



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005
PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE
AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4.**

Raquel Noemy Saquec González

Asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra y
coasesorado por la Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco

Guatemala, febrero de 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005
PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE
AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4.**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

RAQUEL NOEMY SAQUEC GONZÁLEZ

ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA Y
COASESORADO POR LA LICDA. INGRID LORENA BENÍTEZ PACHECO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, FEBRERO DE 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Luis Diego Aguilar Ralón
VOCAL V	Br. Christian Daniel Estrada Santízo
SECRETARIA	Ing. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. Orlando Posadas Váldez
EXAMINADOR	Ing. Carlos Salvador Wong Davi
EXAMINADOR	Ing. Erwin Manuel Ortiz Castillo
SECRETARIA	Ing. Lesbia Magalí Herrera López

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005
PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE
AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4.**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 25 de enero de 2017.



Raquel Noemy Saquec González

Guatemala, 17 de octubre de 2018

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
Director Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala
Presente

Estimado Ingeniero Wong:

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y dado mi aprobación al informe final del Trabajo de Graduación **“VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005 PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4.”**, de la estudiante de Ingeniería Química Raquel Noemy Saquec González quien se identifica con el carné número 2013-18597 y CUI 2714995910407.

Sin otro particular me suscribo de usted.

Atentamente,



Ing. Qco. César Alfonso García Guerra
Asesor
César Alfonso García Guerra
INGENIERO QUIMICO
COLEGIADO No. 145

Guatemala, 17 de octubre de 2018

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
Director Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala
Presente

Estimado Ingeniero Wong:

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y dado mi aprobación al informe final del Trabajo de Graduación **“VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005 PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4.”**, de la estudiante de Ingeniería Química Raquel Noemy Saquec González quien se identifica con el carné número 2013-18597 y CUI 2714995910407.

Sin otro particular me suscribo de usted.

Atentamente,



Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco
Co-asesora

Licda. Ingrid Lorena Benítez P.
Co-asesora
Maestría en Ciencias y Tecnología
del Medio Ambiente
Colegiado No. 1974



Guatemala, 12 de noviembre de 2018.
Ref. EIQ.TG-IF.056.2018.

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **072-2016** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

**INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN
-Modalidad Seminario de Investigación-**

Solicitado por la estudiante universitaria: **Raquel Noemy Saquec González.**
Identificada con número de carné: **2714 99591 0407.**
Identificada con registro académico: **2013-18567.**
Previo a optar al título de **INGENIERA QUÍMICA.**

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

**VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005
PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE
AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por: **Ing. César Alfonso García Guerra y Licda. Ingrid Lorena Benitez Pacheco.**

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.



"ID Y ENSEÑADA A TODOS"

Inga. Mercedes Esther Roquel Chávez
COORDINADORA DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo



Ref.EIQ.TG.016.2019

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **RAQUEL NOEMY SAQUEC GONZÁLEZ** titulado: **"VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005 PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Carlos Salvador Wong Davi
Director
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, febrero 2019

FACULTAD DE INGENIERIA USAC
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
DIRECTOR

Cc: Archivo
CSWD/ale



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química del trabajo de graduación titulado: **VERIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS TÉCNICOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005 PARA LOS MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICO Y VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SÍLICE DISUELTA Y REDUCCIÓN EN LA ALCALINIDAD DE AGREGADOS FINOS, SEGÚN LA NORMA ASTM C289-07 INCISOS 8.3 Y 8.4** presentado por la estudiante universitaria: **Raquel Noemy Saquec González** y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, se autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.


Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano



Guatemala, Febrero de 2019

/echm

ACTO QUE DEDICO A:

Dios

Por ser mi fortaleza en los momentos de dificultad, por ser mi guía, por su amor y por permitirme alcanzar una meta más.

Mis padres

Arnulfo Saquec Gómez (q.e.p.d.) y Ruth González Morales, por su apoyo, y porque sin mi madre no hubiera sido posible llegar a este momento. Por darme su amor, su apoyo y sus consejos.

Mis amigos

Por ayudarme a terminar este trabajo, por compartir momentos de felicidad conmigo, por su apoyo y porque me han permitido formar parte de su vida.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser mi casa de estudio y darme las herramientas necesarias para poder desarrollarme como profesional. Por facilitarme el aprendizaje.
Asesor Ing. César García	Por compartir su conocimiento y su experiencia en el tema.
Coasesora Lic. Ingrid Benítez	Por tenerme paciencia, compartir su conocimiento y además permitirme adquirir más conocimientos.
LAFIQ	Por permitirme realizar este trabajo allí, así como el apoyo de sus practicantes y trabajadores.
Werner Florián	Por ayudarme a realizar este trabajo y compartir herramientas conmigo.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTADO DE SÍMBOLOS.....	VII
GLOSARIO.....	IX
RESUMEN.....	XIII
OBJETIVOS.....	XV
INTRODUCCIÓN.....	XVII
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación.....	6
1.3. Determinación del problema.....	8
1.3.1. Definición.....	8
1.3.2. Alcances y delimitación del problema.....	8
1.3.2.1. Alcances.....	8
1.3.2.2. Delimitación del problema.....	9
1.4. Hipótesis.....	9
2. MARCO TEÓRICO.....	11
2.1. Concreto.....	11
2.1.1. Definición de componentes del concreto y sus características.....	12
2.1.1.1. Pasta.....	12
2.1.1.2. Aditivos.....	12
2.1.1.3. Mortero.....	13
2.2. Agregados.....	15

2.2.1.	Clasificación de los agregados.....	15
2.2.2.	Impurezas en agregados.....	17
2.2.3.	Estabilidad de volumen	17
2.2.4.	Reacción álcali-agregado	17
2.2.5.	Esponjamiento de la arena.....	19
2.3.	Puzolanas	19
2.4.	Cenizas volantes (Fly-ash).....	20
2.5.	Mecanismo de expansión.....	21
2.6.	Fases del agrietamiento	22
2.7.	Análisis instrumental	23
2.7.1.	Conceptos básicos del análisis instrumental.....	23
2.7.1.1.	Radiación electromagnética	23
2.7.1.2.	Longitud de onda.....	24
2.7.1.3.	Espectro electromagnético	24
2.7.2.	Absorción de radiación.....	25
2.8.	Ley de Beer-Lambert.....	26
2.9.	Titulación ácido-base	27
2.9.1.	Titulación ácido fuerte-base fuerte	28
2.9.2.	Estandarización de soluciones básicas.....	29
2.10.	Acreditación de laboratorios.....	29
2.10.1.	Selección de métodos	30
2.10.1.1.	Métodos no normalizados	30
2.10.1.2.	Métodos normalizados	31
2.10.1.2.1.	Norma ASTM C289-07	31
2.10.2.	Verificación de un método	32
2.10.3.	Parámetros estadísticos para la verificación de un método	34
2.10.3.1.	Especificidad	34
2.10.3.2.	Linealidad	35

	2.10.3.3.	Valor predictivo positivo	35
	2.10.3.4.	Valor predictivo negativo	36
	2.10.3.5.	Exactitud relativa	36
	2.10.3.6.	Límite de detección.....	36
	2.10.3.7.	Incertidumbre.....	37
	2.10.3.8.	Repetibilidad	38
3.		DISEÑO METODOLÓGICO	39
	3.1.	Variables.....	39
		3.1.1. Variables respuesta	42
	3.2.	Delimitación del campo de estudio	44
	3.3.	Obtención de las muestras	45
	3.4.	Diseño de tratamientos.....	46
	3.5.	Recursos humanos disponibles.....	48
	3.6.	Recursos materiales disponibles	48
		3.6.1. Reactivos	48
		3.6.2. Equipo	49
		3.6.2.1. Instrumentos de medición.....	49
		3.6.2.2. Equipo auxiliar	50
	3.7.	Técnica cuantitativa.....	51
	3.8.	Recolección y ordenamiento de la información	51
		3.8.1. Procedimiento para la recolección interna de las muestras a analizar	52
		3.8.2. Procedimiento para la selección y preparación de las muestras a ensayar.....	52
		3.8.3. Procedimiento de reacción de la muestra a ensayar.....	52
		3.8.4. Procedimiento para el análisis del filtrado	53

3.9.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.....	53
3.10.	Análisis estadístico.....	53
3.11.	Plan de análisis de los resultados	54
3.11.1.	Métodos y modelos de los datos según tipo de variables	55
3.11.1.1.	Especificidad	55
3.11.1.2.	Exactitud relativa	56
3.11.1.3.	Límite de detección	56
3.11.1.4.	Linealidad	57
3.11.1.5.	Repetibilidad.....	58
3.11.1.6.	Valor predictivo negativo	58
3.11.1.7.	Valor predictivo positivo	59
3.11.2.	Programas por utilizar para análisis de datos.....	60
4.	RESULTADOS.....	61
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	69
	CONCLUSIONES.....	75
	RECOMENDACIONES	77
	BIBLIOGRAFÍA.....	79
	APÉNDICES.....	83
	ANEXOS.....	179

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Composición del concreto	12
2.	Efectos de la reacción álcali-sílice (ras) en el diseño de mezcla del concreto	18
3.	Esquema gráfico de la activación alcalina de cenizas volantes	21
4.	Regiones del espectro electromagnético	24
5.	Región de error de un método.....	38
6.	Diagrama para la clasificación de arenas inocuas y deletéreas de acuerdo con la figura x.1.1 de la norma ASTM C289-07*	63
7.	Espectro de fluorescencia de rayos x rango bajo de la arena estándar 30-60	64
8.	Espectro de fluorescencia de rayos x rango medio de la arena estándar 30-60	64
9.	Espectro de fluorescencia de rayos x rango bajo de la arena estándar 20-60	65
10.	Espectro de fluorescencia de rayos x rango medio de la arena estándar 20-60	65

TABLAS

I.	Tipos de morteros y sus variaciones de proporciones	14
II.	Clasificación de los agregados según su tamaño	16
III.	Parámetros para la validación y verificación de un método.....	33

IV.	Variables independientes del diseño experimental y condiciones ambientales.....	40
V.	Variables dependientes del diseño experimental.....	41
VI.	Acciones que deben realizarse para cumplir con los requisitos técnicos de la norma iso/iec 17025:2005.....	42
VII.	Criterios por evaluar y su respectivo criterio de aceptación.....	43
VIII.	Puntos de recolección para las 15 muestras a analizar (no estandarizadas).....	45
IX.	Repeticiones correspondientes a cada parámetro a evaluar y criterio de aceptación.....	47
X.	Diseño aleatorizado del análisis de varianza de un factor.....	54
XI.	Descripción de la curva de calibración del método espectrofotométrico.....	61
XII.	Descripción de la curva de calibración del método volumétrico.....	62
XIII.	Límite de detección para el método espectrofotométrico y volumétrico.....	62
XIV.	Porcentaje de recuperación para la exactitud relativa de los métodos espectrofotométrico y volumétrico.....	66
XV.	Repetibilidad del ensayo astm c89-07 por intercomparación utilizando arena estándar 30-60.....	66
XVI.	Repetibilidad del ensayo astm c289-07 por intercomparación utilizando arena vigua.....	67

LISTADO DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
A	Absorbancia
HCl	Ácido clorhídrico
cs	Centisegundo
Sc	Concentración de óxido de silicio (SiO ₂) mmol/L en el filtrado original
r²	Coeficiente de determinación
s_B	Desviación estándar del blanco
F	Estadístico F
FN	Falso negativo
FP	Falso positivo
g	Gramos
NaOH	Hidróxido de sodio
b	Intercepto de la curva
OH⁻	Ion hidróxilo
LOD	Límite de detección
\overline{y}_B	Media de la concentración del analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco
N	Normalidad
m	Pendiente de la curva de calibración
%R	Porcentaje de recuperación
Rc	Reducción en la alcalinidad, mmol/L
R	Repetición
T	Transmitancia

VPN

Valor predictivo negativo

VPP

Valor predictivo positivo

GLOSARIO

Acreditación	La acreditación de un laboratorio es una manera de reconocer formalmente la competencia técnica del mismo para efectuar tipos de ensayos o calibraciones específicas.
Agregado	Son materiales que forman una proporción significativa de la mezcla de diseño del concreto y son derivados de la trituración artificial o natural de distintas piedras.
Amorfo	Es una estructura de la materia sólida, líquida o bien gaseosa, que carece de una forma y cara definida, pero su estructura es ordenada.
Analito	Es el compuesto de interés analítico en una muestra.
ASTM	Sociedad Americana de Ensayo de Materiales (ASTM por sus siglas en inglés), es una organización que desarrolla y publica normas técnicas para una vasta cantidad de materiales, sistemas, productos y servicios.
Blanco	Son disoluciones que contienen todas las sustancias que se requieren en un análisis, pero no se incluye el

analito. El blanco demuestra la contaminación de fuentes externas al analito en la muestra.

Deletéreo

En el caso de los agregados, se dice que estos son deletéreos cuando sus propiedades físicas o químicas son perjudiciales para las mezclas de diseño de concreto.

Espectrofotometría

Es un método óptico que mide la cantidad de energía radiante que absorben especies determinadas en función de la longitud de onda.

Espectrofotómetro

Es un instrumento que tiene la capacidad de tasar la cantidad de energía de radiación electromagnética emitida o absorbida por una sustancia y de acuerdo a ello se puede conocer la concentración del analito.

Inocuo

Se considera un agregado como inocuo cuando sus elementos constituyentes no participan en reacciones químicas dañinas para el diseño de mezcla del concreto.

ISO

La Organización Internacional de Normalización (ISO por sus siglas en inglés) crea estándares a nivel internacional, incluyendo en sus publicaciones guías, especificaciones técnicas, etc.

Normalidad

La normalidad es la forma de expresar la concentración de una sustancia, que se define como

la razón entre los equivalentes gramo de un soluto y el volumen de la disolución.

OGA	Oficina Guatemalteca de Acreditación, institución que aplica y administra la acreditación a nivel nacional.
UV-VIS	Región del espectro electromagnético con longitudes de onda entre 380 y 780nm, donde el haz de luz es perceptible al ojo humano.
Validación	Es corroborar mediante el suministro de evidencia objetiva que se han efectuado correctamente los requisitos de una norma, para una utilización o aplicación específica prevista.
Verificación	Es constatar por medio del aporte de pruebas objetivas que se han cumplido los requisitos especificados en una norma.
Volumetría	Es un método de análisis que se basa en la medida precisa del volumen de una disolución de concentración conocida necesaria que reacciona estequiométricamente con el analito de una muestra.

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se presenta la evaluación que se realizó con base en los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005 de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para las determinaciones de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos, según norma ASTM C289-07 incisos 8.3 y 8.4. La verificación de los requisitos técnicos se realizó en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII) de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

La verificación de los requisitos de la norma ISO/IEC 17025:2005 se logró evaluando el desempeño de los métodos espectrofotométrico y volumétrico por medio de los parámetros de calidad de: linealidad, límite de detección, valor predictivo negativo, valor predictivo positivo, especificidad, exactitud relativa y repetibilidad. Para lograr los objetivos planteados se analizaron agregados finos provenientes de los departamentos: Alta Verapaz, Chimaltenango, Guatemala (departamento), Baja Verapaz, Sacatepéquez, Escuintla y Santa Rosa; arena VIGUA y arenas estándar 30-60 y 20-60.

Al completar la verificación de los métodos espectrofotométrico y volumétrico, se logró mejorar la linealidad del segmento de la curva de calibración existente. Además, ya que se cumplió con los criterios de aceptación dados por la Oficina Guatemalteca de Acreditación (OGA) para los parámetros evaluados, se consideró el método de reactividad potencial de la norma ASTM C289-07 como verificado.

OBJETIVOS

Objetivo general

Verificar los requisitos técnicos de la norma ISO 17025:2005 de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos, según la norma ASTM C289-07 incisos 8.3 y 8.4, a realizarse en el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos LAFIQ de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC.

Objetivos específicos

1. Describir la linealidad del método espectrofotométrico mediante una gráfica absorbancia en función de la concentración de sílice a 410nm.
2. Describir la linealidad del método volumétrico mediante una gráfica del volumen de HCl consumido en función de la concentración de hidróxido de sodio.
3. Calcular el límite de detección para el método espectrofotométrico y volumétrico para la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos.
4. Determinar las probabilidades de obtener un valor predictivo negativo y un valor predictivo positivo para los métodos espectrofotométrico y

volumétrico, para la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos.

5. Establecer la especificidad de los métodos espectrofotométrico y volumétrico en la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos según norma OGA-GEC-016 inciso 2.1.4.
6. Especificar la exactitud relativa de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos.
7. Estimar la repetibilidad de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para la determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos.

INTRODUCCIÓN

La gestión de calidad de los laboratorios es importante en cuanto a su imagen, pero también en la confiabilidad de los resultados que son emitidos. También los requerimientos de calidad que han surgido en la industria de la construcción son importantes, ya que sin estos se obtendrían obras de construcción de mala calidad. Los agregados finos que forman parte del diseño de mezcla del concreto le confieren a este ciertas propiedades mecánicas, físicas y químicas, por lo que su uso en dicha industria es importante. La importancia de la calidad de los agregados se refleja en la justificación, así como en el marco teórico del presente estudio.

El Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII) lleva a cabo el ensayo de reactividad potencial de agregados, el cual se realiza por medio de los métodos espectrofotométrico y volumétrico. Mediante estos ensayos se establece si existe o no reacción álcali-sílice de los agregados. Entonces, a través de esta prueba se determina la calidad del agregado. Como se mencionó, la gestión de la calidad de los laboratorios es importante, por lo que el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) se interesa en la gestión de calidad de los métodos que realiza. En el año 2013 se realizó la validación de los requisitos técnicos de la norma COGUANOR/NTG/ISO/IEC 17025, que es equivalente a la norma ISO/IEC: 17025:2005, en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos. La validación de los requisitos técnicos se encuentra como principal antecedente del presente trabajo de investigación.

