

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**



TESIS

**EVALUACIÓN DEL EFECTO PUZOLÁNICO DEL VIDRIO DE
BOROSILICATO FINAMENTE MOLIDO, EN SUSTITUCIÓN
PARCIAL DE CEMENTO PORTLAND EN MORTEROS**

POR

JOSÉ MAURO VILLARREAL ORTEGA

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES
DE CONSTRUCCIÓN**

OCTUBRE, 2017

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



TESIS

**EVALUACIÓN DEL EFECTO PUZOLÁNICO DEL VIDRIO DE
BOROSILICATO FINAMENTE MOLIDO, EN SUSTITUCIÓN
PARCIAL DE CEMENTO PORTLAND EN MORTEROS**

POR

JOSÉ MAURO VILLARREAL ORTEGA

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES
DE CONSTRUCCIÓN**

OCTUBRE, 2017



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



APROBACIÓN DE LA TESIS

TÍTULO

Evaluación del efecto puzolánico del vidrio de borosilicato finamente molido,
en sustitución parcial de cemento portland en morteros

DR. ANTONIO ZALDIVAR CADENA
DIRECTOR DE TESIS

DR. RODRIGO GÓNZALEZ
CODIRECTOR DE TESIS

DR. FRANCISCO VAZQUEZ
ASESOR EXTERNO DE TESIS

DR. CESAR JUÁREZ ALVARADO
SUBDIRECTOR DE POSGRADO

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.14	Mezcladora Hobart	26
Figura 3.15	Moldes para muestras cúbicas de 5 cm	28
Figura 3.16	Mesa de fluidez	29
Figura 3.17	Máquina Universal de Pruebas marca Instron	31
Figura 3.18	Molde de probetas de mortero para determinación	32
Figura 3.19	Barras para determinar RAS en el horno a 80 ± 2 °C	33
Figura 3.20	Medición de expansión en barras de mortero	34
Figura 4.1	Tamaño de partícula en función del tiempo de molienda	37
Figura 4.2	Morfología característica del Cullet de Boro silicato	38
Figura 4.3	Cullet de Borosilicato molido en húmedo por 60 minutos	38
Figura 4.4	Resultados de los Índices de resistencia en morteros a la edad de 7 d	41
Figura 4.5	Índices de resistencia en morteros a la edad de 28 días	41
Figura 4.6	Resultados de los Índices de resistencia en morteros ordenados de mayor a menor a 56 días	42
Figura 4.7	Resultados de los Índices de resistencia en morteros ordenados	42
Figura 4.8	Tiempo de fraguado inicial y final por Vicat.	43
Figura 4.9	Reacción Álcali Sílice en morteros base CPO y morteros	44
Figura 4.10	Cuantificación del % de área de CH en muestras	45
Figura 4.11	Cuantificación del % de área de CH en muestras con 20% de CBS	45
Figura 4.12	Cuantificación del porcentaje de área de CH en muestras de referencias y con 20%	46
Figura 4.13	El análisis efectuado mediante Rietveld a los morteros de referencia	47

LISTA DE TABLAS

Tabla 2. xx	Resultados de los Índices de resistencia en morteros	40
Tabla 4.1	Composición química del cullet de borosilicato por fluorescencia de rayos X (FRX)	35
Tabla 4.2	Índices de resistencia en morteros a la edad de 7 días	40
Tabla 4.4	Índices de resistencia en morteros a la edad de 56 días	41
Tabla 4.5	Índices de resistencia en morteros a la edad de 90 días	42

LISTA DE ABREVIATURAS

A	Cemento Portland Compuesto 30R marca 1
A/C	Relación Agua Cemento
A/Cem	Relación Agua Cementante
AL	Agregado Ligero
ALS	Agregado Ligero Saturado
An/C	Relación Agua no evaporable Cemento
APN	Agregado de Peso Normal
ASF	Aditivos Superfluidificantes
B	Cemento Portland Compuesto 30R marca 2
Bachadas	Cantidad de mezcla producida por lote
CAC	Cemento Portland Compuesto 30R
C	Concretos de Alto Comportamiento
CH	Hidróxido de Calcio
Cm	Centímetros.
CV	Ceniza volante
Cv	Mezcla con ceniza volante
°C	Grados Celsius
D	Cemento Portland Compuesto 30R, marca 4
Cv-a	Mezcla de mortero con ceniza volante y arcilla expandida
Cv-p	Mezcla de mortero con ceniza volante y pumicita
D	Diámetro
Fig. F.F.	Fraguado Final
Figura. F.I.	Fraguado Inicial
G	Gramo
g/kgC	Gramo por kilogramo de Cemento
H.R	Humedad Relativa
HS	Humo de Sílice
Hs	Mezcla con humo de sílice
Hs-a	Mezcla de mortero con humo de sílice y arcilla expandida
Hs-p	Mezcla de mortero con humo de sílice y pumicita
Kg	Kilogramo
kgf	Kilogramo Fuerza
kg/cm ²	Kilogramo por centímetro cuadrado
kg/m ³	Kilogramo por metro cúbico
L	Litro
LbsF	Libras Fuerza
MCS	Materiales Cementantes Suplementarios
Min	Minutos.
ml/g	Mililitro por gramo
mL/KgCT	Mililitro por Kilogramo de cementante
Mm	Milímetros
MPa	Mega Pascales
PC	Perdida de Consistencia
PS	Punto de Saturación
Psi	Libras por pulgada cuadrada

R	Mezcla de referencia
R-pa	Mezcla de mortero con arcilla expandida
R-p	Mezcla de mortero con pumicita
S	Segundo
SAP	Polímeros super-absorbentes
SC	Sistema Cementante
SRA	Aditivo Reductor de la Retracción
Vb	Volumen de la base
Vp	Volumen de los productos de reacción
Vrq	Retracción química total
Vs	Retracción de volumen
%	Porcentaje
A	Grado de hidratación
μm	Microdeformaciones

ÍNDICE

1. Título.....	3
2. Agradecimientos.....	4
3. Dedicatoria.....	5
4. Resumen.....	6
5. Introducción.....	7
6. Justificación.....	12
7. Hipótesis.....	13
8. Objetivo General.....	14
9. Objetivo Particulares.....	15
10. Antecedentes.....	16
11. Metodología.....	20
12. Resultados.....	35
13. Conclusiones.....	48
14. Bibliografía citada.....	50

TÍTULO

Evaluación del efecto puzolánico del vidrio de borosilicato finamente molido, en sustitución parcial de cemento portland en morteros.

Este trabajo fue realizado en el laboratorio de Investigación de Materiales de Construcción del Instituto de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería Civil de la Universidad Autónoma de Nuevo León, bajo la dirección del Dr. Antonio Zaldívar Cadena, el Dr. Rodrigo González y el Dr. Francisco Vázquez Acosta

AGRADECIMIENTOS

A mis padres, José Mauro Guadalupe Villarreal Valdés y María Teresa Ortega Vega., por haberme apoyado incondicionalmente no solo en ésta, sino en todas las etapas de mi vida. Muchas gracias por estar siempre que los he necesitado y por todo el amor que sólo ustedes saben brindar. A mis hermana, Nancy Aracely Villarreal Ortega, por creer en mí. Muchas gracias por todas las enseñanzas y por toda la ayuda que me han brindado. A mi asesor de tesis, Dr. Antonio Zaldivar Cadena por apoyarme y por todas sus enseñanzas. Muchas gracias por su paciencia, confianza y apoyo, que me permitieron llegar a terminar este proyecto. A mi asesor externo, Dr. Francisco Vázquez, por brindarme su apoyo y asesoría. Muchas gracias por toda su ayuda durante la realización de este proyecto. A Francisco Anguiano y Alejandro Herrera, quienes son como mis hermanos. Muchas gracias por todo su apoyo y sobre todo por estar siempre cuando más los he necesitado. A mis profesores, por todas sus enseñanzas y por ayudarme en mi crecimiento profesional. A todo el personal del departamento del Instituto de Ingeniería Civil, a quienes he tenido el honor de conocer y de trabajar con ellos. Muchas gracias por todo su apoyo y enseñanzas y sobre todo, por permitirme ser parte de la familia de este departamento.

DEDICATORIA

A mis padres, por todo su apoyo y comprensión.

A mi hermana, por su ayuda y sus consejos.

A mi familia y amigos, por estar siempre presentes.

A mis asesores y profesores, por confiar siempre en mí y por sus enseñanzas.

RESUMEN

Debido a que en la actualidad las estructuras de concreto requieren de características de sustentabilidad, altas resistencias y durabilidad, se han desarrollado los concretos de alto comportamiento (CAC) con relaciones A/Cem bajas (menores a 0.42) los cuales forman una matriz cementante muy densa casi impermeable, lo cual es benéfico desde el punto de durabilidad.

En esta investigación se optó por fabricar morteros con características típicas de los concretos de alto comportamiento con una relación agua-cementante baja ($A/Cem = 0.35$). De esta manera se amplifica la evaluación de la retracción en el sistema.

En este estudio se emplearon agregados finos ligeros comercialmente disponibles en el país en mezclas de mortero con y sin puzolanas con el fin de evaluar su desempeño como agentes de curado interno. La idea fue guardar reservas de agua en los poros abiertos conectados al exterior de los agregados ligeros (AL) mediante el método de saturación, para después adicionarlos durante la etapa de mezclado en sustitución al 20% en volumen por el agregado de peso normal con el fin de que esta agua atrapada sea liberada después del mezclado, cuando exista escasez de agua en la pasta de cemento producto de la reacción de hidratación y sea aprovechada por las partículas de cemento para que continúen hidratándose y evitar que se presente una auto-desecación.

El resultado de utilizar agregado saturado como agente de curado interno en concretos de alto comportamiento es la disminución de la retracción autógena.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

La adaptación de un concreto a las exigencias tecnológicas particulares de cada aplicación tiene un límite. Cuando ya no se puede jugar con la elección de los áridos, del cemento y de la proporción de mezcla, se recurre a productos que aportan la mejora de las características o propiedades deseadas para cada aplicación particular o la adaptación deseada. Estos productos son las adiciones minerales y los aditivos. La sustitución de una parte del Clinker por otros constituyentes minerales ha sido investigada desde hace mucho tiempo por razones económicas y ecológicas. Estos constituyentes, a menudo calificados como secundarios, pueden ser casi inertes, como la caliza o la sílice, o reactivos, como las puzolanas naturales, las cenizas volantes, las escorias de horno alto, etc. Las plantas eléctricas que usan carbón y los hornos metalúrgicos que producen arrabio, acero, cobre, níquel, plomo, silicio, ferro-silicio, etc. son generadores de subproductos industriales, que ascienden a millones de toneladas cada año. Así la generación mundial de cenizas volantes se estima en 200 millones de toneladas, de las cuales solamente se usan un 20 % aproximadamente. La no utilización de residuos industriales representa un desperdicio de recursos, ya que pueden formar parte de las materias primas de otras industrias y causa problemas medio-ambientales (Almacenamiento en escombreras, etc.). La utilización de las propiedades puzolánicas y cementantes de estos productos, incorporándolos como componentes del concreto, bien a través del cemento portland con adiciones o bien directamente como adición mineral en el concreto, representa una aplicación de gran valor. En Europa se usa gran cantidad de cemento portland con adiciones puzolánicas⁷ o cementantes, mientras que en Estados Unidos y Canadá estos materiales secundarios se añaden, no en la fábrica de cemento, sino en la planta de preparación del concreto. Esto se debe a que el uso de adiciones directamente en el concreto ofrece, en general, un mejor control de la propiedad o característica deseada (Resistencia mecánica, calor de hidratación, aire atrapada, etc.). De todos modos, la forma en que estos productos se incorporan en el concreto no afecta de forma significativa a los mecanismos fundamentales de la combinación cemento-adiciones, que influyen en el comportamiento en ingeniería de los productos. Ya que las puzolanas naturales y los subproductos industriales tienen, en general, costes más bajos que el cemento portland, la utilización de mezclas minerales puzolánicas y cementantes para reemplazar parcialmente al clinker, puede originar beneficios económicos considerables debido al ahorro energético que supone sustituir un material (clinker) que requiere un alto consumo de energía (3000 kJ kg clinker) por un subproducto. Posibles beneficios tecnológicos del uso de estas adiciones en el concreto incluyen incremento de la impermeabilidad y debido a ello de la durabilidad química (Aumento de la resistencia química al ataque por los sulfatos), disminución del calor de hidratación y de la expansión térmica, mejor trabajabilidad, reducción de los costes de producción (10 toneladas de adición representa un ahorro de 1 tonelada de combustible), alcanzándose al mismo tiempo un incremento de la resistencia final, lo que en algunos casos puede justificar incluso un elevado coste del subproducto, como es el caso del humo de sílice.

2.- Materiales puzolánicos.

2.1.- Generalidades y clasificación.

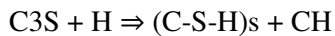
Una puzolana es un material, natural o artificial, que contiene fundamentalmente silicio o silicio y aluminio (El conjunto sílice más alúmina varía a menudo entre el 70 y el 80 %), esto les da un carácter ácido y, por tanto, una gran afinidad por la cal (Tendencia a combinarse con la cal en presencia de agua a temperatura ambiente). Además la puzolana esta compuesta de fase vítrea en su mayor parte, siendo la fase cristalina muy pequeña, lo que hace que sean materiales de alta reactividad. La puzolana por si misma posee un valor cementante nulo o muy pequeño. Sin embargo finamente molida y en presencia de humedad reacciona con el hidróxido cálcico (ACTIVADOR) a temperatura ambiente, dando lugar a una nueva formación de compuestos estables, poco solubles en el agua y que poseen características cementantes, es decir capaces de desarrollar resistencia por endurecimiento hidráulico. Bajo el nombre de puzolanas se incluyen productos que son bastante diferentes en cuanto a su origen, estructura, composición química y mineralógica y que tienen en común lo que se denomina “Actividad puzolánica” definida anteriormente. Cuando una puzolana se usa en combinación con el cemento portland, este , durante su hidratación, es la fuente de hidróxido cálcico que reacciona con los aluminosilicatos presentes en la puzolana para forman compuestos cementantes. La reacción puzolánica puede representarse mediante:



donde:

C-S-H : Silicatos de calcio hidratados de estequiometría no definida.

Por su parte la reacción de hidratación del cemento puede representarse por:



Las propiedades técnicas de los materiales con adiciones puzolánicas, se derivan, principalmente, de tres características de la reacción puzolánica.

La primera es que es una reacción lenta, al contrario que 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.

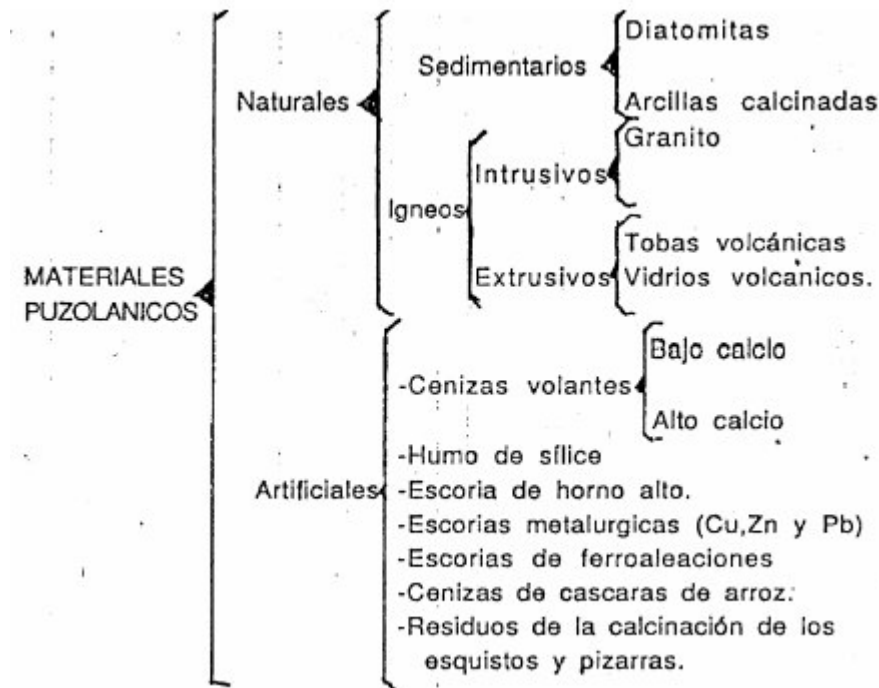
La segunda es que es una reacción que consume hidróxido de calcio en vez de generarlo, lo que es importante para la durabilidad de las pastas hidratadas en ambientes ácidos.

La tercera es que 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).

Los materiales puzolánicos o adiciones activas de mayor interés en la industria del cemento pueden dividirse en dos grandes grupos: naturales (Calcinados o no) y artificiales (subproductos industriales). Al primer grupo pertenecen las verdaderas puzolanas y las tobas volcánicas, así como una serie de otros productos naturales, que tienen en común un comportamiento similar frente a la cal. En el segundo grupo, estan, principalmente, las escorias de horno alto, las cenizas volantes y las arcillas calcinadas. En ambos grupos, existen productos que pueden tener un interés local más o menos grande. Las puzolanas naturales son productos sialíticos, debiendo este nombre al alto contenido en silicio y aluminio que tienen.

