

Reología de mezclas de cemento con filler dolomítico

Rheology of cement mixtures with dolomite filler

P. J. MARTÍNEZ DE LA CUESTA, E. RUS MARTÍNEZ, F. DÍAZ MOLINA y S. LUNA BLANCO
Dpto. de Ingeniería Química. Univ. de Málaga y Lab. Demarcación Carreteras en Andalucía Oriental

ESPAÑA

Fecha de recepción: 27-V-99
Fecha de aceptación: 29-VII-99

RESUMEN

Este programa experimental estudia el comportamiento de las pastas frescas fabricadas a partir de cementos mezclados con filler dolomítico. En los experimentos previos se obtiene el punto central para los diseños 2^2 y 2^3 factoriales. Con estos diseños se establecen las ecuaciones que rigen la influencia de la superficie específica del filler, el porcentaje de filler y la relación agua/(cemento+filler), utilizando como funciones objetivos la penetración de sonda, la mesa de sacudidas y la tensión de corte en el viscosímetro.

También se determina el tipo de conducta reológica y la influencia sobre el principio y fin de fraguado.

SUMMARY

This experimental program has studied the behavior of fresh paste made up from cements mixed with dolomite filler. Through prior experiments the starting point is obtained for the designs 2^2 and 2^3 factorials. With these designs the governing equations are established that influence the specific surface of the filler, the filler percentage and the ratio water/(cement + filler), used as objective functions: test probe penetration, flow on table and shear stress in viscometer.

Also the type of rheological conduct is determined and the influence over initial and final setting is observed.

INTRODUCCIÓN

El uso de adiciones en los cementos va aumentando en los últimos años y obedece a tres razones principales: tecnológicas, económicas y ecológicas (1). Por adiciones se entiende los materiales o productos sólidos, naturales o industriales, finamente molidos, que, añadidos al clinker portland o mezclado con el cemento portland, en unas determinadas proporciones,

INTRODUCTION

The use of additives in cements has increased during recent years due to three main reasons: technological, economical and ecological (1). By additive, it is understood to include, materials or solid products, natural or industrial finely ground, that when added to the portland clinker or mixed with portland cement in predetermined proportions, do not have detrimental

no perjudican el comportamiento normal del cemento en sus empleos específicos y pueden aportar alguna cualidad adicional. Entre las adiciones figuran los filleres de naturaleza caliza. Estos filleres, acompañando o no a otras adiciones, se añaden al clinker con objeto de aumentar y/ o abaratar (2), en parte, la producción de cemento, sin olvidar los efectos benéficos dispersantes y aceleradores de la hidratación del cemento (3).

Importancia de la investigación

Actualmente el consumo de cemento está muy concentrado en los países industrializados (4), mientras que en el año 2000 el consumo mundial presentará la tendencia que se indica en la Figura 1. Según la investigación llevada a cabo por la OCDE, las perspectivas para el año 2000 (Tabla 1) son que las adiciones mezcladas con los cementos continuarán aumentando. El estudio del comportamiento de cementos con adición de filler dolomítico, no se encuentra documentado en la información técnica, siendo necesario el estudio metódico de estas mezclas.

En esta investigación se estudia el comportamiento en fresco de un cemento con adición de un filler dolomítico, no contemplado en la norma española ni por su naturaleza mineralógica ni por la cantidad añadida. También se analiza la influencia de la superficie específica del filler y de la relación agua/(cemento+filler). Se comienza con unos ensayos previos de aproximación al problema, para continuar con diseños 2^2 y 2^3 factoriales que alcanzan una completa descripción del comportamiento de las mezclas cemento-filler dolomítico, mediante la obtención de las ecuaciones de las superficies de respuesta y de la significación de sus coeficientes. También incluye un estudio sobre la conducta reológica de las mezclas citadas.

MATERIALES Y PROCEDIMIENTOS

Materiales

Las Tablas 2, 3 y 4 recogen el análisis químico de óxidos, la composición mineralógica y las características físicas del cemento de referencia utilizado. En las Tablas 5 y 6 damos las características químicas y físicas de los filleres preparados.

Procedimientos

Las determinaciones del principio y fin de fraguado, de la penetración de sonda y del escurrimiento de mortero en mesa de sacudidas son conformes a las normas españolas (5,6).

effect on the normal behavior, for the specific uses, and can also bring desirably added qualities. Among the additives natural limestone fillers figure prominently. These fillers, accompanied or not by other additives, add to the clinker properties directed at increasing production and/or reducing cement costs (2), bearing in mind the beneficial effects, i.e. dispersants and accelerators of cement hydration (3).

Research significance

In reality cement consumption is concentrated in the industrialized countries (4). In the year 2000 world consumption of cement is expected to follow the tendency shown in Figure 1. According to the investigation conducted by COED, the prospects indicated in Table 1 are that in the year 2000 additives mixed with cements will be on the increase. The study of the behavior of cement with addition of dolomite filler is not found to be documented in the technical press, hence the necessity of a methodical study of these mixtures.

In this investigation a fresh study is made of the behavior of mixed cement with addition of dolomite filler, which is not contemplated in the spanish standard neither for its mineral nature nor for the added quantity. In addition the influence of the filler specific surface is analyzed together with the ratio water/(cement+filler). Starting with prior trials of the approximation to the problem, with the view to continue with designs 2^2 and 2^3 factorials that reach a complete description of the behavior of cement-dolomite filler mixtures, by obtaining the equations of surface response and the significance of their coefficients. Furthermore a study of the rheological behavior of these mixtures is made.

MATERIALS AND PROCEDURES

Materials

Tables 2, 3 and 4 provide the chemical analysis of oxides, the mineral composition and the physical characteristics of the utilized reference cement. Tables 5 and 6 give the chemical and physical characteristics of prepared fillers.

Procedures

The determination of initial and final setting, probe penetration and mortar flow on table all using to spanish standards (5,6).