Sin embargo, la norma ISO/IEC 17025:2005 resalta la importancia de que un laboratorio verifique el método que utiliza, que previamente tuvo que ser validado. Esto se refleja a lo largo de todo el trabajo, y el fin de la verificación de los métodos espectrofotométrico y volumétrico es poder acreditar el ensayo de reactividad potencial en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

La clasificación de agregados finos como inocuos, deletéreos o potencialmente deletéreos es de gran importancia en la infraestructura industria de la construcción, porque de ello depende la calidad del diseño de mezcla para concretos. Esta evaluación se determina mediante el ensayo de reactividad potencial, el cual utiliza el método espectrofotométrico (o gravimétrico) y volumétrico para determinar la sílice disuelta en agregados finos, así como la reducción en la alcalinidad. La importancia en Guatemala con relación a los ensayos anteriormente mencionados, que están evaluados mediante la norma ASTM C289-07, refiere que existen varios trabajos de graduación que se han realizado sobre este aspecto, de los cuales a continuación se hará una breve descripción.

El trabajo de graduación de Victor Gabriel Rolando Mendoza Camey, se tituló *Evaluación de la calidad de agregados para concreto, en el departamento de Totonicapán*. Este trabajo de graduación pertenece a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala y fue presentado en el año 2008. En el trabajo de graduación de Mendoza Camey los objetivos propuestos se enfocaron en analizar muestras provenientes de un banco de la Aldea Vásquez ubicado en el km. 170 de la Carretera Interamericana CA-1, y del Río Salamá en el Municipio de San Cristóbal del Departamento de Totonicapán (aproximadamente a 5 km de Cuatro Caminos). De las muestras extraídas de dichos lugares, dos fueron de agregado fino y una de grueso.

Se utilizó la norma ASTM C-33: *Especificación estándar para agregados de concreto*, para analizar las propiedades físicas de los agregados; la norma ASTM C-131: *Método de ensayo estándar para resistencia a la degradación del agregado por abrasión en la máquina de los ángeles*, para determinar las propiedades mecánicas de los agregados, y para la bondad de los mismos se utilizó la norma ASTM C-88: *Método de ensayo estándar para desgaste de agregados por el uso de sulfato de sodio o sulfato de magnesio*. Además, se utilizó el examen petrográfico para conocer las propiedades químicas y mineralógicas mediante la norma ASTM C-292; y la norma ASTM C-289 para el ensayo de la reactividad potencial de los agregados.

Las conclusiones de este estudio fueron que los agregados tanto gruesos como finos de estos bancos no son aptos para el diseño de mezclas en la elaboración del concreto con cemento Portland.

El trabajo de graduación de Diana Carolina Sierra Lemus se tituló *Sustancias reactivas nocivas en los agregados para concreto*, el cual pertenece a la carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presentado en el año 2006.

En el trabajo de graduación de Sierra Lemus se utilizaron tres muestras de arenas de ríos, dos muestras de arena y pedrín de cantera, todas provenientes del área metropolitana de Guatemala. En dicho estudio, para lograr los objetivos propuestos, se hizo uso de las normas ASTM C40, AASHTO TP57-99, ASTM C289, ASTM C1260, ASTM C586, UNE 146507-2 y la norma ASTM C295.

Este estudio no hace conclusiones concretas acerca de la norma ASTM C289, tampoco hace referencia a en qué lugar específicamente se tomaron las muestras. Sin embargo, hace mención acerca de que la mayoría de los

agregados del área metropolitana de Guatemala pueden llegar a ser potencialmente reactivos con los álcalis.

El trabajo de graduación de Evelyn Elizabeth Ortiz de León se tituló *Calidad de agregados producidos en Guatemala*, el cual pertenece a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presentado en el año 2004. El interés del estudio es resaltar la importancia de la calidad de los agregados, ya que son utilizados en gran cantidad. Los agregados finos y gruesos que se usaron para dicho trabajo de graduación fueron producidos en varias plantas trituradoras del país (una planta por ubicación), ubicadas en: Ciudad de Guatemala, Amatitlán, Mazatenango, Escuintla y Quetzaltenango.

En conclusión, el estudio definió que los agregados que fueron evaluados son de buena calidad para su utilización en diseño de mezclas de concreto, pero que tanto los agregados finos como gruesos tienen características que deben tomarse en cuenta en el diseño de mezcla de concreto.

El trabajo de graduación de Willian Alfredo Mayén Mayén se tituló *Análisis y caracterización física, mecánica, química y petrográfica de agregados de dos bancos del municipio de Palencia y uno del municipio de Sanarate*, pertenece a la carrera de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presentado en el año 2012. Los bancos estudiados fueron Las Cañas, ubicado en la aldea Las Hormigas (km.4.5 carretera ruta al Atlántico), el segundo banco se encuentra a 19km. de la capital (carretera que conduce a San José del Golfo) y el tercero en el Río El Molino.

Para evaluar las propiedades químicas, físicas y mecánicas de los agregados se utilizaron los ensayos especificados bajo las normas ASTM C-33

y ASTM C-131; el análisis petrográfico de los agregados se realizó bajo la norma ASTM C-295-08 y se complementó la descripción de las propiedades mediante el ensayo de reactividad potencial de los agregados bajo la norma ASTM C-289. Los resultados de los agregados relacionados con la norma ASTM C289-07 concluyeron sobre la calidad de los agregados, siendo que estos son inocuos.

El trabajo de graduación de Raúl Armando Salguero Girón se tituló *Examen de calidad de agregados para concreto de dos bancos en la Ciudad de Quezaltenango*, se realizó para conferirle el título de ingeniero civil y se presentó en el año 2004 a través de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala. Al igual que en otros trabajos de graduación, se analizaron las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los agregados con base en varias normas ASTM, en donde se utilizó la norma ASTM C289 para evaluar su reactividad potencial.

La conclusión del estudio fue que los agregados provenientes de dos bancos ubicados en la ciudad de Quetzaltenango son perjudiciales y no son factibles para la fabricación de concreto con cemento Portland, pero los resultados de la reactividad potencial de los agregados finos y gruesos mostraron que estos son inocuos.

Los agregados finos y gruesos han sido objeto de estudio en la Universidad de San Carlos de Guatemala, sin embargo, la prueba de la reactividad potencial álcali-sílice (norma ASTM C289-07) se ha realizado para describir algunas de las propiedades de los agregados.

Primordialmente, cabe mencionar la tesis realizada por Brenda Edith Marisol Barrios Fernández, la cual se tituló *Evaluación del cumplimiento de*

requisitos técnicos de la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la norma ASTM C289-07, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. La evaluación del cumplimiento de los requisitos para la realización del ensayo de reactividad potencial de los agregados fue realizada en el año 2013. Con dicho estudio se ponderó el cumplimiento de cada requisito técnico del ensayo de reactividad potencial, mediante la documentación existente en dicho laboratorio; y se categorizaron 3 tipos de agregados para cuantificar los parámetros de desempeño del método espectrofotométrico y volumétrico. La conclusión del trabajo de graduación es que el cumplimiento de los requisitos técnicos de la norma ASTM C289-07 es parcial y que la metodología propuesta por la norma se puede realizar con un desempeño óptimo en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) de la Sección de Química Industrial (QI) del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII).

En este estudio se presentará la verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005d, el método espectrofotométrico y volumétrico para la realización del ensayo de la determinación de álcali-sílice disuelto y la reducción de alcalinidad en agregados finos (reactividad potencial), según la norma ASTM C289-07 inciso 8.3 y 8.4. Esto se hace con el fin de respaldar que las pruebas realizadas en el LAFIQ mediante el método espectrofotométrico y volumétrico, según la norma ASTM C289-07 inciso 8.3 y 8.4, cumplen con los parámetros indicados en la norma, confiriéndole confiabilidad a los resultados.

1.2. Justificación

Los agregados se encuentran en alta proporción respecto a los demás componentes dentro del diseño de mezcla del concreto, estas proporciones pueden variar del 51% al 75%. Las propiedades tales como la porosidad o densidad, forma, granulometría y textura de la superficie determinan las propiedades del concreto, así como el costo. Cantidades perjudiciales de sílice en los agregados dan lugar a la reacción álcali-sílice en la mezcla de concreto. Esto produce expansión y agrietamiento en el concreto, que afecta directamente a la pérdida de resistencia, elasticidad y durabilidad del concreto.

En Guatemala se conoce parcialmente sobre la química del cemento, y cómo las características de los agregados (a nivel micro) afectan las propiedades del concreto (a nivel macro) y su diseño de mezcla. En el Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería de la USAC se realiza la prueba de reactividad potencial, por medio de la cual se examina la calidad de los agregados, es decir, si son inocuos o perjudiciales (deletéreo) para el diseño de mezcla de concreto a partir de los parámetros de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad.

En un período de 7 años (01/2005 – 10/2012) la demanda del ensayo de reactividad potencial fue del 54.51% sobre los ensayos totales, de los cuales los ensayos cobrables son del 67.18%. El ensayo de reactividad potencial de agregados tiene un costo de Q645 según el arancel del Centro de Investigaciones de Ingeniería, por lo que indica que es un ingreso significativo para el mismo.¹ La norma ISO/IEC 17025:2005, así como la norma OGA-GEC-

¹ BARRIOS FERNÁNDEZ, Brenda. *Evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos de la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la norma ASTM C 289-07, que se implementará en el Laboratorio de*

016, resaltan la importancia de la verificación de un método normalizado. Previo a la verificación de un método, se realiza la validación. Actualmente el método espectrofotométrico y volumétrico para el ensayo de reactividad potencial álcali-sílice se encuentra validado en el Laboratorio de Análisis Físicoquímico (LAFIQ).

La verificación de un método normalizado se realiza con el propósito de que el laboratorio demuestre que domina el ensayo y que su uso corresponde a aquel para el que fue previsto. También demuestra que el laboratorio es competente y además le confiere veracidad, así como confiabilidad a los resultados. A través de este estudio se logrará complementar la acreditación del Laboratorio de Análisis Físicoquímicos, a través de la verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005, para la prueba de la reactividad potencial de álcali-sílice de agregados finos mediante los métodos espectrofotométrico y volumétrico.

1.3. Determinación del problema

Para iniciar con el presente trabajo de investigación fue necesario definir el problema, el alcance y la delimitación de este para uno de los ensayos más realizados en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ).

1.3.1. Definición

¿Qué implicaciones tendría la verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005 de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para la realización del ensayo de la reactividad potencial de agregados finos según la norma ASTM C289-07 inciso 8.3 y 8.4, que se realizará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala?

1.3.2. Alcances y delimitación del problema

A continuación se presentan los alcances de la investigación que contienen los parámetros a evaluar, así como la delimitación del problema que establece el material a utilizar y sus restricciones.

1.3.2.1. Alcances

Esta investigación evaluará que el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería es competente y utiliza correctamente la metodología que se describe en la norma ASTM C289-07, inciso 8.3 del método espectrofotométrico y 8.4 del método volumétrico, para la determinación de la sílice disuelta y

reducción en la alcalinidad de agregados finos en cumplimiento del inciso 5.4.2 de la norma ISO/IEC 17025:2005. Se verificarán los parámetros de calidad: especificidad, valor predictivo negativo, valor predictivo positivo, exactitud relativa, linealidad, límite de detección y repetibilidad.

1.3.2.2. Delimitación del problema

El Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) realiza diversas pruebas a agregados y concretos, los cuales están descritos en el arancel del Centro de Investigaciones. En dicho arancel del Centro de Investigaciones se encuentran las categorías de ensayos de agregado grueso, otros ensayos y ensayos de agregado (fino y grueso), entre los cuales se encuentra el ensayo de reactividad potencial. En el presente estudio no se estima el uso de agregado grueso como materia prima, ya que el agregado grueso puede ser convertido por trituración en agregado fino. Por lo tanto, solamente se considera el uso de agregados finos como materia prima.

Respecto a los agregados finos, se tiene la limitante de que al menos dos muestras sean categóricas inocuas e igualmente se conozca la concentración de sílice en la muestra para la determinación de los parámetros de calidad. Esta limitante requiere la obtención de arenas estandarizadas, ya que se conoce su concentración de sílice.

1.4. Hipótesis

- Hipótesis de trabajo

Es posible implementar la verificación de los métodos espectrofotométrico y volumétrico para la determinación de sílice disuelta y reducción en la

alcalinidad de agregados finos con base en la norma ASTM C289-07 incisos 8.3 y 8.4, con el propósito de que el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería demuestre que domina el ensayo y que es apto para realizarlo.

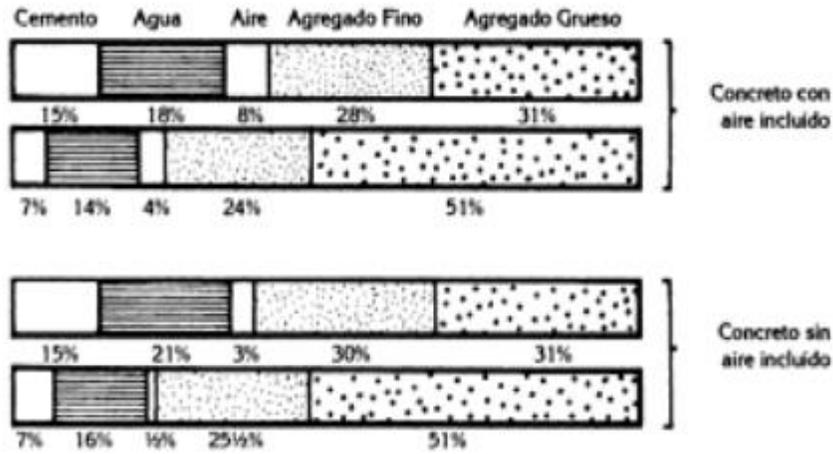
2. MARCO TEÓRICO

2.1. Concreto

El concreto es una mezcla de cemento aglutinante (cemento Portland hidráulico), agregados, agua y, dependiendo de las características que quieran lograrse, aditivos. La mezcla de estos componentes hace que la mezcla (concreto) se compacte y tenga una resistencia elevada a los esfuerzos de compresión y baja a la tracción.

Los aditivos, al igual que los demás componentes, se pueden encontrar en diversas composiciones dentro de la masa global. A continuación se muestra una figura que presenta la composición del concreto y la variabilidad en proporción de sus materiales:

Figura 1. **Composición del concreto**



Fuente: SÁNCHEZ, Diego. *Tecnología del concreto y mortero*. p. 22.

2.1.1. Definición de componentes del concreto y sus características

A continuación se describe brevemente los componentes del concreto y sus características.

2.1.1.1. Pasta

Básicamente, la pasta es la mezcla de agua y cemento. Sin embargo, esta puede contener adicionalmente aditivos y aire, el cual puede estar atrapado naturalmente o añadido intencionalmente. La pasta es el medio ligante del concreto y se considera como la fase continua del mismo.

2.1.1.2. Aditivos

Los aditivos en los morteros o cementos tienen distintos fines, los cuales pueden ser retardantes, acelerantes, reductores de agua, inclusores de agua,

puzolanas, etc. La elección del aditivo depende de qué propiedades del concreto se quieran modificar al momento del trabajo.

2.1.1.3. Mortero

Por otra parte también existe el mortero, que es la mezcla de la pasta, agua y agregado fino. El mortero es considerado el conglomerante del cemento, es decir que es el elemento que sirve de cohesión para los materiales de construcción como ladrillos, *blocks*, entre otros.

Los morteros bastardos o mixtos son en los que están involucrados dos aglomerantes siempre y cuando sean compatibles, como por ejemplo cemento y cal, yeso y cal, etc. Los morteros mixtos que están compuestos de cemento, cal y arena, tienen la característica de que si el mortero tiene más contenido de cemento será más resistente; si, por el contrario, este tiene más contenido de cal, será más flexible. Estos, al igual que los agregados, tienen clasificaciones según el aglomerante (pasta). Los morteros se pueden clasificar como hidráulico o aéreo. En la siguiente tabla se encontrarán las variaciones de proporciones de los componentes del mortero de cemento y arena, y su posible aplicación.

Tabla I. Tipos de morteros y sus variaciones de proporciones

Tipo de mortero	Proporción en volumen		Kg de cemento por m ³ de mortero	Empleo preferente	Resistencia kg/cm ²
	Cemento	Arena			
Ricos	1	1	800	Bruñidos y revoques impermeables.	160
	1	2	600	Enlucidos, revoque de zócalos, corrido de cornisas	
	1	3	450	Bóvedas tabicadas, muros muy cargados, enlucidos de pavimento, enfoscados	
Ordinarios	1	4	380	Bóvedas de escalera, tabiques de rasilla	130
	1	5	300	Muros cargados, fábrica de ladrillos, enfoscados.	98
Pobres	1	6	250	Fábricas cargadas	75
	1	8	200	Muros sin carga	50
	1	10	170	Rellenos para solado	30

Fuente: SÁNCHEZ, Diego. *Tecnología del concreto y mortero*. p. 22.

Se describirá por aparte los agregados, ya que es extensa su descripción.

2.2. Agregados

Los agregados son los materiales que forman parte del concreto y además están embebidos en la pasta. Los agregados son de origen ya sea natural o artificial. Pueden ser de arena, grava, piedra triturada, escoria, arcillas expandidas, limaduras de hierro o *clinker*. Los agregados poseen características que influyen fuertemente el comportamiento final del concreto, entre estas características están:

- Granulometría
- Porosidad o densidad
- Propiedades mecánicas
- Configuración geométrica y textura de la superficie
- Estabilidad química

2.2.1. Clasificación de los agregados

Los agregados también son llamados áridos (materiales arenosos) y se pueden clasificar según su tamaño, procedencia y densidad.

