) hasta el uranio (U) y en una gama de concentración desde el 100% hasta el subnivel de ppm.

La espectrometría de fluorescencia de rayos X de dispersión por longitud de onda (WDXRF) se conoce por su exactitud, precisión y fiabilidad incomparables. Esta tecnología analítica sólida se ha implementado en toda clase de aplicaciones industriales, tales como el cemento, los polímeros, las refinerías, la minería y los minerales industriales.

4.5.3 Datos técnicos del Equipo.

El equipo utilizado es el **S8 TIGER** el cual cuenta con un sistema tubos de rayos X de alta intensidad los cuales excitan la muestra de manera aún más eficaz, así también cuentan con un sistema de cristales analizadores para diferentes elementos mejorando la precisión y la resolución. El ANEXO 5. Describe los datos técnicos del equipo utilizado:

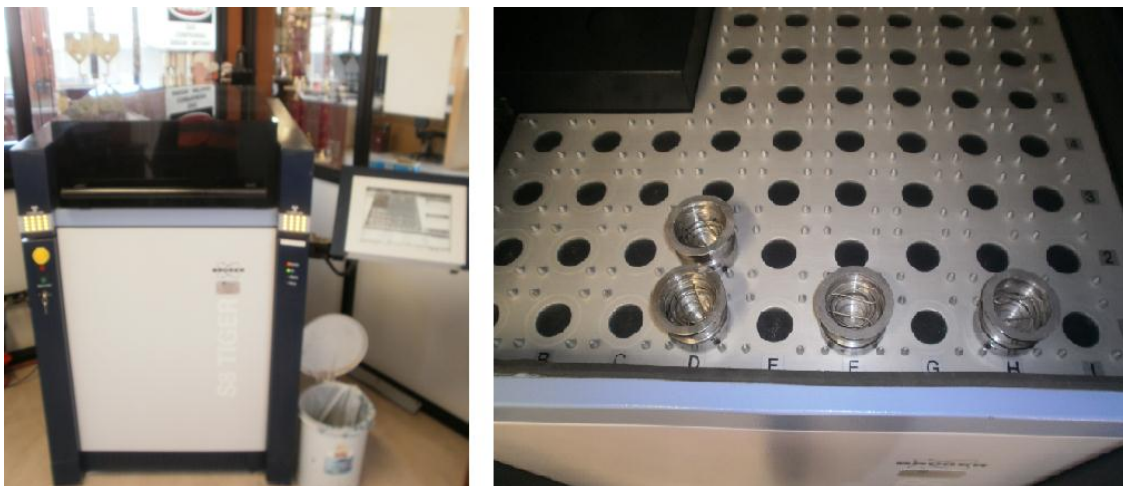


FIGURA 17. Imagen del equipo de fluorescencia de rayos X "D2-Phaser".

Fuente: Planta Industrial Guapán.

³⁰<http://www.bruker.com/es/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-fluorescence.html>



4.5.4 Método de Ensayo.

Se procedió a la instauración de la aplicación “PUZOLANA” por medio del análisis y calibración de las funciones gráficas de los componentes presentes en la muestra determinado por el programa **Quant-Express**, unidad presente en el software del **S8 TIGER**.

4.5.4.1 OBJETIVO.

El objetivo principal de instaurar esta aplicación es la determinación cualitativa y cuantitativa de *muestras de puzolana por medio de pastillas prensadas* optimizando el tiempo de análisis químico de una muestra al ser sometidas a FRX, puesto que sin esta aplicación, para lograr este análisis es necesario llevar a cabo todo el procedimiento de elaboración de perlas fundidas de puzolana, es así que, al erradicar el mismo solo se necesita secar, pulverizar y prensar la muestra en una pastilla de análisis.

El siguiente método de análisis cuantitativo por fluorescencia de rayos X fue optimizado haciendo uso del conjunto de herramientas y técnicas según el manual de procedimientos del Laboratorio de calidad de la planta industrial Guapán.

Los procedimientos se encuentran descrito en el ANEXO 3.7.

4.5.4.2 ANÁLISIS Y CALIBRACIÓN DE CURVA QUANT-EXPRESS.

Una vez elaboradas las perlas patrón, se procedió a correr el programa **Quant-Express** en el software del equipo de fluorescencia de rayos X, en la opción **QUANT EXPRESS PERLAS SPEX 6-1** determinando de esta manera todos los componentes presentes en las perlas patrón de cada muestra de puzolana.

METODO: QUANT EXPRESS PERLAS SPEX 6-1

PUZOLANA	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO ₃ (%)	Na ₂ O (%)	K ₂ O (%)	TiO ₂ (%)	P ₂ O ₅ (%)
1	67,83	14,42	3,08	2,50	0,90	0,06	4,58	3,79	0,40	0,08
2	69,77	15,85	3,07	2,46	0,97	0,08	4,77	3,83	0,42	0,00
3	70,88	15,32	3,01	2,4	0,89	0	4,37	3,8	0,39	0,1
4	66,84	14,61	2,93	2,56	0,97	0,08	4,89	3,84	0,4	0
5	68,82	14,52	3,09	2,42	0,97	0	4,42	3,78	0,43	0,12
6	69,28	15,21	3,03	2,37	0,91	0	5,29	3,92	0,43	0
7	59,49	18,61	7,32	6,79	2,96	0,11	5,28	1,27	0,82	0,18
8	60,38	18,41	7,21	6,44	3,03	0,08	5,34	1,29	0,75	0,21
9	63,41	18,13	5,58	5,49	2,21	0	4,8	1,63	0,75	0,24
10	62,32	18,52	5,69	5,64	2,23	0,06	4,69	1,56	0,71	0,25

TABLA 18. Resultados del ensayo de análisis por FRX para muestras de puzolana método QUANT-EXPRESS.

A través del software del equipo y junto con el supervisor del laboratorio de calidad, se realizó una compilación de datos en una aplicación llamada “PUZOLANA” en la



cual se procedió a la calibración de la funciones gráficas de los diferentes componentes característicos de la puzolana.

ApplicationWizard - [PUZOLANA.ewm]

Material group: GUAPAN Material: PUZOLANA

Limits: 95,0 105,0 % (Auto) New standard

Display concentrations per: Compounds Elements After validation, go to: Bottom Right

	Sum(%)	SiO2(%)	Al2O3(%)	Fe2O3(%)	CaO(%)	MgO(%)	SO3(%)	Na2O(%)	K2O(%)	CO2(%)
PUZ01	99,82	67,83	14,42	3,08	2,50	0,90	0,06	4,58	3,79	2,68
PUZ02	102,79	69,77	15,85	3,07	2,46	0,97	0,08	4,77	3,83	1,99
PUZ03	102,18	70,88	15,32	3,01	2,40	0,89	0,00	4,37	3,80	1,51
PUZ04	98,59	66,84	14,61	2,93	2,56	0,97	0,08	4,89	3,84	1,87
PUZ05	99,96	68,82	14,52	3,09	2,42	0,97	0,00	4,42	3,78	1,94
PUZ06	102,02	69,28	15,21	3,03	2,37	0,91	0,00	5,28	3,92	2,01
PUZ07	104,31	59,49	18,61	7,32	6,79	2,96	0,11	5,28	1,27	2,48
PUZ08	104,00	60,38	18,41	7,21	6,44	3,03	0,08	5,34	1,29	1,82
PUZ09	103,18	63,41	18,13	5,58	5,49	2,21	0,00	4,80	1,63	1,93
PUZ010	102,88	62,32	18,52	5,69	5,64	2,23	0,06	4,69	1,56	2,17

Automatic Unit: PPM %

Type "B" for Balance, "T" for Trace or use contextual menu.

Print Paste with Titles

FIGURA 18. Imagen de la compilación de datos en la aplicación Puzolana en el software de FRX.

Cada función está descrita por una gráfica, donde las ordenadas hacen referencia a los Kcps (kilo cuentas por segundo), y la cantidad de materia en términos de porcentaje en las abscisas. La calibración de las mismas se realizó haciendo uso de la bandeja de herramientas estadísticas presentes en el software de FRX, la cual pretende disminuir al máximo la dispersión de datos y el porcentaje de desviación estándar de cada compuesto.³¹

³¹NOTA: la ampliación de las funciones gráficas correspondientes a cada uno de los compuestos químicos de la puzolana se encuentran adjuntos en el ANEXO 6.: "FUNCIONES GRAFICAS DE COMPUESTOS".

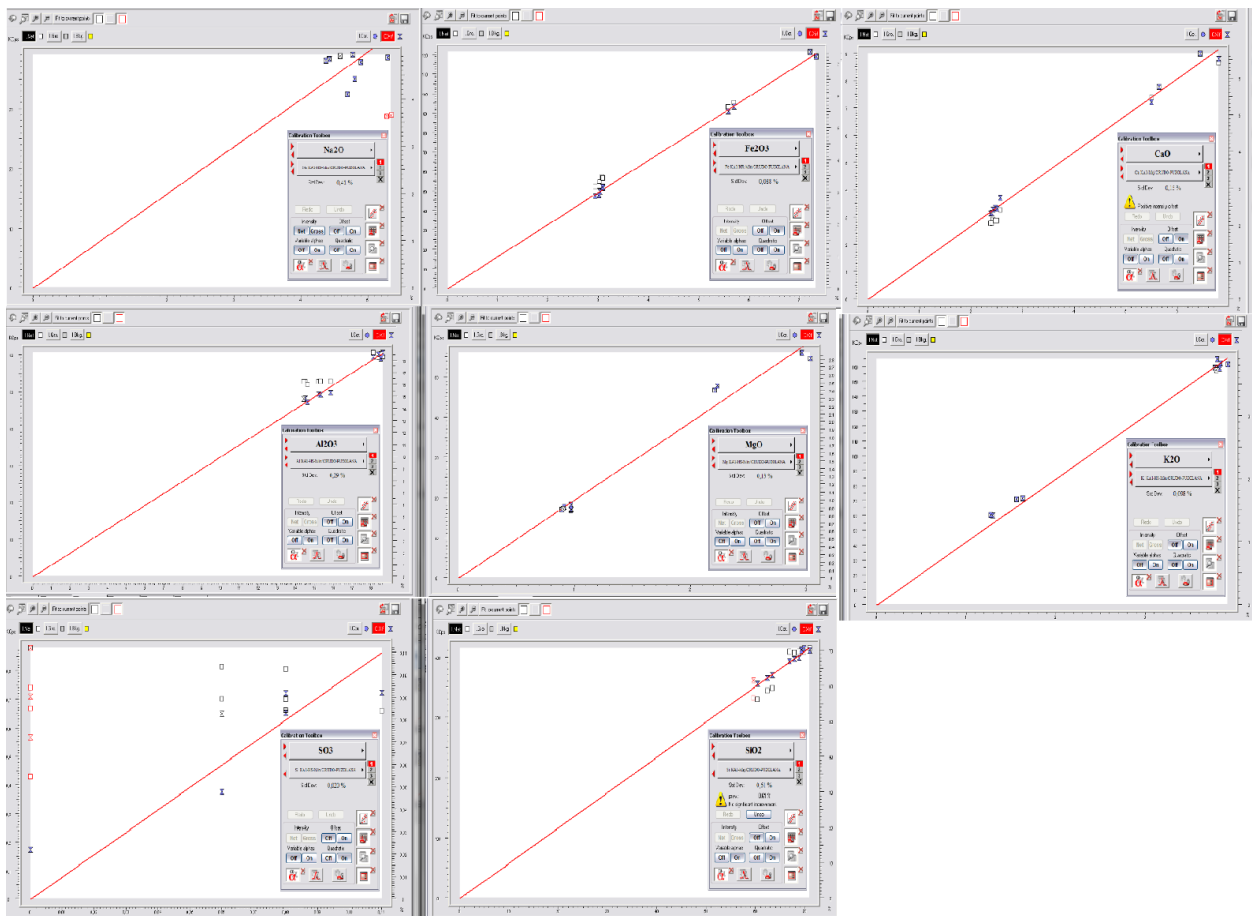


FIGURA 19. Imagen de las funciones graficas de compuestos en las Puzolanas.