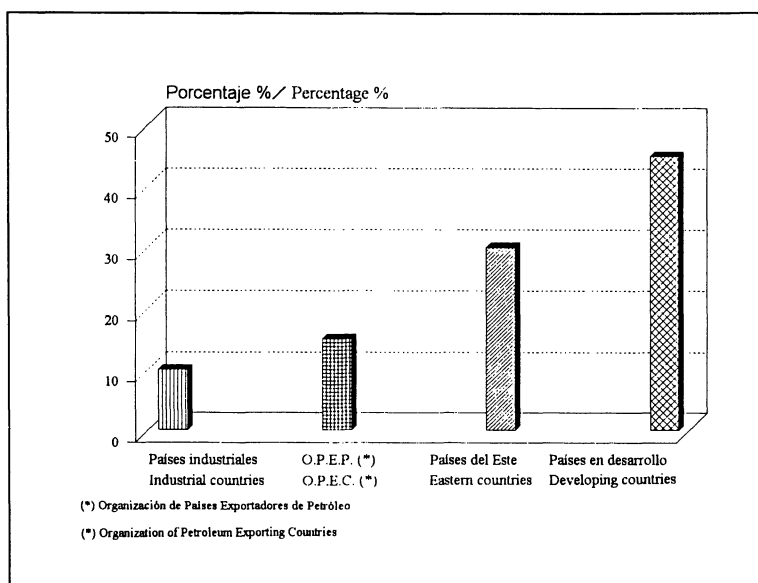


Figura 1.- Consumo Mundial de Cemento para el Año 2000.

Figure 1.- World Cement Consumption for the Year 2000.

TABLA 1 (TABLE 1)

Proporción (%) Media de Contenido de Adiciones en los Cementos
(Proportion (%) Average of the Additive Content of Cement)

Países o Zonas <i>Countries or Zones</i>	Años (Years)			
	1980	1983	1990	2000
Europa Occ. (CEMBUREAU) <i>(West Europe (CEMBUREAU))</i>	15	17	23	30
América del Norte <i>(North America)</i>	3	5	12	20
Japón (Japan)	1	3	10	20
OCDE (COED)	9	11	16	25

TABLA 2 (TABLE 2)

Análisis Químico del Cemento de Referencia (Chemical Analysis of Reference Cement)

Óxido (Oxide)	Resultado (Result)
SiO ₂	19,6
Al ₂ O ₃	4,4
Fe ₂ O ₃	3,1
CaO	63,2
MgO	1,5
K ₂ O	1,2
P.F.	2,7
R.I.	0,9
SO ₃	3,1

TABLA 3 (TABLE 3)

Composición Mineralógica del Cemento de Referencia (*Mineralogical Composition of Reference Cement*)

Compuesto (<i>Compound</i>)	Resultado (%) (<i>Result (%)</i>)
C ₃ S	74,2
C ₂ S	1,6
C ₃ A	6,5
C ₄ AF	9,3

TABLA 4 (TABLE 4)

Mediciones Físicas sobre el Cemento de Referencia (*Physical Measurement of Reference Cement*)

Ensayo (<i>Test</i>)	Resultado (<i>Result</i>)
Densidad (<i>Density</i>)	kg/dm ³ 3,167
Superficie Específica Blaine (<i>Specific Surface Blaine</i>)	cm ² /g 3.290
Penetración sonda (<i>Probe penetration</i>)	mm 34
Expansión "L'Chatelier" (<i>Expansion L'Chatelier</i>)	mm 1
Escurrecimiento mesa (<i>Flow table</i>)	% 68

TABLA 5 (TABLE 5)

Análisis Químico del Fíller Dolomítico (*Chemical Analysis of Dolomite Filler*)

Óxido (<i>Oxide</i>)	Resultado (%) (<i>Result (%)</i>)
SiO ₂ + R.I.	1,9
Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	0,4
CaO	29,8
MgO	20,6
P.F.	46,0

TABLA 6 (TABLE 6)

Mediciones Físicas sobre los Fílleres Dolomíticos (*Physical Measurement on Dolomite Filler*)

Ensayo (<i>Test</i>)		Resultado para el fíller (<i>Filler result</i>)			
		A	B	C	D
Densidad (<i>Density</i>)	kg/dm ³	2,873	2,800	2,868	2,874
S. Esp. Blaine (<i>Specific Surface Blaine</i>)	cm ² /g	1.240	2.600	3.990	3.290

Para la medición de la viscosidad y la tensión de corte utilizamos un viscosímetro marca HAAKE, modelo Rotovisco RV-20. Es un viscosímetro absoluto de rotación, con sistema de medición de cilindros coaxiales tipo Searle (7). El sistema sensor es del tipo MV-I.

Se toman 200 g de cemento, en un vaso de precipitados y se amasan manualmente, con varilla de vidrio, durante 2 min con la cantidad de agua previamente establecida. A continuación se procede al llenado y montaje de la copa del sensor en el soporte del viscosímetro. Cinco minutos después del contacto cemento-agua se procede a la medición de la tensión de corte. Los materiales, aparatos y la sala donde se realiza el ensayo están siempre a una temperatura de 20 ± 2 °C.

Para la medición de la tensión de corte, τ , utilizamos la velocidad de corte $7,0 \text{ s}^{-1}$.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Experimentación previa

El cemento de referencia se mezcló con el filler dolomítico, de distintas superficies específicas (filleres A, B y C), variando la relación cemento/filler. Sobre cada una de las mezclas se realizan los ensayos de penetración de sonda, escurrimiento en mesa de sacudidas y principio y fin de fraguado.

Representamos en la Figura 2 la penetración de sonda frente al porcentaje de filler para cada uno de los filleres utilizados. Observamos que los tres filleres empleados presentan una tendencia a disminuir la consistencia para adición de pequeños porcentajes de filler.

Las líneas obtenidas para los filleres A y B son análogas, siendo diferente la del filler C.

Para obtener una penetración de sonda igual o superior a la alcanzada con el cemento de referencia habría que añadir los porcentajes de filler siguientes:

Filler A: ≥ 14 %; Filler B: ≥ 18 %; Filler C: ≥ 7 %

En el gráfico de penetración de sonda frente a la finura del filler utilizado, Figura 3, vemos que, para

For measurement of viscosity and shear stress a viscometer of HAAKE make, model Rotovisco RV-20 is used. It is an absolute viscosity meter of the rotating type with a measurement system of coaxial cylinders type Searle(7), the sensor system type MV-I.