- Clasificación según su tamaño: los tamaños de los agregados pueden ir desde pocos milímetros hasta algunos centímetros, esta es la forma más común para clasificarlos. Los agregados pueden ser finos y gruesos; las partículas de los agregados finos pueden ir desde un diámetro de 0.074 mm (74 μm) hasta un diámetro menor de 4.76 mm; los agregados finos, en otras palabras, constituyen arena. Por otra parte, los agregados gruesos son los que sus partículas van desde un diámetro superior a

4.76 mm. A continuación se presenta una tabla con las clasificaciones más específicas de los agregados según su tamaño:

Tabla II. **Clasificación de los agregados según su tamaño**

Tamaño de las partículas en mm	Denominación más corriente	Clasificación	Clasificación como agregado para concreto
Inferior a 0.002	Arcilla	Fracción muy fina	No recomendable
Entre 0.002-0.074	Limo		
Entre 0.074-4.76	Arena	Agregado fino	Material apto para producir concreto
Entre 4.76-19.1	Gravilla	Agregado grueso	
Entre 19.1-50.8	Grava		
Entre 50.8-152.4	Piedra		
Superior a 152.4	Rajón, piedra bola		

Fuente: Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Agrícola de Ciudad Real. *Tema 9: Morteros*. p. 2.

- Clasificación según su procedencia: como se mencionó, los agregados pueden ser naturales o artificiales. Los agregados naturales provienen de canteras de diversas rocas, depósitos de arrastres fluviales y piedras naturales. Los agregados artificiales son los que proceden de procesos industriales como el *clinker* o las arcillas expandidas, y generalmente son más pesados o ligeros que los agregados naturales.

- Clasificación según su densidad: el concreto que se puede llegar a producir puede ser ligero, normal o pesado, esto depende de la densidad del agregado que se añade a la mezcla. La densidad del agregado depende de la masa por volumen y también del volumen de los poros, esto es indiferente si son agregados naturales o artificiales.

2.2.2. Impurezas en agregados

Las impurezas orgánicas en los agregados pueden afectar en los tiempos de fraguado y endurecimiento. Las estructuras de concreto pueden reducir su durabilidad, así como hincharse debido a posibles partículas como las partículas suaves, el *chert* y otras partículas desmenuzables, grumos en la arcilla, lignito, etc. En especial, el carbón y el lignito pueden causar manchas en las superficies de hormigón.

2.2.3. Estabilidad de volumen

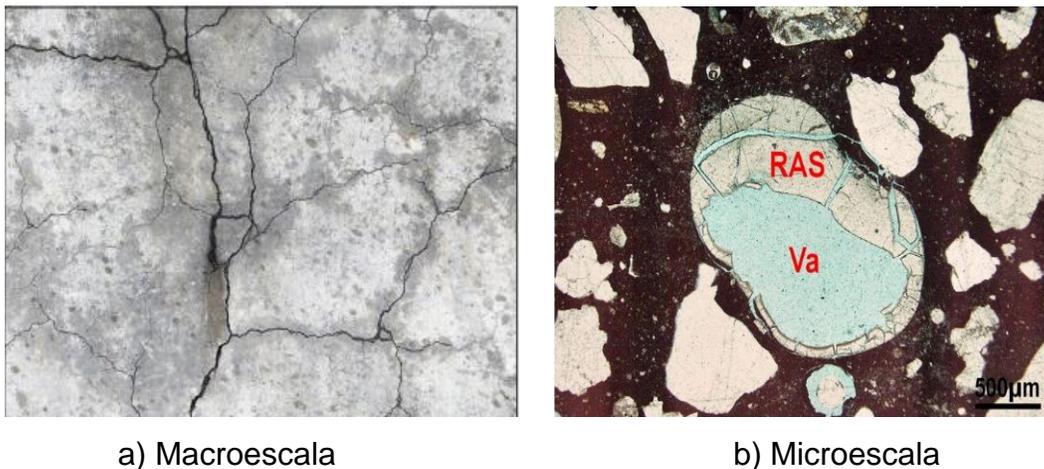
El agregado puede expandirse debido al calentamiento o a contracciones cíclicas cuando este se humedece o se seca. La estabilidad de volumen es la susceptibilidad del agregado hacia estos cambios, por lo tanto, debe evitarse que los agregados sufran cambios a causa de la humedad.

2.2.4. Reacción álcali-agregado

La reacción álcali-sílice puede darse por la presencia de carbonatos o sílices presentes en los agregados con los álcalis contenidos en el cemento Portland (Na_2O y K_2O). Esta reacción es perjudicial en las estructuras de concreto, ya que ocasiona agrietamiento grave, pérdida de la resistencia, hinchamiento y desintegración. Las condiciones a las que estén expuestas las

estructuras son influyentes, ya que son más evidentes cuando el concreto está en ambientes calientes y húmedos. A continuación se presentan los efectos de la reacción álcali-sílice a macroescala y microescala.

Figura 2. **Efectos de la reacción álcali-sílice (RAS) en el diseño de mezcla del concreto**



Fuente: a) ASMITIGATOR. *Neutralización de la reacción álcali-sílice con mezcla de cemento y piedra pómez a sólo centavos por metros*. p.1. b) Universidad Nacional de Colombia. *Doctorado en ingeniería civil se le mide a acabar con el cáncer del concreto*. p.1.

Ya que la reacción álcali-sílice es una reacción compleja, esta aparece cuando el material reactivo está en contacto con hidróxidos de sodio, calcio y potasio, que son derivados del cemento. Luego, el material reactivo y los hidróxidos reaccionan formando un complejo sólido. Este complejo sólido no es capaz de expandirse, y además está compuesto por álcalis, sílice, calcio y un gel; el gel es el componente capaz de expandirse al humedecerse. La reacción álcali-sílice es una combinación de dos factores: a) Cuando los álcalis del cemento están en cantidades por arriba de 0.60 por ciento en peso, que se expresan como Na_2O . b) Los agregados contienen cantidades significativas de sustancias reactivas como zeolita, heudonita, andesitas, calcedonia, etc.

La norma ASTM C289-07 indica dos diferentes métodos para determinar la reactividad potencial álcali-sílice de los agregados. Entre los métodos mencionados en la norma está el método gravimétrico y el método fotométrico. Otra norma relacionada puede ser la norma ASTM C1260-07, que sirve para determinar la reactividad potencial de las combinaciones de cemento-agregado por el método de barra de mortero, o la norma ASTM C1567, que determina lo mismo que la norma ASTM C1260-07, pero por el método de barra de mortero acelerado.

2.2.5. Esponjamiento de la arena

La arena que se humedece tiene un volumen más grande considerablemente debido a una película de agua que rodea a cada una de las partículas. La película de agua que se forma alrededor de las partículas de arena afecta ya sea en el mortero o en el concreto en sí, ya que inhiben el resbalamiento de las partículas entre sí, lo que conduce a que el volumen de la masa sea más grande de lo que en realidad es. El peso de la arena húmeda puede variar desde 1600 a 1800 kg/m³, mientras que el de la arena seca puede variar desde 1100 a 1600 kg/m³. Esto indica que si una arena se humedece su volumen puede variar desde un 30% a un 40%.

2.3. Puzolanas

Las puzolanas son materiales cementantes que reaccionan con el hidróxido cálcico y agua a temperaturas ordinarias, dando como resultado productos capaces de desarrollar resistencias. Se compone fundamentalmente de silicio o silicio y aluminio, el cual varía regularmente entre el 70 y el 80%, lo que les confiere un carácter ácido. La composición de las puzolanas está formada en gran mayoría por una fase vítrea y una fase cristalina, que es muy

pequeña. Entre las puzolanas también se pueden encontrar las rocas volcánicas y silíceas sedimentarias. La condición esencial para la buena calidad de las puzolanas es que contengan SiO_2 y Al_2O_3 en gran proporción y en la forma más reactiva posible, de tal manera que puedan combinarse con la cal apagada². Las puzolanas pueden ser naturales, son las siguientes: rocas volcánicas y rocas o suelos que contengan ópalo en su contenido silíceo; también las puzolanas pueden ser artificiales, entre las cuales están: cenizas volantes (fly-ash), arcillas activadas o calcinadas artificialmente, escoria de fundición y cenizas de residuos agrícolas. Los residuos de la calcinación de esquistos bituminosos también se consideran puzolanas.

La cantidad máxima de hidróxido de calcio con la que la puzolana se puede combinar se conoce como actividad puzolánica, que ocurre a una velocidad específica de reacción. La actividad puzolánica como tal depende de la naturaleza y proporción de las fases activas que están presentes. Los productos que pueden surgir de la reacción entre la puzolana y la cal son del mismo tipo que los productos de hidratación del cemento Portland. Entre estos se puede mencionar a los silicatos cálcicos hidratados (CSH), sílico-aluminatos cálcicos hidratados (CSAH) y aluminatos cálcicos hidratados (CAH). La actividad de las puzolanas de origen mineral se atribuye a constituyentes amorfos y cristalinos de naturaleza zeolítica.

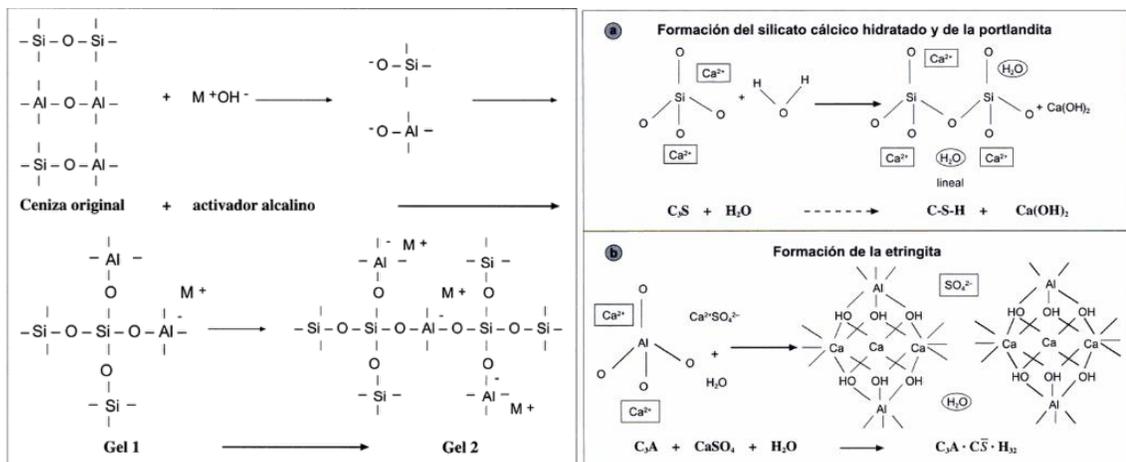
2.4. Cenizas volantes (Fly-ash)

La activación alcalina de las cenizas volantes implica la transformación del componente vítreo de las mismas en estructuras cementantes compactas. Su pH de activación es fuertemente alcalino, ya que es un pH mayor a 12 a temperaturas aproximadas a los 200°C. La activación de las cenizas volantes

² LABAHN, Otto. *Prontuario del cemento*. p. 887.

forma geles de aluminosilicato alcalino ricos en aluminio (relación Silicio/Aluminio=1) con estructura tridimensional, en donde los tetraedros de SiO_4 y AlO_4 están distribuidos aleatoriamente. Con el paso del tiempo, el gel formado debido a la activación de las *fly-ash* se enriquece con silicio, lo cual forma el Gel 2 o un precursor zeolítico (relación Silicio/Aluminio=2 a 3).

Figura 3. Esquema gráfico de la activación alcalina de cenizas volantes



Fuente: CRIADO, María; PALOMO, Ángel; FERNÁNDEZ, Ana. *Nuevos materiales cementantes basados en cenizas volantes: influencia de los aditivos en las propiedades reológicas*. p. 39.

2.5. Mecanismo de expansión

La despolimerización o rompimiento de la estructura de la sílice del agregado es la forma en que los iones hidroxilo atacan el concreto. Después se absorben los iones del metal alcalino de los hidroxilos en la superficie formada por los productos de reacción. El agua, al entrar en contacto con los geles de silicato alcalino, aumenta de tamaño absorbiendo el agua por medio de ósmosis. La movilidad de los geles de silicato alcalinos desde una región interior del agregado hacia las regiones microagrietadas se debe a la solubilidad de estos en el agua, esto puede ser recurrente ya que se cuenta con

disponibilidad de agua en el concreto. El patrón de grietas que se forma es irregular, lo cual es conocido como agrietamiento de mapeo.

Los factores más importantes que dan lugar al agrietamiento de mapeo son:

- El tamaño, la cantidad, así como la disposición de reacción entre el álcali y los reactivos del agregado.
- La temperatura ambiente.
- La cantidad presente de álcalis en el cemento y el contenido de cemento en el concreto.
- La humedad presente en las estructuras de concreto.
- Los iones álcalis provenientes de otras fuentes distintas al cemento.

2.6. Fases del agrietamiento

Las fases del agrietamiento se dividen en 3 etapas. En la primera fase, la parte superficial de la estructura de concreto pierde humedad, la pérdida de la humedad causa una pequeña merma en el tamaño debido al secado. En la segunda fase, la reacción álcali agregado y el gel provocan inicialmente una disminución del volumen. Por último, en la tercera fase la sílice se termina debido a que hay continuación de la reacción álcali agregado, el pH disminuye en tal manera que la parte superficial se haya secado. El agrietamiento del concreto puede dar lugar a la corrosión del acero.

2.7. Análisis instrumental

La química analítica trata de determinar la composición química de la materia a partir de métodos de determinación. Los métodos cualitativos proporcionan información de las especies, ya sean atómicas o moleculares, o incluso de los grupos funcionales que conforman la muestra. Los métodos analíticos sirven para el fin de la química analítica, los cuales se clasifican en clásicos o instrumentales. Debido a que el análisis instrumental analiza varias señales analíticas, solo se mencionará la de interés que es la absorción de radiación. Esta incluye los métodos instrumentales de espectroscopia fotoacústica, resonancia magnética nuclear, espectroscopia de resonancia de espín electrónica, espectrofotometría y fotometría.

2.7.1. Conceptos básicos del análisis instrumental

El análisis instrumental permite el análisis de materiales mediante diferentes técnicas y equipos. A continuación se presentan conceptos básicos del análisis instrumental que están relacionados con la espectrofotometría.

2.7.1.1. Radiación electromagnética

La radiación electromagnética es una forma de energía que se transmite sin soporte de la materia a través del fotón y a una gran velocidad, lo que les permite propagarse en el vacío. Las propiedades de la radiación electromagnética se pueden explicar mediante las teorías clásica-ondulatoria y mecánico-cuántica. El modelo ondulatorio describe a las ondas electromagnéticas como una combinación de campos magnéticos oscilantes y campos eléctricos que son perpendiculares entre sí, y sus vibraciones son perpendiculares a la dirección de propagación de la onda.

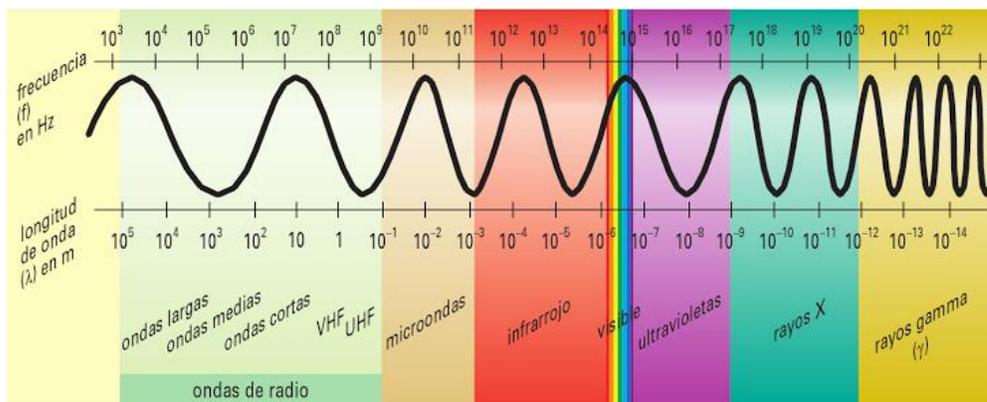
2.7.1.2. Longitud de onda

La longitud de onda (λ) se refiere a la distancia lineal que existe entre dos puntos equivalentes de ondas sucesivas.

2.7.1.3. Espectro electromagnético

El espectro electromagnético es el rango energético de todas las ondas electromagnéticas. El espectro electromagnético se extiende desde la radiación de menor longitud de onda, como los rayos gamma, hasta las de mayor longitud de onda, como las ondas de radio; sin embargo, los rayos gamma son la radiación más energética. El espectro electromagnético se puede fraccionar en varias regiones dependiendo de las clases de radiación. En la siguiente figura se observa las regiones del espectro electromagnético:

Figura 4. **Regiones del espectro electromagnético**



Fuente: CABRERIZO, Dulce; ANTÓN, Luis; BARRIO, Javier. *Física y Química*. p. 168.

2.7.2. Absorción de radiación

La absorción de radiación electromagnética implica el paso de una especie de su estado fundamental de energía mínima a un estado excitado de superior energía. Solo cuando la energía de los fotones que incidan sobre la especie coincida exactamente con la diferencia de energía existente entre su estado fundamental y alguno de los posibles estados excitados se producirá la absorción de dicha energía. La radiación emitida se da entonces cuando las partículas que se encuentran excitadas se relajan a niveles de menor energía.

La atenuación de la radiación incidente que se recibe se conoce como absorbancia, y la radiación transmitida se conoce como transmitancia; estas en una longitud de onda, frecuencia o número de onda, corresponden al espectro de absorción de una especie que es única.