4.5.4.3 DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MUESTRAS DE PUZOLANAPOR FRX.³²

Una vez realizada la calibración de la aplicación **PUZOLANA**, se realizó la determinación de la composición química de las muestras de puzolana por FRX a través de pastillas prensadas.

El método de ensayo esta descrito en el ANEXO 3.8.

³²MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-10 (2014). *Instructivo para análisis de muestras por rayos X* (4ta. Revisión). Azogues: planta Industrial Guapán.



4.5.4.3.1 RESULTADOS.

METODO: APLICACIÓN PUZOLANA S8 TIGER

PUZOLANA	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	Na ₂ O (%)	K ₂ O (%)	SO ₃ (%)	Sum (%)
1	70,33	15,6	3,112	2,44	0,93	5,17	3,74	0,07	101,4
2	70,4	15,6	3,13	2,44	0,92	5,18	3,74	0,07	101,48
3	70,36	15,48	2,846	2,4	0,92	5,03	3,89	0,07	101
4	69,47	15,33	2,835	2,65	0,9	5	3,83	0,03	100,05
5	70,24	15,55	3,107	2,44	0,98	5,09	3,76	0,06	101,22
6	70,38	15,51	2,967	2,31	0,95	5,07	3,8	0	101
7	60,98	18,47	7,112	6,37	3	3,85	1,43	0,08	101,3
8	60,18	18,38	7,292	6,58	2,93	3,84	1,41	0,08	100,7
9	63,91	18,58	5,437	5,58	2,54	4,67	1,7	0,11	102,52
10	62,52	18,5	5,575	5,58	2,56	4,29	1,68	0,03	100,73

TABLA 19. Resultados del ensayo de análisis por FRX para muestras de puzolana método APLICACIÓN PUZALANA.

4.6 DETERMINACIÓN DE SÍLICE EN FASE AMORFA.

La determinación del contenido de sílice amorfa se efectúa por diferencia entre el contenido de sílice total y sílice cristalina expresada como cuarzo, la cual no posee propiedades puzolánicas. La sílice total se determinó por Fluorescencia de Rayos X y la Sílice cristalina como cuarzo se determinó por Difracción de Rayos X.

4.6.1 CÁLCULOS.

$$\% \text{ sílice amorfa calculado} = \% \text{ sílice total} - \% \text{ sílice fase cristalina}$$



4.6.2 ANÁLISIS DE RESULTADOS.

Nº	PUZOLANA DE LAS MUESTRAS	DRX	FRX	=SILICE TOTAL- SILICE CUARCITICA
		Quartz (%)	SILICE TOTAL (%)	SILICE AMORFA CALCULADA (%)
10	PUZOLANA CHALLUABAMBA N10 2014-04-22	4,838	62,52	57,682
1	PUZOLANA LATACUNGA N1 2014-04-22	5,725	70,33	64,605
2	PUZOLANA LATACUNGA N2 2014-04-22	6,194	70,4	64,206
3	PUZOLANA LATACUNGA N3 2014-04-22	5,48	70,36	64,88
5	PUZOLANA LATACUNGA N5 2014-04-22	5,411	70,24	64,829
6	PUZOLANA LATACUNGA N6 2014-04-22	13,633	70,38	56,747
9	PUZOLANA CHALLUABAMBA N9 2014-04-22	5,62	63,91	58,29
8	PUZOLANA DELEG N8 2014-04-22	4,66	60,18	55,52
7	PUZOLANA DELEG N7 2014-04-22	4,296	60,98	56,684
4	PUZOLANA LATACUNGA N4 2014-04-22	6,26	69,47	63,21

TABLA 20. Resultados de la determinación de sílice en fase amorfa.

Nótese que la muestra Nro. 6 de puzolana presenta un valor de sílice cristalina como cuarzo (13,633) muy alejado o disperso con relación a las otras muestras del mismo tipo.

Mediante la prueba de Grubbs y Dixon se pudo determinar que este valor se presenta como un valor aberrante o atípico razón por la cual será descartado para los siguientes cálculos y relaciones a las que serán sometidos el conjunto de datos.

Para efecto de estos cálculos tenemos las siguientes fórmulas:

4.6.2.1 Prueba de Grubbs:³³

$$T = \frac{x_n - \bar{x}}{s}$$

Donde:

- T = valor a calcular de Grubbs
- x_n = Valor enésimo del conjunto de datos
- \bar{x} = media del conjunto de datos
- s = desviación estándar del conjunto de datos

³³Taylor, J. y Cihon, C (2004). Statistical techniques for data analysis.2.ed. New York: Chapman & Hall/CRC.



4.6.2.2 Prueba de Dixon:³⁴

$$r_{11} = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_2}$$

Donde:

- r_{11} = valor crítico de Dixon
- x_n = valor enésimo del conjunto de datos

La siguiente tabla muestra un resumen de los cálculos y niveles de significancia para cada prueba estadística para la detección de un valor atípico.

NUMERO DE DATOS (N)		VALORES CRITICOS								
1	4,296	PARA PRUEBA DE DIXON								
2	4,66	NIVEL DE SIGNIFICANCIA								
3	4,838	N	0,3	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01	0,005	
4	5,411	10	0,265	0,325	0,409	0,477	0,551	0,597	0,639	
5	5,48	PARA PRUEBA DE GRUBBS								
6	5,62	NIVEL DE SIGNIFICANCIA								
7	5,725	N	0,1	0,075	0,05	0,025	0,01			
8	6,194	10	2,03	2,1	2,18	2,19	2,41			
9	6,26									
>>>>VALOR SOSPECHOSO MAX	10									
MEDIA	6,212									
DESVIACION ESTANDAR	2,683									
r11 prueba de DIXON (Max valor)	0,829									
T prueba de Grubbs (Max valor)	2,766									

TABLA 21. Resultados de la prueba de Grubbs y Dixon para la determinación de valores atípicos en el conjunto de datos de sílice cuarcítica.

En conclusión se tiene que los valores de T y r_{11} son mayores a los respectivos niveles de significancia en cada una de las pruebas realizadas, descartando de esta manera el valor analizado y considerándolo como atípico.

4.7 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR MÉTODO DEL CEMENTO.

La determinación del índice de actividad puzolánica en cemento portland se define como la relación entre la carga máxima soportada por los morteros de ensayo (cemento patrón con adición de puzolana) y la carga máxima soportada por los morteros patrón (cemento patrón) expresada en términos de porcentaje.

³⁴[Taylor y Cihon, 2004] Taylor, J. y Cihon, C. Statistical techniques for data analysis.2.ed. New York: Chapman & Hall/CRC, 2004.



4.7.1 ANÁLISIS Y PROCESAMIENTO DE DATOS.

Luego de realizar los ensayos sobre la resistencia a la compresión de morteros, se tomó en consideración que el rango de resistencia máximo permisible entre especímenes de la misma amasada de mortero es de $\pm 8,7\%$ del promedio³⁵; para lo cual si uno de los valores no cumple con la condición, se descarta el mismo y se determina nuevamente el promedio y el rango de tolerancia del nuevo conjunto de valores, este procedimiento se repite hasta que el nuevo conjunto de datos esté dentro del rango máximo permisible, eliminando de esta manera los valores denominados como atípicos o aberrantes en el sistema de medición.

Para determinar los valores atípicos se hizo uso de herramientas y comandos en Excel, facilitando de esta manera el número de iteraciones para la aceptación o rechazo de un valor en el conjunto de datos. Las siguientes tablas muestran el resultado del cálculo y procedimiento realizado.

CEMENTO PATRON (kgf)	1 ITERACIÓN	2 ITERACIÓN	3 ITERACIÓN	4 ITERACIÓN
6110	RECHAZA	RECHAZA	RECHAZA	RECHAZA
6560	acepta	RECHAZA	RECHAZA	RECHAZA
6610	acepta	acepta	RECHAZA	RECHAZA
7650	acepta	acepta	acepta	acepta
7330	acepta	acepta	acepta	acepta
7120	acepta	acepta	acepta	acepta
7290	acepta	acepta	acepta	acepta
7480	acepta	acepta	acepta	acepta
7410	acepta	acepta	acepta	acepta
7380	acepta	acepta	acepta	acepta
7310	acepta	acepta	acepta	acepta
7280	acepta	acepta	acepta	acepta
MEDIA 1	7127,500			
MEDIA 2	7220,000			
MEDIA 3	7271,591			
MEDIA 4	7361,111			

TABLA 22. Resultados para el rechazo de valores en el conjunto de datos de la Resistencia a la compresión de morteros de cemento patrón.

PRUEBAS DE RESISTENCIA A LA COMPRESION DE MORTEROS (CEMENTO PORTLAND PUZOLANICO TIPO IP)										
Kgf.										
MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4	MUESTRA 5	MUESTRA 6	MUESTRA 7	MUESTRA 8	MUESTRA 9	MUESTRA 10	
7010	6620	6230	5420	6440	6820	5880	5570	5430	5180	
7140	6230	6490	5850	6650	6910	5900	5650	5650	5230	
7570	6580	6580	6110	6710	7070	5910	5780	5740	5380	
7730	6850	6680	6150	7530	7090	5920	5970	5750	5590	
7950	6920	6850	6570	7590	7750	5970	6080	5820	5590	
7980	6950	6950	6700	7620	7800	6170	6360	5970	5740	
M 1	7563,333	6691,667	6630,000	6133,333	7090,000	7240,000	5958,333	5901,667	5726,667	5451,667
M 2	7563,333	6691,667	6630,000	6170,000	7220,000	7240,000	5958,333	5901,667	5726,667	5451,667

³⁵Según norma INEN 488:2009 segunda revisión “CEMENTO HIDRÁUICO. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS EN CUBOS DE 50mm DE ARISTA”, p.9.