A weight 200 g of cement is placed in a precipitates beaker and is manually mixed using a glass rod during 2 min with a predetermined quantity of water. Then followed by filling and mounting of the sensor cup on its support. Five minutes after the contact of cement with water, measurement of the shear stress is made. The materials used together with the test apparatus were kept at a room temperature of 20 ± 2 ° C.

When measuring the shear stress τ , shear rate of 7.0 s^{-1} is utilized.

RESULTS AND DISCUSSION

Prior experiments

The reference cement is mixed with dolomite filler, of distinct specific surfaces (filler A, B and C), varying the ratio cement/filler for each of the mixtures; test probe penetration, flow table and initial and final of setting were all taken.

Test probe penetration versus filler percentage for each of the filler used is plotted as shown in Figure 2. It is observed that the three fillers used have shown a tendency of diminished consistency for small increases in filler percentage.

The graphs obtained for filler A and B are analogous and being different to that of filler C.

In order to obtain probe penetration equal or larger to that reached with the reference cement, the filler percentage to be added are the following:

In the graph of probe penetration versus the fineness of filler utilized, Figure 3, it is observed that, for

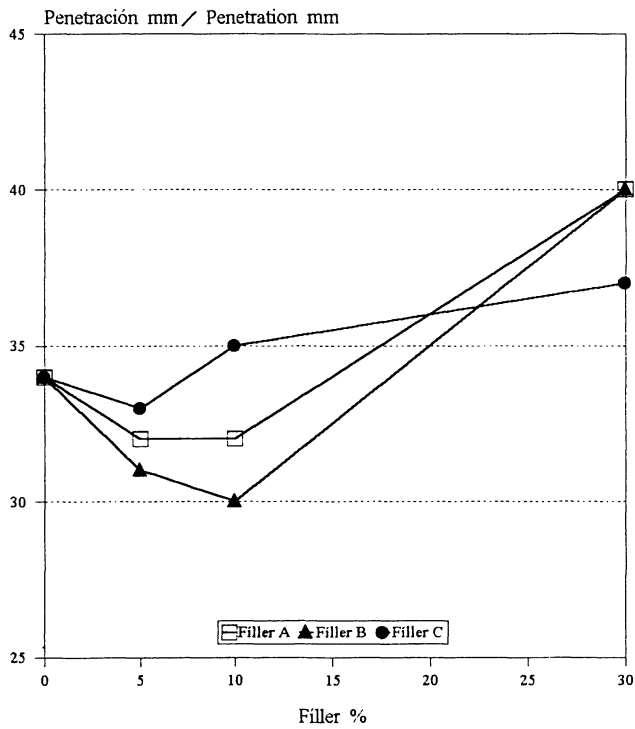


Figura 2.- Penetración de Sonda- Porcentaje de Filler. Experimentos previos.

Figure 2.- Probe Penetration-Filler Percentage. Prior Experiments.

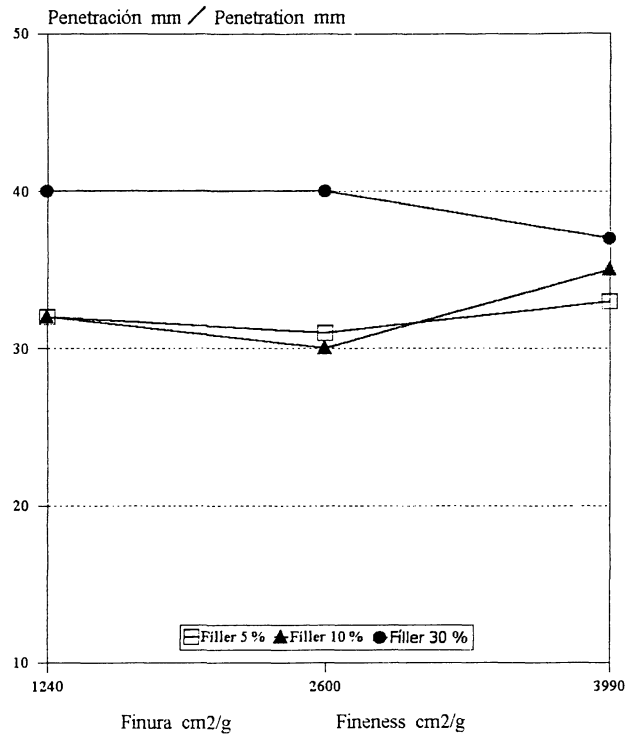


Figura 3.- Penetración de Sonda-Finura de Filler. Experimentos previos.

Figure 3.- Probe Penetration-Fineness of Filler. Prior Experiments.

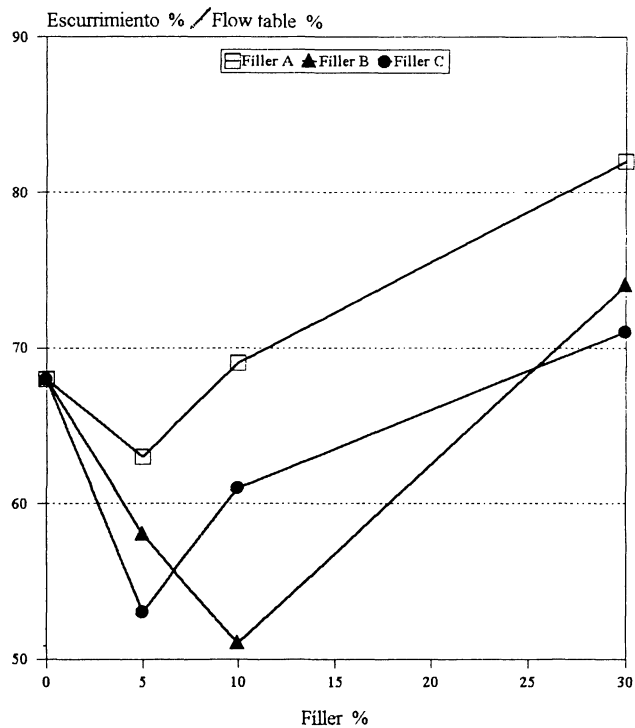


Figura 4.- Escurrimento en Mesa- Porcentaje de Filler. Experimentos previos.

Figure 4.- Flow Table-Filler Percentage. Prior Experiments.