Todas las puzolanas naturales (Calcinadas o no) y algunos subproductos industriales como las cenizas volantes de bajo contenido en calcio se adaptan a la definición dada de puzolana. Sin embargo,

algunos materiales de adición (por ejemplo., cenizas volantes silicocálcicas y escorias) tienen un elevado contenido en óxido de calcio (Desde el 10 % hasta el 40%). Si parte de dicho calcio es disponible para la reacción puzolánica, el material llega a tener propiedades cementantes por sí mismo. Cuando esto ocurre, el material no debe de ser considerado simplemente como una puzolana en el sentido que se le ha dado al término “puzolana”, sino que es más apropiado denominarlo “puzolánico y cementante”.



La actividad puzolánica en los cementos se explica por un ataque lento de la sílice y de la alúmina (en disolución) de las puzolanas, por parte de la portlandita (CH) formada “in situ” cuando se hidratan los componentes del clinker (Fundamentalmente los silicatos de calcio). El cemento reacciona primeramente con el agua liberando la portlandita, que activa la puzolana. Hay a continuación una recristalización con formación de silicatos de cal hidratados (C-S-H) y de aluminatos de cal hidratados (C₄AH₁₃, AFt y AFm), compuestos que tienen propiedades cementantes. Los ensayos químicos, basados en la cantidad de cal absorbida o en la velocidad de fijación de la cal, no son suficientes para determinar la actividad o reactividad puzolánica. Por otra parte, el conocimiento separado de las propiedades de los constituyentes no permite prever el comportamiento de las mezclas, por lo que el problema es complejo. Sólo los resultados de los ensayos mecánicos (Evolución de las resistencias mecánicas con el tiempo) permitirán sacar conclusiones.

Todos los materiales llamados “puzolanas” no poseen forzosamente esta propiedad. Se puede entonces, en ciertos casos “activar” dichos materiales. Los procedimientos de activación pueden ser :

- 1.- Adición de productos químicos (ACTIVACION QUÍMICA).
- 2.- Molienda a una finura más elevada (ACTIVACION MECÁNICA).

3.- Tratamiento térmico (ACTIVACION TERMICA).

El segundo procedimiento además de aumentar la finura trae también consigo un cierto incremento del desorden de la estructura cristalina. A menudo es económicamente viable tratar térmicamente las puzolanas a fin de crear un “estado de desorden” de la estructura cristalina (por deshidroxilación) y poder así activarlas.

Las puzolanas molidas pueden ser adicionadas con el fin de mejorar las propiedades de los morteros y de los hormigones, ya sea en estado fresco o curado (Endurecido). En estado fresco, las puzolanas mejoran la trabajabilidad, la plasticidad y la retención de agua. En estado curado (Endurecido), las puzolanas (de reacción lenta) mejoran la resistencia a las aguas agresivas y permiten una fijación progresiva de los álcalis del cemento, lo que es una propiedad interesante en el caso de un posible ataque de los agregados.

Un material puzolánico es más activo (mayor reactividad), cuanto mayores son su contenido en fase vítrea y su superficie específica.

Subproductos industriales.

Los subproductos industriales más importantes, que son potencialmente utilizables como materiales de adición en la fabricación del cementos son: las cenizas de la combustión de carbón, la sílice volatilizada (humo de sílice) durante ciertas operaciones metalúrgicas y escorias granuladas de la metalurgia férrea y no férrea. Los países industriales tales como Estados Unidos, Francia, Alemania, Japón, Gran Bretaña y Rusia, están entre los mayores productores de cenizas volantes, escorias de horno alto y sílice volatilizada (Humo de sílice). Además países como China y la India tienen la posibilidad de producir grandes cantidades de cenizas de cascarilla de arroz.

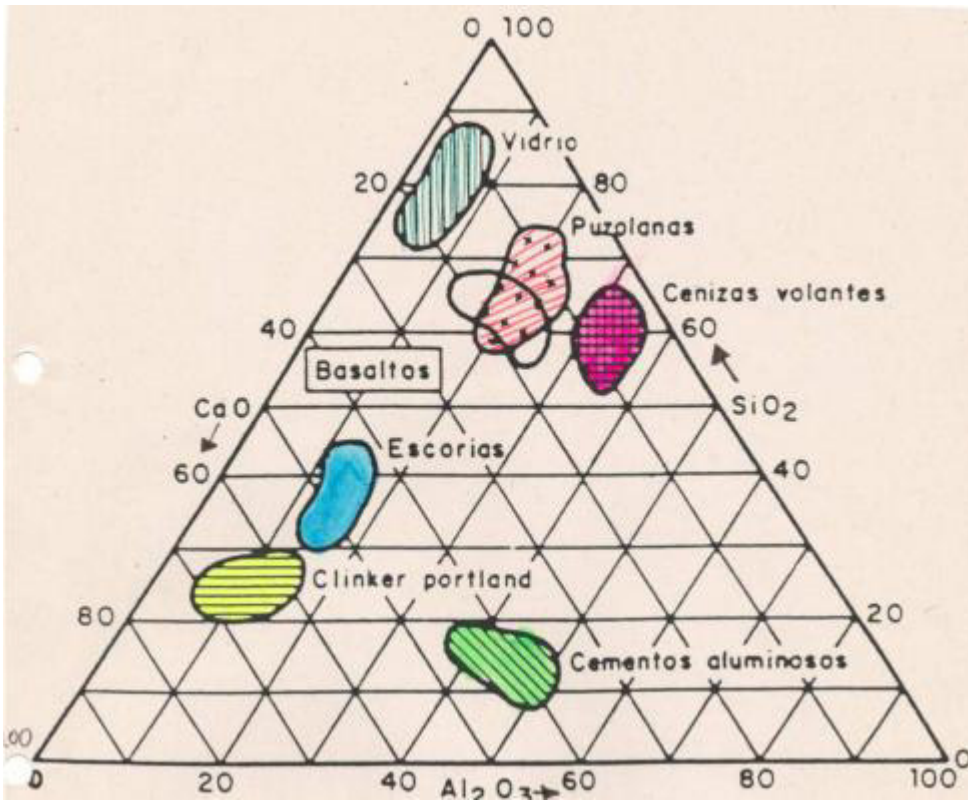


Diagrama ternario de Rankine

JUSTIFICACIÓN

La industria cementera reviste una enorme importancia para México, se ha convertido en un indicador del crecimiento per cápita, esto le exige superar sus limitantes y responder a los nuevos retos del contexto internacional como la demanda por un ambiente y economía sana, brindando niveles de bienestar.

Este mercado demanda la producción de materiales cementantes generados con el menor consumo de energía para la disminución de las emisiones de gases de efecto invernadero. Una alternativa consiste en el empleo de materiales suplementarios por tal motivo los materiales puzolánicos cobran importancia debido a que en su obtención está implícita la sustentabilidad y factibilidad económica además de los sub productos provenientes de otras industrias.

Este trabajo se justifica porque se evalúa la reactividad y factibilidad del cullet de borosilicato, un tipo de vidrio proveniente de una planta local en Monterrey, N.L., como posible material puzolánico empleándose como reemplazo parcial del cemento Portland y los posibles beneficios que éste proporcione en la elaboración de un mortero con resistencia mecánica considerablemente destacable, permitiendo realizar un aporte en el estudio de la incorporación de materiales alternos y sustitutos al cemento Portland.

Hipótesis

El material de cullet de borosilicato posee propiedades puzolánicas que mejoran la micro estructura de la pasta de cemento hidratado.

La distribución del tamaño de partículas del CBS influye positivamente en la reactividad de los productos de hidratación y en la homogeneidad de la matriz de la pasta de cemento.

La incorporación del 20% a 30 % de CBS contribuye positivamente en la resistencia a compresión en especímenes a 7, 28, 56 y 90 días de curado.

OBJETIVOS

General

Caracterizar la reactividad puzolánica de cullet de borosilicato, desperdicio de la industria vidriera, utilizando análisis térmico y microscopía electrónica de barrido, así como ensayos mecánicos para su implementación como materiales suplementarios del cemento Pórtland.

Particulares

Obtener muestras de cullet de borosilicato mediante el proceso de incineración trituración y molienda con tamaño medio de 15 micras para su incorporación como puzolana.

Determinar la distribución del tamaño de partículas con base en difracción de rayo láser para estudiar la influencia del tamaño de partícula en la conformación de una matriz uniforme.

Efectuar un análisis químico para determinar la dosificación para su implementación como material suplementario.

Identificar las fases y etapas en el proceso de hidratación además de los compuestos formados en la microestructura de pastas con incorporación de CBS mediante el uso del microscopio electrónico de barrido.

ANTECEDENTES

Para el soporte del presente trabajo de investigación se efectuó una revisión de temas concernientes al cemento con la incorporación de cullet de borosilicato constatando que los actuales estudios se orientan a la búsqueda del material idóneo suplementario para mejorar el índice de actividad puzolánica en sistemas cemento pórtland-puzolana-portlandita.

Los materiales suplementarios son generalmente subproductos de otros procesos o materiales de origen natural. Ellos pueden o no ser procesados antes de ser utilizados. Algunos de estos materiales son denominados puzolanas ya que por sí mismos no tienen propiedades cementantes, pero cuando se utilizan con el cemento Pórtland reaccionan para formar componentes cementantes. Una definición más formal aparece en la norma ASTM 618-94a la cual describe que una puzolana es un material silíceo y aluminoso el cual, por sí mismo, posee poco o ningún valor cementante, pero, en forma finamente dividida y en la presencia de humedad, reaccionará químicamente con hidróxido de calcio a temperaturas ordinarias para formar compuestos que poseen propiedades cementantes (Neville, 2000).

En este sentido los documentos analizados tienen un periodo cronológico de seis años, lo cual permite identificar los campos de acción y desarrollo en materiales suplementarios y su incorporación como puzolanas en los procesos de obtención del cemento y elaboración del concreto.

Jauberthine (2000) investigó el origen del efecto puzolánico de la cáscara de arroz, para lo cual hizo estudios de la producción de cenizas obtenidas en Senegal. El análisis de difracción reveló la presencia de cuarzo el cual originalmente pudo ser atribuido a los contaminantes y/o recristalización de sílice en la calcinación. En este trabajo concluyó que la cáscara de arroz puede ser un buen material de reemplazo que influirá en las propiedades del concreto.

Además Gayoso y Calvo (2000) realizaron estudios donde se utilizó a la zeolita como agregado ligero en concretos, evidenciando un incremento en la resistencia, atribuyéndose este fenómeno a la reacción puzolánica ocurrida entre el mineral zeolítico (árido ligero) y los productos de hidratación del cemento. En este estudio la caracterización de la zeolita demostró que cumple los requisitos para ser usada como puzolana, siendo mejor su comportamiento molida, observándose la transformación de un grano de zeolita en la masa de concreto.

Por consiguiente Payá et al., (2002) investigaron y evaluaron la eficiencia cementante de puzolanas silíceas como: humo de sílice (SF), ceniza de cáscara de arroz (RHA) y metacaolín (MK). Comprobando que dichos valores presentan clara dependencia con la relación agua/cemento de la mezcla y con la edad de curado. Lo que demuestra la elevada reactividad de estos materiales que actúan como puzolanas y que se combinan con la cal.

Amahjour et al.,(2002) estudiaron la influencia de la incorporación de adiciones como la ceniza volante y humo de sílice sobre las características de las lechadas de cemento tales como la fluidez, exudación, variación de volumen, y la resistencia mecánica a la compresión (R_c). Además de indagar mediante análisis termogravimétrico (TGA) y por difracción de rayos X (XDR), la relación entre la resistencia a la compresión y la formación de los compuestos hidratados. Los autores sugieren que la incorporación de puzolanas a las lechadas en niveles de sustitución elevados (30%), permite la reducción en el consumo de cemento, sin sacrificar las propiedades básicas del producto final.

Por su parte Giraldo et al., (2006) identificaron la evolución mineralógica del cemento Pórtland tipo I durante el proceso de hidratación, mediante técnicas de caracterización como: difracción de rayos X y microscopia electrónica de barrido (SEM) con el fin de entender los cambios que se dan en los minerales anhidros del cemento (alita, belita, celita y felita entre otros) durante su transformación en las fase estables hidratadas (tobermorita, portlandita, etringita, etc.). Encontrando que la hidratación de las fases anhidras ocurre a través de una aureola de reacción que ataca primero los bordes del cristal y progresivamente se va extendiendo hacia el centro del mismo. Este halo o aureola fue observado en el silicato di cálcico (C2S), además que el calor de hidratación liberado durante el proceso de hidratación produce micro fisuras generando un plano de discontinuidad que interfiere en el correcto desarrollo de la capa de gel encargada de la adherencia y la resistencia, convirtiéndose las fisuras en lugares adecuados para la formación de etringita tardía, cuyos efectos son nocivos por generar expansión y ruptura.

Los trabajos realizados en México por identificar y caracterizar materiales con potencial puzolánico han tenido sus inicios en la identificación de los efectos puzolánicos en materiales agrícolas y en concretos antiguos implementando tecnologías modernas para su estudio.

Mena (1985) evaluó las cenizas producto de la central carboeléctrica de Río Escondido, Coahuila. Moliendo la ceniza volante integral durante lapsos de 1, 3, 5 y 7 horas determinando la finura y la superficie específica. Encontrando un exceso de partículas gruesas mayores a 45 micras en un porcentaje de 42%, en comparación a la cantidad máxima de 43% considerado por la norma ASTM C618.

Gamarra et al., (1987) evaluó las propiedades puzolánicas de la ceniza de cascarilla de arroz encontrando su reactividad incinerándola entre 500 y 600°C y planteo el proceso de fabricación de un cementante de baja resistencia compuesto con cal y ceniza de cascarilla el cual se puede emplear en juntas de ladrillos, recubrimientos, drenajes y canales.

Por su parte Rivera (2001) identificó el efecto puzolánico en el concreto desarrollado por la cultura Totonacas en el Tajín, implementando para su estudio técnicas de análisis como: difracción de rayos X y análisis térmico diferencial (ATD). El resultado obtenido por ATD permitió observar un pico de calcita a 726°C que corresponde a la deshidratación de un silicato de calcio hidratado y no a la descomposición de un carbonato. Se detectaron mediante DRX las fases minerales de silicato de calcio hidratado, wollastonita, carbonatos, diopside, nefelina y un anillo de difusión (fase vítrea) constituyente principal de ceniza volcánica o producto de la combustión. Esto permitió concluir que el material empleado como cementante contenía silicato de calcio hidratado lo cual supone que consistió en una piedra caliza muy arcillosa, cocida a temperaturas elevadas para producir cemento natural.

Por consiguiente Rodríguez et al., (2002) encontraron que el empleo de cementos puzolánicos y cementos Pórtland tipo I, II y V, con puzolanas de buena calidad disminuye la permeabilidad del concreto. Los autores examinaron la influencia en la resistencia a la penetración de los sulfatos, la actividad puzolánica, la composición química y la cantidad de las puzolanas naturales empleadas en el cemento mediante el empleo de técnicas analíticas. Por medio del análisis por Difracción de Rayos X se identificaron los siguientes constituyentes en las puzolanas naturales: feldespatos, cuarzo, minerales arcillosos del tipo clorita-montmorillonita y zeolitas tales como clinoptilolita, heulandita y gmelinita. La evaluación de la actividad puzolánica fue determinada conforme a lo establecido en la norma ASTM C 618, indicando que el material a emplearse como aditivo mineral clase N en el cemento portland debe cumplir con un mínimo de 70 por ciento en la suma de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$;

en el caso de las puzolanas naturales estudiadas, contienen entre 76.5 y 86.2 por ciento. Este requerimiento químico es arbitrario para el propósito de tener una relación directa con las propiedades puzolánicas del material. Además se verificó el contenido ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$) para calificar el carácter ácido del material puzolánico, lo cual subraya el hecho de que las fases vitreo-activas generalmente son más ricas en contenido de sílice y de alúmina. Las puzolanas naturales estudiadas muestran un fuerte carácter ácido, con un contenido de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ entre 75 y 83.8%. La resistencia a la compresión mínima a 7 días presente en los especímenes fue de 5.4 MPa para mezclas cal-puzolana o un mínimo de 75 por ciento de resistencia a la compresión a 7 y 28 días (comparadas con un testigo) en mezclas cemento portland-puzolana. La mayoría de las puzolanas naturales estudiadas mostraron actividad puzolánica con cal que varió entre 4.72 y 6.58 MPa. Los morteros a base de cemento portland-puzolana mostraron menores expansiones y, por tanto, mayor resistencia al ataque de sulfatos a 26, 52 y 78 semanas, en comparación con las expansiones generadas por el cemento portland tipo V.

El trabajo realizado por Valdez (2002) consistió en desarrollar un método para evaluar materiales naturales con potencial puzolánico. El estudio consistió en investigar la relación existente entre las propiedades físico-químicas y microestructurales de cuatro materiales naturales además de su reactividad tanto con el hidróxido de calcio, grado reactivo, como con el clinker, encontrándose que aquellos materiales con relativamente alta área superficial requieren cantidades mayores de agua para obtener una misma fluidez en las mezclas con los cementos, lo cual repercute en la potencialidad de los cementos puzolánicos. En otro trabajo el mismo autor (Valdez et al., 2004) caracterizó cuatro diferentes materiales naturales de origen ígneo, determinando el índice de actividad puzolánica en sistemas puzolánico naturales-portlandita, utilizando para esto la resistencia mecánica a la compresión en cubos de mortero. Evaluando la velocidad de reacción puzolánica, utilizando pastas hechas con las mismas proporciones que los morteros, excepto la arena estándar, midiendo los cambios de concentración de la portlandita con respecto al tiempo.