La fotometría se aplica cuando los posibles efectos de difracción y/o interferencia no se consideran significativos y la transferencia de energía radiativa del emisor al detector se normaliza a la respuesta espectral del observador. Por otra parte, ya que la fotometría solo considera las ondas que se encuentran en el espectro visible, la espectrofotometría considera los espectros de la radiación electromagnética. Mientras que la espectroscopia UV y visible estudia los fenómenos de adsorción del espectro electromagnético que se encuentra entre 0.6 y 380nm, para la cual se puede dividir en:

- UV lejano=0.6-190 nm.
- UV cercano= 190-380 nm.
- Visible= 380-780 nm.

Los espectrofotómetros de absorción atómica trabajan en estas regiones de UV-Vis. Además, estos trabajan con celdas de cuarzo, ya que en la región UV cercana este es transparente al igual que el aire.

2.8. Ley de Beer-Lambert

La transmitancia es la relación entre la intensidad transmitida y la intensidad incidente de una muestra a una frecuencia, es decir:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad [\text{Ec. No.1}]$$

Donde:

- T: Transmitancia
- I: Intensidad transmitida
- I_0 : Intensidad incidente

De esta manera se puede definir la relación entre la intensidad transmitida y su dependencia con la longitud de muestra l , y de la concentración molar de la especie absorbente C , que fue observada experimentalmente por Pierre Bouguer (1729), Johann Lambert (1760) y August Beer (1852), y se le conoce como la ley de Beer-Lambert. La ley de Beer-Lambert se define como:

$$I = I_0 10^{-\varepsilon Cl} \quad [\text{Ec. No.2}]$$

Donde:

- l : Longitud de la muestra
- I_0 : Intensidad incidente
- ε : Coeficiente de absorción molar
- Cl : Concentración molar de la especie absorbente

El coeficiente de absorción molar “ ϵ ” ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$) depende de la frecuencia de radiación incidente que es mayor donde la absorción es más intensa.³ Por lo tanto, la absorbancia (A) se relaciona con la transmitancia (T) como:

$$A = -\log(T) \quad [Ec. No.3]$$

Y la ley de Beer-Lambert en términos de la absorbancia es:

$$A = \epsilon Cl \quad [Ec. No.4]$$

ϵCl es la densidad óptica de una muestra y se refiere a la absorción de un elemento óptico para una longitud de onda determinada. “La ley de Beer-Lambert indica que la intensidad de la radiación electromagnética transmitida a través de una muestra a un determinado número de ondas disminuye exponencialmente con el grosor de la muestra y con la concentración molar.”⁴

2.9. Titulación ácido-base

La teoría de Bronsted-Lowry se basa en que un “ácido es cualquier sustancia que puede donar un protón, y la base es cualquier sustancia que puede aceptar un protón”⁵. Esta teoría es apropiada para disolventes ionizables, por el contrario, no es apropiada para reacciones ácido-base en disolventes no ionizables. Siguiendo la teoría de Bronsted-Lowry, una sustancia cualquiera no puede actuar como ácido a menos que esté en presencia de una base que acepte protones, y viceversa.

³ ATKINS, Peter. *Química física*. p. 1002.

⁴ *Ibíd.*

⁵ CHRISTIAN, Gary. *Química analítica*. p. 856.

2.9.1. Titulación ácido fuerte-base fuerte

Una titulación ácido-base sucede mediante la neutralización, en donde reacciona un ácido fuerte y una base fuerte, y da como producto una sal y agua. Esta reacción se puede explicar mediante la construcción de una curva de titulación, donde se hallan los puntos finales de la titulación, así como el punto de equivalencia. En el punto de equivalencia existe cantidad igual tanto de iones hidroxilos (OH^-) como de iones hidrógenos (H^+); el punto de equivalencia se puede observar mediante indicadores.

A fin de determinar el punto de equivalencia, se escoge una medición del punto final tal que estos dos sean cercanos o coincidan entre sí. El indicador es un ácido débil o base débil con una coloración fuerte, que se agrega a la solución para detectar visualmente el punto de equivalencia. El color del indicador difiere cuando este está en forma ionizada o no, así mismo este tiene un rango de pH en donde se puede observar el cambio de color, el cual depende de la capacidad del observador para detectar mínimos cambios de color.⁶ La elección del indicador depende de donde se encuentre el punto de equivalencia, ya que el intervalo de pH en el que el indicador es observable es $\text{pK}_a \pm 1$. Por ejemplo, la fenolftaleína tiene un rango de viraje entre un pH de 8.2 y 10; en soluciones ácidas la fenolftaleína se encuentra incolora, pero en soluciones ligeramente básicas su color es magenta.

En una valoración directa, el valorante se agrega a la solución del analito hasta completar la neutralización. Por otra parte, en una retrovaloración se agrega el reactivo valorante en exceso al analito, y luego se utiliza un segundo reactivo estándar para valorar el exceso del primer reactivo.

⁶ CHRISTIAN, Gary. *Química analítica*. p. 856.

2.9.2. Estandarización de soluciones básicas

Regularmente se usa hidróxido de sodio como titulante, sin embargo, este cuenta con cantidades considerables de agua y carbonato de sodio, por lo que requiere que previamente la solución sea estandarizada. Para poder tener una neutralización ácido base precisa, se debe remover el carbonato de sodio de la solución de hidróxido de sodio, ya que forma un amortiguador que disminuye la nitidez del punto de equivalencia. Además de la precisión del trabajo, se requiere que este contenga los mínimos errores posibles, por lo tanto, al momento de titular con una solución de NaOH se debe agregar fenolftaleína y naranja de metilo a manera de comprobar que no hay una cantidad significativa de carbonatos. Normalmente, las soluciones de hidróxido de sodio se estandarizan con una cantidad pesada de ftalato ácido de potasio grado estándar primario; esta solución debe almacenarse en un frasco de plástico y en dado caso se mantiene abierto, la abertura se debe proteger con un tubo de ascarita (asbesto impregnado con NaOH).

2.10. Acreditación de laboratorios

Para poder cumplir con estándares de calidad de los productos, la acreditación es un paso importante para muchas instituciones. La importancia de la acreditación para laboratorios químicos reside en que estos demuestran la competencia técnica de los mismos para realizar ciertos tipos de ensayos o calibraciones. Con la acreditación se logra afianzar la opinión del cliente hacia el laboratorio, ya que la acreditación implica el reconocimiento formal de la competencia del laboratorio. De esta manera el cliente logra identificar y seleccionar los servicios de ensayos o calibración como confiables y que los resultados proporcionados por el laboratorio serán capaces de cumplir con sus necesidades.

La acreditación de un laboratorio no indica que todo el trabajo que se realiza en el mismo sea de calidad; sin embargo, la acreditación sí da la validez de calidad a ciertos ensayos o calibraciones. La norma ISO/IEC 17025:2005 recalca que para mantener la acreditación, los laboratorios deben ser sometidos a evaluaciones periódicas para asegurar que se siguen cumpliendo los requisitos por los cuales fue otorgada la misma. Ya que con la acreditación se busca la gestión de la calidad del laboratorio, el laboratorio debe seleccionar los métodos por medio de los cuales cumplirá con los requisitos del cliente.

2.10.1. Selección de métodos

Cuando un cliente solicite un método de ensayo o calibración, y en estos se incluye los métodos de muestreo, el laboratorio debe ajustarse de tal manera que se cumplan las necesidades del cliente. Preferentemente, el laboratorio debe utilizar métodos que estén respaldados por normas nacionales, regionales o internacionales; y además usar la última edición de la norma de ser posible. En ocasiones, el cliente no especifica el método a utilizar, por lo tanto, es obligación del laboratorio seleccionar el método apropiado. Antes de introducir los ensayos o calibraciones, el laboratorio debe confirmar que es capaz de realizar el método normalizado correctamente.

2.10.1.1. Métodos no normalizados

Los métodos que se encuentran en esta categoría son los que no están cubiertos por algún método normalizado por alguna agencia de acreditación a nivel internacional, regional o nacional. Ya que estos métodos no están bajo alguna norma deben ser validados apropiadamente antes de utilizarlos. Si los métodos de ensayo y/o calibración son nuevos, se deben desarrollar procedimientos antes de que sean ejecutados. En el caso de que un método

sea normalizado, pero sufra una modificación de acuerdo al laboratorio, este debe de ser revalidado para comprobar que no son afectadas las especificaciones del método original.

2.10.1.2. Métodos normalizados

Los métodos normalizados son aplicados cuando se está frente a normas de calidad y regulaciones. La OGA-GEC-016, en el inciso 4.1.1, indica que los métodos normalizados deben ser utilizados por el laboratorio exactamente como están descritos. Además, el laboratorio que pudiera utilizar un método normalizado antes debe verificarlo.

2.10.1.2.1. Norma ASTM C289-07

El alcance de la norma ASTM C289-07, *Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico)*, es establecer los pasos para poder cubrir la determinación de la reactividad potencial de un agregado con álcalis en concreto de cemento Portland. Además, este es un método de ensayo que se usa como una herramienta de control de calidad para pruebas periódicas de muestras. Ya que este es un método normalizado por la American Society for Testing Materials (ASTM), los instrumentos a utilizar en el mismo deben tener una trazabilidad y las muestras de materia a usarse deben pasar por ciertos estándares.

La norma propone dos métodos por medio de los cuales permite determinar la cantidad de sílice disuelta en el filtrado obtenido en el proceso, estos son el método gravimétrico (inciso 8.2) o el método fotométrico (inciso 8.3). También propone una metodología para medir la reducción de la alcalinidad (inciso 8.4). Cabe mencionar que en la norma se toma en cuenta la

precisión y el sesgo del método, pero aclara que el sesgo no es posible establecerlo, ya que no existe un material de referencia adecuado.

La norma ASTM C289-07 versión en inglés contiene el término deletéreo, y en la norma en español se encuentra el término perjudicial. Los términos deletéreo y perjudicial son sinónimos, ya que se refieren a un agregado que es nocivo o lesivo, pero nunca deteriorante. Para aclarar los términos, se refiere a un agregado inocuo cuando sus elementos constituyentes no participan en reacciones químicas perjudiciales para el diseño de mezcla del concreto, y causa una expansión menor al 0.1% del mortero en un año bajo las mismas condiciones de uso. Por otra parte, según la norma ASTM C289-07, los agregados deletéreos son (mayoritariamente) aquellos de los cuales no se dispone de datos de expansión de mortero, pero son considerados como perjudiciales por examen petrográfico; igualmente, los agregados potencialmente deletéreos son aquellos que causan una expansión de mortero mayor al 0.1% en un año cuando se usan con cemento con contenido de 1.38% de álcalis.

2.10.2. Verificación de un método

La verificación de un método viene de la necesidad de comprobar que el laboratorio cumple con los requisitos de la norma a utilizar, previamente validada, antes de utilizarlos para ensayos o calibraciones, y de esa manera asegurar la veracidad de los resultados. La norma ISO/IEC 17025:2005 en el inciso 5.4.2 aclara la importancia de la verificación y además toma en cuenta que la verificación no es lo mismo que la validación. Ya que la validación y la verificación no son lo mismo, es importante definir a cada una.

La validación, según la norma OGA-GEC-016, es la confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista. En la validación se establecen parámetros, limitaciones del desempeño del método, así como identificación de factores que puedan influir en el cambio de los parámetros y limitaciones. En contraparte, “la verificación es la confirmación mediante la aportación de pruebas objetivas de que se han cumplido los requisitos especificados”⁷. A continuación se presenta una tabla que indica los parámetros y actividades que se incluyen para una validación y verificación para un método analítico:

Tabla III. **Parámetros para la validación y verificación de un método**

Parámetros del método y actividades	Verificación	Validación
Repetibilidad	+	+
Reproducibilidad	+	+
Valor predictivo negativo	+	+
Valor predictivo positivo	+	+
Incertidumbre o error	+	+
Sensibilidad	-	+
Límite de detección	+	+
Límite de corte	-	+
Robustez	-	+
Especificidad	+	+
Selectividad	-	+

⁷ Oficina de Acreditación Guatemalteca. OGA-GEC-016: Política de selección y validación de métodos de ensayo. p. 15.

Continuación tabla III.

Exactitud relativa	+	+
Linealidad	+	+
Sesgo	-	+

Fuente: elaboración propia.

2.10.3. Parámetros estadísticos para la verificación de un método

A continuación se presenta la definición de los parámetros estadísticos para la verificación de un método analítico. Además, se define una o varias metodologías breves para su determinación.

2.10.3.1. Especificidad

La especificidad de una prueba o un método se refiere a la capacidad de la misma de clasificar inequívocamente un resultado de interés en presencia de los otros componentes de la matriz. Sin embargo, si no se conoce de la presencia de las interferencias en el analito de interés, la especificidad puede ser establecida a través de la comparación con otros métodos con relación a la medición del analito de interés.⁸

⁸ RODRIGUEZ, Silvia; et al. *Validación de un método analítico para la determinación de boro en muestras foliares de Citrus reticulata*. <https://dialnet.unirioja.es/download/articulo/4550292.pdf>. ISSN: 1909-4841. Consulta: 1 de octubre de 2016.

2.10.3.2. Linealidad

“La linealidad de un método es la capacidad de este de dar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra dentro de un rango establecido”⁹. Es decir que la linealidad del método se establece a través de la pendiente de una recta.

2.10.3.3. Valor predictivo positivo

El valor predictivo positivo de un método se refiere a la probabilidad de que un resultado positivo o disminuido realmente lo sea. En otras palabras, demuestra la probabilidad de que una prueba de como resultado un verdadero positivo, este valor se determina como:

$$VPP = \frac{VP}{VP + FP} \quad [\text{Ec. No.5}]$$

Donde:

- VPP: valor predictivo positivo
- VP: verdadero positivo
- FP: falso positivo

El valor predictivo positivo depende de la especificidad nosográfica del procedimiento y de la sensibilidad.

⁹ BUSTAMANTE, John; CARRASCAL, Luis. *Estandarización de la técnica espectrofotométrica (UV-VIS) para la cuantificación de antraquinonas presentes en productos a base de Aloe vera.* p. 68.

2.10.3.4. Valor predictivo negativo

El valor predictivo negativo, por el contrario, indica la probabilidad de que un resultado de una prueba analítica con resultado negativo realmente sea positivo. El valor predictivo negativo se determina como:

$$VPN = \frac{VN}{VN + FN} \quad [\text{Ec. No.6}]$$

Donde:

- VPN: valor predictivo negativo
- VN: verdadero negativo (deletéreo categórico)
- FN: falso negativo

2.10.3.5. Exactitud relativa

La exactitud relativa da como resultado el grado de concordancia entre los resultados del método y los que se obtienen a partir de un método de referencia. La exactitud relativa de un método se puede medir a través de un porcentaje de recuperación, que se refiere a la medición obtenida de la concentración en el experimento respecto de la teórica.

$$\%R = \frac{\text{Concentración obtenida}}{\text{Concentración real}} * 100 \quad [\text{Ec. No.7}]$$

2.10.3.6. Límite de detección

Es la concentración mínima de analito en la matriz de una muestra que puede ser detectada a un nivel de confianza dado, pero no significa que pueda ser cuantificada bajo condiciones analíticas específicas. El límite de detección

se puede determinar mediante la relación entre el valor de la señal analítica y el valor de las fluctuaciones estadísticas de la señal del blanco.

$$LD = \bar{y}_B - 3s_B \quad [\text{Ec. No.8}]$$

Donde:

- \bar{y}_B : media de la concentración del analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco.
- s_B : desviación estándar del blanco.

2.10.3.7. Incertidumbre

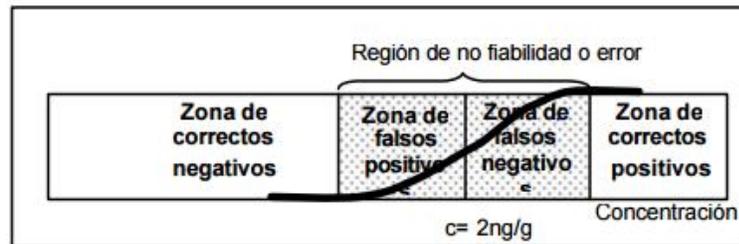
Es un parámetro único de medición que generalmente se expresa mediante la desviación estándar o intervalo de confianza. “La incertidumbre expresa el posible intervalo de los valores sobre la base de los resultados de medición. Una estimación de la incertidumbre de medición considera todos los efectos reconocidos que influyen en el resultado; las incertidumbres asociadas a cada efecto son combinadas de acuerdo con procedimientos bien establecidos”.¹⁰

La estimación de la incertidumbre en la química analítica considera que la precisión global del método está estimada en un período largo y además determina el sesgo y la incertidumbre del material de referencia, sin embargo, para el método de la determinación de la reactividad potencial álcali-sílice de agregados contenido en la norma ASTM C289-07 se enuncia que no se puede determinar el sesgo ya que no existe material de referencia. Además, no es obligatoriamente necesario, más que para verificar su valor, el tomar en cuenta las incertidumbres de la calibración de los instrumentos, ya que son medidas lo

¹⁰ Centro Nacional de Metrología (México). *Publicación técnica CNM-MRD-PT-030: métodos analíticos adecuados a su propósito-Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. p. 60.

suficientemente pequeñas como para despreciarlas. A continuación se presenta una figura de la región de error de un método analítico.

Figura 5. **Región de error de un método**



Fuente: RUISANCHÉZ, Itzar; et al. *Validación de métodos analíticos cualitativos*. p. 6.