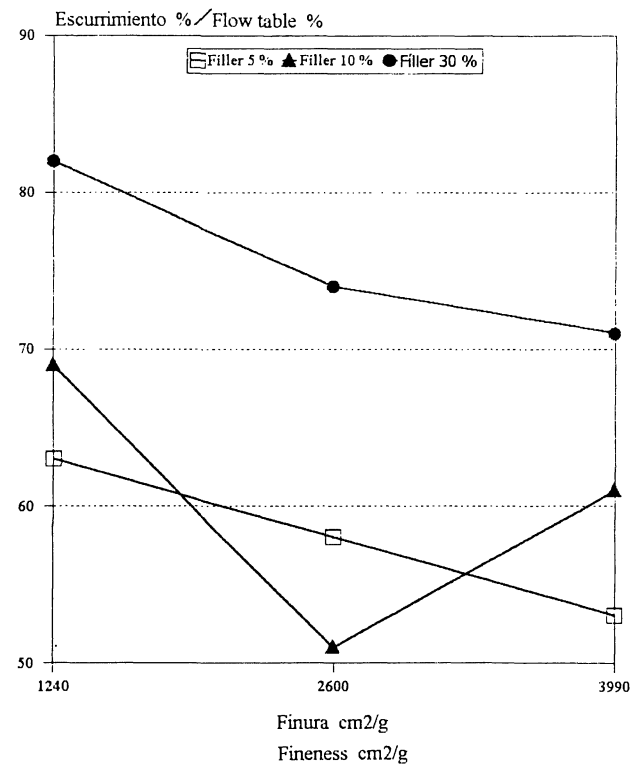


Figura 5.- Escurrimento en Mesa-Finura de Filler. Experimentos previos.

Figure 5.- Flow Table-Fineness of Filler. Prior Experiments.

adiciones del 5% y 10% de filler, hay un comportamiento similar al aumentar la superficie específica y esta conducta es diferente para la adición de un 30% de filler.

Para mejorar la consistencia con respecto al cemento de referencia deberíamos tener las finuras de filler siguientes:

Adición / Addition (%)	5	10	30
Superficie específica / Specific surface (cm ² /g)	≥ 4000	≥ 3750	≤ 4000

La Figura 4 presenta los resultados del ensayo de escurrimiento en mesa al variar el porcentaje de filler.

Podemos apreciar la tendencia a disminuir la consistencia con la adición de pequeños porcentajes de filler. En este ensayo, son sensiblemente parecidas las gráficas referentes a los filleres A y C, siendo algo diferente la del filler B. Los porcentajes de filler necesarios para obtener un escurrimiento superior al de referencia son:

Filler A: ≥ 8%; Filler B: ≥ 25%; Filler C: ≥ 23%

Representamos los resultados del escurrimiento en mesa al variar la finura en cada porcentaje de filler (Figura 5). Los gráficos correspondientes a porcentajes 5 y 30% son parecidos en su desarrollo: progresivamente descendentes al aumentar la finura. No así la referente a la adición del 10% que presenta una zona descendente y otra ascendente. Las superficies específicas del filler, necesarias para obtener un escurrimiento en mesa superior al del cemento de referencia, serían:

Adición / Addition (%)	5	10	30
Sup. específica / Specific surface (cm ² /g)	≤ 1000	≥ 4000	ó ≤ 1200 ≤ 4000

Teniendo en cuenta lo dicho para los ensayos de escurrimiento en mesa y penetración de sonda, es necesario estudiar las adiciones de filler entre el 10 y 30%, con finuras de filler comprendidas entre 2.600 y 4.000 cm²/g.

Los resultados de principio y fin de fraguado (Tabla 7) obtenidos para todas las mezclas cemento-filler están dentro de los límites exigidos en la Instrucción Española de Cementos (8).

Además, es interesante observar que:

-El principio de fraguado da resultados comprendidos en 143±10 min, con una desviación estándar $\sigma_{n-1} = 5,9$ min para el conjunto de 10 ensayos.

additions of 5% and 10% of filler, the resulting behavior is similar to increasing the specific surface and this behavior is different at 30% filler.

In order to improve the consistency with respect to the reference cement, the following fineness should be taken:

Figure 4 shows flow table results for varying filler percentage.

The tendency of diminished consistency for small increases in filler percentage can be observed. In this experiment there is a marked resemblance in the graph relating to fillers A and C, being somewhat different to that of filler B. The necessary percentages of filler in order to obtain a flow larger than that of the reference cement are:

The resulting flow table versus variation in fineness of each filler percentage is shown in Figure 5. The graphs corresponding to percentages 5% and 30% are similar in development, i.e. progressively descending with increase in fineness. Not so the graph relating to percentage 10% which shows a descending zone and another ascending. The specific surface of the filler necessary in order to obtain a flow table larger than that of the reference cement are as follows:

Taking into account the results of flow table and probe penetration experiment, it is necessary to study filler additions between 10 and 30%, with fineness extended between 2.600 and 4.000 cm²/g.

The initial and final setting (Table 7) obtained for all the cement-filler mixtures are within the required limits indicated in the spanish cement instructions (8).

Furthermore, it is of interest to observe that:

-The initial setting resulted within 143 ± 10 min, with one standard deviation $\sigma_{n-1} = 5.9$ min for the entire group of 10 tests.

TABLA 7 (TABLE 7)

Principio y Fin de Fraguado. Mezclas Cemento de Referencia - Fíller. Experimentos Previos
(Initial and Final of Setting Time. Mixtures of Reference Cement - Filler. Prior Experiments)

Superficie Específica Blaine Fílleres Dolomíticos cm ² /g (Specific Surface Blaine, Dolomite Fillers, cm ² /g)	Relación Cemento/Fíller (Relation Cement/Filler)	Fraguado (Setting)	
		Inicio, h-min (Start, h-min)	Fin, h-min (End, h-min)
Cemento de referencia (Reference cement)		2-30	3-20
1.240(A)	95/5	2-20	3-10
2.600(B)	95/5	2-30	3-35
3.990(C)	95/5	2-20	3-10
1.240(A)	90/10	2-25	3-5
2.600(B)	90/10	2-15	3-10
3.990(C)	90/10	2-15	3-5
1.240(A)	70/30	2-30	3-10
2.600(B)	70/30	2-25	3-5
3.990(C)	70/30	2-20	3-10

-El fin del fraguado de las mezclas cemento-fíller da resultados en el intervalo 192±23 min, con $\sigma_{n-1} = 9,2$ min.