Martínez et al., (2005) estudiaron el incremento de la trabajabilidad del concreto hidráulico adicionado con cenizas volcánicas en sustitución porcentual a los finos de la mezcla, registrando que la reología del concreto cambia además de la fluidez o revenimiento sin empleo de aditivos químicos observándose la formación de la etringita, encontrando que su desarrollo cristalino no se altera por la adición de cenizas volcánicas (no existe reacción puzolánica y/o formación de silicatos de calcio hidratados, CSH).

Por su parte Gómez (2005) efectuó una investigación referente al efecto de la adición de desecho geotérmico (DG) en la formación de gel de reacción álcali sílice y etringita, mediante la preparación de pastas con niveles de sustitución de cemento del 10 y 20% por DG y curadas a 20 y 60°C. Encontrándose que las fases del clinker fueron más reactivas en presencia del DG, disminuyendo además la porosidad y el contenido de hidróxido de calcio observados por MEB. Para pastas con un 20% DG se encontró la presencia de gel de reacción álcali sílice y etringita, lo cual no fue observado para las pastas de cemento puro y 10% DG.

Los anteriores estudios permiten identificar que las puzolanas naturales son difíciles de evaluar debido a su variación mineralógica y morfológica; sin embargo, se observa una relación entre el desarrollo de la resistencia mecánica a la compresión y el contenido de fase reactiva en el proceso de hidratación. Es destacable el desarrollo metodológico en la cual Valdez evalúa la velocidad de hidratación en sistemas de puzolanas naturales-portlandita por considerar un análisis químico cualitativo y cuantitativo de los materiales realizándolo por medio de pastillas de vidrio y equipo de

fluorescencia de rayos X; además de considerar la pérdida por ignición y el contenido de residuos insolubles determinados por la norma ASTM C 114-00.

CAPÍTULO 3

METODOLOGÍA

En este capítulo describe el acondicionamiento del cullet de vidrio de borosilicato (CBS) partiendo de un proceso de lavado por decantación y posterior molienda que permitió utilizar este residuo industrial. Además se hace una descripción de las técnicas analíticas, métodos y equipos utilizados para la caracterización de la materia prima y elaboración de probetas. Se utilizaron técnicas analíticas para la determinación del tamaño de partícula (DTP), fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS). Además, se describe el proceso de elaboración de las diferentes series de morteros, prueba de consistencia de morteros frescos, determinación de la reactividad álcali-sílice y por último el estudio de la microestructura de las probetas elaboradas.

3.1 Acondicionamiento del CBS.

3.1.1 Trituración del CBS.

Previo a la fabricación de las probetas fue necesario triturar el CBS para reducir el tamaño inicial del mismo de 8 a 1 pulgadas en longitud promedio Para la trituración del CBS fue utilizado un molino de quijadas de la marca Gilson Company modelo LC -33.

3.1.2. Lavado del CBS.

Una vez triturado el CBS se hicieron lavados con agua en cubetas de 19 litros con agitación manual y posterior decantación. Este lavado se realizaba aproximadamente 20 veces hasta que el agua se pudiera observar limpia, indicativo de que la suciedad había sido removida.

3.1.3. Molienda

Una vez triturado y lavado el CBS se utilizaron dos tipos de molinos . El primero utilizado fue un molino de los Ángeles donde se obtuvo un tamaño de partícula aprox. 500 μm . Posteriormente fue utilizado un molino rápido planetario de Ceramics Instrument en donde se pudo obtener un tamaño de partícula de aproximadamente 128 μm .

3.1.3.1 Molienda en Molino de los Ángeles

El CBS fue molido en un molino de los Ángeles marca INPASA en seco durante un tiempo de 60 minutos con carga de 20 kilos de vidrio y 20 kilos de bolas de acero.

3.1.3.2 Molienda en molino rápido planetario

Para obtener tamaños de partícula más finas del CBS se utilizó un proceso de molienda en húmedo mediante un molino rápido planetario. Se utilizaron jarras de porcelana de 1 litro de capacidad y se prepararon cargas de 650 gr de bolas de alúmina de alta densidad como medio de molienda, 500 gr de CBS y 500 ml de agua. El equipo y jarras de molienda utilizados son de la marca Ceramics Instruments, (molino modelo SD /1-100).

Para lograr las diferentes granulometrías requeridas durante este trabajo, se hicieron moliendas a 5, 10, 15, 30, 45, 60, 120 y 180 minutos a 350 revoluciones por minuto (rpm).

Una vez terminadas la molienda, el vidrio molido tendía a precipitar rápidamente formando una capa muy dura por lo que se tenía que vaciar la suspensión inmediatamente a una charola metálica para posteriormente secar el material a 100°C durante 12 hrs en una estufa de secado.

Si el material no se retiraba a tiempo del molino era necesario aplicar un minuto adicional de molienda para des aglomerar y poder retirar la precipitación de partículas en el fondo de la jarra de molienda.

Una vez seco el material fue necesario colocarlo de nuevo en el molino planetario durante aproximadamente 1 minuto para pulverizarlo y poder utilizarlo en las etapas posteriores. Posteriormente colocaba en bolsas y se clasificaba según el tiempo de molienda. Los polvos obtenidos de las diferentes condiciones de molienda fueron analizados para determinar su tamaño medio de partícula y con ello construir una gráfica que mostrara el comportamiento de molienda del mismo, es decir reducción del tamaño de partícula en función del tiempo de molienda.

Para determinar el tamaño promedio de partícula se analizaron muestras de CBS molido en un equipo marca Microtrack modelo S 3500 con capacidad de medición desde 0.02 micras hasta 2.8 mm. Las mediciones se realizaron por vía húmeda utilizando alcohol isopropílico como medio de dispersión y con la finalidad de tener una mejor dispersión de las partículas del material se hicieron tratamientos de 15 minutos en un baño ultrasónico en una solución con alcohol isopropílico y 2 gotas del agente dispersante Tritton X-100.

La gráfica de comportamiento de molienda en función del tiempo se hizo con la ayuda del analizador de tamaño de partícula (DTP) con la finalidad de reproducir las moliendas.

3.2 Caracterización de CBS y morteros.

Previo a la evaluación del comportamiento puzolánico en una matriz cementada fue necesario caracterizar el CBS para las siguientes técnicas de caracterización que se describen a continuación.

3.2.1 Fluorescencia de Rayos X (FRX).

Se hizo análisis por fluorescencia de rayos X (FRX) con el objetivo de conocer la composición química del CBS y también de los morteros a diferentes edades en un equipo de FRX Epsilon 3 de Panalytical.

Para realizar el análisis por la técnica de FRX fue necesario moler fragmentos de los morteros ensayados a compresión para fabricar pastillas compactadas en una prensa marca __XX. Una vez preparadas las pastillas del CBS, éstas fueron analizadas a un voltaje de excitación de 4 KW. El equipo de FRX tiene como fuente un tubo de rayos X con ánodo de Rh, y realiza un barrido que cubre un total de 71 elementos (del Na al U) con un total de 588 líneas en condiciones de vacío.

3.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido es básicamente una fuente de electrones que son enfocados por dos lentes con lanzadores hacia la muestra que se encuentra en vacío. Los electrones penetran la superficie y estos interactúan con los átomos de la muestra resultando la emisión de electrones o fotones de la superficie, o dicho en otras palabras, resultando en la generación de varias formas de radiación detectadas por varias ventanas. La cual es recibida en un detector móvil y que puede recorrer la muestra, y posteriormente se transforma en imagen.

Los electrones secundarios y retrodispersados son los más importantes para la formación de la imagen. Los electrones que se utilizan para la formación de la imagen provienen de regiones cercanas a la superficie como son los electrones secundarios (SE por sus siglas en inglés) por el contrario, los electrones que se utilizan para llevar el análisis químico provienen de una zona más lejana a la superficie como son los electrones retrodispersados (BSE por sus siglas en inglés).

3.6 Preparación de muestras para MEB

La preparación de las muestras para su análisis microestructural fue realizado mediante la forma tradicional, de acuerdo con la norma ASTM E3-80 (44). Las muestras de CBS fueron montadas en una resina epóxica, bajo las siguientes condiciones: razón en la preparación resina: catalizador 20:4 (20 ml de resina y 4 ml del endurecedor).

Una vez terminada la etapa de montaje las muestras fueron desbastadas usando abrasivos de papel de carburo de silicio (SiC) de los números 80, 180, 280, 340, 360, 400, 600, 1200 y 2400 en una desbastadora de platos Uni Pol-830, MTI Corporation, Entre cada cambio de lija, las muestras fueron lavadas con acetona y puestas en un dispositivo de ultrasonido para eliminar partículas sobre la superficie que pudieran interferir en las siguientes etapas del pulido. La etapa de pulido fino fue realizada sobre un paño del tipo Microcloth de Struers y finalmente se pulieron con pasta de diamante de 3 μm . Por la naturaleza de las muestras durante la etapa de desbaste y pulido se utilizó acetona como lubricante.

Antes de ser observadas en el microscopio de barrido electrónico, fue necesario volver las muestras conductoras; por lo tanto, los especímenes encapsulados fueron envueltos con papel aluminio (con excepción del borde superior que sería analizado) y, posteriormente, fueron recubiertos con oro en una evaporadora de la marca Denton Vacuum DeskV. Una vez que la presión se mantenía por más de 5 segundos en 90 Torr, comenzaba el recubrimiento el cual duraba de 60 a 100 segundos dependiendo del tamaño de la muestra.

3.2.3.2 Análisis por SEM.

Es importante mencionar que esta técnica de microscopía es ampliamente utilizada en investigación y a nivel industrial, en procesos de manufactura y control de calidad. El equipo que se utilizó es de la marca JEOL, modelo JSM-6510LV. Se eligieron los morteros sin CBS y con 20% de CBS, para analizar su microestructura. Las muestras fueron tomadas de padecería de probetas de las series de referencia y de 20% de CBS para que después de que dichos especímenes fueran ensayados a compresión. Se tomaron muestras pequeñas de las probetas ensayadas a las edades programadas y fueron sumergidas en acetona para desplazar el agua libre y en vacío para detener el proceso de hidratación del mortero. Las muestras fueron guardadas en un desecador para su posterior montaje en frío con resina epóxica.

Para el montaje en frío de las muestras se utilizaron 20 ml de resina epóxica con 4 ml de catalizador. En un molde limpio y seco se colocó una muestra del espécimen ensayado y fue cubierta con la mezcla resina-catalizador, asegurándose que no quedaran poros o partes sin recubrir. Las muestras montadas fueron colocadas en un desecador para hacer vacío con la finalidad de eliminar aire y rellenar los poros que pudiera haber en la muestra.

Las muestras montadas fueron desmoldadas después de 12 h, hasta asegurar que la resina se hubiese endurecido. Por último, las muestras fueron cortadas transversalmente, pulidas y recubiertas el día en que iban a ser analizadas por SEM-EDS.

3.3 Difracción de Rayos X (DRX)

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética y de alta energía con una longitud de onda del orden atómico en materiales sólidos. Cuando un haz de rayos X incide sobre un material sólido, una parte es difractada en muchas direcciones diferentes por los electrones asociados en cada átomo del material, generando señales que se interpretan en un equipo a diferentes intensidades y diferentes valores del ángulo 2θ de Bragg, útil para la identificación de las fases cristalinas.

Con la finalidad de identificar las fases presentes en los morteros con CBS se realizó un análisis por difracción de rayos X, sin embargo la determinación de fases se vuelve compleja, principalmente por el ruido que genera la fase amorfa y que al ser un residuo, su composición no es pura.

3.5 Materiales

A continuación se describen cada uno de los materiales utilizados en la fabricación de los morteros para los experimentos de esta tesis.

3.5.1. Cemento

Para fabricar los morteros se utilizó el cemento Pórtland CPO 40 el cual cumple con la norma NMX-C-414-ONNCCE y tiene un peso específico igual a 3.15 g/cm^3 de acuerdo con la norma ASTM C 188.

3.5.2 Arena

Se utilizó arena sílica de Ottawa grado estándar de 20-30 que cumple con las normas ASTM C-778 y ASMT C-109, además posee un peso específico de 2.65 g/cm^3 obtenido por ASTM C 128 igual, peso SSS igual 2.651 y una absorción de 0.1%, calculada experimentalmente y comparada con la especificación.

3.5.3 Cullet de vidrio de Borosilicato (CBS)

Para el CBS se obtuvo experimentalmente un peso específico obtenido por ASTM C 128 igual a 2.5 g/cm^3 , peso SSS igual 2.5 y una absorción de 0%. Además se determinó su composición química mediante absorción atómica y los resultados se presentan en el capítulo 4 en la tabla 4. X donde también se muestra la cantidad de boro presente el cuál se determinó por vía húmeda.

3.6 Mezclas de mortero

En la figura 3.8 se muestra una mezcladora mecánica de la marca Hobart en donde se realizaron las mezclas de mortero siguiendo el procedimiento descrito en la norma ASTM C 109 como se resume a continuación.:



Figura 3.14 Mezcladora Hobart

Se utilizó una agua/cemento para morteros estándar de 0.4. El agua fué adicionada al tazón de la mezcladora seguida de una cantidad predeterminada de cemento que para fines de esta investigación puede variar de un mortero a otro dependiendo del porcentaje en masa según la cantidad de CBS sustituido.

El mezclado se inicia a una velocidad lenta de $(140 \pm 5 \text{ rpm})$ durante 30 segundos. Posteriormente y a la misma velocidad, fué adicionada la arena en un lapso de 30 segundos para después aumentar a la velocidad media a $(285 \pm 10 \text{ rpm})$ y continuar mezclado por 30 segundos. Para verificar que el mezclado sea homogéneo, se detiene el mezclado durante 15 segundos y se revisa que sea correcto, es decir que tenga buena consistencia y que todo el contenido del tazón haya sido mezclado. Se deben completar otros 75 segundos sin mezclar. Una vez terminado este tiempo, se debe continuar

mezclando a velocidad mayor (285 ± 10 rpm) durante 60 segundos. Por último, el mortero es vaciado en los respectivos moldes, como el que se presenta en la figura 3.14, el cual cumple con las características de profundidad y anchura definidas en la norma ASTM C 109 ($50 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$). El colado se realiza en dos capas y luego de cada capa el molde se compacta 16 veces. Al final el molde se envuelve en una película plástica y se lleva a la cámara de curado, en donde permanecerá por 24 horas, para luego desmoldar. Es importante mencionar que se preparan 9 probetas de cada mezcla.



Figura 3.14 Moldes para muestras cúbicas de 5 cm

3.6.1 Determinación de la consistencia del mortero fresco

La consistencia del mortero fresco se determina mediante la mesa de sacudidas, según el procedimiento descrito en la norma ASTM C 109. La consistencia es una medida de la fluidez y de la humedad del mortero fresco y proporciona una medida de su deformabilidad cuando el mortero es sometido a un determinado tipo de esfuerzo mecánico.

El valor de la fluidez se basa en la medición del diámetro de una muestra de mortero fresco, colocado sobre el disco de una mesa de fluidez, con la ayuda de un molde troncocónico o cono truncado, así el mortero es sometido a 25 sacudidas verticales en la mesa de fluidez mostrada en la figura 3.15.



Figura 3.16 Mesa de fluidez

El equipo empleado para esta determinación fue el siguiente: a) una mesa de fluidez, una placa rígida con un disco, un eje horizontal y una leva de elevación, así como un eje de elevación; b) un molde troncocónico de latón con altura de $60 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$ y un diámetro interior de $100 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$ en la base y de $70 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$ en la parte superior con un espesor mínimo de 2.0 mm con la superficie interior pulida al igual que los bordes; c) un pisón de sección circular no absorbente con medidas de 40 mm de diámetro y 200 mm de longitud aproximadamente con una masa de $0.250 \text{ kg} \pm 0.015 \text{ kg}$; d) un calibre con capacidad para medir diámetros de hasta 300 mm con una exactitud de 1 mm ; e) una paleta; f) una regla metálica u otra herramienta para enrasar.

La determinación de la consistencia se realizó como se describe a continuación:

Antes de comenzar cada ensayo, se limpia el disco de la mesa de sacudidas y el molde troncocónico, humedeciendo ligeramente las superficies, para evitar que estas absorban la humedad del mortero. El molde humedecido se debe colocar en el centro del disco de la mesa de sacudidas. El mortero fresco es introducido dentro del molde en dos capas y cada capa es compactada con 15 golpes de pisón (la norma establece un mínimo de 10, sin máximo) con la finalidad de asegurar un llenado homogéneo del molde. Es importante enrasar el exceso. Luego de apisonar la última capa en el molde, este se debe levantar lenta y verticalmente. Posteriormente, se realizan 15 sacudidas a la mesa, con una

frecuencia de una sacudida por segundo y el mortero se extiende sobre el disco, midiendo el diámetro del mortero extendido, con la ayuda de un calibre, en dos direcciones perpendiculares entre sí.