PRIMERA ITERACION									
acepta	acepta	acepta	RECHAZA	RECHAZA	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	RECHAZA	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
SEGUNDA ITERACION									
acepta	acepta	acepta	RECHAZA	RECHAZA	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta
acepta	acepta	acepta	RECHAZA	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta	acepta

TABLA 23. Resultados para el rechazo de valores en el conjunto de datos de la Resistencia a la compresión de morteros de cemento con adición de puzolana.

4.7.2 CÁLCULO DEL ÍNDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA.

Luego de determinar las medias aritméticas finales del conjunto de datos, tanto para las muestras de ensayo como para la muestra patrón, el índice de actividad puzolánica se define mediante la fórmula:

$$\text{Índice de actividad puzolánica} = \frac{A}{B} \times 100$$

Donde:

- **A** = resistencia a la compresión promedio de los cubos de la mezcla de ensayo, expresado en Mega Pascales (MPa).
- **B** = resistencia a la compresión promedio de los cubos de la mezcla de control, expresado en Mega Pascales (MPa).

NOTA: Cada media aritmética esta expresada en términos de Fuerza (Kgf), para obtener el resultado en términos de presión es necesario dividir el resultado para su sección transversal y su factor de conversión.

4.7.3 RESULTADOS.

La siguiente tabla describe el índice de actividad puzolánica para cada una de las muestras en análisis:



Media Aritmética	Resistencia compresión (kgf)	Sección transversal (mm ²)	Factor de conversión	Resistencia compresión (MPa)	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA
MUESTRA 1	7563,333	25	10,2	29,660	102,747
MUESTRA 2	6691,667	25	10,2	26,242	90,906
MUESTRA 3	6630,000	25	10,2	26,000	90,068
MUESTRA 4	6170,000	25	10,2	24,196	83,819
MUESTRA 5	7220,000	25	10,2	28,314	98,083
MUESTRA 6	7240,000	25	10,2	28,392	98,355
MUESTRA 7	5958,333	25	10,2	23,366	80,943
MUESTRA 8	5901,667	25	10,2	23,144	80,174
MUESTRA 9	5726,667	25	10,2	22,458	77,796
MUESTRA 10	5451,667	25	10,2	21,379	74,060
CEMENTO PATRÓN	7361,1111	25	10,2	28,867	

TABLA 24. Resultados del índice de actividad puzolánica por medio del método del cemento.



CAPITULO V



CORRELACIÓN DE DATOS Y PLANTEAMIENTO DE UN MODELO MATEMÁTICO.

Para el planteamiento del modelo se partió de la siguiente hipótesis:

“La estimación de la actividad puzolánica empleando un método de correlación y modelo matemático de las variables obtenidas por Difractometría y Fluorescencia de Rayos X se refleja en el resultado obtenido en la determinación de la actividad puzolánica usando el método del Anexo A de la norma NTE INEN 490:2010 para cementos Hidráulicos Compuestos. Requisitos.”

5.1 CLASIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS EN ANÁLISIS.

Con la finalidad de obtener una modelo que permita determinar el índice de actividad puzolánica por fluorescencia y difracción de rayos X se procedió a correlacionar estos parámetros que incluyen los valores ya determinados junto con el índice de actividad puzolánica por el método del cemento.

Los valores obtenidos de actividad puzolánica (método del cemento) y el contenido de sílice amorfa por rayos X se resumen en la siguiente tabla:

NUMERO DE MUESTRA	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA	SILICE AMORFA POR DRX-FRX
MUESTRA 1	102,747	64,605
MUESTRA 2	90,906	64,206
MUESTRA 3	90,068	64,880
MUESTRA 4	83,819	63,210
MUESTRA 5	98,083	64,829
MUESTRA 7	80,943	56,684
MUESTRA 8	80,174	55,520
MUESTRA 9	77,796	58,290
MUESTRA 10	74,060	57,682

TABLA 25. Resultados del índice de actividad puzolánica y sílice amorfa de las muestras de puzolana.

5.2 PROCESAMIENTO DE LOS RESULTADOS EN ANÁLISIS.

Según NTE INEN 490:2011, uno de los requisitos de las puzolanas es que el índice de actividad puzolánica para una muestra de cemento portland puzolánico tipo IP a los 28 días debe ser de mínimo el 75% y sin un máximo definido. Tomando en cuenta que se realizó un análisis instrumental según las técnicas y metodología



descrita por la normativa INEN, se optó por utilizar todos los valores a excepción de la muestra Nro. 6 ya que el valor de la sílice cristalina como cuarzo fue considerada como un valor atípico, según lo explicado en el apartado 4.6.3.

Para una mayor certeza de los datos escogidos se realizaron las pruebas de *Dixon* Y *Grubbs* para el conjunto de datos “INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLANICA” (TABLA 25.), siguiendo las mismas fórmulas que las descritas en el inciso 4.6.2.1 y 4.6.2.2; en efecto no se encontró ningún valor extremo o aberrante, por lo que el conjunto de datos mostrados en la TABLA 26. fueron utilizados en la correlación para describir el modelo matemático que mejor se ajuste.

NUMERO DE DATOS (N)		VALORES CRITICOS								
>>>>VALOR SOSPECHOSO MIN	1	74,0603774	PARA PRUEBA DE DIXON							
	2	77,7962264	NIVEL DE SIGNIFICANCIA							
	3	80,1735849	N	0,3	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01	0,005
	4	80,9433962	9	0,288	0,352	0,441	0,512	0,587	0,597	0,639
	5	83,8188679	PARA PRUEBA DE GRUBBS							
	6	90,0679245	NIVEL DE SIGNIFICANCIA							
	7	90,9056604	N	0,1	0,075	0,05	0,025	0,01		
	8	98,0830189	9	1,98	2,04	2,11	2,21	2,32		
>>>>VALOR SOSPECHOSO MAX	9	102,74717								
MEDIA		86,511								
DESVIACION ESTANDAR		9,610								
r11 prueba de DIXON (Max valor)		0,187								
T prueba de Grubbs (Max valor)		1,689								
T prueba de Grubbs (Mín valor)		1,29551729								
r11 prueba de DIXON (Mín valor)		0,15551367								

TABLA 26. Resultados de la prueba de Grubbs y Dixon para la determinación de valores atípicos en el conjunto de datos de actividad puzolánica.

5.3 CONFORMACIÓN DE LA FUNCIÓN GRÁFICA POR CORRELACIÓN DE LA FASE AMORFA VS ACTIVIDAD PUZOLÁNICA POR MÉTODO DEL CEMENTO.

5.3.1 MODELOS PREDICTIVOS O DE REGRESIÓN.

La representación de la relación entre dos o más variables a través de un modelo formal supone contar con una expresión lógico-matemática que permita realizar predicciones de los valores que tomará una de las dos variables.

La aplicación de un modelo supone que una de las 2 variables adopta el papel de variable explicativa y la otra el de variable de respuesta adoptando de esta manera un rol asimétrico.

Para este proceso de correlación se hizo uso de la herramienta Excel, mediante el cual se trató obtener el modelo matemático que mejor se ajuste al conjunto de



datos, y así disponer de algún indicador que permita medir el grado de ajuste entre el modelo y los datos.

5.3.2 MEDIDAS DE AJUSTE.

Una de medidas de la bondad del ajuste que se utilizó para el caso es el coeficiente de regresión R cuadrado “ R^2 ”.

Este coeficiente se define como la proporción de varianza de Y explicada por las variables implicadas en el modelo de regresión ajustado a los datos de X. Este coeficiente oscilará siempre entre 0 y 1, de modo que cuanto más próximo sea a 1, indicará mejor bondad de ajuste del modelo de regresión a la distribución conjunta de las variables. Si R^2 es igual a 1, el ajuste será perfecto.

5.3.3 MODELOS PLANTEADOS.

En base a los datos de la *TABLA 26.* y por medio de gráfico de dispersión de valores de la Herramienta Excel se obtuvieron los siguientes modelos matemáticos.

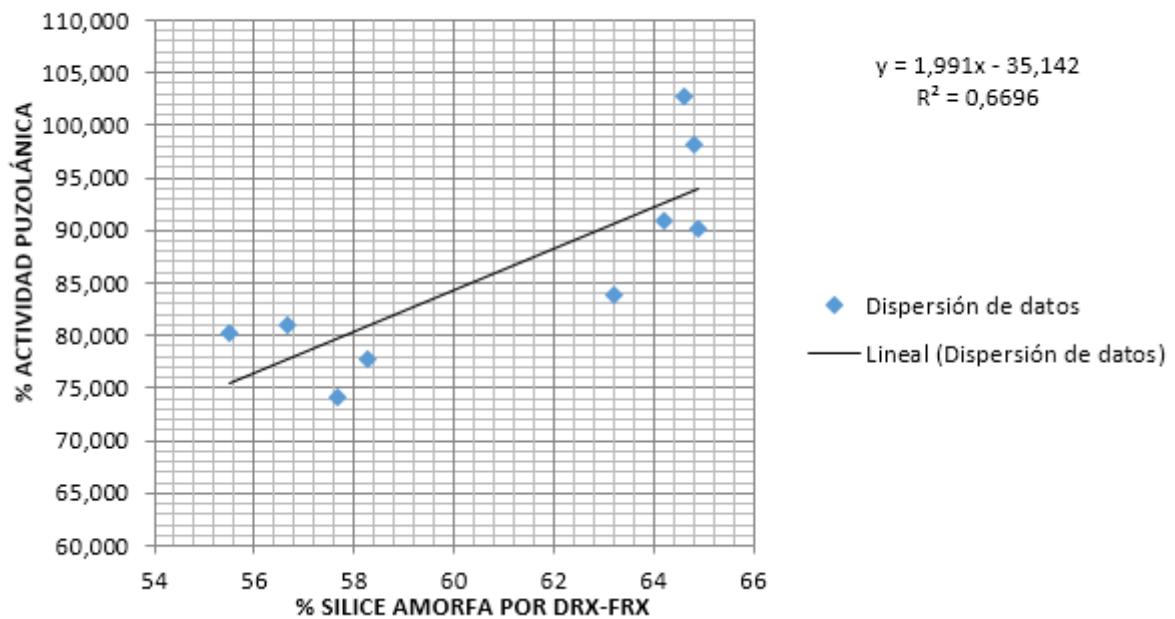
5.3.3.1 Modelo por regresión Lineal simple.