2.10.3.8. Repetibilidad

La repetibilidad de un método se refiere al grado de concordancia entre los resultados de mediciones repetitivas del analito de interés en las mismas condiciones de trabajo. Se examina la variabilidad de un método mediante una serie de análisis sobre la muestra en las mismas condiciones operativas en el mismo laboratorio y en tiempo corto. Respecto a las condiciones operativas, la repetibilidad se refiere al mismo analista, mismos instrumentos, mismos reactivos, entre otros.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

Con base en la guía de contenidos para el diseño de investigación del trabajo de graduación, se identificaron las variables independientes, dependientes y cuantitativas, para poder realizar la fase experimental del presente trabajo de investigación. Cabe mencionar que la masa variará en el experimento en vista de que se evaluarán diferentes parámetros, los cuales, para su evaluación, requieren concentraciones variadas de sílice disuelta. A continuación se presentan las tablas que describen las variables respectivas.

Tabla IV. **Variables independientes del diseño experimental y condiciones ambientales**

No.	Variable	Dimensional	Factor de diseño		Factor perturbador	
			Constante	Variable	Controlable	No controlable
Proceso						
1	Granulometría	Mm	X		X	
2	Masa	G		X	X	
3	Humedad	%		X		X
4	Temperatura	°C	X		X	
5	Volumen	mL	X			
6	Presión	kPa	X		X	
7	Tiempo	T	X		X	
8	Longitud de onda	Nm	X		X	
9	Transmitancia	%		X		X
10	Concentración del titulante	N		X		X
Condiciones ambientales						
13	Humedad	%		X		X
14	Temperatura	°C		X		X

Fuente: BARRIOS, Edith. *Evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos de la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la norma ASTM C 289-07, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería.* p. 76.

Tabla V. **Variables dependientes del diseño experimental**

No.	Variable	Dimensional	Factor de diseño		Factor perturbador	
			Constante	Variable	Controlable	No controlable
11	Sc	mmol de SiO ₂ /L		X		X
12	Rc	mmol de alcalinidad/L		X		X

Fuente: BARRIOS, Edith. *Evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos de la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la norma ASTM C 289-07, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería.* p. 76.

La variable dependiente Sc es la concentración de óxido de silicio (SiO₂) en el filtrado original, y Rc es la reducción en la alcalinidad causada por cantidades perjudiciales de sílice.

Los requisitos técnicos que exige la norma ISO/IEC 17025:2005 que se cumplan se detallan en el inciso 5, estos determinan la confiabilidad y exactitud de los ensayos realizados por el LAFIQ. A continuación se presenta una breve descripción de los requisitos técnicos (norma ISO/IEC 17025:2005 inciso 5), y el número de acciones que deben ejecutarse para el cumplimiento de estos:

Tabla VI. **Acciones que deben realizarse para cumplir con los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005**

Numeral de la norma ISO/IEC 17025:2005	Descripción	Cantidad de debes
5.1	Generalidades	1
5.2	Personal	14
5.3	Instalaciones y condiciones ambientales	13
5.4	Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos	38
5.5	Equipos	23
5.6	Trazabilidad de la medición	17
5.7	Muestreo	9
5.8	Manejo de los objetos a ensayar y a calibrar	13
5.9	Aseguramiento de calidad de los resultados	6
5.10	Informe de los resultados	26
	TOTAL	160

Fuente: elaboración propia.

3.1.1. Variables respuesta

Se logrará realizar la verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005 de los métodos espectrofotométrico y volumétrico, para la

determinación de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos, según el inciso 8.3 y 8.4 de la norma ASTM C289-07, mediante los siguientes parámetros seleccionados de las referencias 5, 6, 7, 12 y 13, y definidos en la sección del marco teórico 3.10.3.:

Tabla VII. **Criterios por evaluar y su respectivo criterio de aceptación**

Parámetro	Criterio de aceptación	Inciso Norma OGA-GEC-016
Linealidad	Coefficiente de determinación no menor de 0.99.	2.1.7
Exactitud relativa	Porcentaje de recuperación del 90% al 110%	2.1.1
Límite de detección	No hay un límite de detección mínimo.	2.1.5
Especificidad	Los componentes contaminantes no deben interferir con el análisis del analito.	2.1.4
Valor predictivo negativo	No existe un valor predictivo negativo mínimo o máximo.	2.3.2
Valor predictivo positivo	No existe un valor predictivo positivo mínimo o máximo.	2.3.2
Repetibilidad	Se debe de probar mediante ANOVA que no existe diferencia significativa entre tratamientos.	2.1.2

Fuente: Oficina Guatemalteca de Acreditación. *Norma OGA-GEC-016*. Págs. 20-29.

Por consiguiente, se busca que las variables dependientes del experimento, sílice disuelta (Sc) y reducción en la alcalinidad (Rc), permitan el cumplimiento de los parámetros de aptitud anteriormente mencionados.

3.2. Delimitación del campo de estudio

- Campo: ingeniería química.
- Área
 - Fundamento del conocimiento: análisis instrumental, análisis estadístico y química de los agregados finos del concreto.
 - Aplicación del procedimiento experimental: evaluación de la calidad de agregados para diseño de mezcla de concreto con cemento Portland.
- Línea: verificación de metodología de ensayo analítico.
- Proceso: verificación del cumplimiento de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005, para los ensayos de sílice disuelta (Sc) y reducción en la alcalinidad (Rc), en agregados finos mediante los métodos espectrofotométrico y volumétrico respectivos, según norma ASTM C289-07 inciso 8.3 y 8.4.
- Ubicación: Laboratorio de Análisis Fisicoquímicos (LAFIQ) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII) de la Universidad de San Carlos de Guatemala, Edificio T5 nivel 1, ciudad universitaria, zona 12.
- Clima: las condiciones climáticas de temperatura en la Ciudad de Guatemala varían entre 15°C a 25°C.

3.3. Obtención de las muestras

Se recolectarán un total de 15 muestras de arena de río provenientes de distintas regiones de Guatemala. A continuación se presenta una tabla donde se indica los sitios geográficos donde se muestrearán:

Tabla VIII. **Puntos de recolección para las 15 muestras a analizar (no estandarizadas)**

Río/Cantera/Ferretería	Número de muestras	Puntos de muestreo
Ferretería El Roble	1	Barberena, Santa Rosa
Ferretería y Agroservicio El Amigo	1	Purulhá, Baja Verapaz
Supermayen	1	Cobán, Alta Verapaz
TCONSA 37422 WTG13	1	Chincayote, Honduras
Construfácil	1	Calzada Roosevelt, Mixco
Volcán de Fuego	1	14°38'08.0"N 90°33'04.1"W
El Mástil	2	-Jocotenango, Sacatepéquez -Escuintla
Río Blanco	1	Patzún, Chimaltenango
Río Madre Vieja	1	Patzún, Chimaltenango
Quebrada de San Juan	2	Muestras de interés (comezón al tacto) de LAFIQ, proveniencia desconocida
Río Los Esclavos	1	Barberena, Santa Rosa

Fuente: elaboración propia.

3.4. Diseño de tratamientos

El diseño de tratamientos de los parámetros de exactitud relativa, linealidad y repetibilidad, con base en las repeticiones consideradas, se basan en la norma OGA-GEC 016, *Política de Validación y Selección de Métodos*, de la Oficina de Guatemalteca de Acreditación (OGA).

Los parámetros de especificidad, límite de detección, valor predictivo negativo y valor predictivo positivo, permiten a criterio del LAFIQ el procedimiento a realizar; siempre y cuando se respalde con la documentación apropiada para comprobar los requisitos estipulados en dicha norma.

Así la norma ASTM C289-07 establece que se realice el ensayo de reactividad potencial con tres muestras de agregado fino además de un blanco. No obstante, tanto la OGA-GEC-016 como la guía de la Eurachem (la adecuación al uso de los métodos analíticos) indican el número mínimo de repeticiones, así como el procedimiento a realizarse. Por lo tanto, en la siguiente tabla se muestran los parámetros y sus respectivas repeticiones:

Tabla IX. **Repeticiones correspondientes a cada parámetro a evaluar y criterio de aceptación**

Parámetro	Número de repeticiones	Observaciones
Linealidad	Preparar soluciones patrón de por lo menos 5 concentraciones distintas. Que cubran del 50% al 150% del intervalo de trabajo.	--
Exactitud relativa	Usar al menos 6 réplicas por concentración.	Se determina con porcentaje de recuperación. Al menos 5 concentraciones distintas del analito.
Límite de detección	--	Determinar la menor concentración posible detectable de analito.
Especificidad	Imprimir cromatogramas o datos que demuestren la resolución del método.	Se realizará fluorescencia de rayos X.
VPN	--	Criterio del laboratorio.
VPP	--	Criterio del laboratorio.
Repetibilidad	Mínimo de 6 determinaciones a una concentración que corresponda a la de la muestra problema.	Dado que distintos analistas pueden realizar el ensayo, se utilizará ANOVA. Además, los recursos son limitados.

Fuente: elaboración propia.

3.5. Recursos humanos disponibles

- Investigadora: Bach. Raquel Noemy Saquec González
- Asesor: Ing. Qco. César Alfonso García Guerra
- Co-asesora: Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco

3.6. Recursos materiales disponibles

A continuación se presenta una lista de reactivos y equipo utilizados para la preparación y análisis de muestras, según norma ASTM C289-07.

3.6.1. Reactivos

- Ácido clorhídrico concentrado 37% (densidad de 1.19 kg/L) Merck MDA grado analítico.
- Ácido clorhídrico estándar 0.05 N y estandarizado hasta +/- 0.0001 N Merck MDA.
- Solución de ácido clorhídrico (1+1), mezclar volúmenes iguales de HCl al 37% y agua.
- Ácido fluorhídrico concentrado 48% (densidad de 1.16 g/cm³) Merck grado analítico.
- Ácido sulfúrico 95-97% (densidad de 1.84 g/cm³) Merck MDA grado analítico.
- Agua desmineralizada Salvavidas tipo IV, según norma ASTM D1193: 2001.
- Etanol absoluto (densidad de 0.79 g/cm³), Anh. RA ACS.
- Ftalato ácido de potasio Merck MDA grado anlítico.
- Molibdato de Amonio ((NH₄)₆Mo₇O₂₄*4H₂O)) grado analítico.
- Solución de ácido oxálico dihidratado, 10% v/v.

- Solución estándar de hidróxido de sodio 1.000 ± 0.01 N y estandarizada a ± 0.001 N RGH.
- Solución estándar de sílice, conteniendo aproximadamente 10 mmol de sílice mediante la disolución de metasilicato de sodio en agua.
- Solución indicadora de fenolftaleína con un rango de pH de 8.2 a 9.8 Merck MDA grado analítico.

Las soluciones preparadas se almacenarán en recipientes adecuados para cada caso, según norma ASTM D1248.

3.6.2. Equipo

A continuación se presenta una lista de los instrumentos de medición y equipo auxiliar utilizados para el procesamiento de las muestras, según norma ASTM C289-07.

3.6.2.1. Instrumentos de medición

- Analizador de fluorescencia de rayos X Rigaku NEXQC
- Balanza analítica
- Balón aforado de 100 mililitros tipo A
- Balón aforado de 200 mililitros tipo A
- Bureta semiautomática
- Cronómetro
- Espectrofotómetro Genesys UV/VIS
- Micropipeta de μL
- Pipeta serológica de 2 mililitros tipo A
- Pipeta volumétrica de 1 mililitros tipo A
- Pipeta volumétrica de 10 mililitros tipo A

- Pipeta volumétrica de 25 mililitros tipo A
- Pipeta volumétrica de 2 mililitros tipo A
- Tamiz de 150 micrómetros de agujero cuadrado
- Tamiz de 300 micrómetros de agujero cuadrado
- Tamiz No.4 (4.75 milímetros)
- Termómetro

3.6.2.2. Equipo auxiliar

- Agitador magnético.
- Bomba de vacío.
- Horno de convección forzada.
- Reactores de 50 a 75 mililitros de capacidad, hechos de acero inoxidable u otro material resistente a la corrosión.
- Celda espectrofotométrica de cuarzo.
- Crisol Gooch de porcelana.
- Kitasato.
- Baño térmico.
- Beacker de 500 mililitros.
- Contenedor de goma para crisol en embudo.
- Earlenmeyer de 125 mililitros.
- Equipo de trituración y molido.
- Espátula de acero inoxidable.
- Guantes de hule.
- Mascarilla de seguridad.
- Papel filtro de grado analítico No.2 Boeco.
- Piseta de plástico con capacidad de 500 mililitros.
- Vidrio de reloj de 40 centímetros de diámetro.

3.7. Técnica cuantitativa

El estudio se realizará con base en la compilación de datos analíticos de los métodos de sílice disuelta y reducción de alcalinidad de agregados finos, para lograr la verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005 de los métodos espectrofotométrico y volumétrico. El estudio surge del planteamiento de un problema concreto y delimitado. Previamente se revisó la literatura de la cual se derivó la hipótesis de trabajo. Los datos a obtener en el curso de la verificación de los requisitos de la norma ISO/IEC 17025:2005, para la determinación de sílice disuelta y la reducción en la alcalinidad en agregados finos, mediante el método espectrofotométrico inciso 8.3 y volumétrico inciso 8.4, según la norma ASTM C289-07; las condiciones de aceptabilidad para la verificación de las determinaciones analíticas mediante los parámetros de calidad: especificidad, exactitud relativa, límite de detección, linealidad, repetibilidad, valor predictivo negativo y positivo; y los parámetros estadísticos de media aritmética, desviación estándar, coeficientes de variación y el estadístico F. De manera que el procedimiento de verificación conduce a una técnica cuantitativa, en vista de que el estudio tiene una estructura metodológica analítica y se basa en la objetividad de los resultados.

3.8. Recolección y ordenamiento de la información

Los datos recolectados a través del ensayo de reactividad potencial, obtenidos mediante los métodos espectrofotométrico y volumétrico, se detallarán en el registro técnico ya establecido por LAFIQ para la realización en la determinación de la reactividad potencial: USAC-CII-QUINDLAFIQ RG-36.

3.8.1. Procedimiento para la recolección interna de las muestras a analizar

El procedimiento de muestreo interno que utiliza la norma ASTM C289-07 se describe en la norma ASTM C702-03: *Práctica para la reducción de muestras de agregados a tamaños de ensayo*. Se presenta la metodología para el muestreo interno que se describe en el inciso 10.1.1 de la norma COGUANOR NTG-41010 h11/ASTM C702-03, que se detalla en anexos inciso 2. En dado caso la superficie es dispareja, se utiliza la metodología del inciso 10.1. 2.

3.8.2. Procedimiento para la selección y preparación de las muestras a ensayar

El procedimiento para la selección y preparación de las muestras a ensayar se describe en el inciso 6 de la norma ASTM C289-07. Previo a seleccionar la muestra, la norma ASTM C289-07 indica que el tamaño de muestra debe ser conforme la tabla I de la norma ASTM D75. Se presenta la metodología para la selección y preparación de las muestras a ensayar de acuerdo con la norma en el inciso 2 de la sección de anexos.

3.8.3. Procedimiento de reacción de la muestra a ensayar

El procedimiento de reacción de la muestra a ensayar se encuentra en el inciso 7 de la norma ASTM C289-07. Dicha metodología se encuentra en la norma ASTM C289-07, adjunta en el inciso 3 de los anexos.

3.8.4. Procedimiento para el análisis del filtrado

El procedimiento para el análisis del filtrado se encuentra en el inciso 8 de la norma ASTM C289-07. La obtención de la concentración de la sílice disuelta por medio del método espectrofotométrico se encuentra en el inciso 8.3 de dicha norma. Por otra parte, para determinar la reducción de alcalinidad se procederá conforme al inciso 8.4 de la norma ASTM C289-07.

3.9. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Los datos obtenidos por los analistas se manejarán a través de registros físicos, USAC-CII-QUINDLAFIQ-RG-331. El ordenamiento, así como el procesamiento de la información, se realizarán mediante el programa Microsoft Excel.

3.10. Análisis estadístico

Los resultados que se obtendrán de la sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ) del Centro de Investigaciones (CII) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, se procederán a evaluar por medio del análisis de varianza de un factor (ANOVA de un factor).

El análisis de varianza mide las variaciones intergrupo, intragrupo y total. Las variaciones intragrupo cuantifican la dispersión de los valores de cada muestra respecto a la media de su grupo; por otra parte, la variación intergrupo calcula la dispersión de la media de las muestras respecto a la media total. El ANOVA mediante el estadístico F determina si existe diferencia o no en las medias poblacionales, además se puede corroborar con el valor p. A continuación se presenta brevemente cómo se obtendrá el estadístico F:

Tabla X. **Diseño aleatorizado del análisis de varianza de un factor**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Varianza	F
Intergrupo	SSA	k-1	$S_1^2 = \frac{SSA}{k-1}$	$F = \frac{S_1^2}{S^2}$
Intragrupo o error	SSE	k(n-1)	$S^2 = \frac{SSE}{k(n-1)}$	
Total	SST	kn-1		
$SSA = n \sum_{i=1}^k (\bar{Y}_i - \bar{Y})^2 = \frac{\sum_{i=1}^K T_i^2}{n} - \frac{T^2}{nK}$				
$SST = \sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y})^2 = \sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - \frac{T^2}{nK}$				
$SSE = \sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2 = SST - SSA$				

Fuente: Área de estadística de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala. *Formulario Estadística 2*. p. 3.

3.11. Plan de análisis de los resultados

A continuación se presentan los métodos y modelos utilizados para el ensayo de reactividad potencial, así como la metodología a emplear.

3.11.1. Métodos y modelos de los datos según tipo de variables

Los métodos y modelos de los datos de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad de agregados finos se ajustarán a la figura X1.1 de la norma ASTM C289-07, para determinar si los agregados finos son inocuos o deletéreos. Además, al obtener estos datos se analizarán para la verificación de los métodos espectrofotométrico y volumétrico, por medio de los parámetros estadísticos: especificidad, exactitud relativa, límite de detección, linealidad, repetibilidad, valor predictivo negativo y valor predictivo positivo.