Es importante calcular el valor de escurrimiento promedio de las muestras. Si estos valores individuales difieren de su valor promedio en menos de 10 %, entonces podrían ser utilizados como valor de escurrimiento del mortero. Si los valores individuales difieren en más del 10 %, entonces el ensayo debe ser repetido. Una vez comprobado que cada una de las mezclas para los morteros cumple los requisitos de consistencia, se deben realizar en total tres amasadas para cada tipo de mortero. Se muestra los porcentajes de cullet utilizados en las diferentes series de morteros empleados en esta tesis para los ensayos de compresión y flexión.

Las relaciones agua/cemento, así como las cantidades pesadas de cada material para la realización de los especímenes se fijó en 0.485 que es la relación utilizada para los ensayos de los morteros estándar.

3.6.2 Determinación de la compresión del mortero endurecido.

La resistencia a la compresión del mortero se determinó según la norma ASTM C 109 [XX]

Para realizar estos ensayos se requirieron los siguientes equipos y herramientas: a) moldes metálicos (como los de la figura 3.14) que deben cumplir las especificaciones descritas en la norma anteriormente citada; b) un pisón que es una barra rígida de material no absorbente de sección cuadrada de $12 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ de lado con una masa de $50 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$, la cara de apisonar es plana y perpendicular al eje del pisón; c) una cámara de curado que debe ser capaz de mantener una temperatura de $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ y una humedad relativa del $95 \% \pm 5\%$ o del $65 \% \pm 5 \%$; d) una regla para enrasar.

De cada mortero que se muestra se prepararon 9 probetas para ensayo a compresión. Cada serie fue ensayada a las siguientes edades: 7, 28, 56 y 90 días. El equipo utilizado para determinar la resistencia a la compresión es la máquina universal de pruebas marca Instron mostrada en la figura 3.17.



Figura 3.17 Máquina Universal de Pruebas marca Instron

3.6.3 Elaboración de probetas para determinación de la reactividad álcali-sílice (RAS)

El método acelerado en probetas de mortero se basa en la medida del cambio de longitud que experimentan los especímenes que son fabricados con el material que se requiere estudiar después de haber sido sumergidos durante el primer día en agua a $80 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ y en durante los siguientes 14 días una disolución de NaOH 1N a $80 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ según la norma ASTM C 1260.

Para la realización de este ensayo de expansión por la reactividad álcali-sílice se utilizaron los siguientes aparatos y reactivos: a) una mezcladora que cumpliera los requisitos de la norma ASTM C 109 como se ilustra en la figura 3.8. b) un pisón con adecuada anchura, para compactar manualmente las probetas en los moldes; c) una cámara húmeda, según la norma ASTM C 33 con una humedad relativa superior al 90% y regulada a una temperatura de $20 \pm 1.5 \text{ }^\circ\text{C}$; d) moldes que cumplan las especificaciones de la norma (de dimensiones de 25 mm x 25 mm x 280 mm) además de engrasar las caras internas de los moldes mostrado en la figura 3.18; e) un comparador de longitud con un micrómetro u otro aparato de medida, graduado para medir en unidades de 0.001 mm., Para la calibración de este comparador antes y después de cada conjunto de medidas se debe contar con una barra de referencia de $254 \text{ mm} \pm 2.5 \text{ mm}$ de longitud; f) un contenedor que resista la exposición

prolongada a 80 °C e inerte a la disolución de NaOH 1N, con capacidad suficiente para contener las probetas necesarias y que pueda asegurar que las probetas no se toquen entre sí, ni con las paredes del mismo contenedor ; g) una estufa con una temperatura regulada a $80 \pm 2,0$ °C; h) disolución de hidróxido de sodio 1N.



Figura 3.18 Molde de probetas de mortero para determinación de la reactividad álcali-sílice (RAS)

Para este ensayo de expansión se fabricaron morteros de referencia y morteros con 20% de CBS reemplazando la composición en peso del cemento. El moldeado debe ser muy cuidadoso, ya que no se aplica vibración, por lo que se debe asegurar que la mezcla se coloque de manera uniforme a lo largo de los moldes.

Terminado esto, los moldes se recubren con una película plástica y se llevan a la cámara de curado estándar durante 24 horas; posteriormente se secan y se llevan al comparador de longitud y ésta se considera como la medición inicial de cada espécimen. Todos los valores son reportados con una precisión de 0.001 mm. Una vez terminado lo anterior, las probetas que son sometidas a un curado estándar son llevadas de nuevo a la cámara de curado y aquellas que tienen un tratamiento alcalino se someten a esas condiciones. ¿?? No me queda claro

3.6.3.1 Tratamiento alcalino

Las probetas expuestas a tratamiento alcalino fueron colocadas en un contenedor y sumergidas con suficiente solución de NaOH 1N, previamente calentada a 80 ± 2 °C, tal como se muestra en la Figura 3.11.

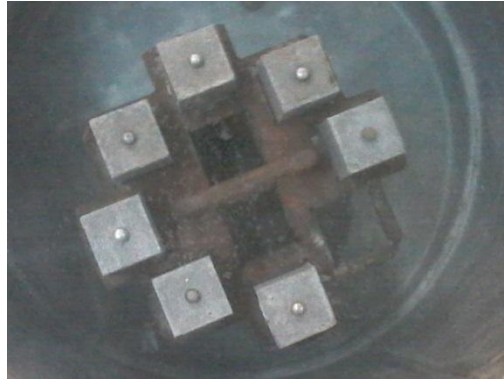


Figura 3.19 Barras para determinar RAS en el horno a 80 ± 2 °C

Tres probetas de referencia se utilizaron en esta investigación para el curado normal, y otras tres para el tratamiento alcalino. Cuatro probetas con 20% de cullet se utilizaron (con este mismo porcentaje de cullet) para someterlas a medio alcalino. Las mediciones de los días posteriores se llevaron a cabo tal y como se explicó anteriormente. Los contenedores fueron sellados y colocados en la estufa a 80 ± 2 °C cuando era el caso, o de lo contrario se llevaban a la cámara de curado. Las medidas de la longitud de las probetas se realizaron en los días 1, 2, 3, 6, 7, 8, 9, 10, 13, 14, 21, 28 y 30 días y cada una de éstas es una medición como se muestra a continuación en la figura 3.19.



Figura 3.20 Medición de expansión en barras de mortero para determinación de RAS en comparador de longitud con barra de referencia metálica.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS

En el presente capítulo se exponen y discuten los resultados obtenidos en la etapa exploratoria respecto a los tiempos y los tipos de molienda utilizados para llevar a cabo la disminución de tamaño de partícula del cullet de borosilicato utilizado en el presente trabajo. Además se presenta la caracterización del material para su posterior aplicación en morteros, a los cuales se les realizaron pruebas de resistencia a la compresión y pruebas en estado fresco, así como pruebas de expansión y estudios de microestructura.

4.1 Análisis químico

Las propiedades puzolánicas de los materiales dependen en gran parte de su composición química. Para conocer esta propiedad se realizó un análisis químico por fluorescencia de rayos X al material en estudio, cabe mencionar que la determinación del contenido de boro se realizó mediante vía húmeda. Los resultados se muestran en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1 Composición química del cullet de borosilicato por fluorescencia de rayos X (FRX) y vía húmeda de boro.

Compuesto	% en peso
SiO ₂	80.25
Al ₂ O ₃	2.25
Fe ₂ O ₃	0.019
Na ₂ O	5.3
K ₂ O	0.19
MgO	0.01
CaO	0.18
B ₂ O ₃	11.81
TOTAL	100

Una de las condiciones para que un material sea puzolánico es que la proporción de sus principales óxidos (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃), sea mayor al 70% como lo indica la norma ASTM 618-05. En la Tabla 4.1, se observa que el cullet utilizado en este estudio cumple con esta condición. Es decir, en este caso la composición química del CBS muestra que la presencia de los tres óxidos principales (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃) es igual a 82.5%, superando el 70% mínimo.

El análisis por FRX y vía húmeda fué útil para determinar la composición química del CBS, la cual puede ser un primer acercamiento para indagar si el material pudiera ser puzolánico. De la composición química obtenida para el cullet, se observó que dicho subproducto está conformado principalmente por SiO₂, en un porcentaje del 80%. En segundo lugar se observa al B₂O₃ con 11.81 %, seguido del Na₂O y Al₂O₃ con 5.3 y 2.25% respectivamente. Además, se observan concentraciones similares de K₂O y CaO las cuales corresponden a 0.18%. Con un porcentaje prácticamente

despreciable se encuentran el Fe_2O_3 y el MgO con 0.01%. Una de las razones por la que se eligió la técnica FRX es que ésta tiene una mayor sensibilidad respecto a la técnica de EDS acoplada a un SEM.

A pesar además de que las puzolanas cuentan con altas concentraciones elementales de Si, Al y Fe, es muy importante conocer las fases en las que éstas se encuentran en cada uno de los materiales así como su estructura interna, para en un momento dado intentar correlacionar la presencia de dichas fases con el comportamiento mecánico de los morteros elaborados, en especial con la resistencia a la compresión.

4.2 Molienda de CBS.

Para reducir el tamaño de partícula del CBS se realizó un proceso de molienda en un molino de los ángeles durante una hora, lo cual dio como resultado un tamaño de partícula promedio de 448 μm .

Así mismo, se utilizó también un molino planetario de alta energía marca Ceramics Instruments para realizar un segundo proceso de molienda, el cuál fué en húmedo e independiente del utilizado en el molino de los ángeles. Una de las razones por las que se utilizó este molino es debido a que el tiempo de molienda disminuye considerablemente y permite obtener un tamaño de partícula menor.

En la Figura 4.2 se muestra una gráfica del tiempo de molienda contra el tamaño medio de partícula en donde se puede apreciar que el menor tamaño de partícula se obtiene a los 60 minutos (13 μm), así mismo a tiempos de molienda superiores ya no se logra una disminución en el tamaño de partícula. Lo anterior puede deberse a que el agua es un medio que facilita que las partículas sean impactadas de manera efectiva por el medio de molienda hasta los 60 min, después de este tiempo la efectividad disminuye drásticamente. Lo anterior debido muy probablemente a que la relación de tamaños entre el medio de molienda (bolas de alúmina de alta densidad), y el tamaño de partícula del material a moler llegó a su límite, para volverlo efectivo nuevamente sería necesario utilizar bolas de alúmina de menor tamaño, lo cual quedó fuera del alcance de este trabajo. Es importante señalar que la naturaleza química del cullet de borosilicato no se vio afectada durante el proceso de molienda en húmedo, ya que éste no es soluble en el agua.

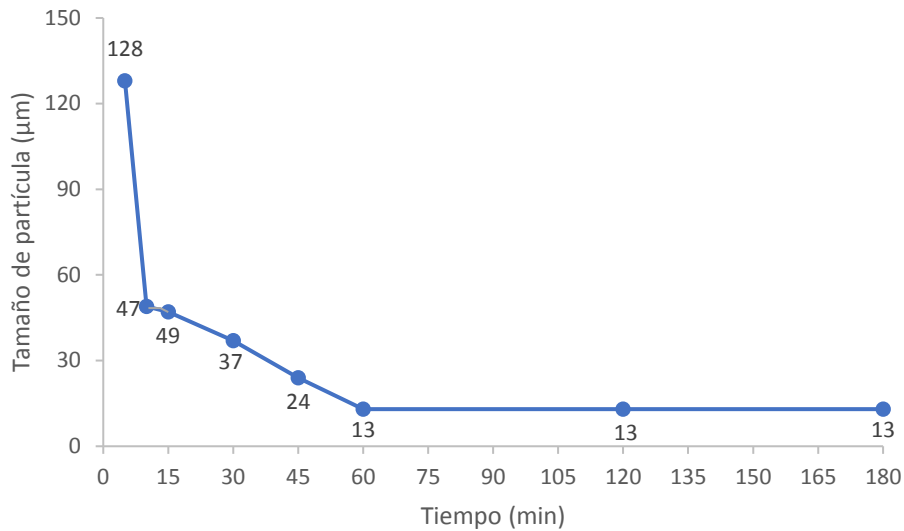


Figura 4.1. Tamaño de partícula en función del tiempo de molienda

Los tamaños de partícula de CBS molido seleccionados para esta investigación fueron 128, 37 y 13 µm respectivamente a fin de evaluar el efecto del tamaño de partícula sobre la resistencia mecánica de los morteros preparados. Una vez que se cumplió el tiempo de molienda para cada caso, el cullet fue secado en una estufa a 110 ± 5 °C durante 12 horas.

4.3 Análisis morfológico (MEB)

En la figuras 4.2 se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopía Electrónica de Barrido (MEB) del cullet de boro silicato (CBS). Es importante señalar que después de la molienda las partículas no se encontraron aglomeradas, ni con porosidad aparente. Una vez que el CBS fue molido, se pudo observar una morfología angulada similar a la del vidrio sin moler.

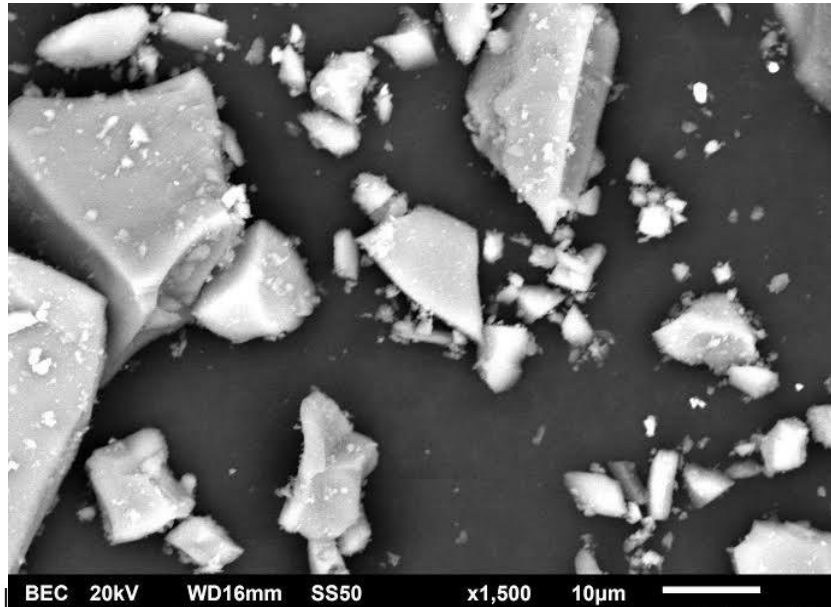


Figura 4.2 Morfología característica del Cullet de Boro silicato.

En la Figura 4.3 se puede observar una muestra resultante de una molienda en vía húmeda obtenida en un molino planetario de alta energía bajo las condiciones de carga de 500 g de agua, 500 g de cullet y 648 g de bolas de alúmina de alta intensidad.



Figura 4.3 Cullet de Borosilicato molido en húmedo por 60 minutos en un molino rápido de tipo planetario.

4.4. Finura por la malla 325 (45 µm).

La molienda del CBS fue realizada con la finalidad de que éste tuviese un tamaño de partícula menor al que presentan las partículas del cemento Portland, es decir, que el porcentaje de material que pasase por la malla 325, según la norma ASTM C 430, fuese mayor en el caso del CBS. Lo anterior fue constatado mediante la realización de la prueba de finura en la malla 325. El resultado de la prueba mencionada fue que el 98% de CBS pasó la malla 325, por lo que la finura obtenida después de la molienda cumplió con la norma antes mencionada. Cuánto pasó en el caso del cemento? Cuánto dice la norma que debe pasar como mínimo? Es muy importante que las puzolanas se encuentren finamente divididas para que la sílice se pueda combinar con el hidróxido de calcio $[Ca(OH)_2]$ liberado durante la hidratación del cemento Portland para formar silicatos de calcio hidratados estables con propiedades cementantes (REFERENCIA)

4.5 Densidad

La densidad de los materiales utilizados se usó para diseñar las mezclas del mortero. Los resultados de la densidad relativa de las adiciones minerales fueron las siguientes: CPO 40 : 3,1 g/cm³ ; CBS 2.5 g/cm³ y arena sílica 2.7 g/cm³ (ASTM C 128).

4.6. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN EN MORTEROS.

4.6.1 Reactividad puzolánica con el cemento Portland Ordinario.

Haciendo uso de la nomenclatura citada en la tabla 2.XX y en las Figuras 4.4, 4.5, 4.6 y 4.7 se muestran los resultados del índice de resistencia a la compresión, ordenados de mayor a menor, de aquellas probetas cúbicas a las edades de curado de 7, 28, 56 y 90 días que sí cumplen con la normativa ASTM C 618. La norma citada menciona que la resistencia de las muestras debe ser superior al 75% de la resistencia de la referencia. Así mismo se puede observar que a la edad de 90 días la resistencia a la compresión de los morteros con 20% de CBS, en sustitución de CPO, es muy similar a la muestra de referencia, lo que indica la existencia de actividad puzolánica. Además, se pudo observar una tendencia que muestra que la resistencia a la compresión disminuye a medida que aumenta el porcentaje de sustitución de CBS incorporado en el mortero. Lo anterior se pudo observar en todas las edades, a excepción de la serie S2T4 con sustitución parcial de 20 % de CBS. Para el tiempo de molienda de 120 minutos, el cuál corresponde a un CBS con un tamaño de partícula de 13 µm se obtuvo una resistencia prácticamente igual a la de la referencia en todas las edades.

Tabla 2.xx Resultados de los Índices de resistencia en morteros que poseen al menos 75% de la resistencia de la referencia, ordenados de mayor a menor a la edad de 7 días.