Estos resultados pueden ser considerados como ensayos realizados a un mismo cemento, con la dispersión propia del método de ensayo (9), y, por tanto, no observamos influencia alguna del porcentaje de adición o de la finura del fíller sobre los resultados de este ensayo.

Diseños 2² factoriales

Como consecuencia de los experimentos previos, se creyó conveniente una adición de fíller de 20% y una finura del mismo 3.300 cm²/g (fíller D), como punto central del diseño.

Para el porcentaje de adición, adoptamos como factor de escala 5% y para la finura del fíller 700 cm²/g.

Las tablas 8 y 9 resumen los resultados obtenidos.

Los datos experimentales correspondientes a estos diseños 2² factorial, se ajustaron a ecuaciones de primer orden, para tratar de explicar el efecto de la superficie específica del fíller y del porcentaje de fíller sobre la penetración de sonda y el escurrimiento en

-The final setting of the cement-filler mixtures resulted in the interval 192 ± 23 min, with $\sigma_{n-1} = 9.2$ min.

These results can be considered as tests conducted on the same cement with dispersion characteristic of the test method (9), and therefore no influence whatsoever of the filler percentage or the fineness of the filler is observed over the results of this test.

Designs 2² factorials

As a consequence of prior experiment, it is believed convenient an addition of filler of 20 % with fineness of 3.300 cm²/g (filler D), as a central design point.

For filler percentage a scale factor of 5 % is adopted and for fineness a scale factor of 700 cm²/g.

Tables 8 and 9 summarize the results obtained.

The experimental data corresponding to these designs 2² factorial, fit an equations of the first order, in order to explain the effect of the filler specific surface and the filler percentage over probe penetration and flow table. Both fittings lead to an

TABLA 8 (TABLE 8)

Penetración de Sonda. Mezclas Cemento de Referencia - Filler. Diseño 2² Factorial
Probe Penetration. Mixtures of Reference Cement - Filler. Design 2² Factorial

Coordenadas diseño (<i>Design coordinates</i>)		Resultado mm (<i>Result mm</i>)
X ₁	X ₂	
-	-	30
+	-	30
-	+	32
+	+	34
Punto central (<i>Central point</i>)		33
Punto central (<i>Central point</i>)		30
Cemento referencia (<i>Reference cement</i>)		20

TABLA 9 (TABLE 9)

Escurrimiento en Mesa. Mezclas Cemento de Referencia - Filler. Diseño 2² Factorial
(Flow Table. Mixtures of Reference Cement - Filler. Design 2² Factorial)

Coordenadas de diseño (<i>Design coordinates</i>)		Resultados % (<i>Result %</i>)
X ₁	X ₂	
-	-	79
+	-	76
-	+	71
+	+	74
Punto central (<i>Central point</i>)		73
Punto central (<i>Central point</i>)		80
Cemento referencia (<i>Reference cement</i>)		64

mesa. Este ajuste conduce a una ecuación del tipo:

equation of the type:

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2$$

donde X₁ y X₂ son las coordenadas del diseño correspondientes a los factores controlables, superficie específica del filler añadido y porcentaje de filler, siendo, Y, la respuesta estudiada.

where X₁ and X₂ are the design coordinates corresponding to controllable factors, specific surface of the added filler and filler percentage, Y, being the studied response.

Por último, mediante análisis de la varianza, se estudia el significado de los coeficientes que forman parte de la ecuación.

Finally through analysis of the variance, the significance of the coefficients that form part of the equation are studied.

Para la penetración de sonda se obtuvo la siguiente superficie de respuesta:

$$Y = 31,5 + 0,5 X_1 + 1,5 X_2 + 0,5 X_1 X_2$$

El estudio de significación de la misma, conduce a las siguientes conclusiones:

-El coeficiente b_1 y el coeficiente b_2 , asociados respectivamente a las variables superficie específica del filler y porcentaje de filler, no son significativos a un nivel del 95%. Por ello, dichas variables no tienen influencia apreciable sobre la penetración de sonda.

-El coeficiente b_{12} , asociado al efecto combinado de ambas variables, resultó ser, igualmente, no significativo.

-Las desviaciones estadísticas entre los datos experimentales y los datos obtenidos a partir de la ecuación de la superficie de respuesta, se encuentran comprendidas dentro de un intervalo inferior al $\pm 8\%$.

Para el escurrimiento en mesa se obtiene la superficie de respuesta siguiente:

$$Y = 75 - 2,5 X_2 + 1,5 X_1 X_2$$

El coeficiente b_1 resultó nulo. El estudio de significación condujo a las siguientes conclusiones:

-El coeficiente b_2 , asociado al porcentaje de filler, no es significativo a un nivel del 95%. Así, pues, dicha variable no tiene influencia apreciable sobre el escurrimiento en mesa.

-El coeficiente b_{12} , asociado al efecto combinado de ambas variables resultó ser, igualmente, no significativo.

-Las desviaciones entre los datos experimentales y los obtenidos con la ecuación de la superficie de respuesta, se encuentran comprendidas dentro de un intervalo menor del $\pm 6\%$.

Diseños 2^3 factoriales

Este tipo de diseño se aplicó para profundizar en el conocimiento de las funciones objetivo empleadas en los diseños factoriales 2^2 , utilizando además una nueva función objetivo: la tensión de corte en el viscosímetro. Por otro lado, prescindimos de la penetración de sonda por ser irrealizable al variar la relación agua/(cemento+filler). Al mismo tiempo, los factores controlables, superficie específica del filler y porcentaje de filler añadido, se amplían con un nuevo factor: la relación agua/(cemento+filler) (A/C).

For probe penetration the following surface response is obtained:

A study of the significance of the coefficients leads to the following conclusions:

-The coefficients b_1 and b_2 associated with the variables, specific surface of filler and filler percentage respectively are not significant at a level of 95%. For this reason these variables do not have an appreciable influence over probe penetration.