Este modelo de regresión lineal simple, está representado por una recta de ajuste con la siguiente ecuación.

- $y = 1,991x - 35,142$
- Coeficiente de determinación $R^2 = 0,6696$



Dispersión de datos



CUADRO 1. Modelo por regresión lineal simple: Sílice amorfa vs Actividad Puzolánica.

Para el caso de este modelo de línea recta, los puntos dispersos presentan un $R^2 = 0,6696$, por lo que es claro que la tendencia que se ajusta a la ecuación no satisface la misma, en la que cada uno de los puntos se encuentran muy dispersos en relación a la recta obtenida.

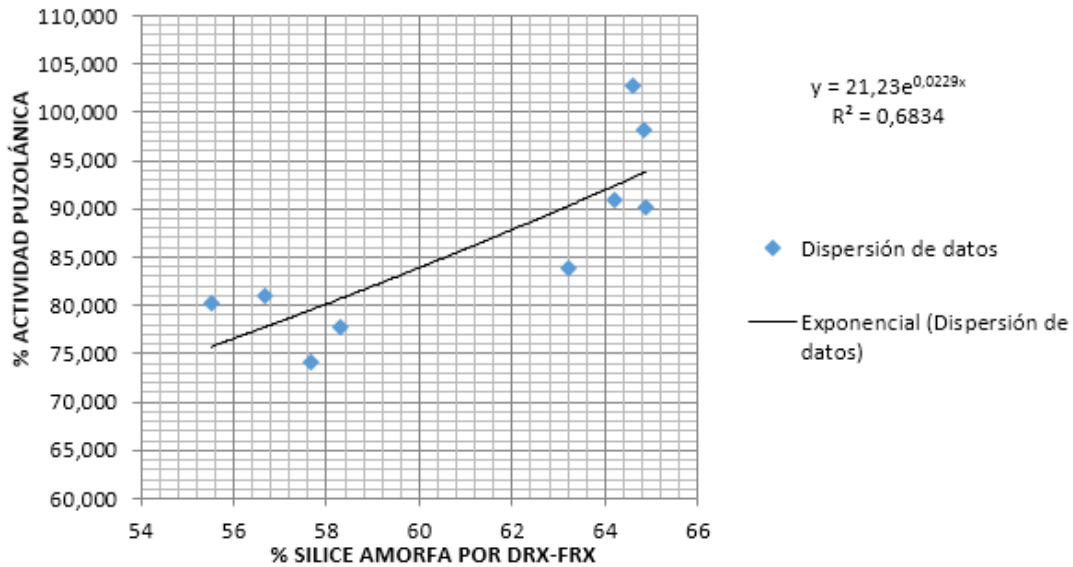
5.3.3.2 Modelo de ajuste exponencial.

Este modelo está representado por una línea de ajuste con la siguiente ecuación.

- $y = 21,23e^{0,0229x}$
- Coeficiente de determinación $R^2 = 0,6834$



Dispersión de datos



CUADRO 2. Modelo de ajuste exponencial: Sílice amorfa vs Actividad Pozolánica.

Analizados los puntos y el ajuste de la curva con un $R^2 = 0,6834$, el modelo presenta gran dispersión de puntos por lo que no podría ajustarse a la ecuación exponencial.

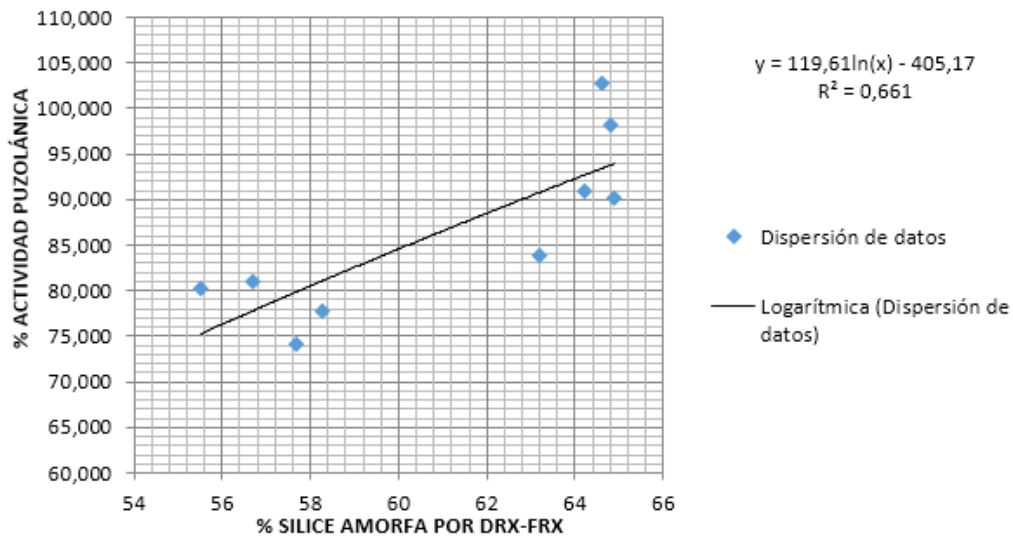
5.3.3.3 Modelo de ajuste logarítmico.

Este modelo está representado por una línea de ajuste que cumple con la siguiente ecuación.

- $y = 119,61 \ln(x) - 405,17$
- Coeficiente de determinación $R^2 = 0,661$



Dispersión de datos



CUADRO 3. Modelo de ajuste logarítmico: Sílice amorfa vs Actividad Pozolánica.

Al igual que el gráfico anterior se puede denotar que la ecuación de ajuste logarítmico tampoco satisface la medida de R^2 ya que presenta puntos muy dispersos dentro del gráfico.

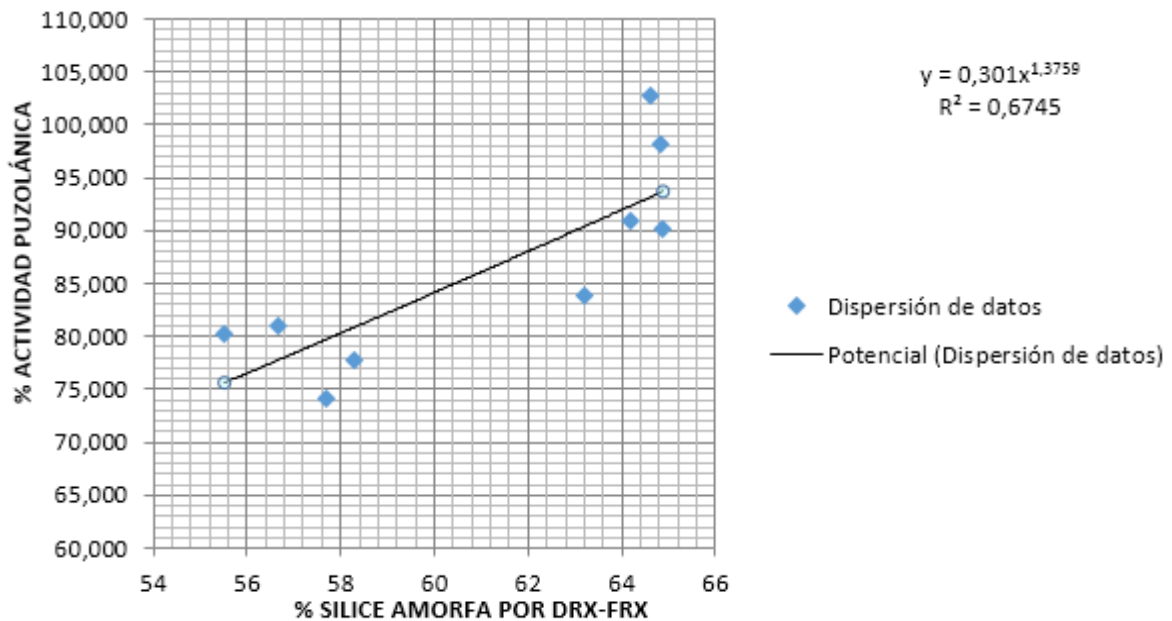
5.3.3.4 Modelo de ajuste potencial.

En el siguiente modelo está representado por una recta de ajuste con la siguiente ecuación.

- $y = 0,301x^{1,3759}$
- Coeficiente de determinación $R^2 = 0,6745$



Dispersión de datos



CUADRO 4. Modelo de ajuste potencial: Sílice amorfa vs Actividad Puzolánica.

Según el gráfico se puede observar que los puntos que corresponden a las series nos e ajustan de una manera adecuada por tener un R^2 muy distante.

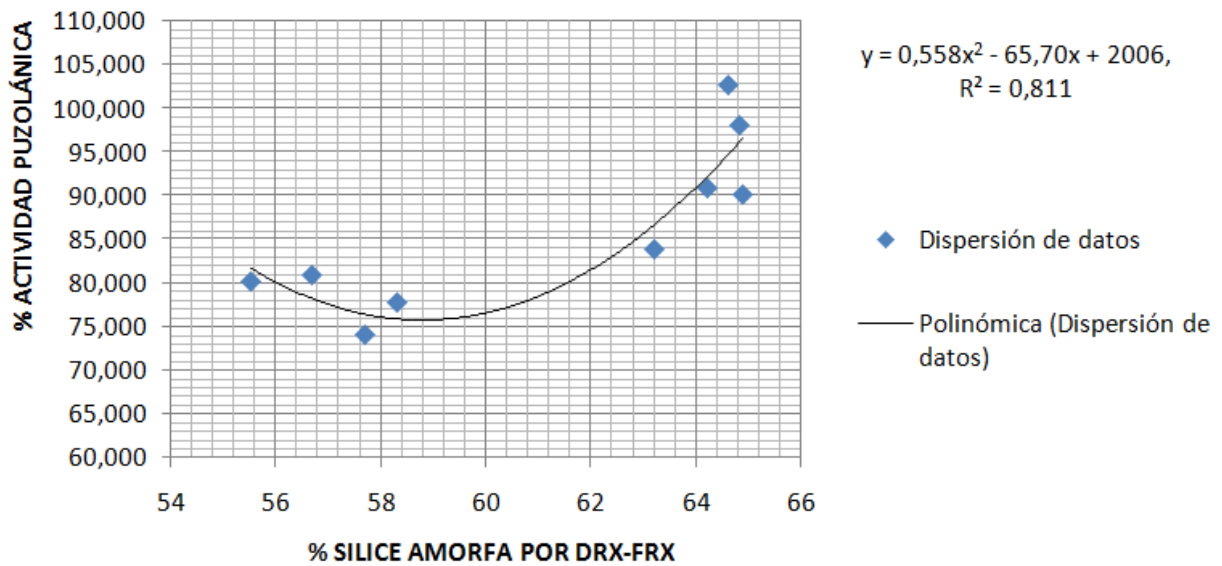
5.3.3.5 Modelo de ajuste polinómico.