Nomenclatura	Significado
Ref 7d	Muestra de Referencia con edad de curado 7 días
Ref 28d	Muestra de Referencia con edad de curado 28 días
Ref 56d	Muestra de Referencia con edad de curado 56 días
Ref 90d	Muestra de Referencia con edad de curado 90 días
S2T4-7d	Mortero con 20 % de CBS con tamaño medio de partícula 13 μm curado a la edad de 7 días
S2T4-28d	Mortero con 20 % de CBS con tamaño medio de partícula 13 μm curado a la edad de 28 días
S2T4-56d	Mortero con 20 % de CBS con tamaño medio de partícula 13 μm curado a la edad de 56 días
S2T4-90d	Mortero con 20 % de CBS con tamaño medio de partícula 13 μm curado a la edad de 90 días

Tabla 4.2 Índices de resistencia en morteros a la edad de 7 días

Muestra	Referencia	S1T4	S1T3	S1T2	S1T1	S2T4	S2T3	S2T2	S2T1
Resistencia (kgf/cm^2)	459	421	415	405	398	368	365	350	346
%IR	100	92	90	88	87	80	80	76	75

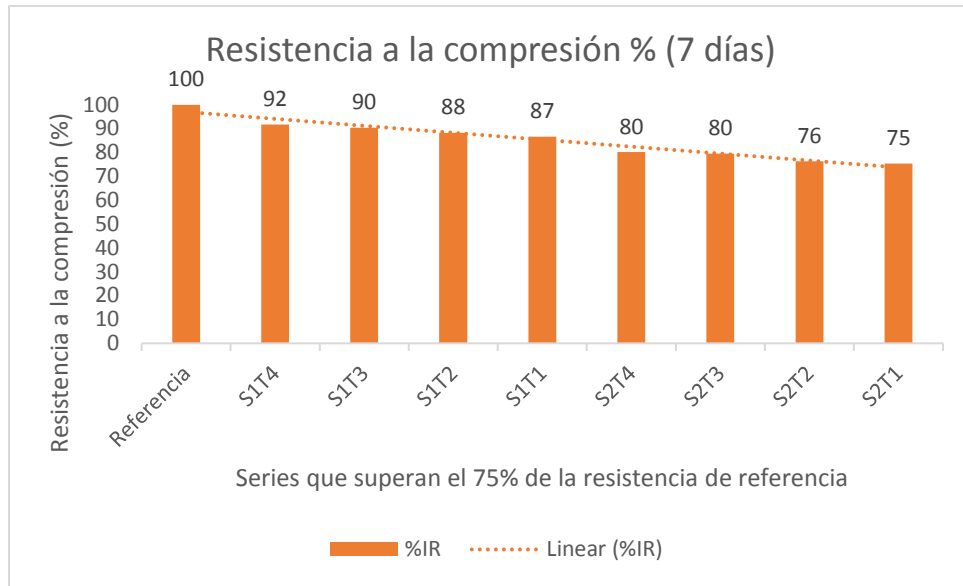


Figura 4.4 Resultados de los Índices de resistencia en morteros a la edad de 7 días.

Tabla 4.3 Índices de resistencia en morteros a la edad de 28 días

Muestra	Referencia	S2T4	S1T4	S1T3	S2T3	S1T2	S2T2	S1T1	S2T1
Resistencia (kgf/cm ²)	509	541	527	476	430	415	410	387	400
%IR	100	106	104	94	84	82	81	76	79

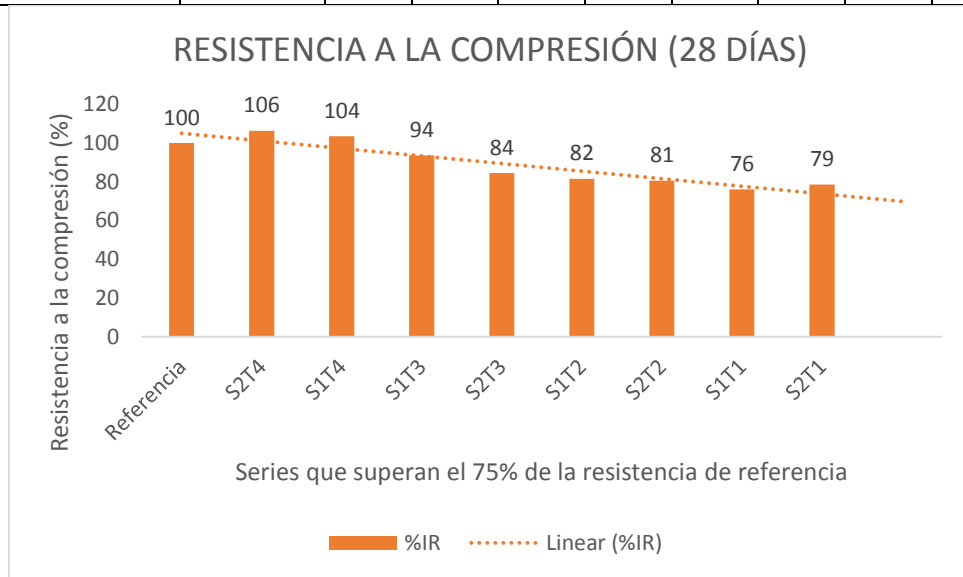


Figura 4.5 Resultados de los Índices de resistencia en morteros ordenados de mayor a menor a la edad de 28 días.

Tabla 4.4 Índices de resistencia en morteros a la edad de 56 días

Muestra	Referencia	S2T4	S1T4	S1T3	S2T3	S1T2	S2T2	S1T1	S2T1
---------	------------	------	------	------	------	------	------	------	------

Resistencia (kgf/cm ²)	540	590	569	499	485	470	459	449	431
%IR	100	109	105	92	90	87	85	83	80

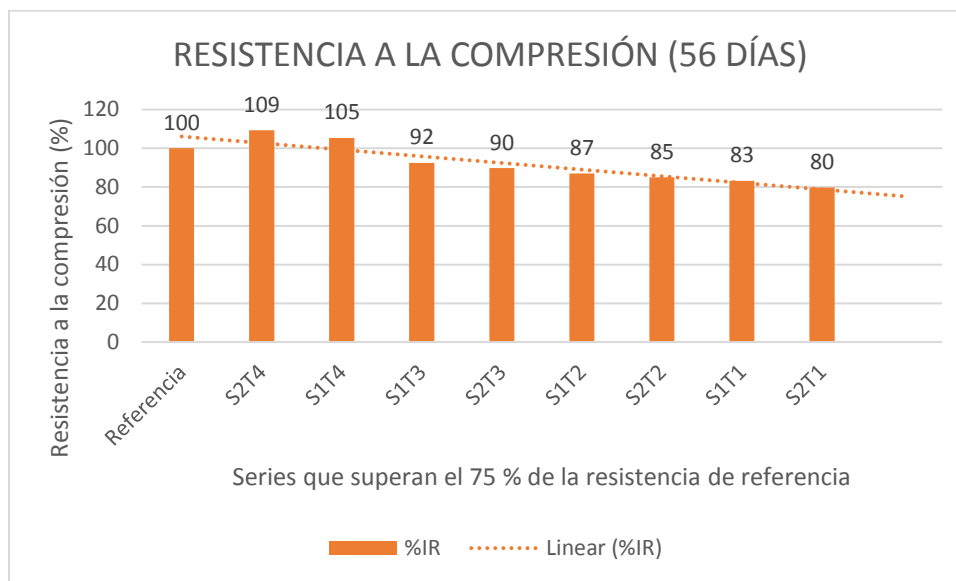


Figura 4.6 Resultados de los Índices de resistencia en morteros ordenados de mayor a menor a la edad de 56 días.

Tabla 4.5 Índices de resistencia en morteros a la edad de 90 días

Muestra	Referencia	S2T4	S1T4	S1T3	S2T3	S1T2	S2T2	S1T1	S2T1
Resistencia (kgf/cm ²)	568	621	596	504	480	473	466	449	439
%IR	100	109	105	89	85	83	82	79	77

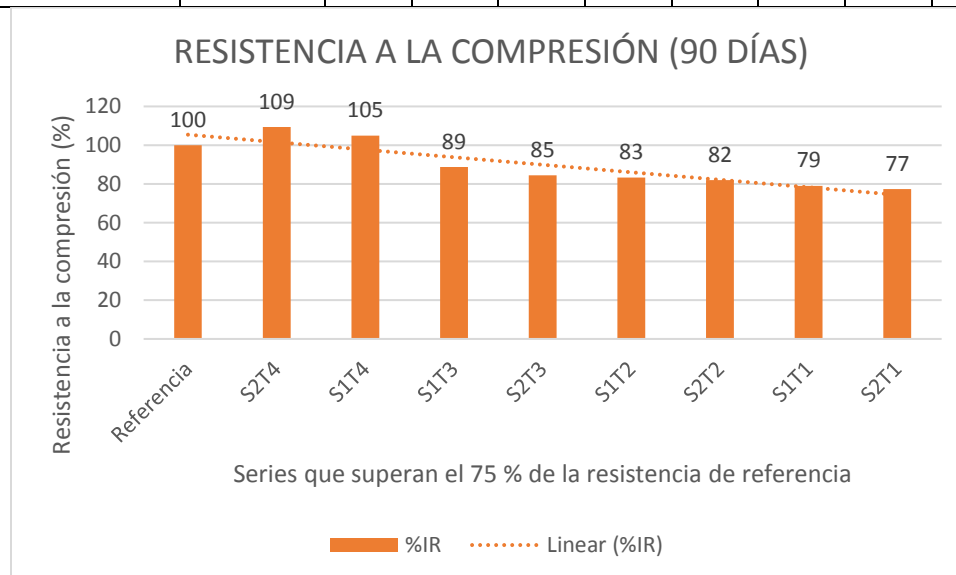


Figura 4.7 Resultados de los Índices de resistencia en morteros ordenados de mayor a menor a la edad de 90 días.

4.7 Consistencia normal y tiempos de fraguado.

Es conocido que las puzolanas son materiales que reaccionan con el Ca(OH)_2 liberado durante la hidratación del cemento y que para conocer la reactividad puzolánica que posee cada material se debe de medir la temperatura en la hidratación de un cemento Portland Ordinario cuando la formación del C-S-H comienza, ésto es aproximadamente a las 12 horas después de su elaboración (Leas, 2005). El Ca(OH)_2 liberado reacciona con las puzolanas para formar compuestos con propiedades cementantes. Por lo tanto, estos resultados son útiles para conocer cómo sería afectado el tiempo de fraguado de una pasta de cemento y la cantidad de agua requerida una vez que un material con propiedades puzolánicas sea utilizado.

En la Figura 4.8 se presentan los resultados del tiempo de fraguado por el método Vicat y así mismo se observa que los resultados corresponden a los rangos aceptados en la especificaciones ASTM C 150 y NMX C 414-ONNCCE, donde se menciona que el rango es de 45 a 300 minutos. Por medio de la prueba del tiempo de fraguado por el método Vicat es posible tener una idea de la velocidad con la que se hidratan los morteros de CPO-CBS.

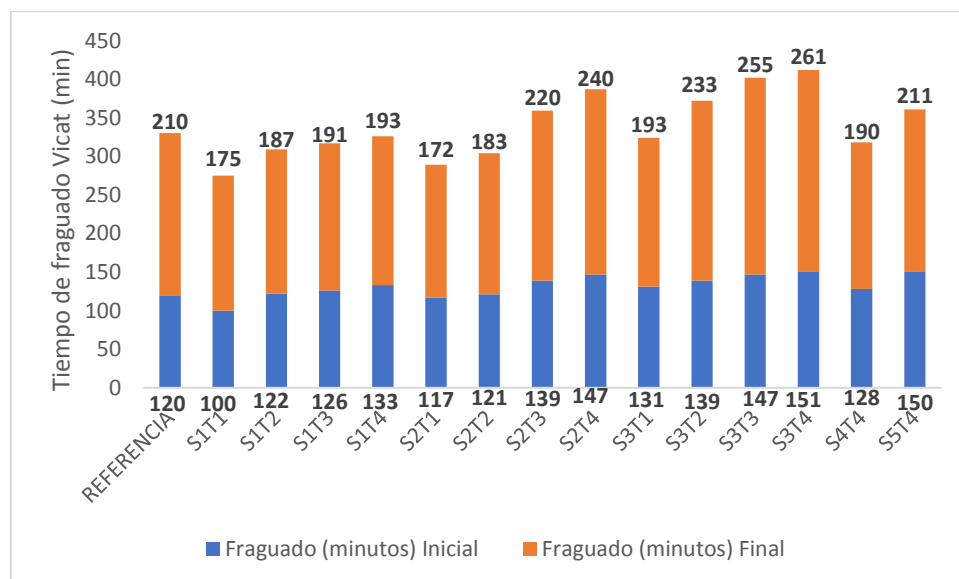


Figura 4.8 Tiempo de fraguado inicial y final por Vicat.

Los resultados de la prueba Vicat permiten apreciar que el tiempo de fraguado inicial y final para la muestra de referencia se encuentra dentro del rango establecido en la norma, los cuales fueron de 120 y 210 minutos respectivamente, así mismo que el tiempo de fraguado final en la mayoría de las mezclas con sustitución parcial de 10 y 20% fue menor que el obtenido con la mezcla de referencia, dichos valores variaron desde 175 a 193 minutos.

4.8 Reacción Álcali Sílice (RAS)

La reacción de expansión potencial por RAS se analizó mediante el procedimiento estandarizado ASTM C 1260 [xx] haciendo una comparación del valor de expansión a 14 días con el límite máximo recomendado para un agregado no reactivo (0.1%).

La RAS tiene su principal impacto en la estabilidad volumétrica del elemento, la cual se manifiesta con severas expansiones y agrietamientos. Por otra parte, la resistencia a la compresión del elemento no sufre un impacto severo, por lo que no debe considerarse como un indicador del daño producto de la RAS.

En la Figura 4.9 se puede observar que la reducción del tamaño de partícula del CBS contribuye a reducir la expansión producida por la reacción álcali-sílice en los morteros. Finalmente, de acuerdo a las expansiones obtenidas se puede considerar que es posible utilizar cullet finamente molido con un tamaño de partícula máximo de 37 μm sin un riesgo potencial de que se presenten expansiones dañinas producto de la RAS. Además, se muestran las expansiones potenciales para distintos tamaños de partícula de CBS y se delimitan las zonas de expansión definidas por ASTM 1260 como no reactivo (Azúl) y potencialmente dañinos (Rojo).

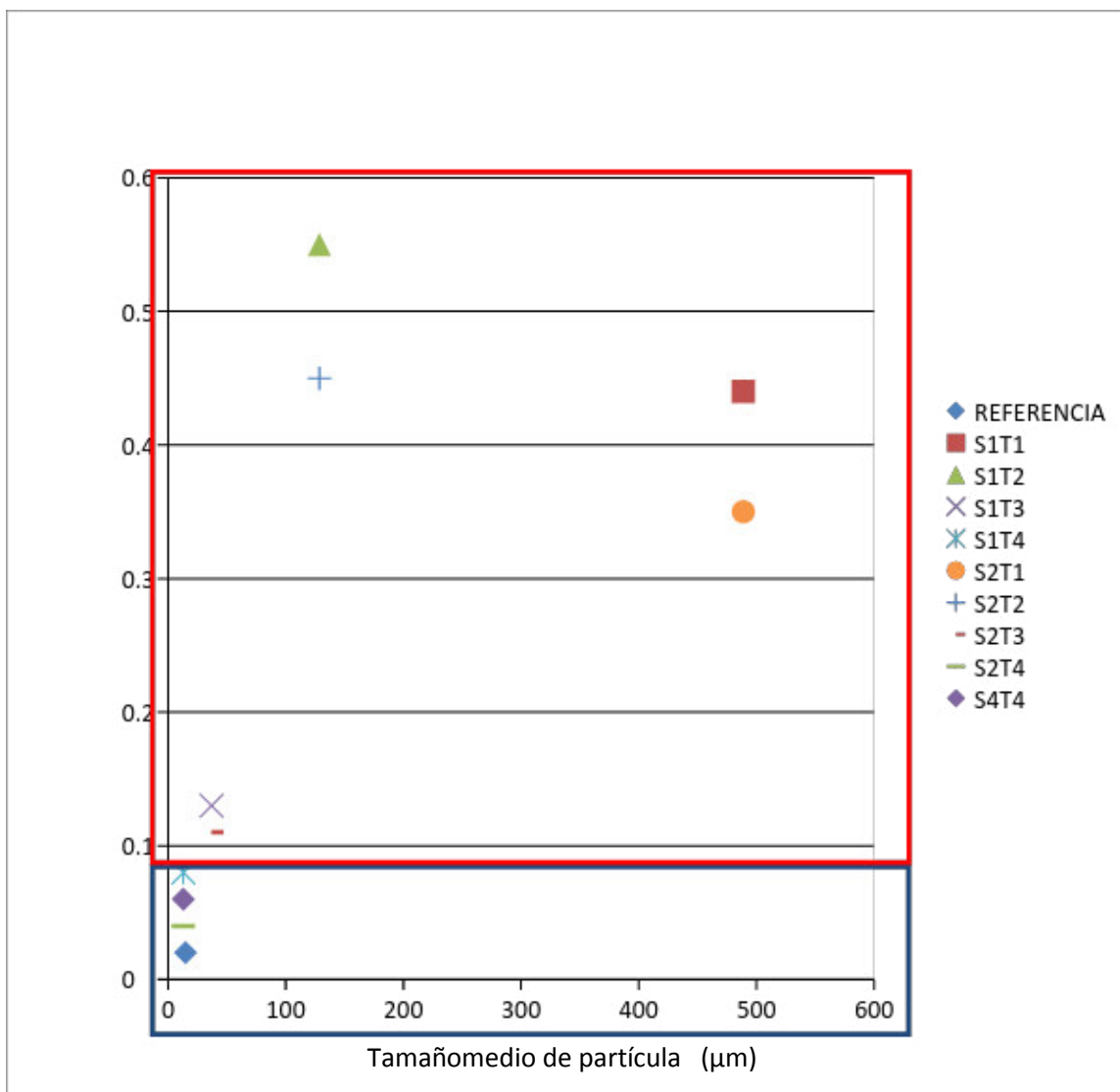


Figura 4.9 Reacción Álcali Sílice en morteros base CPO y morteros con adición de CBS con sustitución parcial del 20% en masa.