-The coefficient b_{12} associated with the combined effect of both variables proved to be equally insignificant.

-The established deviations between the experimental data and the data obtained from the equation of the surface response, are confined within an interval smaller than $\pm 8\%$.

The flow table is obtained from the following surface response:

The coefficient b_1 proved to be zero. The study of the significance led to the following conclusions:

-The coefficient b_2 associated with filler percentage is found to be insignificant at the level of 95%. Therefore the said variable does not have an appreciable influence over flow table.

-The coefficient b_{12} associated with the combined effect of both variables proved to be equally insignificant.

-The deviations between experimental data and the data obtained from the equation of the surface response are confined within an interval smaller than $\pm 6\%$.

Designs 2^3 factorials

This design type is applied in order to study in depth the knowledge of objective functions used in the designs 2^2 factorials, utilizing yet another new objective function, the shear stress in the viscometer. On the other hand, probe penetration is dispensed with for being unrealizable when varying the ratio water/(cement + filler). Furthermore the controllable factors, specific surface of filler and percentage of added filler, amplified by a new factor: the ratio water/(cement+filler) (W/C).

Como consecuencia del experimento precedente, se eligieron los siguientes valores de las variables a estudiar, para el punto central del diseño 2³ factorial:

- Superficie específica del filler, 3.300 cm²/g, porcentaje de filler, 20% y relación agua/(cemento+filler), 0,50.

Tomando para los factores de escala los valores:

- Superficie específica del filler, 700 cm²/g, porcentaje de filler, 5% y relación agua/(cemento+filler), 0,10.

En las tablas 10 y 11 se presentan los resultados correspondientes a los dos diseños 2³ realizados.

Los datos experimentales correspondientes, se ajustan a ecuaciones de primer orden, para tratar de explicar el efecto de la superficie específica del filler, del porcentaje de filler y de la relación agua/cemento sobre el escurrimiento en mesa y la tensión de corte. Este ajuste, conduce a una ecuación del tipo:

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 + b_{123} X_1 X_2 X_3$$

donde X₁, X₂ y X₃ son las coordenadas del diseño correspondientes a los factores controlables, superficie específica del filler añadido, porcentaje de filler y relación agua/(cemento+filler). Siendo, Y, la respuesta estudiada.

También, mediante análisis de la varianza, se estudia el significado de cada uno de los coeficientes de la ecuación.

As a consequence of the established experimentation the following values of the variables subject to study were chosen, for the central point of the design 2³ factorials:

- Specific surface of filler, 3.300 cm²/g, filler percentage, 20% and the ratio of water/(cement+filler), 0.50.

Taking the following values as scale factors:

- Specific surface of filler, 700 cm²/g, filler percentage, 5%, ratio water/(cement+filler), 0.10.

Tables 10 and 11 present the results corresponding to the designs 2³ factorials carried out.

The corresponding experimental data fit a first order equation. In order to explain the effect of specific surface, filler percentage and water/cement ratio upon flow table and shear stress. These fittings lead to an equation of the following type:

where X₁, X₂ and X₃ are the design coordinates corresponding to the controllable factors, specific surface of filler, filler percentage and ratio water (cement+filler). Y, being the studied response.

Furthermore, by means of variance analysis, the significance of each of the coefficients of the equation is studied.

TABLA 10 (TABLE 10)

Excurrimiento en Mesa. Mezclas Cemento de Referencia - Filler - Agua. Diseño 2³ Factorial)
(Flow Table. Mixtures of Reference Cement - Filler - Water. Design 2³ Factorial)

Coordenadas diseño (Design coordinates)			Resultado % (Result %)
X ₁	X ₂	X ₃	
-	-	-	55
+	-	-	Medición imposible (Measurement impossible)
-	+	-	38
+	+	-	Medición imposible (Measurement impossible)
-	-	+	119
+	-	+	115
-	+	+	131
+	+	+	125
Punto central (Central point)			75
Punto central (Central point)			80
Cemento referencia (Reference cement)			85

TABLA 11 (TABLE 11)

Tensión de Corte. Mezclas Cemento de Referencia - Fíller - Agua. Diseño 2³ Factorial
(Shear Stress. Mixtures of Reference Cement - Filler - Water. Design 2³ Factorial)

Coordenadas diseño (Design coordinates)			Resultado Pa (Result Pa)
X ₁	X ₂	X ₃	
-	-	-	28,4
+	-	-	21,4
-	+	-	25,4
+	+	-	16,9
-	-	+	3,54
+	-	+	4,78
-	+	+	3,65
+	+	+	4,46
Punto central (Central point)			8,78
Punto central (Central point)			7,78
Cemento de referencia (Reference cement)			10,8

Para el escurrimiento en mesa no es posible la obtención de la ecuación correspondiente, por la imposibilidad de medir la respuesta en algunos puntos de la matriz de diseño.

It is not possible to obtain the equation for the flow table, because of the impossibility of measuring the response of some points of the design matrix.

Para la tensión de corte, se obtuvo la siguiente superficie de respuesta:

For shear stress, the following response surface is obtained:

$$Y = 13,56 - 1,68 X_1 - 0,96 X_2 - 9,46 X_3 + 0,24 X_1 X_2 + 2,19 X_1 X_3 + 0,91 X_2 X_3 + 0,14 X_1 X_2 X_3$$

El estudio de significación de la misma, condujo a las siguientes conclusiones:

Studying the significance of the above led to the following conclusions:

-Los coeficientes b_1 , b_2 y b_3 , asociados respectivamente a las variables superficie específica del filler, porcentaje de filler y relación agua/cemento, son significativos a un nivel del 95%. Estas variables, tienen, pues, una influencia apreciable sobre la tensión de corte.

-The coefficients b_1 , b_2 and b_3 are associated respectively with the variables specific surface of filler, filler percentage and W/C ratio, are significant at a level of 95%. These variables have therefore an influence of appreciable value over the shear stress.