Este modelo de ajuste polinómico está representada mediante la siguiente ecuación:

- $y = 0,558x^2 - 65,70x + 2006$
- Coeficiente de determinación $R^2 = 0,811$



Dispersión de datos



CUADRO 5. Modelo de ajuste polinómico: Sílice amorfa vs Actividad Puzolánica.

Para este modelo de ajuste polinómico los puntos son menos dispersos en el modelo, si bien no satisface el criterio de $R^2 \geq 0,91$; R^2 tiene un valor aceptable de 0,81 muy próximo al valor crítico teórico.

En base a los modelos trazados, se pudieron plantear las siguientes observaciones:

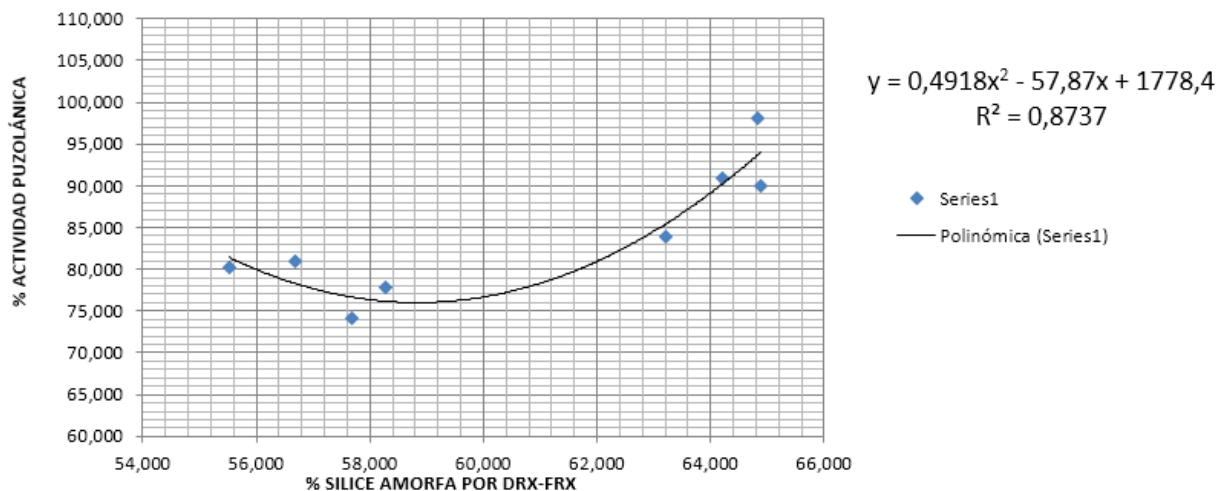
- El modelo que más se ajusta al conjunto de dispersión de datos es el modelo de ajuste polinómico.
- El modelo de ajuste polinómico presenta el coeficiente de determinación R^2 mas alto.
- Se puede denotar que en el CUADRO 5. existe un dato muy disperso para el conjunto de valores, por lo que este dato será eliminado (datos de muestra número 1) para mejorar el ajuste de la curva en el modelo matemático polinómico.

Finalmente el conjunto de datos y el modelo planteado es el siguiente:



NUMERO DE MUESTRA	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA	SILICE AMORFA POR DRX-FRX
MUESTRA 2	90,906	64,206
MUESTRA 3	90,068	64,880
MUESTRA 4	83,819	63,210
MUESTRA 5	98,083	64,829
MUESTRA 7	80,943	56,684
MUESTRA 8	80,174	55,520
MUESTRA 9	77,796	58,290
MUESTRA 10	74,060	57,682

TABLA 27. Resultado final del índice de actividad puzolánica y sílice amorfa de las muestras de puzolana.



CUADRO 6. Modelo de ajuste polinómico: Sílice amorfa vs Actividad Puzolánica.

- Ecuación del modelo obtenido:

$$y = 0,4918x^2 - 57,87x + 1778,4$$

- Coeficiente de determinación

$$R^2 = 0,8737$$

La tendencia se ve claramente satisfecha por puntos que tienen una buena regresión y un ajuste al modelo polinómico presente y un valor de R^2 muy próximo a 0,91.



5.4 COMPARACIÓN ESTADÍSTICA DE RESULTADOS.

Se procedió a calcular el índice de actividad puzolánica por medio de la ecuación obtenida y cotejar estos valores con los datos del índice de actividad puzolánica por el método del cemento.

$$y = 0,4918x^2 - 57,87x + 1778,4$$

NUMERO DE MUESTRA	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA	SILICE AMORFA POR DRX-FRX	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA (calculada por ecuación)
MUESTRA 2	90,906	64,206	90,200
MUESTRA 3	90,068	64,880	93,984
MUESTRA 4	83,819	63,210	85,426
MUESTRA 5	98,083	64,829	93,682
MUESTRA 7	80,943	56,684	78,288
MUESTRA 8	80,174	55,520	81,417
MUESTRA 9	77,796	58,290	76,158
MUESTRA 10	74,060	57,682	76,666

TABLA 28. Índice de actividad calculada en base a la ecuación del modelo planteado.

Se determinaron parámetros estadísticos para poder concluir si el modelo adoptado es comparable con método normalmente utilizado.

La siguiente tabla presenta el detalle de los parámetros estadísticos realizados, entre ellos se mencionan:

- Desviación estándar de una muestra.
- Grado de dispersión.
- Media aritmética.
- Error relativo porcentual.



NUMERO DE MUESTRA	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLÁNICA (calculada por ecuación)	ERROR PORCENTUAL (%)
MUESTRA 2	90,906	90,200	0,776
MUESTRA 3	90,068	93,984	-4,348
MUESTRA 4	83,819	85,426	-1,918
MUESTRA 5	98,083	93,682	4,487
MUESTRA 7	80,943	78,288	3,281
MUESTRA 8	80,174	81,417	-1,550
MUESTRA 9	77,796	76,158	2,105
MUESTRA 10	74,060	76,666	-3,518
DESVIACION ESTÁNDAR	7,9488	7,4323	
MEDIA	84,4811	84,4777	
GRADO DE VARIACION	0,0941	0,0880	
ERROR PORCENTUAL MEDIO			-0,086

TABLA 29. Resultados de los parámetros estadísticos del índice de actividad puzolánica.

Haciendo uso de la herramienta estadística de Excel y estadística básica se determinó la Prueba F y la Prueba t para varianzas de dos muestras.

5.4.1 Prueba F para varianza de dos muestras.

Hipótesis para prueba F.

Hipótesis nula:

- $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$
- Si: $F < f_{crítico}$

Hipótesis alterna:

- $H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$
- Si: $F \geq f_{crítico}$

Donde:

$$\sigma_1^2 = \text{varianza índice de actividad puzolánica método cemento}$$
$$\sigma_2^2 = \text{varianza índice de actividad puzolánica calculada por ecuación}$$



Prueba F para varianzas de dos muestras		
	Variable 1	Variable 2
Media	84,48113208	84,47774286
Varianza	63,18390886	55,23876596
Observaciones	8	8
Grados de libertad	7	7
F	1,143832737	
P(F<=f) una cola	0,431917085	
Valor crítico f (una cola)	3,78704354	

TABLA 30. Resultados de la prueba F.

Donde:

$$F < f_{crítico}$$

$$1,1438 < 3,787$$

Para este caso se acepta la hipótesis nula donde las varianzas son estadísticamente iguales.

5.4.2 Prueba t para varianza de dos muestras.

Una vez que se ha determinado que las varianzas son estadísticamente iguales, se aplicó la prueba t para dos muestras de varianzas iguales, para determinar de esta manera si la media de cada conjunto de datos es estadísticamente igual.

Hipótesis nula:

- $H_0: x_1 = x_2$
- Si: $t < T_{crítico}$

Hipótesis alterna:

- $H_1: x_1 \neq x_2$
- Si: $t \geq T_{crítico}$

Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales		
	Variable 1	Variable 2
Media	84,4811321	84,4777429
Varianza	63,1839089	55,238766
Observaciones	8	8
Varianza agrupada	59,2113374	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	14	
Estadístico t	0,0008809	
P(T<=t) una cola	0,49965479	
Valor crítico de T (una cola)	1,76131014	



TABLA 31. Resultados de la prueba t.

Donde:

$$t < T_{crítico}$$
$$0,0008809 < 1,76131014$$

Para este caso se acepta la hipótesis nula, determinando así que los valores promedios de ambos métodos son estadísticamente iguales.



CAPITULO VI



6.1 CONCLUSIONES.

- El modelo de regresión de ajuste lineal no satisface el coeficiente de regresión R^2 , por lo que el modelo obtenido es la mejor alternativa para representar la correlación que existe entre este conjunto de datos; porque si bien es cierto existe una correlación total debido a que cada valor una variable le corresponde un único valor de otra, no existe una proporcionalidad clara, razón por la cual el modelo presenta un ajuste polinómico.
- Por medio del modelo matemático planteado se pudo determinar la actividad puzolánica por correlación entre Difractometría, Fluorescencia de Rayos X con el método del cemento.
- Finalmente el modelo obtenido y que mejor ajuste presenta es un modelo de ajuste polinómico, de ecuación $y = 0,4918x^2 - 57,87x + 1778,4$; en la cual su medida de ajuste está determinada por el coeficiente $R^2 = 0,8737$.
- Con el análisis estadístico de pruebas F y t, se pudo determinar que el modelo planteado (actividad puzolánica por RX) junto con la actividad puzolánica por el método del cemento contienen varianzas y medias estadísticamente iguales, por tanto ambos métodos son comparables y hacen posible la determinación de este índice por medio del modelo matemático obtenido.
- La realización de este trabajo permitió constatar que las puzolanas provenientes de Latacunga cuenta con un índice de actividad puzolánica mucho mayor al de las puzolanas de Challuabamba y Déleg, por lo que en base a esta característica se recomienda seguir haciendo uso de la puzolana proveniente de Latacunga.
- Con la realización de esta tesis se Optimizó los recursos de RX al hacer uso de las herramientas y procedimientos usados en el Departamento de Calidad de la planta industrial Guapán.
- Por medio del modelo planteado se pudo agilizar y optimizar el tiempo y recursos en la determinación de la actividad puzolánica, de igual manera, con la puesta en marcha de la aplicación *Puzolana* en el equipo de fluorescencia de rayos X se evita realizar todo el procedimiento de elaboración de perlas fundidas para la determinación mineralógica de la puzolana.