De acuerdo a la Figura 4.9, es posible afirmar que el cemento portland con sustitución parcial de CBS en valores de 20% tiene la capacidad de inhibir o disminuir considerablemente la expansión.

4.9 Hidratación y microestructura

Las características principales encontradas en los morteros base cemento portland fueron las comúnmente reportadas para morteros con relación agua/cementante de 0,4; con una fracción de cemento sin reaccionar, con cristales de CH y porosidad dispersa en la matriz. A medida que se incrementa la edad de curado se pudo observar una reducción en el contenido de CH. El hidróxido de calcio se consumió en la reacción puzolánica, formando productos de hidratación.

En la Figuras 4.10, 4.11, 4.12 y 4.13 se puede observar que no hay presencia de gel de reacción álcali sílice (RAS) en morteros con 20% CBS. Además, se pudo observar que el CBS consumió gran parte del CH, llevar a cabo la confirmación de lo anterior fue posible por medio del uso del software ImageJ, mediante el cual se pudo cuantificar el porcentaje de reducción de CH, y confirmar el comportamiento puzolánico en muestras a diferentes edades. El procedimiento utilizado para la cuantificación del contenido de la fase de CH presente en las muestras a las diferentes edades de curado, fue sombreando dicha fase y calculando mediante el software su proporción respecto al área total observada.

Las partículas de arena sílica mostraron una aglomeración con una morfología irregular. Además, la tonalidad de estos aglomerados cambió dependiendo del estado de la reacción, mostrando una interfase de tonalidad gris más oscuro que fueron identificados como productos de reacción.

Este fenómeno es muy importante, ya que puede estar asociado con la formación del gel de la reacción álcali sílice observado en algunos morteros hidratados en baja proporción, sin que estos productos de reacción lleguen a presentar la reacción expansiva. Es importante mencionar que no se observó este gel.

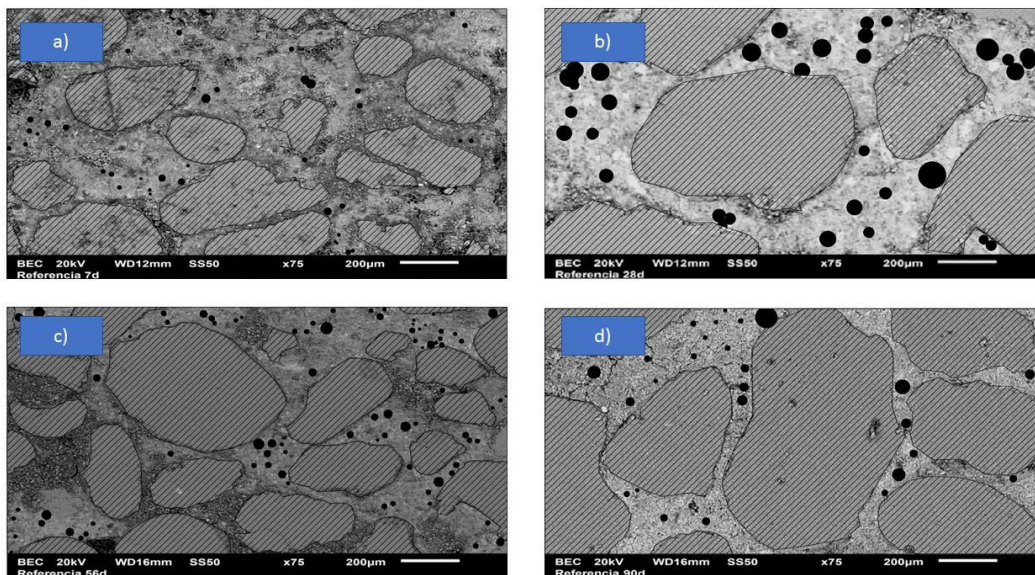


Figura 4.10 Cuantificación del % de área de CH en muestras de referencia a las edades de a) 7 días, b) 28 días, c) 56 días, d) 90 días.

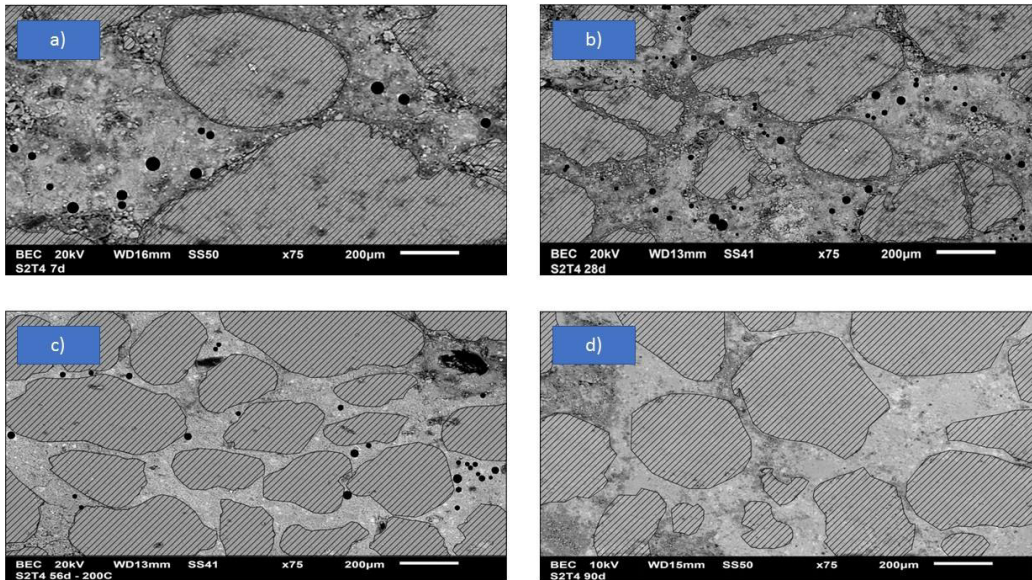


Figura 4.11 Cuantificación del % de área de CH en muestras con 20% de CBS a las edades de a) 7 días, b) 28 días, c) 56 días, d) 90 días.

En la Figura 4.12 se presentan los resultados del porcentaje calculado de CH con respecto al tiempo de curado y en donde se observa que a los 28 días hay un incremento en la cantidad de la portlandita observada y que ésta disminuye conforme la misma se consume debido a la reacción puzolánica.

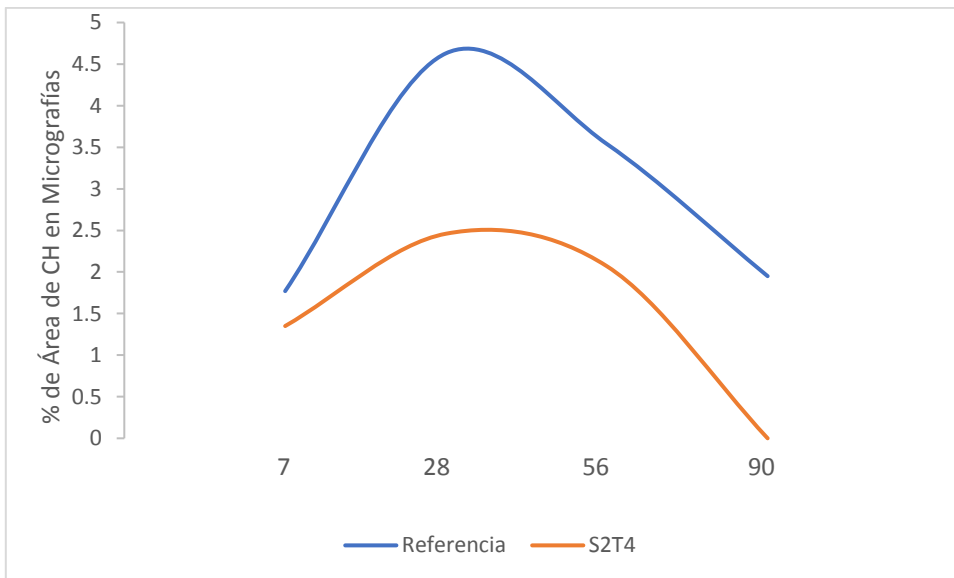
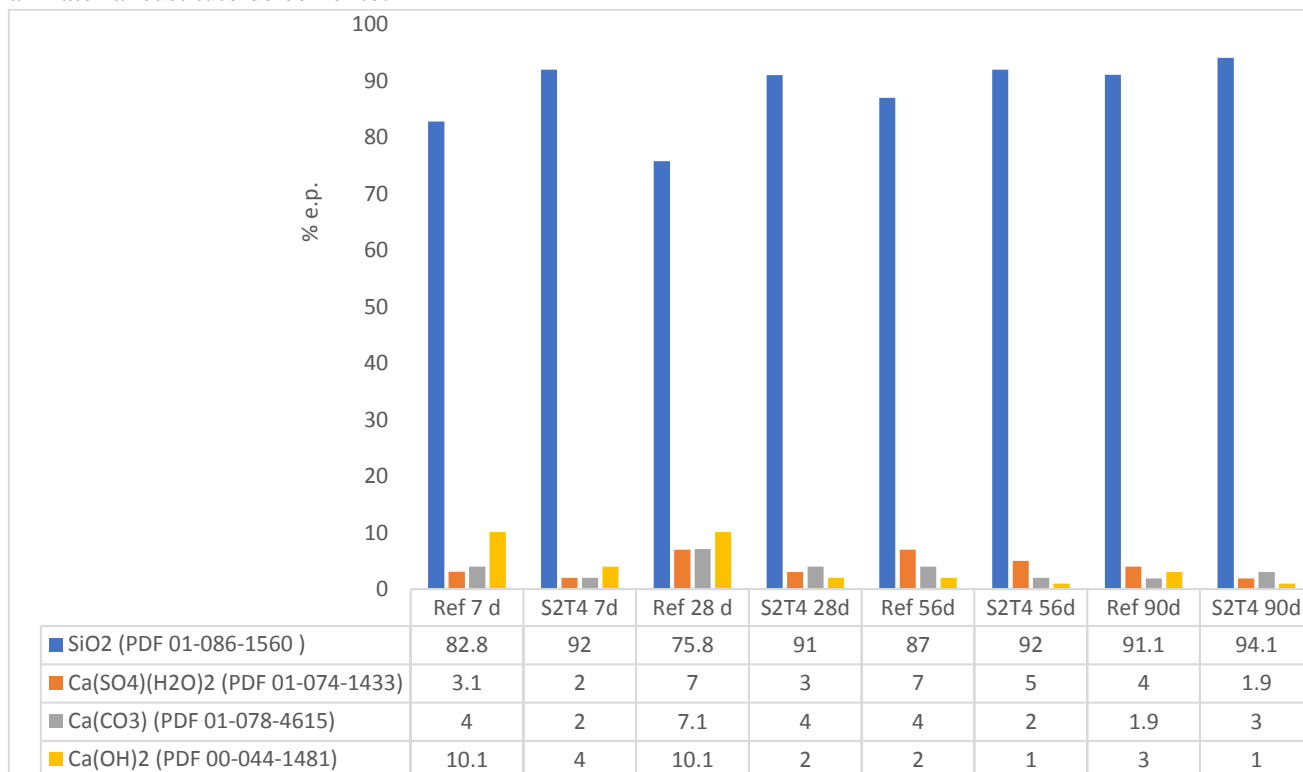


Figura 4.12 Cuantificación del porcentaje de área de CH en muestras de referencias y con 20% de CBS a las edades de a) 7 días, b) 28 días, c) 56 días, d) 90 días.

Por otra parte, si el CBS es extremadamente fino, éste podría combinarse rápidamente con el CH disponible para formar C-S-H, sin efectos negativos.

4.9.2. Análisis Rietveld

El análisis efectuado mediante Rietveld a los morteros de referencia y con sustitución parcial de CBS en un 20% permite observar en la Figura 4.13 las fases presentes y sus respectivos porcentajes en masa, donde se identifica una disminución de portlandita [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] en el sistema a las edades de 7, 28, 56 y 90 días, lo cual es un indicador de la reactividad que tiene el hidróxido de calcio con respecto al material sustituto de cemento.



4.10 Análisis Térmico.

A través del análisis termogravimétrico (TGA), fue posible cuantificar y evaluar las pérdidas de peso que sufre la muestra con la temperatura. En el análisis térmico diferencial (DTA), se logró identificar los rangos de temperatura en los cuales ocurren las transformaciones de las fases presentes. En la Figura 4.13 se presentan los termogramas de los morteros de referencia y de 20% de sustitución a las edades de 7, 28, 56 y 90 días respectivamente. Además, en las curvas de TGA es posible observar los eventos correspondientes a la descomposición de la portlandita y de la calcita (Meneses, 2012). Dichos eventos térmicos fueron observados entre 425 y 450 °C y 600 y 800 °C. Qué disminuye, la intensidad o la temperatura a la que ocurren?? con el incremento en el porcentaje de sustitución de CPO por CBS y la edad de curado.

Corresponde a los productos de hidratación del tipo C-S-H y etringita entre los 90 y 100 °C. La caída del CH tiende a permanecer estable durante los primeros 28 días, sin embargo, después de esta fecha la intensidad se ve disminuida ligeramente como resultado de la reacción puzolánica pero no desaparece completamente.

La pérdida a los 850°C en parte es causado por CO₂ además por la fase final de deshidratación de C-S-H.

CONCLUSIONES

Conclusión general.

La composición química del cullet de borosilicato por fluorescencia de rayos X y vía húmeda de sus principales óxidos (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3), fue de 82.5% mayor al 70% como lo indica la norma ASTM 618-05

La incorporación de las puzolanas a los cementos portland no es un hecho nuevo ni, por supuesto, consecuencia de la crisis energética. Su ya viejo empleo como material de construcción, se ha perfeccionado y desarrollado ampliamente a lo largo del presente siglo, acusándose más en los últimos años (y aquí sí participa ya la crisis energética) la necesidad de un mayor conocimiento y aprovechamiento de recursos de todo tipo y origen, para su aplicación en la industria del cemento.

REACCIÓN ALCALI-SÍLICE

1. El cullet de borosilicato utilizado en este estudio muestra un comportamiento satisfactorio para reducir la expansión álcali-agregado en barras de mortero sometidas a condiciones extremas de exposición. Se observa una relación directa entre las propiedades físicas, químicas y morfológicas de las puzolanas y su eficiencia para reducir la expansión. El método acelerado utilizado y las variaciones propuestas pueden usarse para realizar evaluaciones comparativas y definir la efectividad de diversos materiales puzolánicos para reducir la expansión destructiva.

2. Las partículas que presentaron mayores tiempos de molienda resultando menor tamaño de partícula resultan con mayor reactividad en los morteros. Existe una relación directa entre tamaño de partículas y la reactividad de los morteros, para aproximadamente el mismo contenido de fase reactiva. La reacción álcali agregado conforme disminuye el tamaño de partícula tiende a disminuir, a tamaños muy finos la reacción de expansión significativa no llegó a ocurrir debido a que reduciendo se presenta antes la reacción puzolánica que la reacción álcali sílice.

3. La serie que presentó la mayor reactividad con el cemento utilizado, es la que tiene 20% en sustitución parcial de la puzolana.

4. En los morteros producidos con sustitución de CBS no se suscita un aceleramiento en los tiempos de fraguado conforme se aumenta la dosificación del CBS. Para las sustituciones de 10, 20 y 30 % de sustitución de CBS se cumple con el tiempo de fraguado final establecido por las normas NMX y ASTM, por consiguiente

5. El análisis químico del CBS realizado por medio de la técnica de Fluorescencia de Rayos X (FRX) reveló que la suma de sus tres principales óxidos $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ es igual a 82.5% e.p. que es mayor al 70 % e.p. tal y como lo establece la norma ASTM C 618 que indica que un material es potencialmente puzolánico.

Una metodología de molienda por medio de lavado, triturado y molienda en húmedo fue la más adecuada para reducir el tamaño del Cullet de Borosilicato de 8 pulgadas a 13 μm .

Una vez que el CBS fue molido, se pudo observar una morfología angulada similar a la del vidrio sin moler.

Es muy importante que las puzolanas se encuentren finamente molidas para que la sílice se puede combinar con el hidróxido de calcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ liberado durante la hidratación del cemento Portland para formar silicatos de calcio hidratados estables con propiedades cementantes y además de la Determinación de tamaño de partícula por DTP se cribó el material por la malla 325 según la norma ASTM C 430 y pasando un 98% en masa de CBS a través de la malla.