-De los tres coeficiente asociados a las interacciones entre dos variables, son significativos b_{13} y b_{23} , correspondientes a las interacciones superficie específica del filler-relación agua/cemento (A/C) y porcentaje de filler-relación A/C. Estas dos interacciones, tienen una influencia apreciable sobre la tensión de corte. El coeficiente b_{12} , asociado al efecto

-Of the three coefficients associated with interactions between two variables, are of significance b_{13} and b_{23} , corresponding to the interactions: between specific surface-ratio W/C, on the one hand and between filler percentage-ratio W/C on the other. These two interactions have an appreciable influence over the shear stress. The coefficient b_{12} associated

combinado de la superficie específica del filler y del porcentaje de filler resultó no significativo al nivel de 95%.

-El coeficiente b_{123} , asociado al efecto combinado de las tres variables estudiadas, también resultó no significativo, por lo que no parece ejercer una influencia apreciable sobre la tensión de corte.

-Las desviaciones estadísticas entre los datos experimentales y los datos obtenidos a partir de la ecuación de la superficie de respuesta, se encuentran prácticamente comprendidos dentro de un intervalo inferior al $\pm 3\%$.

Comportamiento viscoso de la pasta fresca

En el diseño 2^3 factorial, utilizamos un nuevo factor controlable: la tensión de corte de la pasta fresca. Pareció oportuno, en ese momento, intentar clasificar el comportamiento reológico de la pasta fresca según algunos de los tipos conocidos: newtoniano, pseudoplástico, etc.(10).

Para ello se actuó sobre el punto central del diseño 2^3 factorial (3.300 cm^2/g superficie específica del filler, 20% de filler añadido y 0,50 de relación agua/cemento), construyendo el reograma tensión de corte-velocidad de corte (τ -D) (Figuras 6 y 7).

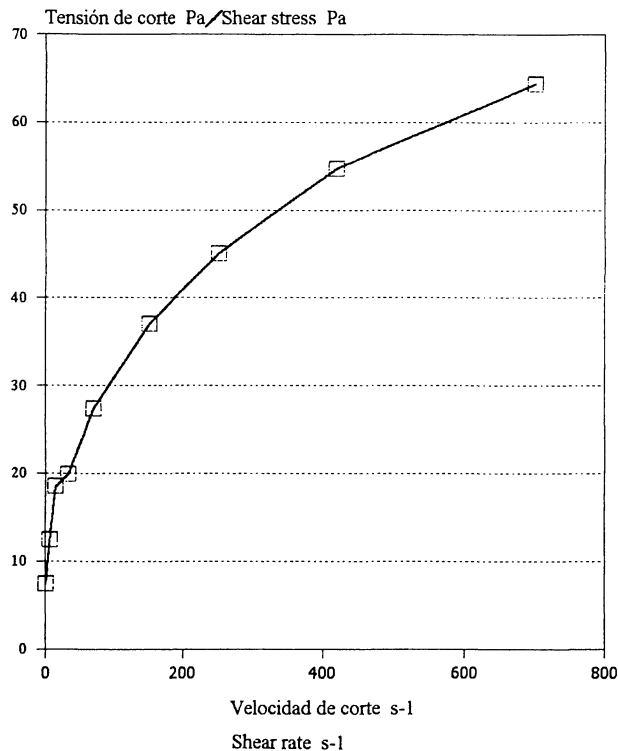


Figura 6.- Reograma. Punto Central Diseño 2^3 Factorial. Gráfico Aritmético.

Figure 6.- Rheogram. Central Point Design 2^3 Factorial. Arithmetical Graph.

with the combined effect of specific surface of filler and filler percentage proved to be insignificant at the level of 95%.

-The coefficient b_{123} associated with the combined effect of the three variables under study, also proved to be insignificant, as it has no appreciable influence over the shear stress.

- The observed deviations between experimental data and the data obtained from the equation of the surface response are found to be limited within an interval smaller than $\pm 3\%$.

Viscosity behavior of fresh paste

In the designs 2^3 factorials, a new controllable factor is used: the shear stress of fresh paste. It seemed opportune, at that moment, attempting to classify the rheological behavior of fresh paste according to some known types: newtonian, pseudoplastic, etc. (10).

For these actuated over the design central point 2^3 factorial (3.300 cm^2/g specific surface of filler, 20% percentage of added filler and 0.50 ratio water/cement), constructing the rheogram shear stress - shear rate (τ - D) (Figures 6 and 7).

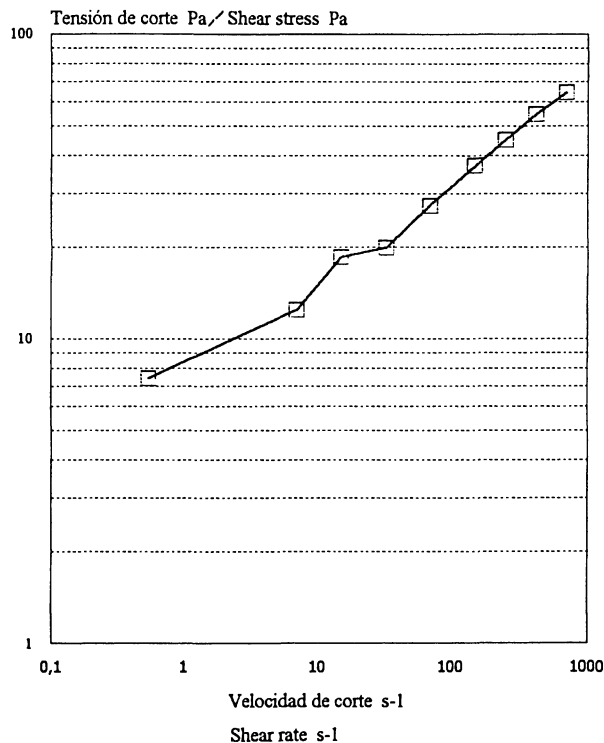


Figura 7.- Reograma. Punto Central Diseño 2^3 Factorial. Gráfico Logarítmico.

Figure 7.- Rheogram. Central Point Design 2^3 Factorial. Logarithmic Graph.

En ellos podemos observar lo siguiente:

-La pendiente del gráfico aritmético τ -D (Figura 6) disminuye al aumentar D. La viscosidad disminuye al crecer la velocidad de corte D (Figura 8).

-El gráfico log-log de la tensión de corte-velocidad de corte (Figura 7) presenta una amplia zona en línea recta.