6.2 RECOMENDACIONES.

- Con el estudio realizado, se recomienda que el modelo planteado sea utilizado en el laboratorio de calidad con el fin de la optimización de tiempo y recursos.
- De igual manera se recomienda el uso de la *aplicación Puzolana en el equipo de FRX* facilitando así la determinación de la composición mineralógica de cada componente puzolánico.
- Se recomienda para futuras investigaciones, englobar más tipos de puzolana con el fin de extender el uso de modelo planteado.
- Se recomienda que el departamento de calidad haga uso del resto de aplicaciones del equipo de DRX puesto que el mismo podría ser de gran ayuda en la determinación del índice de actividad puzolánica, lo que permitirá hacer comparaciones con el modelo planteado.



BIBLIOGRAFÍA.

ANÓNIMO. *Tema 8 cementos.* España. Obtenida el 28 de Junio de 2014. <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/Tema7.CEMENTOS.R.pdf>

BARBA, M. VALLE, F. *Análisis por fluorescencia de rayos X de materiales refractarios silícicos, silico-aluminosos y de alto contenido en alúmina.* España: Instituto de cerámica y Vidrio del C.S.I.C. Instituto Geológico y minero de España.

BRUKERASX. (2011). *Spectrometry Solutions.* Obtenida el 30 de Junio de 2014. <http://www.bruker.com/es/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-fluorescence.html>

BRUKERASX. (2011). *Soluciones en Difracción.* Obtenida el 30 de Junio de 2014. <http://www.bruker.com/es/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-diffraction.html>

DUDA, Walter. (1977). *Manual Tecnológico del Cemento.* Barcelona- España: Editores Técnicos Asociados S.A.

INEN, NTE INEN 498 (1981). *Puzolanas. Determinación de la pérdida por calcinación.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 491 (1980). *Puzolanas. Definiciones y clasificación.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 492 (1980). *Puzolanas. Muestreo.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 494 (1980). *Puzolanas. Requisitos.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 496 (1980). *Puzolanas. Determinación del índice de actividad puzolánica. Método del cemento.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 496 (1980). *Puzolanas. Determinación del índice de actividad puzolánica. Método del cemento.* Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas

INEN, NTE INEN 490:2011 (2011-01). *Cementos hidráulicos compuestos Requisitos* (5ta. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.



INEN, NTE INEN 151:2010 (2010-01). *Cemento hidráulico. Definición de términos* (3ra. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 153:2009 (2009-07). *Cemento hidráulico. Muestreo y Ensayos* (2da. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 156:2009 (2009-06). *Cemento hidráulico. Determinación de la densidad* (2da. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 862:2011 (2011-05). *Áridos para hormigón. Determinación del contenido total de humedad* (1ra. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 488:2009 (2009-07). *Cemento hidráulico. Determinación de la resistencia a la compresión de morteros en cubos de 50mm de arista* (2da. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 957:2012 (2009-07). *Cemento hidráulico. Determinación de la finura mediante el tamiz de 45um No. 325* (3ra. Revisión). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

INEN, NTE INEN 2502:2009 (2009-08). *Cemento hidráulico. Determinación de flujo en morteros* (1ra. Edición). Ecuador: Normas Técnicas Ecuatorianas.

LABAHN y KOHLHAAS. (1985). *Prontuario del cemento* (5ta. Edición). Barcelona – España: Editores Técnicos Asociados S.A.

LUJÁN TÚPEZ, J. *Determinación Actividad Puzolánica por DRX*. Perú: Cementos Pacasmayo S.A.A.

LLORET, F. (2012). *Apuntes de la asignatura de Tecnología de Cementos (modulo 1)*. Ecuador: Universidad de Cuenca.

MANDUJANO, Wilfrido. *II Coloquio de química del cemento*. Lima: ARPL Tecnología Industrial S.A.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-01 (2014). *Instructivo para toma y preparación de muestras* (5ta. Revisión). Azogues: Industria Guapán.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-03 (2014). *Instructivo para la determinación de la Fineza* (4ta. Revisión). Azogues: Industria Guapán.



MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-09 (2014). *Instructivo para la determinación de pérdidas por calcinación.* Azogues: Industria Guapán.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-10 (2014). *Instructivo para análisis de muestras por rayos X (4ta. Revisión).* Azogues: Industria Guapán.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-12 (2014). *Instructivo para la determinación de la densidad real (4ta. Revisión).* Azogues: Industria Guapán.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS I.CK-7.1-13 (2014). *Instructivo para análisis de muestras por difracción de rayos X.* Azogues: Industria Guapán.

MONTGOMERY, Douglas C. RUNGER, George C. (2011). *Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería (Segunda edición).* México: Limusa Wiley.

TAYLOR, J. y CIHON, C. (2004). *Statistical techniques for data analysis (2da.edición).* New York: Chapman & Hall/CRC.

URIBE, Iván. (2010). *Guía metodológica para la selección de técnicas de depuración de datos.* Medellín: universidad nacional de Colombia.

VALENTINUZZI, M. (2008). *Análisis por fluorescencia de rayos X: implementación de guías de haces en reflexión total.* Universidad de Córdoba.

VICTORIANO, José. (1195). *Aprovechamiento de las Puzolanas de Nuestra Zona en la Elaboración de Cemento con Adición de Puzolana.* Ecuador: Universidad de Cuenca.



ANEXOS

**ANEXO 1.**

NORMAS INEN complementarias para la fabricación y producción de cemento.

NORMA	DOCUMENTO	REVISION
151	CEMENTO: DEFINICIONES Y CLASIFICACIONES	1987-02
153	CEMENTO PUZOLANICO	1987-02
154	TAMICES DE ENSAYO	1986-12
155	PREPARACION DE PASTAS Y MORTEROS	1987-02
157	DETERMINACION DE LA CONSISTENCIA NORMAL	1987-02
158	DETRMINACION DEL TIEMPO DE FRAGUADO	1987-02
159	DETRMINACION DEL TIEMPO DE FRAGUADO	1987-02
160	ANALISIS QUIMICO PERDIDAS POR CALCINACION	1987-10
191	ADITIVOS PARA INCORPORACION DE AIRE	1977-03
192	ANALISIS QUIMICO DETERMINACION DE SiO ₂	1988-07
193	ANALISIS QUIMICO DETERMINACION DE Fe ₂ O ₃	1988-03
194	ANALISIS QUIMICO DETERMINACION DE RESIDUO	1988-03
196	DETERMINACION DE LA FINURA MET. BLAINE	1987-09
197	DETERMINACION DE LA FINURA MET. WAGNER	1987-07
198	DETERMINACION RESISTENCIA A LA FLEXION	1987-09
199	DETERMINACION DEL CALOR DE HODRATACION	1988-03
200	DETERMINACION DE EXPANSIÓN EN AUTOCLAVE	1987-09
201	DETERMINACION DEL ENDURECIMIENTO PREMAT.	1987-09
202	DETERMINACION DE LA EXPANSIÓN POTENCIAL	1987-11



NORMA	DOCUMENTO	REVISION
203	ANALISIS QUIMICO: DETERMINACION DEL SO3	1988-03
488	DETERMINACION RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN	1987-09
489	DETERMINACION FINURA POR TAMIZADO SECO	1987-09
490	CEMENTO PUZOLANICO: REQUISITOS	1999-09
493	DETERMINACION DEL COEFICIENTE PUZOLANICO	1980-10
495	DETERMINACION DE ACTIVIDAD PUZOLANICA	1980-11
496	INDICE DE ACTIVIDAD PUZOLANICA	1980-11
497	PUZOLANAS: ANALISIS QUIMICO	1980-11
498	PUZOLANAS: PERDIDAS POR CALCINACION	1980-11
862	ARIDOS PARA HORMIGÓN: CONTENIDO TOTAL HUM	1982-12
873	ARENA NORMALIZADA	1982-12
875	DETERMINACION DEL ENDURECIMINETO PREM.	1987-09
957	DETERMINACION DE LA FINURA METODO HUM.	1987-09
1504	ADITIVOS DE PROCESO: REQUISITOS	1987-07
1505	DETERMINACION DEL CONTENIDO OPTIMO DE SO3	1988-07
1506	DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SODIO Y PO	1988-07
1507	CONTENIDO DE SULFATO DE CALCIO EN MORT.	1990-05
1508	CONTRACCION POR SECADO	1990-05
1902	CEMENTOS: ROTULADO DE FUNDAS	1992-03

**ANEXO 2.**

Procedimientos e Instructivos del departamento de calidad.

CODIGO	PROCEDIMIENTO
GCI01CK	TOMA Y PREPARACION DE MUESTRAS
GCI02CK	DETERMINACION DE LA HUMEDAD
GCI03CK	DETERMINACION DE LA FINEZA
GCI04CK	DETERMINACION DE LA DENSIDAD APARENTE
GCI05CK	DETERMINACION DEL CONTENIDO DE CO ₃ Ca (TITULO)
GCI06CK	DETERMINACION DE LA GRANULOMETRIA
GCI07CK	DETERMINACION DE LA COMPOSICION ELEMENTAL
GCI08CK	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE CAL LIBRE
GCI09CK	DETERMINACION DE SULFATOS
GCI10CK	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE ALCALIS
GCI11CK	DETERMINACION DE LAS PERDIDAS POR CALCINACION
GCI12CK	ANALISIS DE MUESTRAS POR RAYOS .X.
GCI20CK	DETERMINACION DE LA DENSIDAD REAL
GCI21CK	DETERMINACION DE LA SUPERFICIE ESPECIFICA
GCI22CK	DETERMINACION DE LA CONSISTENCIA NORMAL M. VICAT
GCI23CK	DETERMINACION DEL TIEMPO DE FRAGUADO M. VICAT
GCI24CK	DETERMINACION DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN
GCI25CK	TABLA DE FLUJO CONTENIDO DE AIRE EN MORTEROS
GCI26CK	DETERMINACION: EXPANSIÓN POR METODO AUTOCLAVE
GCI27CK	DETERMINACION DEL ENDURECIMIENTO PREMATURO
GCI28CK	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE RETENIDO EN EL TAMIZ ASTM 325
GCI30CK	CALIBRACION DE BALANZAS
GCI31CK	CALIBRACION DE PESAS
GCI32CK	CALIBRACION DE COPELAS Y CHAPAS DE NIQUEL
GCI33CK	CALIBRACION DE LITROS
GCI34CK	CALIBRACION DE CUBOS PARA RESISTENCIA A LA COMPRES.
GCI35CK	CONTROL Y CALIBRACION DE TAMICES
GCI36CK	CONTROL Y CALIBRACION DEL PERMIABILIMETRO
GCI37CK	CONTROL Y CALIBRACION DE LA PRENSA
GCI38CK	CALIBRACION DEL VISCOSIMETRO DE ENGLER



ANEXO 3.