3.11.1.1. Especificidad

La especificidad o selectividad de un método mide la capacidad del método para distinguir el analito de interés para cuyo propósito se le han añadido interferencias específicas (impurezas, precursores sintéticos, metabolitos o productos de degradación) en porciones de prueba. Sin embargo, si no se conoce de la presencia de las interferencias en el analito de interés, la especificidad puede ser establecida a través de la comparación con otros métodos con relación a la medición del analito de interés.¹¹

La prueba de especificidad para el trabajo de investigación se evaluará mediante la técnica de fluorescencia de rayos X. Si bien esta técnica no puede indicar los parámetros Sc y Rc, sí puede mostrar la proporción de los elementos que se encuentran en una muestra de agregado, de tal manera que se lograría visualizar si existe un elemento que cause una interferencia significativa. Por otro lado, en el anexo se encontrará adjunto cómo se determina la sílice

¹¹ RODRIGUEZ, Silvia; et al. *Validación de un método analítico para la determinación de boro en muestras foliares de Citrus reticulata*. <https://dilnet.uniroja.es/descarga/articulo/4550292.pdf>. ISSN: 1909-4841. Consulta: 1 de octubre de 2016.

disuelta para el método espectrofotométrico, así como la reducción en la alcalinidad del método volumétrico.

3.11.1.2. Exactitud relativa

La exactitud de una prueba mide la capacidad de arrojar un resultado próximo al valor verdadero o de referencia. Para estimar la exactitud relativa de los métodos espectrofotométrico y volumétrico, se expresará como un porcentaje de recuperación. El porcentaje de recuperación se obtendrá por medio del análisis de cantidades conocidas de analito añadido sobre muestras, que serán repetidas 6 veces.

$$\%R = \frac{\text{Concentración obtenida}}{\text{Concentración real}} * 100 \quad [\text{Ec. No.9}]$$

3.11.1.3. Límite de detección

“El límite de detección es el menor contenido que puede medirse con una certeza estadística razonable”¹². El límite de detección se puede establecer a través del análisis de muestras con concentraciones conocidas de analito. En el presente trabajo de investigación se determinará el límite de detección mediante el análisis de blancos y la curva de calibración del método espectrofotométrico y volumétrico. De tal manera que se determinarán los límites de detección mediante la siguiente relación:

¹² RODRIGUEZ, Silvia; et al. *Validación de un método analítico para la determinación de boro en muestras foliares de Citrus reticulata*. <https://dilnet.uniroja.es/descarga/articulo/4550292.pdf>. ISSN: 1909-4841. Consulta: 1 de octubre de 2016.

$$LD = \overline{y}_B - 3s_B \quad [\text{Ec. No.10}]$$

Donde:

- \overline{y}_B : media de la concentración del analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco.
- s_B : desviación estándar del blanco.

El parámetro y_B es igual al intercepto de la curva de calibración del método correspondiente.

3.11.1.4. Linealidad

“La linealidad de un método es la capacidad de este de dar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra dentro de un rango establecido”¹³. La linealidad del método espectrofotométrico se evaluará mediante la curva de calibración de la absorbancia en función de la concentración conocida de sílice. De igual manera para el método volumétrico, se realizará una curva de calibración en relación con el volumen de HCl consumido en función de la concentración conocida de hidróxido de sodio. En esta metodología se utilizará como analito sílice estándar de 1000mg/L en NaOH 0.05N. La bondad de ajuste de los datos deberá ser conforme a la siguiente relación:

$$y = mx + b \quad [\text{Ec. No.11}]$$

¹³ BUSTAMANTE, John; CARRASCAL, Luis. *Estandarización de la técnica espectrofotométrica (UV-VIS) para la cuantificación de antraquinonas presentes en productos a base de Aloe vera*. p. 68.

Para determinar que el método es lineal se deberá obtener el coeficiente de determinación a través de una correlación lineal, mediante el método de mínimos cuadrados y corroborarse con Microsoft Excel.

3.11.1.5. Repetibilidad

Se examina la variabilidad de un método mediante una serie de análisis sobre la muestra en las mismas condiciones operativas en el mismo laboratorio y en tiempo corto. Respecto a las condiciones operativas, la repetibilidad se refiere al mismo analista, mismos instrumentos, mismos reactivos, etc.

La repetibilidad de los métodos espectrofotométrico y volumétrico se evaluarán haciendo una intercomparación con dos analistas. La intercomparación será con base en los datos de concentración de sílice disuelta en el filtrado original y el gasto de ácido clorhídrico en el método volumétrico. Con estos datos se realizará un ANOVA y de acuerdo con el estadístico F y el valor p se dará una conclusión acerca de la repetibilidad del ensayo en LAFIQ.

3.11.1.6. Valor predictivo negativo

La probabilidad de obtener un valor predictivo negativo se evaluará en el presente estudio mediante el análisis de 15 muestras de agregado fino de diversa procedencia más sus blancos. Dada la necesidad de obtener inocuos como deletéreos categóricos, se analizan muestras con la arena estándar 20-60 (Ottawa), arena estándar 30-60 y la arena VIGUA.

Los valores obtenidos de sílice disuelta (mediante el método espectrofotométrico) y la reducción en la alcalinidad (por medio del método volumétrico) de agregados finos, se categorizarán de acuerdo con la curva

brindada en la norma ASTM C289-07, figura X1.1 Ilustración de la división entre agregados inocuos y perjudiciales con base al ensayo de reducción de alcalinidad. Por lo tanto, se determinará el valor predictivo negativo para ambos métodos mediante la siguiente relación:

$$VPN = \frac{VN}{VN + FN} \quad [\text{Ec. No.12}]$$

Donde:

- VPN: valor predictivo negativo
- VN: verdadero negativo (deletéreo categórico)
- FN: falso negativo

3.11.1.7. Valor predictivo positivo

Se usará la misma metodología que para el valor predictivo negativo, así como las muestras. Por consiguiente, se calculará la probabilidad de obtener un valor predictivo negativo para el método espectrofotométrico y volumétrico por medio de:

$$VPP = \frac{VP}{VP + FP} \quad [\text{Ec. No.13}]$$

Donde:

- VPP: valor predictivo positivo
- VP: verdadero positivo (inocuo categórico)
- FP: falso positivo

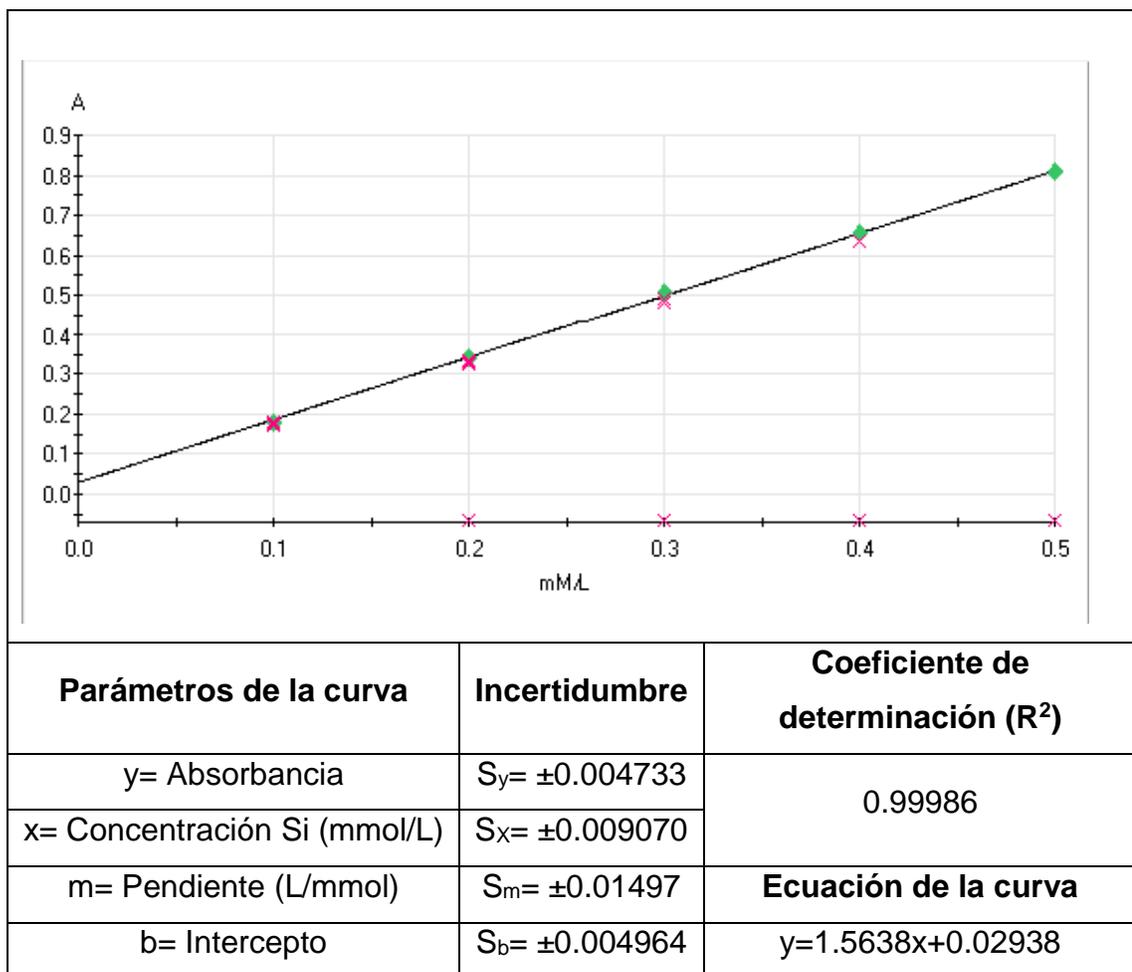
3.11.2. Programas por utilizar para análisis de datos

- VISIONlite para espectrofotómetros UV/VIS y visible marca Thermo Scientific.
- Microsoft Excel Versión 2013.
- QuantEZ para analizador de fluorescencia de rayos X marca Rigaku

4. RESULTADOS

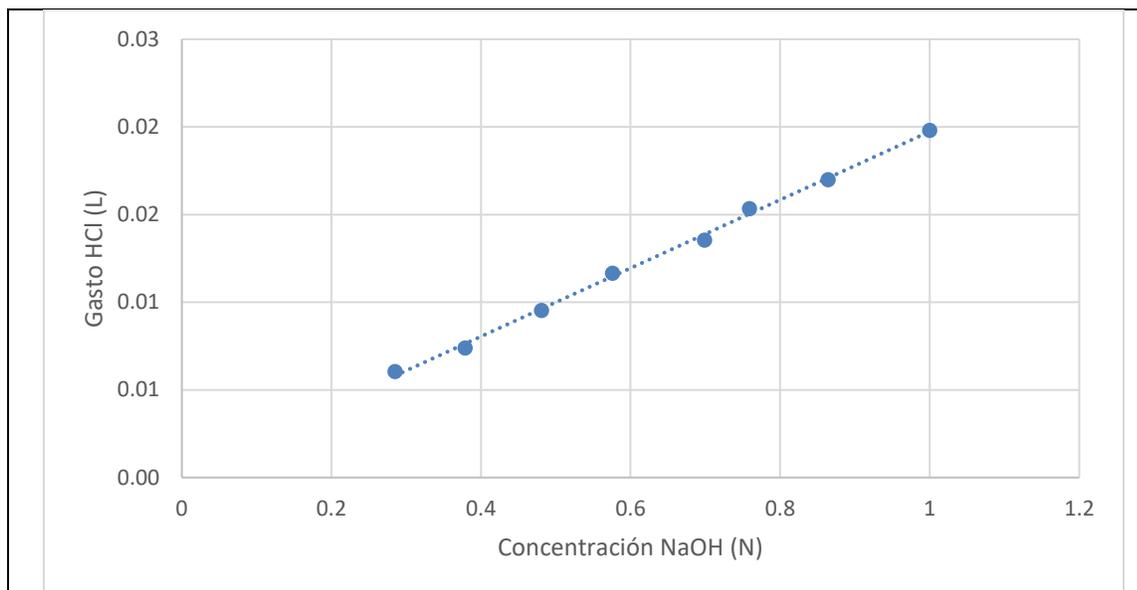
A continuación se presentan los parámetros evaluados para los métodos espectrofotométrico y volumétrico con sus respectivos valores.

Tabla XI. Descripción de la curva de calibración del método espectrofotométrico



Fuente: elaboración propia.

Tabla XII. Descripción de la curva de calibración del método volumétrico



Parámetros de la curva	Incertidumbre	Coefficiente de determinación (R ²)
y= Gasto HCl (L)	S _y = ±1.037x10 ⁻³	0.998
x= Concentración NaOH (N)	S _x = ±0.1817	
m= Pendiente (L ² /mol)	S _m = ±1.264 x10 ⁻³	Ecuación de la curva
b= Intercepto (L)	S _b = ±1.073 x10 ⁻³	y=1.948 x10 ⁻² x+2.565 x10 ⁻⁴

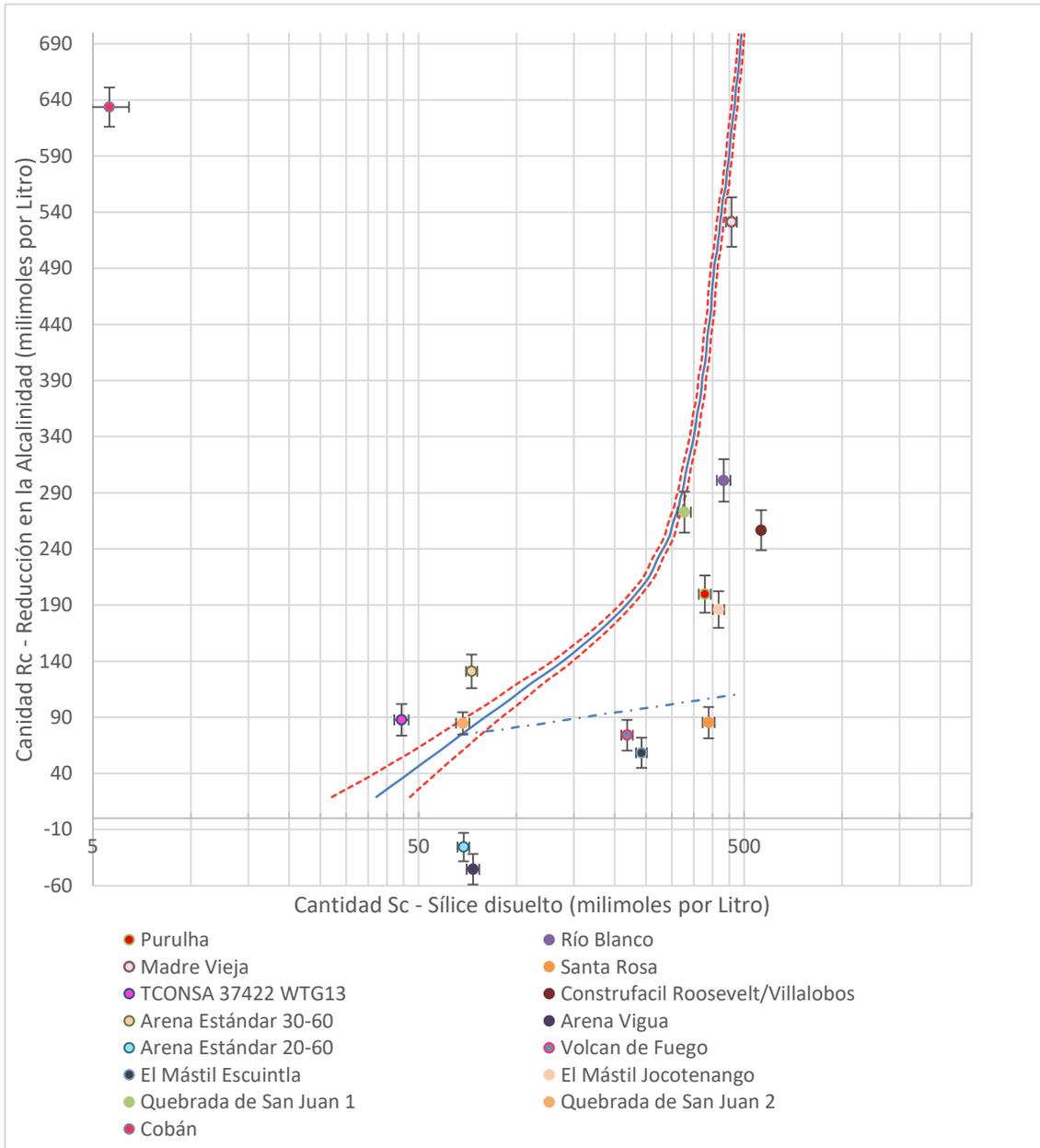
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. Límite de detección para el método espectrofotométrico y volumétrico

Método	Límite de detección (LOD)
Espectrofotométrico	0.0005 mM/L de Sílice
Volumétrico	0.06mL HCl 0.05N

Fuente: elaboración propia.