-La pasta se comporta, pues, como un fluido pseudoplástico. No se ha detectado tramo recto en los gráficos τ -D, necesario para la definición como plástico de Bingham.

-La pasta también se comporta de forma tixotrópica ya, que los gráficos tensión de corte-tiempo (τ -t) son decrecientes a partir de una tensión de corte máxima.

From these the following observations are made:

-The slope of the arithmetic graph (τ - D) (Figure 6) is reduced on increase in D. The viscosity is reduced on increase of shear rate D (Figure 8).

-The graph log-log of the shear stress - shear rate (Figure 7) present a wide zone in straight line.

-The paste behaved then as a pseudoplastic fluid. In graphs τ -D a straight stretch has not been detected, necessary for the definition as Bingham plastic.

-The paste behaves in a thixotropic manner as well, now that the graphs shear stress-time (τ - t) are decreasing following maximum shear stress.

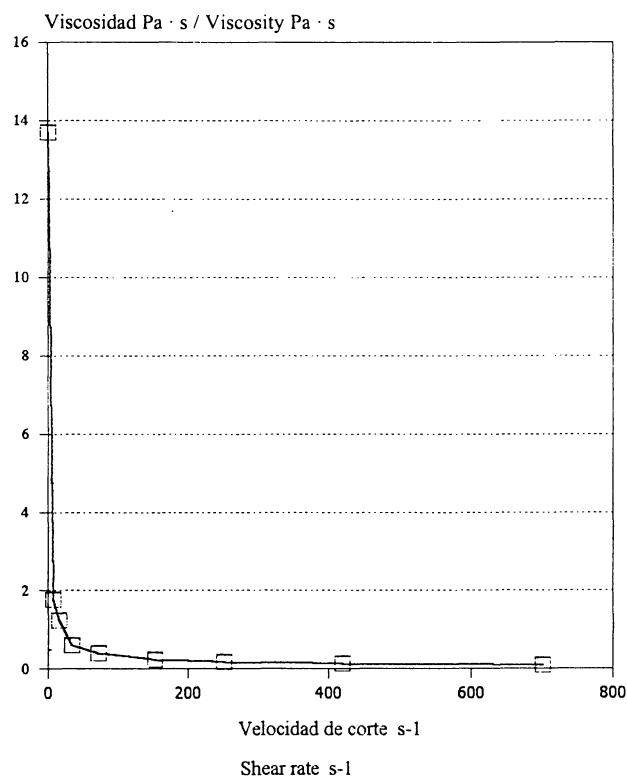


Figura 8.- Viscosidad-Velocidad de Corte. Punto Central Diseño 2^3 Factorial. Gráfico Aritmético.

Figure 8.- Viscosity-Shear Rate. Central Point Design 2^3 Factorial. Arithmetical Graph.

CONCLUSIONES

1. El incremento de la superficie específica del filler añadido hace disminuir la tensión de corte para las relaciones agua/cemento bajas y para relaciones agua/cemento altas se produce un aumento irrelevante de la tensión de corte.

CONCLUSIONS

1. Increasing the specific surface of the added filler produces a reduction in shear stress for low W/C ratios and for high water/cement ratios an irrelevant increase in shear stress is produced.

El efecto del porcentaje de filler añadido es análogo al de la superficie específica. En la práctica, y para relaciones agua/cemento pequeñas, los cementos con más filler dolomítico y con mayor superficie específica del mismo necesitarán menor energía de compactación.

2. El sistema pasta (cemento-filler-agua) tiene un comportamiento reológico pseudoplástico.

3. El principio y fin de fraguado del cemento, no se ve influenciado por la adición de filler dolomítico ni por la superficie específica del mismo.

4. Los ensayos de penetración de sonda y de escurrimiento en mesa de sacudidas, presentan dispersiones que los hacen insensibles a las influencias de la adición de filler y de la superficie específica de éste. La medición del escurrimiento en mesa de sacudidas es inviable cuando se trabaja con relaciones agua/cemento bajas.

The effect of added filler percentage is analogous to that of specific surface. In practice, and for small water/cement ratios, cements with dolomite filler and with large specific area need less energy of compaction.

2. The paste system (cement-filler-water) has a rheological pseudoplastic behaviour.

3. The initial and final of cement setting, do not appear to be influenced by the addition of dolomite filler nor by its specific surface.

4. Tests of probe penetration and flow table, present dispersions that make them insensitive to the influence of filler addition and to its specific surface. Flow table measurement is not viable on low water/cement ratios.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) Calleja, J., "Adiciones y cementos con adiciones", Cemento-Hormigón, 594, 1983, 439-459.
- (2) Dutrón, P., "La respuesta de la industria cementera a los problemas económicos y técnicos actuales". Coloquio internacional sobre escorias y cementos con adiciones, Mons. Bélgica, 1981.
- (3) Escorihuela, M. J.; Menéndez, I.; Triviño, F.; Hernández, F.; Hurtado, N. y Martín, M.A., "Influencia del filler calizo en morteros de cemento portland". Materiales de Construcción, 43, 229, 1993, 17-24.
- (4) Salas, J., "Comportamiento puzolánico de las cenizas de cáscara de arroz en hormigones: agua de amasado y condiciones de curado". Ciclo de conferencias sobre las puzolanas naturales, cenizas volantes y similares en la construcción, cemento y hormigón. Escuela de organización industrial, Madrid, 1988.
- (5) UNE-EN-196-3, "Métodos de ensayo de cementos. Determinación de los cementos naturales rápidos, AENOR, Madrid, 1986.
- (6) UNE-80116/86, "Métodos de ensayo de cementos. Determinación de los cementos naturales rápidos, AENOR, Madrid, 1986.
- (7) Haake Information, "Introducción a la reología y la viscosimetría". Haake, Karlsruhe, Alemania, 1980.
- (8) Ministerio de Fomento, "Instrucción para la recepción de cementos R.C.-97", Centro de publicaciones, Madrid, 1997.
- (9) Luna Blanco, S.; "Principio y fin de fraguado. Estudio crítico-comparativo del método de ensayo", Cemento-Hormigón, 639, 1987, 149-157.
- (10) Coulson, J. M.; Richardson, J. S.: "Chemical engineering", 2, 2ª edición, Pergamon press, Oxford, U.K., 1968.

* * *