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS.

En el presente documento se muestra seguimiento y resumen de todos los manuales y técnicas utilizadas para la determinación de los diferentes análisis y ensayos físicos realizados en el Departamento de Control de Calidad de la planta Industrial Guapán.

La información contenida contiene el siguiente orden:

ANEXO 3.1.

- Método para la determinación de la densidad real.

ANEXO 3.2.

- Método para la determinación de la humedad.

ANEXO 3.3.

- Método para la determinación de la finura.

ANEXO 3.4.

- Método para la determinación de pérdidas por calcinación.

ANEXO 3.5.

- Método para la determinación de la resistencia a la compresión de morteros.

ANEXO 3.6.

- Método para análisis de muestras por difracción de rayos X.

ANEXO 3.7.

- Método para la preparación de perlas fundidas.

ANEXO 3.8.

- Método para análisis de muestras por fluorescencia de rayos X.



ANEXO 3.1

MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL.

ALCANCE.

Análisis destinado a la determinación de la densidad de la puzolana, estableciendo la relación entre la masa de la puzolana y el volumen del líquido no reactivo que esta masa desplaza en el frasco de Le Chatelier.

INSTRUMENTAL:

- Balanza, con 0,05g de precisión.
- Termómetro graduado con divisiones de 0,1°C
- Recipiente para baño María, capaz de mantener la temperatura constante con una variación máxima de 0,2°C.
- Frasco de Le Chatelier normalizado.
- Luna de vidrio.
- Diésel densidad de 0,85g/ml.
- Varilla de metal.
- Embudo de vidrio.
- Soporte universal.

PROCEDIMIENTO.

- Llenar el frasco de Le Chatelier con Diésel, hasta un punto en la parte baja del cuello entre las marcas de 0 ml y 1ml, registrar la primera lectura después de sumergir el frasco en un baño de agua a una temperatura constante de 20°C durante dos minutos para evitar variaciones de temperatura de $\pm 0,2$ °C.
- Pesar en una luna de vidrio exactamente alrededor de 50 gramos de puzolana.
- Colocar la puzolana en el frasco de Le Chatelier, utilizando un embudo, en pequeños incrementos para evitar la obstrucción del frasco. Se puede hacer uso de un soporte universal para facilitar el procedimiento.
- Luego de haber introducido toda la puzolana, registrar la marca del líquido en el cuello de la puzolanas temperatura constante de 20°C durante dos minutos para evitar variaciones de temperatura de $\pm 0,2$ °C.
- Realizar el mismo procedimiento para cada una de las muestras de puzolana.



FIGURA 20. Equipo e instrumental para la determinación de la densidad real de puzolana.

CÁLCULOS.

$$\rho = \frac{\textit{masa de la puzolana}}{\textit{segunda medición} - \textit{primera medición}}$$

Donde:

- $\rho = \textit{densidad real de la puzolana}$



ANEXO 3.2 MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD.

ALCANCE.

Este método comprende la determinación del porcentaje de humedad higroscópica de una puzolana natural o calcinada usada como aditivo para morteros y hormigones de cemento, o como aditivos para morteros de cal hidratada.

INSTRUMENTAL:

- Balanza, con 0,05g de precisión.
- Cronómetro.
- Recipiente metálico.
- Muestra de puzolana
- Plancha térmica para desecación de muestras húmedas.

PROCEDIMIENTO.

- Pesar exactamente alrededor de 50g de muestra de puzolana, utilizando el recipiente de metal el cual debe estar previamente encerado en la balanza analítica y registrar el peso.
- Colocar el recipiente con la muestra en la plancha térmica (200-250°C) hasta peso constante.
- Registrar el peso final de la muestra.



FIGURA 21. Equipo e instrumental para la determinación de la humedad de la puzolana.

CÁLCULOS.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{masa inicial} - \text{masa final}}{\text{masa inicial}} \times 100$$



ANEXO 3.3

MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA FINURA.

ALCANCE.

Expresar la finura de puzolana en términos de porcentaje que pasa por un tamiz de 45 μm , mediante el lavado de la muestra a presión constante de agua.

La cantidad máxima admisible de árido retenido es del 20%, (según NTE INEN 490:2011 p.7).

INSTRUMENTAL.

- Vibro molino para trituración de muestras secas.
- Balanza analítica de 0,0001g de precisión.
- Tamiz de 45 μm (Nro. 325) que cumpla con las características de la norma INEN 154.
- Boquilla rociadora.
- Válvula de presión.
- Estufa térmica para desecación de muestras húmedas.
- Cronometro.

PROCEDIMIENTO.

- Desecar la muestra según el manual de procedimientos “determinación de humedad”.
- Colocar alrededor de 20g de muestra desecada en el vibro molino y molerla durante 60 segundos.
- Una vez seca y pulverizada la muestra pesar 1g de este material y colocarla sobre el tamiz de 45 μm .
- Humedecer la muestra minuciosamente con una suave corriente de agua.
- Ajustar la presión en la boquilla rociadora de 69 ± 4 kPa y colocar el tamiz bajo la misma y lavar por un minuto.
- Durante el lavado realizar movimientos circulares en un plano horizontal a razón de una vuelta por segundo bajo el chorro.
- Luego de retirar el tamiz del chorro, enjuagar una vez con 50ml de agua destilada, cuidar de no perder el residuo y luego frotar suavemente a superficie inferior del tamiz con un paño húmedo.
- Secar el tamiz y el residuo en la plancha térmica.
- Enfriar el tamiz y luego retirar con una brocha el residuo.
- Determinar y registrar la masa del residuo de muestra.



FIGURA 22. Equipo e instrumental para la determinación % Finura-Retención de puzolana.

CÁLCULOS.

- $\% \text{ residuo de la muestra retenida} = \text{peso en gramos} \times 100$
- $\% \text{ finura} = 100 - \% \text{ residuo de la muestra retenida}$



ANEXO 3.4

MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE PÉRDIDAS POR CALCINACIÓN.

ALCANCE.

Expresar el porcentaje de masa eliminada en una muestra de puzolana una vez que ha sido sometida a altas temperaturas, eliminando el contenido de carbono (materia orgánica).

INSTRUMENTAL.

- Crisol de aleación oro-platino.
- Mufla.
- Pinzas y guantes con aislante térmico.
- Balanza analítica de 0,0001g de precisión.

PROCEDIMIENTO.

- Pesar en un crisol previamente tarado, alrededor de 5g exactos de muestra de puzolana.
- Colocar el crisol en la mufla a temperaturas entre 900 y 1000°C, durante 45 minutos.
- Enfriar la muestra en el desecador y registrar el peso de la misma hasta peso constante.



FIGURA 23. Equipo e instrumental para la determinación % perdidas por calcinación para puzolana.

CÁLCULOS.

- $\% \text{ Perdidas por calcinación} = \frac{\text{masa inicial} - \text{masa final}}{\text{masa inicial}} \times 100$



ANEXO 3.5 MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE MORTEROS.

INSTRUMENTAL.

- Balanza analítica.
- Moldes para morteros.
- Mesa y tabla de flujo.
- Espátula.
- Probetas graduadas.
- Mezcladora con accesorios: recipiente de mezclado, paleta.
- Apisonador.
- Calibrador.

PROCEDIMIENTO.

1. MEZCLA Y AMASADO.

- Colocar los accesorios de la mezcladora listos para iniciar el proceso cuidando que se encuentren limpios y secos.
- verter los ml de agua de amasado en el recipiente y agregar toda la mezcla de cemento/puzolana requerido para mezclar durante 30 segundos a velocidad lenta en la mezcladora.
- Agregar lentamente los gramos de arena requerida en un período de 30 segundos mientras se mezcla a velocidad lenta.
- Cambiar a velocidad rápida y mezclar durante 30 segundos más.
- Detener el proceso durante 90 segundos;
- Durante los primeros 15 segundos se debe arrastrar hacia el fondo con la espátula toda la masa de mezcla adherida a la pared del recipiente.
- Dejar reposar la masa en el recipiente durante los 75 segundos restantes.
- Finalmente se mezcla nuevamente durante 60 segundos a velocidad rápida.



FIGURA 24. Equipo e instrumental para la mezcla y amasado de morteros.

2. LLENADO Y ALMACENAMIENTO.

- Se procede al llenado de los moldes, colocar una capa de la mezcla de más o menos 25 mm de espesor en cada compartimiento cúbico. Se apisona 32 veces el mortero en cada compartimiento, en aproximadamente 10 segundos, en 4 etapas de 8 golpes cada una.
- Los golpes de cada etapa deben darse siguiendo una dirección perpendicular a los de la anterior.

Orden de apisonado al moldear los especímenes de ensayo

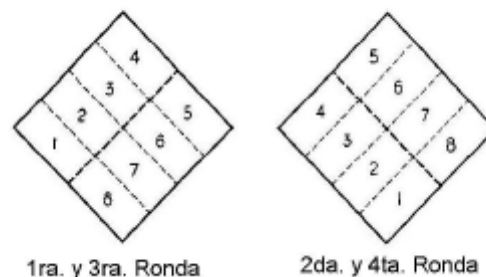


FIGURA 25. Descripción del apisonamiento del amasado en la elaboración de morteros.

- Una vez apisonados todos los compartimientos, llenar con una segunda capa y apisonar como se hizo anteriormente (2da y 4ta ronda).
- Todos los moldes de los morteros deben quedar llenos, donde la mezcla de ensayo debe estar más alta que la superficie superior del molde.
- El exceso de mezcla mencionado en el punto anterior debe retirarse de cada uno de los moldes con la ayuda de una espátula y la superficie de los moldes cúbicos debe alisarse con un palustre, con un doble movimiento de vaivén a lo largo de la longitud de estos moldes.
- Colocar estos este conjunto de cubos y moldes en la cámara húmeda durante 24 horas.
- Luego colocar los especímenes cúbicos en recipientes metálicos cerrados de manera hermética y colocarlos en la estufa durante un periodo de 28 días a una temperatura de 38 ± 2 °C.



FIGURA 26. Equipo e instrumental para el llenado y almacenamiento de morteros.



3. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN.