Figura 6. Diagrama para la clasificación de arenas inocuas y deletéreas de acuerdo con la figura X.1.1 de la norma ASTM C289-07*

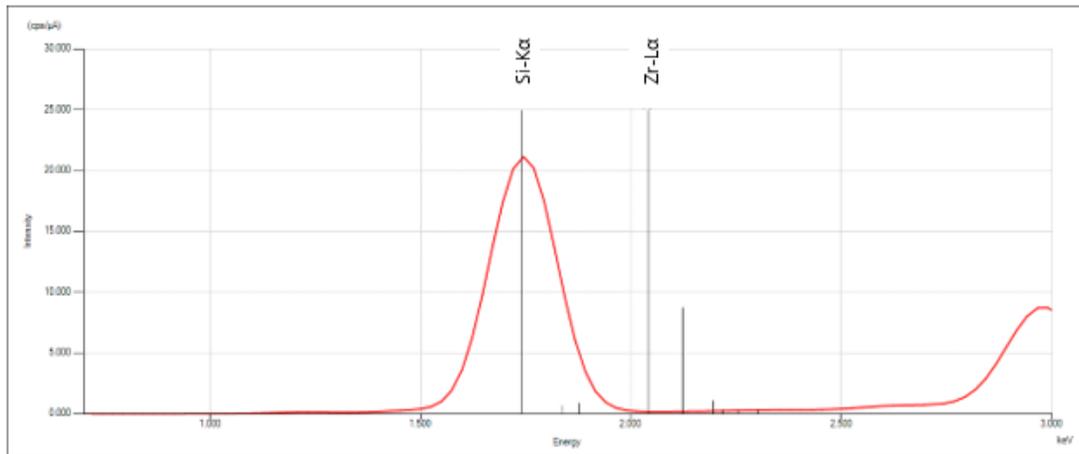


Fuente: elaboración propia.

*Incluye demarcación de la zona de transición para valores falsos verdaderos.

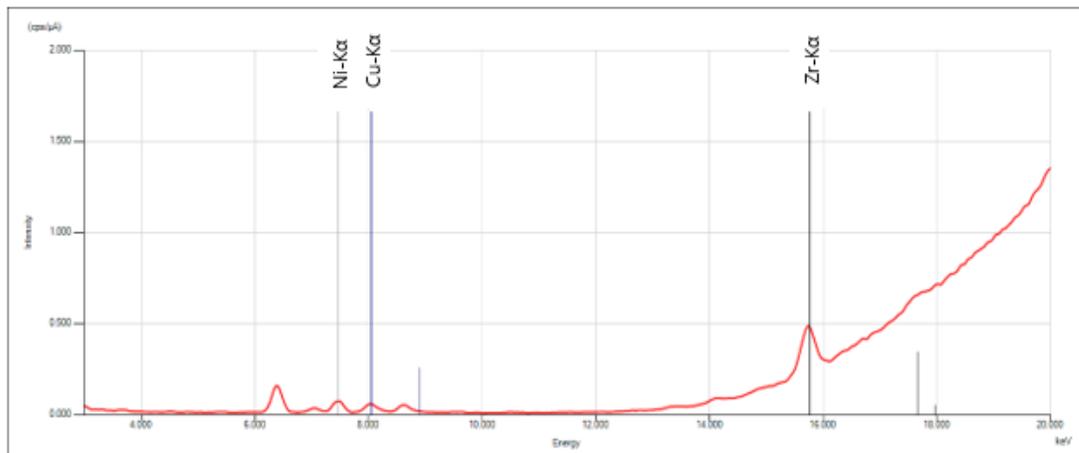
- VPN=86.67%
- VPP=75.00%

Figura 7. **Espectro de fluorescencia de rayos X rango bajo de la arena estándar 30-60**



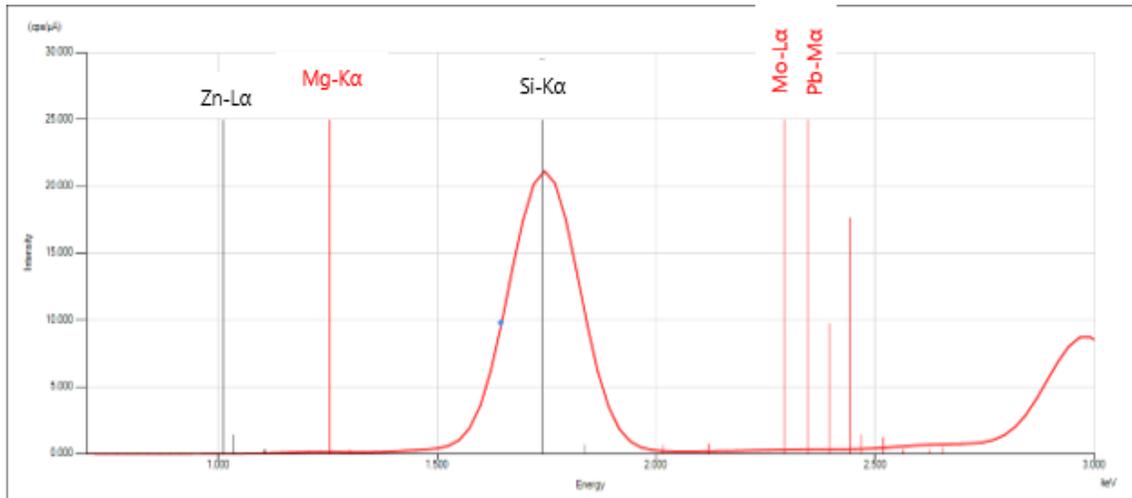
Referencia: Equipo Rigaku NEXQC, LAFIQ, edificio T-5.

Figura 8. **Espectro de fluorescencia de rayos X rango medio de la arena estándar 30-60**



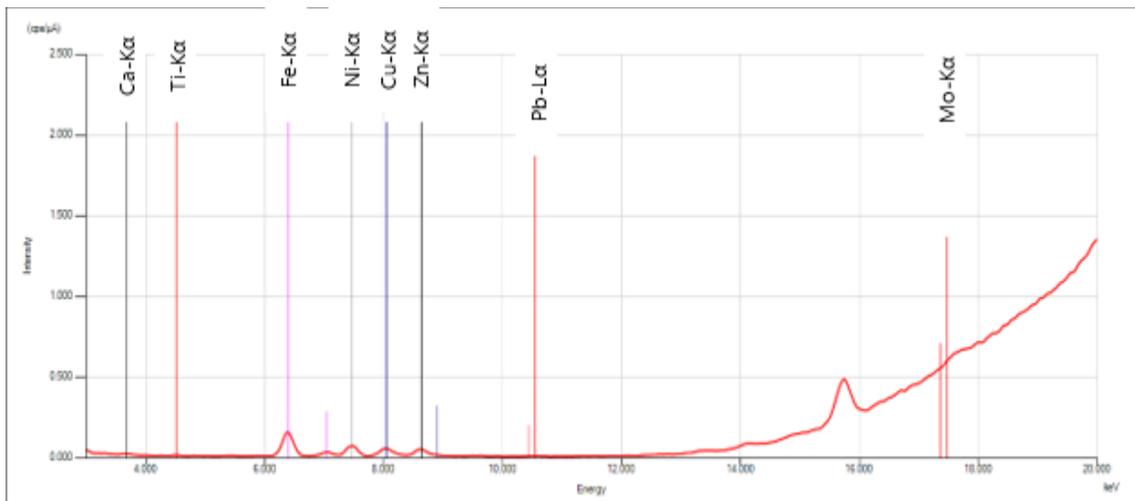
Referencia: Equipo Rigaku NEXQC, LAFIQ, edificio T-5.

Figura 9. **Espectro de fluorescencia de rayos X rango bajo de la arena estándar 20-60**



Referencia: Equipo Rigaku NEXQC, LAFIQ, edificio T-5.

Figura 10. **Espectro de fluorescencia de rayos X rango medio de la arena estándar 20-60**



Referencia: Equipo Rigaku NEXQC, LAFIQ, edificio T-5.

Tabla XIV. **Porcentaje de recuperación para la exactitud relativa de los métodos espectrofotométrico y volumétrico**

Nombre/Adición	%R Sc	%R Rc
Arena Estándar 30-60	----	----
Arena Estándar 30-60+3	101.23	33.20
Arena Estándar 30-60+5	110.64	3.98
Arena Estándar 30-60+8	98.54	7.71
Arena Estándar 30-60+12	106.25	44.14
Arena Estándar 30-60+15	98.05	57.56
Promedio	102.95	29.32

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Repetibilidad del ensayo ASTM C89-07 por intercomparación utilizando arena estándar 30-60**

ANALISTA	Concentración sílice disuelta			Gasto de volumen HCl		
	A	B	C	A	B	C
Desv. Est.	0.00	0.035	0.021	0.240	0.507	0.444
F		0.62			2.31	
Valor p		0.57			0.18	
F crítico		5.14			5.14	
Conclusión	No existe diferencia significativa			No existe diferencia significativa		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **Repetibilidad del ensayo ASTM C289-07 por intercomparación utilizando arena VIGUA**

ANALISTA	Concentración sílice disuelta			Gasto de volumen HCl		
	A	B	C	A	B	C
STDEV	0.00	0.035	0.006	0.070	0.804	0.938
F		0.55			0.52	
Valor p		0.60			0.62	
F crítico		5.14			5.14	
Conclusión	No existe diferencia significativa			No existe diferencia significativa		

Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Se realizó con éxito la evaluación del desempeño para el estudio de verificación de los requisitos técnicos de la norma ISO/IEC 17025:2005 para los métodos espectrofotométrico y volumétrico de la norma ASTM C289-07: *Método de Ensayo Estándar para Reactividad Potencial Álcali-Sílice de Agregados (Método Químico)*.

Los parámetros evaluados con efectividad fueron: linealidad, especificidad, valor predictivo negativo y valor predictivo positivo, exactitud relativa, límite de detección y repetibilidad. Estos se evaluaron en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos (LAFIQ/QI) de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería (CII). Para su evaluación se utilizó como guía los criterios citados en la norma OGA-GEC-016: *Política de Selección y Validación de Métodos de Ensayo*, así como la guía de laboratorio de Eurachem: *La adecuación al uso de los métodos analíticos*.

La concentración de sílice disuelta obtenida al formar el complejo de silicio molibdeno amarillo fue directamente proporcional a la absorbancia de la muestra, dato evidenciado mediante el coeficiente de determinación (R^2) que fue de 0.99986. La línea se logró describir mediante la determinación de la pendiente y el intercepto que fueron de 1.5638 L/mmol y 0.02938 (adimensional); además se determinó sus errores de ± 0.01497 L/mmol y ± 0.0047333 , respectivamente. De manera que, en la tabla XI, se describen los parámetros y la tendencia de la curva de calibración del método espectrofotométrico. Dicha gráfica se tomó del software VisionLite del espectrofotómetro Genesys 10S UV-Vis que se encuentra en el laboratorio. La

preparación de la curva de calibración del método espectrofotométrico se realizó con muestras de sílice estándar (1000mg/L) en NaOH (0.5mol/L) y se siguieron los pasos de la norma ASTM C289-07 inciso 8.3.2.

Para el método volumétrico, mediante la descripción del segmento de la curva de calibración que se encuentra en la tabla XII, los datos obtenidos muestran un comportamiento lineal, es decir que la concentración de NaOH es proporcional al gasto de HCl 0.05N, dando así un coeficiente de determinación de 0.998. De la misma manera, el segmento de la curva de calibración del método volumétrico se logró describir mediante la determinación de la pendiente y el intercepto que fueron de 1.948×10^{-2} L²/mmol y 2.565×10^{-4} L; además se determinó sus errores de $\pm 1.264 \times 10^{-3}$ L²/mmol y $\pm 1.073 \times 10^{-3}$ L, respectivamente. Ambas curvas de calibración son aceptables dado su coeficiente de determinación, pues el criterio de aceptación para la linealidad de una curva por la OGA (inciso 2.1.7) no debe de ser menor de 0.99. Cabe mencionar que la preparación de las soluciones para la curva de calibración del método volumétrico se hizo mediante disoluciones de hidróxido de sodio (NaOH) 1N, se estandarizó cada solución para conocer su concentración verdadera y se tituló con ácido clorhídrico 0.05N.

Tanto el método espectrofotométrico como el método volumétrico dependen de instrumentos que tienen una capacidad limitada para poder detectar cantidades del analito. El límite de detección (LOD) de los instrumentos se determinó con base en las curvas de calibración y mediciones del blanco. Se calculó que para el método espectrofotométrico el LOD del espectrofotómetro Genesys 10S UV-Vis es de 0.0005 mmol/L de sílice disuelta.

Para el método volumétrico se utilizó una bureta automática marca Boeco, las titulaciones con la bureta automática dependen de: la capacidad operatoria

del analista al momento de mover los diales de la bureta automática y la capacidad para preparar la concentración deseada de ácido clorhídrico; no obstante, el límite de detección para el método volumétrico es de 0.06mL de ácido clorhídrico 0.05N.

En la figura 6 se observa la categorización de arenas deletéreas e inocuas de distinta procedencia según la figura X1.1 de la norma ASTM C289-07. Los análisis de estas arenas se realizaron siguiendo los pasos de la norma ASTM C289-07, con los cuales se obtuvieron los parámetros de sílice disuelta (S_c) y reducción en la alcalinidad (R_c). En el lado derecho de la línea azul sólida, se ubican las arenas con carácter deletéreo, mientras en el lado izquierdo de la misma línea, se ubican las arenas con carácter inocuo. En la misma gráfica se demarcan dos líneas punteadas de color rojo, las cuales representan una zona de transición propuesta de ± 10 milimoles por litro en cuanto a la cantidad S_c . La zona de transición delimita un área donde se pueden dar posibles falsos positivos y falsos negativos, respectivamente. De las 15 muestras analizadas 3 de ellas presentaron ubicación en la zona de transición, categorizándose como falsos negativos las arenas procedentes del río Madre Vieja y Quebrada de San Juan M1, y un falso positivo para la arena procedente de Quebrada de San Juan M2. Por consiguiente, los parámetros S_c y R_c se evalúan en conjunto, de tal manera que la probabilidad de obtener un valor predictivo negativo (agregado categóricamente deletéreo) es del 86.67%, y la probabilidad de obtener un valor predictivo positivo para un agregado es del 75.00%.

En vista que se obtuvieron agregados con aumentos negativos de R_c , arena VIGUA y arena estándar 20-60, se procedió a realizar el ensayo de reactividad potencial usando como solución agua desmineralizada, previamente neutralizada (pH 7.0) con NaOH. Este ensayo dio como resultado una hidrólisis alcalina debido a que se midió el pH y hubo un aumento de este en ambas

arenas, esto se comparó con un blanco de agua desmineralizada neutra. De tal manera que la arena VIGUA y la arena estándar 20-60 presentan alcalinidad residual de origen. Por lo tanto, para arenas con valores negativos de Rc, es recomendable analizarlas mediante otro tipo de ensayo o análisis, ya que no se puede dar una conclusión acerca de su calidad con base en la gráfica del ensayo ASTM C289-07.

Para establecer la especificidad del método espectrofotométrico se trituró una pequeña muestra de arena estándar 30-60 y 20-60. Estas se analizaron en el equipo de fluorescencia de rayos X Rigaku NEXQC con el cual se obtuvieron los espectros respectivos. El parámetro especificidad indica qué tan selectivo es el método para medir el analito sin que haya interferencia de otras especies; de manera que se analizó el espectro bajo y medio de las arenas. Como se observa en la figura 7, en el espectro bajo de la arena estándar 30-60 solo se encuentra silicio, cabe mencionar que esta técnica no es capaz de diferenciar entre los distintos tipos de silicio como: óxido de silicio (SiO_2), silicatos (SiO_4^{4-} cristalino) y sílex negro (composición: SiO_2 amorfo y aluminosilicatos). En la figura 8 se obtuvo el espectro de fluorescencia de rayos X del rango medio de la arena estándar 30-60, en esta se puede observar zirconio (Zr) y trazas de níquel (Ni) y cobre (Cu). El tamaño de los picos en los espectros se interpreta como la proporción en la que están los elementos. Si se comparan ambas gráficas, las concentraciones de níquel y cobre no son significativas en comparación al del zirconio.

En la figura 9 se obtuvo el espectro bajo de fluorescencia de rayos X de la arena estándar 20-60. En esta se observa al silicio (Si) en mayor proporción y trazas de zinc (Zn), magnesio (Mg), molibdeno (Mo) y plomo (Pb). En la figura 10 se obtuvo el espectro de fluorescencia de rayos X para el rango medio de la misma arena, donde se observa hierro (Fe), cobre (Cu), zinc (Zn) y trazas de

calcio (Ca) y plomo (Pb). Al igual que en la arena estándar 30-60, en la arena estándar 20-60 el silicio está en una proporción mucho mayor que el resto de los elementos encontrados. Con base en las observaciones de los espectros de fluorescencia de rayos X se puede deducir que los elementos distintos del silicio causarían poca o una insignificante interferencia al momento de medir la absorbancia del silicio molibdeno amarillo; por lo tanto, el método espectrofotométrico es específico en cuanto a la detección y cuantificación del silicio.

En la tabla XIV se encuentran los porcentajes de recuperación de los parámetros de sílice disuelta (Sc) y reducción en la alcalinidad (Rc). Para determinar el porcentaje de recuperación se prepararon muestras de arena estándar 30-60 (inocua) con adiciones de alícuotas de 3, 5, 8, 12 y 15 mL de sílice estándar y posteriormente se descartó el efecto de estas adiciones. Se observó en esta tabla que los porcentajes de recuperación para la sílice disuelta van de 98.05% a 110.64%, y para la reducción de la alcalinidad oscila entre valores del 3.98% al 57.56%. El porcentaje de recuperación promedio para el Sc es de 102.95% y para el Rc es de 29.32%, por ello se cumple con el rango establecido por la OGA (90-110% de recuperación, inciso 2.1.1) para la exactitud relativa del método espectrofotométrico.

Así mismo, no fue posible obtener un porcentaje de recuperación aceptable para el método volumétrico, puesto que la presencia de los cationes de naturaleza anfótera, como zinc, aluminio, cromo (III) y plomo (II), e iones SO_3^{2-} y silicatos SiO_4^{4-} , puede dar lugar a una hidrólisis alcalina liberando iones OH^- en la solución. Respecto a la especificidad del método volumétrico, no fue posible su evaluación debido a restricciones en la disponibilidad de un estándar de referencia.