Los resultados de densidad relativa de los materiales utilizados son los típicos en su clase: CPO 40 : $3,1 \text{ g/cm}^3$; CBS 2.5 g/cm^3 y arena sílica 2.7 g/cm^3 .

Por análisis de DTP se observa un a un tamaño de partícula que no ocasione expansiones por reacción álcali sílice.

La cantidad de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ no cambia para los sistemas cuando se analizaron estos mediante TGA, sin embargo, en los análisis mediante Rietveld se encontró una disminución de la portlandita en las muestras con sustitución parcial en masa, que evidenció mediante SEM y la aplicación image-j el incremento de la densificación de la matriz que contribuye al desarrollo de resistencia. La sustitución parcial en masa de 20% de CBS permitió resistencia cercanas a las de los morteros de referencia y no presentaron expansión álcali sílice.

Los contenidos de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en las muestras de CBS seleccionadas analizadas mediante el método analítico de Rietveld y mediante el software image-j han sido similares, notándose una reducción de portlandita conforme aumenta la edad de curado y al compararse con la resistencia a la compresión se puede comprobar que ocurrió una reacción puzolánica.

Debido a que para el diseño de mezclas se utilizó arena sílica y CBS, y ambos tienen casi nula absorción la trabajabilidad fue buena y no hubo necesidad de aumentar .

Con los resultados de DTA se observa que coinciden con los resultados reportados por el método de rietveld, para ambos sistemas de referencia y con sustitución parcial con 20% en masa entre los $425\text{-}450 \text{ }^\circ\text{C}$ y $600\text{-}800 \text{ }^\circ\text{C}$ las cuales se encontró que disminuyen con el incremento en el porcentaje de sustitución de CPO por CBS y la edad de curado.

BIBLIOGRAFÍA CITADA

- 1 Aïtcin Claude Pierre (2000). Review: Cements of yesterday and today concrete of tomorrow. *Cement and Concrete Research* ,1349-1359.
- 2 A. O'Neill M.A., Gaisford S., E. Beezer A., V. Skaria C., Sears P. (2006). A comparasion of the performance of calorimeters: Aplicacion of a test and reference reaction. *Journal of thermal Analysis and Calorimetry*. Vol.84.Pág.301-306
- 3 Al Rawas Amer Ali, Wahid Hago Abdel (2006). Evaluation of field and laboratory produced burnt clay pozzolans. *APáglied clay science*. Pág.29-35
- 4 Allan P.S., Cervenka A., Moore D.R. (1997) Characterization of finite length composities: Part V. Modelling of stiffness. *Pure & APág1.Chemistry*, Vol69,No.8Pág.1741-1751
- 5 Brunauer Stephen, Copeland L.E. (1964) The chemical reactions that occur when water is added to portland cement in the mixing of concrete continue for moths. Recent studies have elucidated the process. *Scientific American*. Pág. 80-92
- 6 Calleja José (2002). Consideraciones a tener en cuenta en la adición de escorias de horno alto a los hormigones. *IECA/OFICEMEN*, Pág.66-101.
- 7 Calleja José (2001). Caracterización de cenizas volantes para cemento y hormigón. *Revista Cemento-Hormigón*, P.1351-1370.
- 8 Díaz C. J. M, (1990).Tratamiento químico de la escoria de sílice de una planta geotérmica para su aplicación en cerámica y vidrio. *Instituto de cerámica y Vidrio, CSIC, Arganda del Rey (Madrid)*. Pág. 181-184.
- 9 Díaz López Mario Alberto (2004). Desarrollo sustentable: pasado, presente y futuro. *Ingenierías*, Octubre-Diciembre, Vol.VII,No.25
- 10 Diamond S., (1986).Particle Morphologies in Fly Ash”, *Cem. and Conc. Res.*, Vol. [16]. P.p. 569-579
- 11 Diamond Sidney (2004). The microstructure of cement paste and concrete a visual primer. *Cement and concrete composities*. Pág. 919-933
- 12 D.W. Hobbs, “Expansion and cracking in concrete associated with delayed ettringite formation in: B. Erlin (Ed.), *Ettringite-The sometimes Host of Destruction*”, *ACI SP-177*, American Concrete Inst., Farmington Hills, MI. (1999)

pp.159-181.

13 Escalante Garcia J.I., Sharp J.H. (2004). The chemical compositions and microstructure of hydration products in blended cements. *Cement and Concrete Composites*. Pág. 967-976

14 Fernandez A, Jimenez, A. Palomo, M. Criado (2005). Microstructure Development of Alkali-Activated Fly Ash Cement: a Descriptive Model”, *Cem. and Conc. Res.*, Vol. [35] P.p. 1204-1209

15 Giraldo Manuel Alejandro & Tobón Jorge Iván (2006). Evolución Mineralógica del Cemento Portland Durante el Proceso de Hidratación. *Dyna*, ISSN 0012-7353, marzo, año/vol. 73, número 148 Universidad Nacional de Colombia Medellín, Colombia Pág. 69-81.

16 Georgali B., Tsakiridis P.E. (2005). Microstructure of fire-damage concrete. A case study. *Cement and Concrete Composites*. Pág. 255-259

17 Idorn M. Gunnar (2005). Innovation in concrete research review and perspective. *Cement and concrete research*. Pág.3-10

18 Jaubertine, et al, (2000). Origin of the pozzolanic effect of rice husks, *Journal of Construction and Building Materials*, Pág.414-423.

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 163

19 Krizan Darko, Zivanovic Branislav (2002). Effects of dosage and modulus of water glass on early hydration of alkali-slag cements. *Cement and Concrete Research*. Pág.1181-1188

29 L.K.A. Sear (2001). The production and properties of fly ash. Chapter 1 :The properties and use of coal fly ash, Ed. Thomas Telford, 1a Edition. Pág.23-24

Malhotra V.M., Chevrier R., Lakshmanan V.I., (2004). Evaluation of rice-husk in the development of high-performance concrete. . 8th International Science and Technology Conference on Gypsum and Fly ash. Pág.1-19

21 Malhotra V.M. (2004).The utilization of fly ash and the environmental issues and over view. 8th International Science and Technology Conference on Gypsum and Fly ash. Pág.1-12

- 22 Mouret M., Ringot E., Bascoul (2001). Image analysis: a tool for the characterization of hydration of cement in concrete- metrological aspects of magnification on measurement. *Cement and Concrete Composites*. Pág. 201-206
- 23 Murat M., Attari A. (1991). Modification of some physical properties of gypsum plaster by addition of clay minerals. *Cement and Concrete Research*. 21. Pág. 378-387.
- 24 Mora Raúl, González Rigoberto, Castro Gustavo, Barrios Esteban, González Gema, Arenas Fredy (2005). Evaluación por microscopía electrónica del proceso de obtención de la aleación equiatómica Ti-Al por atracción. Laboratorio de Microscopía Electrónica, Departamento de Tecnología de Materiales, Instituto Universitario de Tecnología “Dr. Federico Rivero Palacios”. Pág. 1-2
- 25 Neuwald D. Adam (2004). Su Pág. elementary Cementitious Materials. Part II: Hydraulic SCMs. Pág. 1-4
- 26 Nieto Pérez J. (2004). Caracterización de microondas y sus aplicaciones en el análisis estructural de cristales 2D en el laboratorio de enseñanza. Escuela de Ciencias Fisicomatemáticas “Luis Manuel Rivera Gutiérrez”, UMSNH. *Revista Mexicana de Física*. Pág. 1-7
- 27 Ramírez De Alba Horacio., Pérez Campos Ramiro., Díaz Coutiño Heriberto (1999). El cemento y el Concreto de los Mayas. *Ciencia Ergo Sum*, ISSN 1405-0269, noviembre, volumen 6, número tres Universidad Autónoma del Estado de México Toluca, México Pág. 275-284.
- 28 Rivera Villarreal Raymundo (2001). El Extraordinario Concreto Prehispánico, Parte III. El Cálculo Mineralógico Aplicado a los Monumentos Antiguos. *Ciencia UANL*, ISSN1405-9177, enero-marzo, año/vol. IV, número 001 Universidad Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 12-19.
- 29 Rodríguez Camacho R.E., Uribe. Afif R. (2002). Importance of using the natural pozzolans on concrete durability. *Cement and concrete research*. Pág. 1851-1858
- 30 Ortiz L.A., Cumbreira L.F., Sánchez-Bajo F., Guiberteau F., Xu H., Padture P. N. (2000). Aplicación del método de Rietveld al análisis cuantitativo SiC sinterizado en fase líquida. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. Pág. 347-

- 31 Payá J., Monzó J, Borrachero M.V., Serna P. (2002). El factor de eficacia cementante de puzolanas silíceas y silicoaluminosas muy reactivas, Cuba, VII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandía 2002. Pág. 591-600
- CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales Ingeniería de Procesos Página 164
- 32 Perea de la Espriella E., Landínez Téllez D.A., Roa-Rojas J. (2006). Aplicación del método Rietveld para el análisis cuantitativo de fases en el compuesto YBa₂Cu₃O₇/ NdBa₂SbO₆ usando datos de difracción de rayos X. Grupo de Física de Nuevos Materiales, Departamento de Física, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá DC 2. Universidad del Magdalena, Santa Marta, Colombia. Revista Colombiana de Física, Vol.38, No.3. Pág. 1134-1137
- 33 Petric Casagrande Susana, Castillo Blanco Ronald (2004). Método de Rietveld para el estudio de estructuras cristalinas. Laboratorio de Datación, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería. Pág. 1-5
- 34 Rabilero Bouza Antonio C. (1998). Contribución a la geología de las puzolanas. Centro Técnico de Desarrollo de Materiales de Construcción Filial de Santiago Cuba. Pág. 128-138
- 35 Sakai Etsuo, Miyahara Shigeyoshi, Ohsawa Shigenari, Lee Seung-Heun, Daimon Masaki (2005). Hydration of fly ash cement. Cement and Concrete Research. Pág. 1135-1140
- 36 Schindler Anton K., Folliard Kevin J. (2005). Heat of hydration models for cementitious materials. ACI Materials Journal. P. 24
- 37 Shi Caijun, Wu Yanzhong, Riefler Chris, Wang Hugh (2004). Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders. Cement and Concrete Research. Pág. 987-993
- 38 Shi C. (2001). An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans. Canadian Journal of Civil Engineering. Pág. 778-786.
- 39 Turanli L., Uzal B., Bektas F. (2005). Effect of large amounts of natural pozzolan

addition on properties of blended cements. Cement and concrete research.

Pág.1106-1111

40 Valdez Tamez Pedro L, Das Rov Tushar K., Rivera Villareal Raymundo (2004).

Evaluación de la velocidad de hidratación en sistemas puzolanas naturalesportlandita.

Ciencia UANL, abril-junio, año/vol. VII, número 002 Universidad

Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 190-195

41 Varas M.J., Alvarez de Buergo M.Fort R. (2005). Natural cement as the precursor of portland cement: Methodology for its identification. Cement and Concrete

Research. Pág.1-11

42 Voglis N., Kakali G., Chaniotakis E., Tsvivilis S. (2005). Portland Portlandlimestone cements. Their properties and hydration compared to those of other

composite cements. Cement and Concrete Composites. Pág.191-196.

43 Williams Jason, Biernacki Joseph J, Rawn Cluida J, Walker Larry, Bai Jianming

(2005). Microanalytical and computational analysis of class f fly ash. ACI Material

Journals .Vol.102, No.5. Pág. 330-345

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 165

Artículos divulgación

44 Alonso Concheiro Antonio (2000). México: Las próximas décadas. Pág.1-27. ISBN 968-7508
68-X.

45 Battelle Memorial Institute, (2002).Hacia una Industria Cementera Sostenible, EU , p.45

46 Bolaños Mario (2004). La producción de café en el rincón de Ixtlán. Reporte del grupo

Mesófilo, Asociación Civil.Pág.1-15

47 Bolaños Méndez Mario, De los Santos E. Janette, López Paniagua Jorge, González R. Álvaro,

Osuna Salazar Francisco (2004). Café de Sombra en el Rincón de Ixtlán, Sierra Norte,

Oaxaca, México. Grupo Mesófilo, Asociación Civil. Pág.1-42

48 De La Rosa Medina Tomas, La Guerra por el cemento. Obras México, 2004, p.35-37

49 Escalante García José Iván, (2002). Materiales Alternativos al Cemento Pórtland, Avance y

Perspectiva, CINVESTAV Vol.21 Pág.80-81

50 Fritsch GmbH Laborgerätebau Industriestraße(2006). Análisis de la distribución del tamaño de

- partícula: difracción de luz láser para laboratorio y producción. Pág.1-24
- 51 Instituto de Ciencias de Materiales de Aragón (ICMA). Difracción con rayos X: Hurgando en la estructura de las moléculas. (2006)Pág.1-5
- 52 Jacott Marisa, et al, (2004). El uso de la Energía en la Industria Cementera de América del Norte: Emisiones, Generación de Residuos y Control de la Contaminación, 1990-2001.
- 53 Lara Viera Jorge A., Ibarra Jorge, Torres Martínez Leticia M. (2005). Análisis microestructural de un vitrocerámico empleando el método Rietveld. Ciencia UANL. Vol. VIII, No.1.Pág.39-45
- 54 Lutterotti Luca (2007). Introduction to Rietveld refinements. Department of Materials Engineering and Industrial Technologies. University of Trento-Italy.Pág.1-26
- 55 Malvern Instruments (2005). Controlling sample presentation dry measurment-translated. Control de presentación de la muestra durante medidas en seco con la técnica de Difracción Láser. Pág.1-2
- 56 Martínez Ana, Vargas Rubicelia (1997). Las cabaras locas, la UAM, el café y las vacas muertas. Química y Vida Diaria
- 57 Mena Ferrer Manuel (1985). Acondicionamiento de la Primera Ceniza Volante Producida en México para su Utilización en el Concreto. Revista IMCYC. Vol23, Núm.172/Agosto Pág.51-59.
- 58 Mena Ferrer Manuel,(2005). Durabilidad de Estructuras de Concreto en México: Revisiones y Recomendaciones, IMCYC.
- 59 National Ready Mixed Concrete Association, (1998). Adiciones al Cemento, Pág.1-2
- 60 Ochoa Rivera Antonio (1961). Estudio sobre propiedades de las Puzolanas
- 61 Obras Web, Principales países productores de cemento, México. Obtenida el 29 de agosto de 2003, tomado de <http://www.obrasweb.com>
- 62 Rivera Villarreal Raymundo (2001). El Extraordinario Concreto Prehispánico, Parte III. El Cálculo Mineralógico Aplicado a los Monumentos Antiguos. Ciencia UANL, ISSN1405-9177, enero-marzo, año/vol. IV, número 001 Universidad Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 12-19.
- 63 Rivera Villarreal Raymundo (2001). El Extraordinario Concreto Prehispánico. Parte IV. El Cálculo Mineralógico Aplicado al Concreto del Techo del Edificio “Y” de “El Tajín”. ISSN1405-9177 .Ciencia UANL, abril-junio, año/vol. IV, número 002 Universidad Autónoma de Nuevo

León Monterrey, México Pág. 130-136.