- Secar la superficie de los cubos y retirar granos de arena o incrustaciones en dos caras paralelas las cuales serán expuestas a la prensa hidráulica.
- Comprobar que estas caras sean perfectamente planas, caso contrario debe esmerilarse hasta obtener superficies planas.
- Colocar el cubo centrándolo bajo el bloque superior e inferior de la máquina de ensayo.
- Aplicar la carga de fuerza de la máquina progresivamente, hasta la deformación del cubo.
- El valor límite de presión aceptable por el cubo es registrado de manera automática por el software del equipo.
- Registrar los datos para cada uno de los morteros obtenidos.
- Este procedimiento también es aplicado para ambas muestras: cemento patrón y cemento patrón con adición de puzolana.



FIGURA 27. Equipo e instrumental para la determinación de la resistencia a la compresión de morteros.



ANEXO 3.6

MÉTODO PARA ANÁLISIS DE MUESTRAS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X. INSTRUMENTAL.

- Probeta de análisis de rayos X.
- Vibro molino.
- Equipo compresor de polvo.
- Vidrio protector esmerilado.
- Equipo de difracción *Bruker Phaser D2*.

PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

- Para este análisis la muestra debe estar seca, por lo que se debe desecar la misma según el manual de procedimientos del ensayo “Determinación de humedad” inciso 4.4.2.
- Colocar alrededor de 20g de muestra desecada en el vibro molino y molerla durante 60 segundos para obtener la muestra como polvo.
- Colocar una cantidad suficiente de polvo en la probeta de análisis de rayos X, cubrir la superficie de la probeta en su totalidad, enrasar el contenido.
- Colocar la probeta en el compresor de polvo y cubrirla con el vidrio esmerilado, para evitar daños en la superficie y disposición atómica de la muestras.
- Comprimir las muestras a una presión 0,25 KPa.
- Colocar la probeta dentro del equipo de difracción *Bruker Phaser D2* y correr el software de análisis.
- Registrar los diferentes valores para cada una de las muestras de puzolana referidos como sílice en fase cristalina expresada como porcentaje de cuarzo.



FIGURA 28. Imagen de la prensa hidráulica y pastillas prensadas para el análisis por DRX.

Fuente: Módulo “Soluciones en Difracción”, D2 PHASER.

CÁLCULOS.

$\% \text{Silice fase cristalina (\% \text{cuarzo})} = \text{calculada directamente por el equipo}$



ANEXO 3.7.

MÉTODO PARA LA PREPARACIÓN DE PERLAS FUNDIDAS.

La preparación y elaboración de perlas fundidas esta aplicada a las 10 muestras de puzolanas, perlas necesarias para el análisis cuantitativo en el equipo de Fluorescencia de rayos X. Las diez muestras sometidas a este análisis serán consideradas como perlas patrones útiles para la valoración y caracterización cuantitativa y cualitativa por medio del programa **Quant-Express** en el equipo de fluorescencia de rayos X.

INSTRUMENTAL.

- Mortero.
- Fundente: Tetraborato de Litio.
- Muestras de puzolana seca y calcinada.
- Balanza analítica de 0,0001g de precisión.
- Crisol aleación de platino-oro.
- Perladora de Materiales Sólidos KATANAX.

PROCEDIMIENTO.

- Para este análisis la muestra debe estar previamente calcinada y seca, aplicar el manual de procedimientos del ensayo “Determinación De Pérdidas Por Calcinación” inciso 4.4.4.
- Colocar una pequeña cantidad de la muestra calcinada en el mortero, triturar la misma hasta que quede finamente dividido (polvo).
- Pesar 1g. de este polvo en el crisol previamente encerado.
- A continuación, encerar nuevamente el crisol y agregar 6g. de Tetraborato de litio y homogenizar el contenido del crisol.
- Colocar el crisol con la muestra en la Perladora, verificar también que el crisol de recepción del material fundido se encuentre colocado en la Perladora.
- Arrancar el programa de fundición “Arcilla” que está formando parte del software de la Perladora.
- Retirar la perla formada luego de que el programa haya corrido.
- Almacenar las perlas patrón de puzolana en el desecador de perlas.

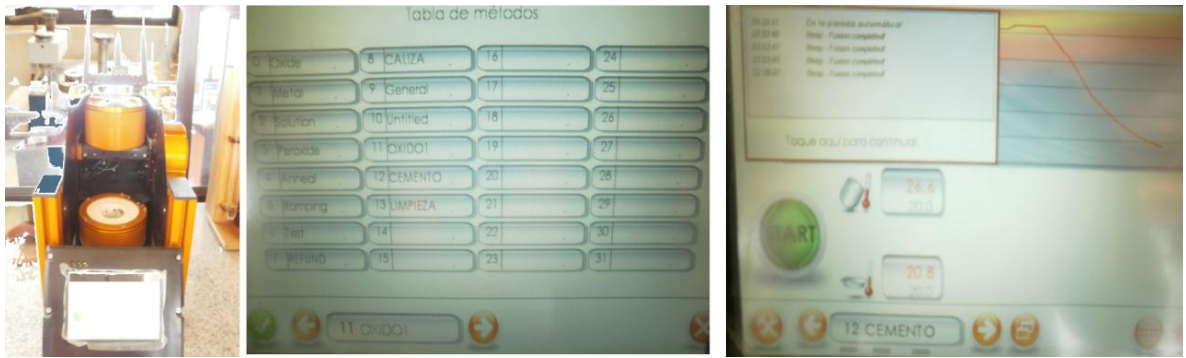


FIGURA 29. Equipo y software para la elaboración de perlas fundidas.
Fuente: Planta Industrial Guapán.

ANEXO 3.8.

MÉTODO PARA ANÁLISIS DE MUESTRAS POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X.

INSTRUMENTAL.

- Recipiente metálico.
- Plancha térmica.
- Vibro molino.
- Prensa Hidráulica.
- Equipo de fluorescencia de rayos X.
- Pinzas.
- Chapas de aluminio.

PROCEDIMIENTO.

- Para este análisis la muestra debe estar seca, por lo que se debe desecar la misma según el manual de procedimientos del ensayo “Determinación de humedad” inciso 4.4.2.
- Luego de tener la muestra seca, triturar la misma en el vibro molino durante 60 segundos hasta que este material este finamente particulado en forma de polvo.
- Colocar una cantidad suficiente de polvo en las chapa de aluminio y colocarla en la prensa hidráulica.
- Retirar la pastilla prensada de puzolana y colocarla en el porta pastillas de análisis de fluorescencia de rayos X.
- Utilizando el software de FRX correr la aplicación **Puzolana** y determinar la composición porcentual de cada una de las pastillas de puzolana.
- Registrar los resultados.



FIGURA 30. Perlas y pastillas patrón de puzolana.

**ANEXO 4.**

Datos técnicos del equipo de difracción de rayos X “D2-Phaser”.

Datos Técnicos	
Geometría	Theta / Theta
Máx. Rango angular utilizable (dependiendo del detector)	-3 ... 160 ° 2Theta
Precisión	± 0.02° en el rango de medida entero
Anchura de pico obtenible	< 0.05°
Alineamiento	Sin necesidad, alineado de fábrica
Longitudes de Onda de Rayos X	Tubos sellados cerámicos estándar de Cr /Co /Cu
Generación de Rayos X	30 kV / 10 mA
Detectores	Contador de centelleo 1-Dimensión LYNXEYE
Tipo de Instrumento	Transportable, de sobremesa
Dimensiones Exteriores	61 x 60 x 70 cm (h x d x w) 24.02" x 23.62" x 27.56"
Peso	95 kg
Alimentación Eléctrica	90 – 250 V
Suministro de Agua Externa	Ninguna
Ordenador	Integrado PC Opcional adicional conectado vía interface LAN
Interfaces	2 x USB and 1 x LAN

Fuente: Modulo “Soluciones en Difracción”, D2 PHASER.



ANEXO 5.

Datos técnicos del equipo de Fluorescencia de rayos X “S8 Tiger”.

Technical Data			
Sample size	Liquids, loose powders: up to 50 ml Solids: up to 51 mm (2") Ø , 47 mm (1.8") in height		
Collimator	Automatic collimator changer (up to 4)		
Masks	Automatic mask changer (up to 3) Additional high precision masks available		
Analyzer crystals	Automatic crystal changer (up to 8) Included: XS-55, PET, LiF (200) Optional: XS-B, XS-C, XS-N, XS-PET-C, XS-CEM, XS-Ge-C, LiF (220), LiF (420), ADP, Ge, TIAP, InSb		
DynaMatch™	Linear intensity range more than 10 million cps		
Vacuum pump	Integrated		
Gas for analysis of liquids and loose powders	Helium or nitrogen, at reduced or normal atmospheric pressure		
Systems	S8 TIGER 1K 1 kW 50 kV max. 50 mA max.	S8 TIGER 3K 3 kW 60 kV max. 150 mA max.	S8 TIGER 4K 4 kW 60 kV max. 170 mA max.
Power requirements	208 – 240 V (1P/3P) 50/60 Hz	208 V, 60 Hz (1P/3P) 230 V, 50/60 Hz (3P)	
Compressed air	Not required		
Detector gas	No detector gas for PRO4 sealed proportional counter	P10 gas (10% methane, 90% argon) for flow counter	
External cooling water	No cooling water	Cooling water Water consumption automatically regulated and minimized, short term interruptions are compensated	
Dimensions (height x width x depth)	135 cm x 84 cm x 90 cm; 53.1" x 33.1" x 35.4" Touchscreen: Allows additional width of 49 cm (19.3") 446 kg	135 cm x 84 cm x 104 cm; 53.1" x 33.1" x 41" 476 kg	
TouchControl™ 11	Integrated touchscreen for easy and intuitive operation		
SampleCare™ 11	X-ray tube and goniometer protected by contamination shields Sample and spectrometer chamber separated by programmable vacuum seal		
EasyLoad™ 11	Automatic sample recognition Portable sample trays		
Quality & safety	DIN EN ISO 9001:2000 CE certified Fully radiation protected system; radiation < 1 µSv/h (BfS 09/07 V R5V)		

Fuente: Modulo “Soluciones en Fluorescencia”, S8 TIGER.



ANEXO 6. FUNCIONES GRÁFICAS DE COMPUESTOS.

Este documento presenta ocho figuras de los diferentes compuestos contenidos en las perlas de puzolana, a los cuales se realizó la respectiva calibración para cada una de las gráficas.

La información contenida en cada imagen se describe en el siguiente orden:

- Función gráfica de Fe_2O_3 .
- Función gráfica de Na_2O .
- Función gráfica de MgO .
- Función gráfica de Al_2O_3 .
- Función gráfica de SiO_2 .
- Función gráfica de SO_3 .
- Función gráfica de K_2O .
- Función gráfica de CaO .