64 Rodríguez Camacho Rosa Elba et al,(2002).Los Cementos Puzolánicos Aumentan la Resistencia del Concreto al Ataque de Sulfatos, Construcción y Tecnología, IMCYC, Pág.1-10

65 Sanz Ángel, Uhlig Stefan (2003). Control de calidad por análisis de rayos X. Tecnología cerámica. Bruker AXS.Pág.84-87

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales Ingeniería de Procesos Página 166

66 Treviño Cardona Brenda & Gómez de la Fuente Idalia (2002). Obtención de Fases del Cemento Utilizando Desechos Agrícolas e Industriales. Ciencia ISSN 1405-9177 UANL, abriljunio, año/vol. V, número 002 Universidad Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 190-196

67 Treviño Cardona Brenda & Gómez de la Fuente Idalia (2002). Obtención de Fases del Cemento Utilizando Desechos Agrícolas e Industriales. Ciencia ISSN 1405-9177 UANL, abriljunio, año/vol. V, número 002 Universidad Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 190-196

68 Universidad del país Vasco (2006).Difracción. Departamento de física de materiales. Pág.1-4

69 Valdez Tamez Pedro L, Das Rov Tushar K., Rivera Villareal Raymundo (2004). Evaluación de la velocidad de hidratación en sistemas puzolanas naturales-portlandita. Ciencia UANL, abriljunio, año/vol. VII, número 002 Universidad Autónoma de Nuevo León Monterrey, México Pág. 190-195

70 World Business Council for Sustainable Development (2004).Health and safety in the cement industry: examples of good practice. Pág.1

71 World Business Council for Sustainable Development (2005). The cement sustainability initiative progress report. Pág.1

72 World Business Council for Sustainable Development (2002). Toward a sustainable cement industry.Pág.1

73 World Business Council for Sustainable Development (2005). Guidelines for the selection and use of fuels and raw materials in the cement manufacturing process. Pág.1

73 World Business Council for Sustainable Development (2006). Formation and release of POPs in the cement industry. Second edition. Sintef.Pág.1

- 75 World Business Council for Sustainable Development (2002). The cement sustainability initiative our agenda for action. Pág.1
- 76 World Business Council for Sustainable Development (2002). The cement sustainability initiative our agenda for action. Pág.1
- 77 World Business Council for Sustainable Development (2005). CO2 Accounting and reporting standard for the cement industry.Pág.1
- 78 World Business Council for Sustainable Development (2005). Guidelines for emissions monitoring and reporting in the cement industry. Pág.1
- 79 World Business Council for Sustainable Development (2004).Health and safety in the cement industry: examples of good practice. Pág.1
- 80 World Business Council for Sustainable Development (2005). The cement sustainability initiative progress report. Pág.1
- 81 World Business Council for Sustainable Development (2002).Cement Sustainability Initiative our Agenda for Action. Pág.1-40
- CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 167
- Diapositivas
- 82 Farías Ramón,(1998). Contaminantes, Quemando Nuestra Salud: La Incineración de Residuos Peligrosos en Hornos de Cemento, Conferencia dada en la Fundación para la Ciencia México- Estados Unidos, Monterrey.
- 83 Rodríguez Carvajal Juan, Roisnel Thierry, Fuentes Luis (2004). Curso de Posgrado IIMUNAM: El método de Rietveld. Instituto de Investigación en Materiales. Pág.1-2
- 84 De Aza Salvador (2005). Introducción a los diagramas de fases y su aplicación a los cementos refractarios y cementos Pórtland. Instituto de cerámica y vidrio del Consejo Superior de Investigaciones Científicas de España. Pág.1-56
- Artículo de congresos
- 85 Amahjour.F. et al, (2002). Propiedades de Lechadas de Cemento Fabricadas con Cemento de Tipo I y Mezclas con Cenizas Volantes (CV) y Humo de Sílice (HS), p.1-9. VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandia 2002. Pág.729-737
- 86 Escalante García J.I., Gorokhovskiy A., Fraire Luna P.E., Escobar Ríos M., Martínez

Aguilar O.A., Díaz de la Rosa J.F., Magallanes Rivera R.X. (2005). Cementos Alternativos a Base de Desechos de Sulfato de Calcio. Asociación Latinoamericana para el Control Patología y Recuperación de las Construcciones. VIII Congreso Latinoamericano de Patología de la Construcción. X Congreso de Control de Calidad en la Construcción. Vol. I Control de Calidad. Capitulo XVI:Anexos, Trabajo MX06, Pág.XVI.1-XVI.8

87 Gómez Zamorano L.Y. & Escalante García J. I. (2005). Efecto de la adición de Desechos Geotérmico en la Formación de Gel de Reacción Álcali Sílice y Etringita. VIII Congreso Latinoamericano de Patología de la Construcción X Congreso de Control de Calidad en la Construcción CONPAT 2005. Vol. II: Patología de la Construcción Asunción, Paraguay. Editado por CONPAT 2005. Capítulo III: Materiales Alternativos, Trabajo MX 03, Pág.III.9-III.16.

88 Menéndez G., Bonavetti V.L., Irassa E.F. (2003). Diseño de hormigones con cement compuesto. VII Congreso Latinoamericano de Patología de la Construcción IX Congreso de Control de Calidad en la Construcción CONPAT 2003. Vol. I: Control de calidad, México. Editado por CONPAT 2003. Capítulo II: Materiales Alternativos, Trabajo AR01, Pág.II.579-II.64

89 Payá J.,Monzó J, Borrachero M.V.,Serna P. (2002). El factor de eficacia cementante de puzolanas silíceas y silicoaluminosas muy reactivas, Cuba, VII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandía 2002. Pág.591-600

90 Zongjin Li, Zhu Ding, Yusheng Zhang (np). Development of Sustainable Cementitious Materials. International Workshop on Sustainable Development and Concrete Technology Pág.55-76

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales Ingeniería de Procesos Página 168

Tesis de grado

91 Amaral de Lima Vázquez I Ramonich Enric (1999). Hormigones con escoria de horno eléctrico como áridos: propiedades, durabilidad y comportamiento ambiental. Universidad Politécnica de Catalunya. Escola Técnica Superior D0'Enginyers de Camins, Canals I Ports. Pág.1-265Tesis

92 Arellano Aguilar Raúl (2006).Materiales cerámicos/cementosos en base a

- materias primas naturales. Tesis de Maestría en Ingeniería Metalúrgica, Centro de investigación y Estudios Avanzados del IPN(Unidad Saltillo).P.54
- 93 Gamarra Alisedo Eric Javier, Medina Popoca Gustavo Alfonso (1987). La cascarilla de arroz como materia prima para un cementante puzolánico. Un estudio preliminar del proceso. Universidad de las Américas, Puebla. P.225
- 94 Gómez Zamorano L. Y. (2004).Desecho geotérmico como material de reemplazo en pastas de cemento Pórtland”. Tesis doctoral. Cinvestav Saltillo.
- 95 Gómez Zamorano L.Y. (1999).Estudio de la reactividad de la escoria de alto horno como reemplazo del cemento Pórtland. Tesis de Maestría en Ingeniería Metalúrgica, Centro de investigación y Estudios Avanzados del IPN (Unidad Saltillo).
- 96 Magallanes Rivera Xicotencatl Ricardo (2003). Escoria como agregado en compósitos yeso cerámico-escoria: Efecto de la relación arena:ligante. Tesis de Maestría en Ingeniería Metalúrgica, Centro de investigación y Estudios Avanzados del IPN(Unidad Saltillo).P.23
- 97 Morales Soto Alejandro (2006). Caracterización de polvos de fundición de cobre y establecimiento de rutas de procesado. Universidad de Barcelona. Departament de ciència dels materials I. Enginyeria Metal.lúrgica. Programa de doctorat d'enginyeria del medi ambient I del producte.Pág.1.21
- 98 Roy D.M. (1989). Fly ash and silica fume chemistry and hydration.Trondheim ConferencePág.117-133
- 99 Valdez Tamez Pedro Leobardo (2002). Desarrollo de un Método para Evaluar Materiales Naturales con Potencial Puzolánico para su uso en Cemento. Universidad Autónoma de Nuevo León. Facultad de Ingeniería Mecánica y eléctrica. México. P 18.

Libros

- 100 CFE (2001).Manual de Tecnología del Concreto Sección1, Definición y requisitos de los componentes del concreto. México, Limusa. P.58
- 101 De Las Cuevas Toraya Juan (1999). Un Siglo de Cemento en Latinoamérica. Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C. ISBN 968-464-089-7. México,

Pág.1, 2-123,144.

102 Francis Young J., Mindess Sidney, J. Gray Robert, Bentur Arnon (1998). The science and technology of civil engineering materials. Prentice Hall. ISBN 0-13-659749-1. Pág.50-55

103 Helmut R. (1987) Fly ash in cement and concrete. Portland Cement Association.

104 H.F.W. Taylor, F, Famy, K.L. Scrivener “Review Delayed ettringite formation”. Cement and Concrete Research 31(2001) pp. 683-693.

105 IIGEN-UNAM-CFE, Manual de Tecnología del Concreto, Limusa,2001.Pág.58-66

106 Kosmatka H., Diseño y Control de Mezclas de Concreto, EU, Portland Cement CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales Ingeniería de Procesos Página 169

Association, 2004, Pág.80-195.

107 Maekawa Koichi, Chaube Rajesh, Kishi Toshiharu (1999).Modelling of concrete performance. Hydration, microstructure formation and mass transport. E&FN Spon. ISBN- 0 419- 24200-7. P.31-55

108 Massazza F (1998).Pozzolana and Pozzolanic Cements. Lea’s Chemistry of Cement and Concrete, Cap. 10, P. C. Hewlett, Ed. Elsevier 4th edition. Pág. 71-602.

109 Metha Kumar, Monteiro Paulo,(1998).Estructura, propiedades y materiales, México,IMCYC, PÁG. 209-220

110 Neville Adam M (1992). Tecnología del Concreto. Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C. ISBN 0-273-01641-5

111 Ramachandran S. Vangi (2001). Handbook of analytical techniques in concrete science and technology principles: Techniques, and Applications Chapter 4: Thermal Analysis. Institute for Research in Construction National Research Council Canada. William Andrew Publishing/Noyes Publication. ISBN 0-8155-1437-9.Pág.127-167

112 Domínguez José Manuel, Schifter Issac (1992).Las arcillas: El barro noble. Primera reimpresión, 1995 .La Ciencia desde México .Fondo de Cultura Económica, auspicios de la Subsecretaría de Educación Superior e Investigación Científica de

la SEP y del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología. Consultado el 22 de mayo de 2007.

http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen3/ciencia3/109/html/sec_6.html

113 García Rodríguez Felipe de J. (2002). Evaluación de estructuras de concreto: Técnicas y materiales para su reparación. Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C. ISBN 968-464-122-2. Pág.3-5

114 Malhotra M.V, Ramezani pour A.A. (1997) Fly ash in concrete Second edition. Ed. por CANMET (1994) Ottawa, Canadá Pág. 23-24.

115 Malhotra M.V., Metha K.P. (2005). High- performance high- volumen fly ash concrete: Materials, mixture proportioning, properties, construction practice and case histories. SuPáglementary cementing materials for sustainable development Inc., Ottawa, Canada. ISBN 0-9731507-2-6. P.36

116 Hull Derek (1965). Introduction to dislocations. Pergamon Press Ltd.P.44

117 Ryan W (1978). Properties of ceramic raw materials. Pergamon Press Ltd. ISBN 0-08-022113-0. Pág.50,78l

118 Rixom Roger, Mailvaganam Noel (1999).Chemical admixtures for concrete. E&FN Spon. ISBN0-419-22520-X.P.268

119 Spiratos N., Pagé M., Mailvaganam N.P., Malhotra V.M. Jolicoeur C. (2003) Superplasticizers for concrete: Fundamentals, technology and practice. SuPáglementary cementing materials for sustainable development Inc., Ottawa, Canada. ISBN o-9731507-1-8.Pág.1-27

120 W. Dood James, H. Tonge Kenneth (1987). Thermal methods: Analytical chemistry by open learning. Published on behalf of ACOL. ISBN 0 471 91333 2. Pág.40-60

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 170

Direcciones electrónicas

121 <http://www.tokuyama.co.jp/eng/company/business/cement/resource.html>.

Consultado el 26 de Mayo de 2005

122 <http://www.procafe.com.sv/menu/Generalidades/AspectosBotanicos.htm>.Consultad

o el 3 de Noviembre de 2006.

123 <http://www.deledistribucion.com/morfologia%20del%20cafe.html>. Consultado el 3 de Noviembre de 2006.

124 <http://es.wikipedia.org/wiki/Café>. Pág.1-29. Consultado el 23 Julio de 2006.

125 García Romero Emilia, Suárez Barrios Mercedes (2005). Las arcillas: Propiedades y usos. Universidad Complutense Madrid- Universidad de Salamanca. Consultado el 22 de mayo de 2007. Pág.1-

20<http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm>

126 http://geologia.igeolcu.unam.mx/Lugis/L_FRX_WEB_3.0/FluorRX.html. Consultado el 24 de Mayo de 2007.

127 <http://www.cie.uva.es/optica/WWWROOT/Practicas/segundo/OpticaII/fraunhofer/fraunhofer.htm> (1 of 6) [23/05/2007 09:11:36 p.m.]

128 http://es.wikipedia.org/wiki/Microscopio_óptico (7 of 8) [24/05/2007 12:24:53 a.m.]

129 http://es.wikipedia.org/wiki/Fluorescencia_de_rayos_X_por_energía_dispersiva (1 of 4) [24/05/2007 12:03:50 a.m.]

130 <http://www.elergonomista.com/tecnicas/rayos.htm> (1 of 3) 03/06/2006 02:16:15 am

131 http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_02.html (9 of 9) 03/06/2006 01:55:00 a.m.

132 http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html (7 of 12) 03/06/2006 01:47:30 am

133 http://es.wikipedia.org/wiki/Ley_de_Bragg, 2006. Consultado el 7 de Septiembre de 2006 a la 1:32:08 p.m. Pág. 1-4.

134 <http://es.wikipedia.org/wiki/Café>. Pág.1-29. Consultado el 23 Julio de 2006.

135 <http://academic.uprm.edu/mmonroig/id53.htm>. Pág.1-6. Consultado el 23 de Agosto de 2006

136 <http://www.redcafe.org/cafe%20geneticamente%20mejorado.html>. Red de consumidores de café. Pág. 1-2. Consultado el 23 de Agosto de 2006

137 <http://www.cafeveracruz.org.mx/servlet/seleccion?menu=culturacafe&idioma=es&ruta=cereza>

138 Consejo Regulador del Café Veracruz: Culturacaf. Pág. 1-2. Consultado el 23 de

Agosto de 2006.

139 <http://www.redcafe.org/cultivo.htm>. P2. Consultado el 23 de Agosto de 2006

140 <http://www.jornada.unam.mx/2004/08/30/eco-f.html> (2 of 4)23/08/2006 12:08:27 pm

<http://www.redcafe.org/elladoverdedelcafe.htm> (2 of 2)23/08/2006 12:07:39 pm

141 http://www.impi.gob.mx/impi/jsp/indice_all.jsp?OpenFile=docs/marco_j/cafe_pluma.html (1 of 4)23/08/2006 12:17:19 pm

142 <http://es.wikipedia.org/wiki/Coffea>. Consultado el 10 de Agosto de 2006

143 http://www.qro.sagarpa.gob.mx/Normas_oficiales/Catalogo_de_normas/NOM_FIT_O/019-fito.htm. Consultado el 19 de Agosto de 2006

144 <http://oeidrus.sedarh.gob.mx/tecnologiasdesc.php?id=90>. Consultado el 20 de
CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 171

Septiembre de 2006

145 http://www.mexicodesconocido.com/espanol/cultura_y_sociedad/actividades_economicas/detalle.cfm?idcat=3&idsec=17&idsub=81&idpag=3296. Consultado el 27 de
Septiembre de 2006

146 <http://www.alfredogourmet.com>. Consultado el 13 de Octubre de 2006.

147 <http://www.vinculando.org/documentos/cuetzalan/cafe.htm>. Consultado el 14 de
Octubre de 2006.

148 <http://www.procafe.com.sv/menu/Generalidades/AspectosBotanicos.htm>. Consultado
o el 3 de Noviembre de 2006.

149 <http://www.deledistribucion.com/morfologia%20del%20cafe.html>. Consultado el 3 de
Noviembre de 2006.

150 <http://www.vinculando.org/mercado/cafe/introduccion.htm>. Consultado el 3 de
Noviembre de 2006.

151 <http://www.aguascalientes.gob.mx/codagea/produce/CAFE-BIO.htm>. Consultado el
3 de Noviembre de 2006.

152 <http://www.opciones.cubaweb.cu/elasociado/octubre-2005/informacion-cafe.htm>.
Consultado el 5 de Noviembre de 2006.

153 <http://bogota.usembassy.gov/wwwsca05.shtml>. Consultado el 6 de Noviembre de

2006

154 <http://www.fao.org/docrep/007/y5143s/y5143s0v.htm>. Consultado el 7 de Noviembre de 2006

155 http://cafecombate.com/flash/tacita/cafe_en_mundo.php. Consultado el 10 de Noviembre de 2006.

156 <http://www.cedeco.or.cr/documentos/Doc4.htm>. Consultado el 12 de Noviembre de 2006.

157 Puertas Alejandra Ana (2006). Enlaces químicos, Organización de Estados Iberoamericanos. <http://www.oei.org.co/fpciencia/art08.htm>. Última fecha de consulta 28 de Marzo de 2006.

158 Puertas Alejandra Ana (2006). Enlaces químicos, Organización de Estados Iberoamericanos. <http://www.oei.org.co/fpciencia/art08.htm>. Última fecha de consulta 28 de Marzo de 2006.

CIIDIR-IPN Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales
Ingeniería de Procesos Página 172

Normas

159 ASTM C618-89. (1989). Standard Specification for Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Portland Cement Concrete. Section 4, Volume 4.01, Pág.296-298

160 ASTM C618-94a. (199a). Standard Specification for Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Portland Cement Concrete. Section 4, Volume 4.01, Pág.296-298

161 Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación, S.C. NMX-C-414-ONNCCE “Industria de la construcción – Cementos Hidráulicos-Especificaciones y Métodos de pruebas”. Ficha Técnica. Pág.1-3

162 ASTM C 1171-96(1999).Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and thermal Cycling on Refractories. (1996). P.297-298

163 ASTM C187-04 (2004). “Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency”, Pág. 305-99.

164 “Standard Test Method for Normal Consistency of Hydraulic Cement” ASTM

- 165 ASTM C 490 (2004). “Standard Practice for Use of APágaratus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete”
- 166 ASTM (2004) “Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency”, Annual Book of ASTM Standards Vol. 04,01
- 167 ASTM designation C191-04b. 82 ASTM (2004). “Standard Test method for Compressive Strength for hydraulic cement mortars”
- 168 ASTM C136-95a, (1995). “Standard Test method for sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates”. Annual Book of ASTM Standards Vol. 04, 02.
- 169 ASTM designation C109-04 83 ASTM (2004) “Standard Practice for Use of APágaratus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete”.
- 170 ASTM(2004) “Standard Test Methods for time of setting of Hydraulic Cement by Vicat neddle
- 171 Norma Mexicana NMX-C-414-ONNCCE-1999, “Características de los Materiales”. Parte 2. Materiales para Estructuras. Título 02. Materiales para concreto Hidráulico. Cap. 001 Calidad del Cemento Pórtland. Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación. Industria de la Construcción. Pág. 1-12