En la tabla XV se estimó la repetibilidad del ensayo ASTM C289-07 por intercomparación con dos analistas de LAFIQ utilizando arena estándar 30-60 y en la tabla XVI por intercomparación utilizando arena estándar VIGUA. Para evaluar la repetibilidad del procedimiento se realizaron análisis de varianza (ANOVA) de un factor con Microsoft Excel a un nivel de confianza del 95% ($\alpha=0.05$). Como criterio se utilizó la prueba estadística F de Fisher y el valor p (probabilidad).

Para ambas tablas, tabla XV y tabla XVI, se observó que el valor F para la concentración de sílice disuelta y para el gasto de volumen de HCl (0.62 y 2.31; y 0.55 y 0.52) es menor al valor crítico de F de 5.14 (referencia: tablas de distribución F de Fisher) según el nivel de confianza escogido. De igual manera, se obtuvieron probabilidades de 0.57 y 0.18 para la arena estándar 30-60 y para la arena estándar VIGUA de 0.60 y 0.62 para la concentración de sílice disuelta y el gasto de volumen HCl, respectivamente. Puesto que los valores F obtenidos fueron menores al F crítico y las probabilidades son mayores a $\alpha/2=0.025$, se concluye entonces que el ensayo ASTM C289-07: *Método de Ensayo Estándar para Reactividad Potencial Álcali-Sílice de Agregados (Método Químico)*, es repetible en LAFIQ, no existiendo diferencia significativa entre los analistas y/o condiciones en la realización del ensayo, utilizando el mismo equipo.

CONCLUSIONES

1. Con base en los resultados obtenidos para los parámetros evaluados: linealidad, límite de detección, valor predictivo negativo, valor predictivo positivo, especificidad, exactitud relativa y repetibilidad, el método cumple con los criterios de aceptación del inciso 3.1.1 del diseño metodológico dados por la OGA, y se establece el ensayo de reactividad potencial ASTM C289-07 como verificado en LAFIQ.
2. En relación con el método ASTM C289-07, la linealidad del método espectrofotométrico fue evaluada y se obtuvo un coeficiente de determinación (R^2) de 0.99986, además se estableció la incertidumbre de la línea en términos de la pendiente y del intercepto cuyos valores fueron ± 0.01497 L/mmol y ± 0.004964 , respectivamente.
3. En relación con el método ASTM C289-07, la linealidad del método volumétrico fue evaluada y se obtuvo un coeficiente de determinación (R^2) de 0.998, además se estableció la incertidumbre de la línea en términos de la pendiente y del intercepto cuyos valores fueron $\pm 1.264 \times 10^{-3}$ L²/mol y $\pm 1.073 \times 10^{-3}$ L, respectivamente.
4. El límite de detección (LOD) para el método espectrofotométrico fue de 0.0005 mmol/L de sílice disuelta; y para el método volumétrico fue de 0.06mL de ácido clorhídrico 0.05N.

5. El valor predictivo negativo fue de 86.67% y la probabilidad de obtener un valor predictivo positivo fue del 75.00% para los métodos espectrofotométrico y volumétrico, respectivamente.
6. Con relación a la especificidad, se demostró con base en los espectros de fluorescencia de rayos X de las arenas estándar 30-60 y 20-60 que el método espectrofotométrico es específico en la cuantificación y detección de la sílice.
7. Con relación a la especificidad del método volumétrico, no se pudo realizar la evaluación de esta por restricciones en la disposición de un estándar de referencia.
8. Para la exactitud relativa, los porcentajes de recuperación de los métodos espectrofotométrico y volumétrico fueron de 102.95% y 29.32%, respectivamente, cumpliendo únicamente el método espectrofotométrico con el rango de aceptación de la OGA de 90% al 110%.
9. El ensayo de reactividad potencial ASTM C289-07 es repetible en LAFIQ mediante intercomparación de los ensayos con diferentes analistas utilizando arenas estándar 30-60 y VIGUA.

RECOMENDACIONES

1. El LAFIQ debe establecer un programa de capacitación para analistas en la realización del ensayo ASTM C289-07: *Método de Ensayo Estándar para Reactividad Potencial Álcali-Sílice de Agregados (Método Químico)*, para que los parámetros que se obtengan sean lo menos dispersos y con un error mínimo.
2. Instruir al personal en la forma adecuada de la técnica de pipeteo de alícuotas, es decir, aspirar en posición vertical, con la finalidad de disminuir la discrepancia en los parámetros de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad entre analistas.
3. La gráfica para la clasificación de los agregados en inocuos y deletéreos (figura 6) tiene una zona de transición de ± 10 milimoles por litro en cuanto a la cantidad Sc. Para su uso por LAFIQ en análisis posteriores, sería prudente que esta zona de transición estuviera entre ± 20 a ± 25 milimoles por litro en cuanto a la cantidad Sc. Sin embargo, quedaría a criterio del laboratorio, pues los resultados que se ubican en esta zona deben ser analizados por otros métodos como el método de la barra de mortero (ASTM C1260), el ensayo de prisma de concreto (ASTM C 1293) o examen petrográfico.
4. Establecer un protocolo de lavado de cristalería y reactivos utilizando un jabón sin presencia de sulfatos para la realización del ensayo de la norma ASTM C289-07.

5. Establecer un programa de adquisición de reactivos, así como la verificación de contenido en ellos para corregir las variaciones del título de concentraciones.
6. Verificar la linealidad de la curva de calibración del espectrofotómetro cada año para la evaluación de su trazabilidad.
7. Verificar que los agregados finos utilizados como estándares por los laboratorios de concreto y morteros, y LAFIQ en el Centro de Investigaciones (CII), no posean alcalinidad, tanto la arena estándar como cualquier otra arena que se utilice de referencia, esto con el fin de evitar usar materiales que tengan alcalinidad residual de origen.

BIBLIOGRAFÍA

1. American Society for Testing Material International. *C 289-07: Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico)*. Pensilvania, Estados Unidos: ASTM International, 2007. 10 p.
2. Área de Estadística de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala. *Formulario Estadística 2*. Guatemala: Universidad de San Carlos de Guatemala, 2013. 16 p.
3. ATKINS, Peter. *Química física*. 6a ed. Barcelona, España: Ediciones Omega, 1999. 1018 p.
4. BARRIOS FERNÁNDEZ, Brenda. *Evaluación del cumplimiento de requisitos técnicos de la norma COGUANOR NTG/ISO/IEC 17025 para la realización del ensayo de reactividad potencial de agregados, bajo la norma ASTM C 289-07, que se implementará en el Laboratorio de Análisis Físicoquímicos de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería*. Trabajo de graduación de Ingeniería Química. Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2013. 192 p.
5. BUSTAMANTE, John; CARRASCAL, Luis. *Estandarización de la técnica espectrofotométrica (UV-VIS) para la cuantificación de antraquinonas presentes en productos a base de Aloe vera*. Tesis

de Tecnología Química. Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnología, 2010. 68 p.

6. CÁÑEZ, María; GARCÍA, Alejandro. *Validación de un método analítico para la determinación de fósforo por espectrofotometría ultravioleta-visible*. Revista de Ciencias Biológicas y de la Salud, 17 (1): 32-39, 2015.
7. Centro Nacional de Metrología (México). *Publicación técnica CNM-MRD-PT-030: Métodos analíticos adecuados a su propósito- Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. Querétaro, México: CENAM, 2005. 67 p.
8. CHRISTIAN, Gary. *Química analítica*. 6a ed. México: McGraw-Hill, 2009. 856 p.
9. Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG-41010 h11: Práctica para la reducción de muestras de agregados a tamaños de ensayo*. Guatemala: COGUANOR, 2011. 12 p.
10. DE LA CRUZ FRANCO, Carlos. *Confirmación del método analítico. Determinación de número ácido en aceite crudo por titulación potenciométrica mediante el método ASTM-D-664*. Tesis de Licenciatura en Ingeniería Química. Veracruz, México: Universidad Veracruzana, Facultad de Ciencias Químicas, 2011. 83 p.
11. HARRIS, Daniel. *Quantitative Chemical Analysis*. 7a ed. Estados Unidos, California: W. H. Freeman and Company, 2007. 121 p.

12. LABAHN, Otto. *Prontuario del cemento*. 5a ed. Barcelona, España: Editores Técnicos Asociados, 1985. 887 p.
13. PÉREZ, Mar. *Estimación de la incertidumbre. Guía GUM*. Revista española de metrología. Diciembre de 2012. [en línea]. <www.uv.es/meliajl/Docencia/WebComplementarios/GuiaGUM_e_medida.pdf>. [Consulta: 8 de octubre de 2016].
14. Oficina de Acreditación Guatemalteca. *OGA-GEC-016: Política de selección y validación de métodos de ensayo*. Guatemala: OGA, 2007. 29 p.
15. RODRÍGUEZ, Silvia; et al. *Validación de un método analítico para la determinación de boro en muestras foliares de Citrus reticulata*. Revista Tumbaga. 2012, vol. 1, no. 7. [en línea]. <<https://dialnet.unirioja.es/descarga/articulo/4550292.pdf>>. ISSN: 1909-4841. [Consulta: 1 de octubre de 2016].
16. SALCEDO, Martha. *Concreto de alto desempeño en Colombia*. 1a ed. Colombia, Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, 2006. 12 p.
17. SÁNCHEZ, DIEGO. *Tecnología del concreto y del mortero*. 5a ed. Colombia, Bogotá: Bhandar Editores LTDA, 2001. 349 p.
18. *Tema 9: morteros. Ingeniería rural*. [en línea]. <https://www.uclm.es/area/ing_rural/Trans_const/Tema9.pdf>. [Consulta: junio de 2018].

APÉNDICES

Apéndice 1. Metodología de cálculo

Absorbancia corregida

Se trabajó con base en la norma ASTM C289-07, y para determinar la sílice disuelta y el efecto del blanco se utilizó la siguiente ecuación:

$$A = A_m - A_b \quad [\text{Ec. No.14}]$$

Donde:

- A : absorbancia corregida, adimensional.
- A_m : absorbancia de la muestra problema medida por el espectrofotómetro, adimensional.
- A_b : absorbancia del blanco, adimensional.

Concentración corregida

Se corrigió el valor de la absorbancia, los valores de entrada x (concentración) son conocidos en el espectrofotómetro, no es posible conocer su error por el instrumento. Sin embargo, se puede corregir la concentración dada la absorbancia corregida de la muestra por medio de la ecuación de la curva de calibración. La concentración corregida se obtiene como:

Continuación apéndice 1.

$$C_i = \frac{A - 0.02938}{1.5638} \quad [\text{Ec. No.15}]$$

Donde:

- C_i : concentración de sílice corregida, mmol/L
- A: absorbancia corregida, adimensional

Sílice disuelta

$$S_c = 20 \left(\frac{100}{V} \right) C * \frac{50}{20} \quad [\text{Ec. No.16}]$$

Donde:

- S_c : concentración de sílice en mmol/L en el filtrado original.
- V: mililitros de solución diluida utilizada para el método espectrofotométrico (inciso 7.5 norma ASTM C289-07).
- C: concentración de sílice en la solución medida en el espectrofotómetro, mmol/L.

Ejemplo: se trabajó con una alícuota de 5mL para la preparación de la solución 6.2.2. de la norma ASTM C289-07. Se obtuvieron los siguientes datos del espectrofotómetro:

Muestra	Absorbancia (A_m)	Concentración (mmol/L)
B	0.042	0.01
M1	0.418	0.25
M2	0.425	0.25
M3	0.397	0.24

Continuación apéndice 1.

Se debe determinar la absorbancia corregida de cada muestra, utilizando la siguiente ecuación:

$$A = A_m - A_b = 0.418 - 0.042 = 0.376$$

Seguidamente, se calcula la concentración corregida:

$$C = \frac{A - 0.02938}{1.5638} = \frac{0.376 - 0.02938}{1.5638}$$

Los valores reales para cada muestra son:

Muestra	Absorbancia	Concentración (mmol/L)
M1	0.376	0.22
M2	0.383	0.23
M3	0.355	0.21

Se obtiene el parámetro Sc (concentración de sílice) para la muestra utilizando la ecuación No.16:

$$Sc = 20 \left(\frac{100}{V} \right) C * \frac{50}{20} = 20 \left(\frac{100}{5mL} \right) * 0.22 \text{ mM/L} * \frac{50}{20}$$
$$Sc = 88 * \frac{50}{20} = 221.65 \text{ mM/L}$$

Nota: se utilizó el mismo procedimiento descrito en el ejemplo para determinar el parámetro Sc en cada una de las muestras.

Continuación apéndice 1.

Reducción en la alcalinidad

$$R_c = 1000 \left(\frac{20N}{V_1} \right) (V_3 - V_2) \quad [\text{Ec. No. 17}]$$

Donde:

- R_c : reducción en la alcalinidad mmol/L.
- N: normalidad del HCl utilizado en la titulación.
- V_1 : mililitros de solución diluida utilizada en 7.5.
- V_2 : mililitros de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenolftaleína en la muestra de ensayo.
- V_3 : mililitros de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenolftaleína en la solución blanco.

Ejemplo: se tomó una alícuota de 20mL de una muestra y se tituló con HCl 0.05N, dando así un gasto de HCl de 19.42mL, para el blanco se obtuvo un gasto de volumen de HCl de 20.19mL para neutralizarlo. Se determinó la reducción en la alcalinidad de la muestra, utilizando la ecuación No.17:

$$R_c = 1000 \left(\frac{20N}{V_1} \right) (V_3 - V_2) = 1000 \left(\frac{20 * 0.05N}{10mL} \right) (20.19 - 19.42)mL$$

$$R_c = 77 \text{ mM/L}$$

Nota: se realizó el mismo procedimiento para todas las muestras, incluidas las repeticiones.

Continuación apéndice 1.

Media aritmética

La media aritmética también es conocida como el promedio. Esta se determina mediante la siguiente relación.

$$\bar{a} = \frac{a_1 + a_2 + a_3 + \dots + a_i}{n} \quad [\text{Ec. No.18}]$$

Donde:

- \bar{a} : promedio de la serie de datos
- a_1 : dato número 1 de la serie de datos
- a_i : datos i-ésimo de la serie de datos
- n : número de datos que conforman la serie

Ejemplo: se evaluó el promedio de los datos de sílice disuelta para las muestras procedentes del volcán de fuego.

Muestra	Sc (mmol/L)
M1	221.65
M2	226.13
M3	208.22

$$\bar{a} = \frac{a_1 + a_2 + a_3 + \dots + a_i}{n} = \frac{(221.65 + 226.13 + 208.22) \frac{\text{mmol}}{\text{L}}}{3}$$

$$\bar{Sc} = 218.67 \text{ mmol/L}$$

Continuación apéndice 1.

Desviación estándar

La desviación estándar es una medida de dispersión de los datos respecto de la media de la población. La desviación estándar “s” se obtiene por medio de:

$$s = \sqrt{\frac{\sum(a_i - \bar{a})^2}{n - 1}} \quad [\text{Ec. No.19}]$$

Donde:

- a_i : dato i-ésimo de una serie de datos
- \bar{a} : promedio de la serie de datos
- n : grados de libertad, número de datos que conforman una serie

Ejemplo: se determinó la desviación estándar de los datos de sílice disuelta para las muestras procedentes del volcán de fuego, conociendo que el promedio de estos datos es de 218.67 mmol/L.

Muestra	Sc (mmol/L)
M1	221.65
M2	226.13
M3	208.22

Como primer paso se puede encontrar la resta del dato i-ésimo con el promedio de esta serie de datos, y su valor elevado al cuadrado.

Continuación apéndice 1.

Muestra	$a_i - \bar{a}$ (mmol/L)	$(a_i - \bar{a})^2$ (mmol/L) ²
M1	221.65 – 218.67= 2.98	8.88
M2	226.13 – 218.67= 7.46	55.65
M3	208.22 – 218.67= -10.45	109.20

Se realizó la sumatoria de la segunda columna:

$$\sum (a_i - \bar{a})^2 = 8.88 + 55.65 + 109.20 = 173.73$$

Y, como último paso, se calculó la desviación estándar:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (a_i - \bar{a})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{173.73 \left(\frac{mM}{L}\right)^2}{3 - 1}}$$
$$s \approx 9.32 \text{ mM/L}$$

Curva de calibración

De las curvas de calibración del método espectrofotométrico y volumétrico se obtuvieron pares de datos “x” y “y”, estos datos se graficaron con Microsoft Excel para obtener gráficas que se ajustan al modelo lineal por medio del método de mínimos cuadrados (véase Anexos sección 1). De esto se pudo obtener la pendiente de la gráfica “m”, el intercepto “b”, y los errores al calcular: la pendiente “s_m”, los datos de absorbancia/gasto de HCl “s_y”, y el intercepto “S_b”.

Continuación apéndice 1.

Incertidumbre de medidas indirectas

Las medidas directas son las que se obtienen directamente del instrumento, como por ejemplo la masa que se pesa en la balanza, la temperatura, etc. Por otra parte, es importante expresar la incertidumbre de las medidas indirectas, las cuales se obtienen a partir de combinación de factores u operaciones aritméticas, que se obtiene a partir de la ley de propagación de errores. Por medio de la ley de propagación de errores se obtiene la influencia de los errores aleatorios, de medida, etc. Para aplicar dicha ley se hace uso de las derivadas parciales para cada variable que compone la función, teniendo así una función “T” definida como: $T = f(g, h, p)$. Al aplicar las derivadas parciales, esta quedaría como:

$$\Delta T = \left| \frac{\partial T}{\partial g} \right| \Delta g + \left| \frac{\partial T}{\partial h} \right| \Delta h + \left| \frac{\partial T}{\partial p} \right| \Delta p \quad [\text{Ec. No.20}]$$

Donde:

- ΔT : incertidumbre de la medida
- $\Delta g, \Delta h, \Delta p$: incerteza del instrumento de medición
- $\frac{\partial T}{\partial g}$: derivada parcial de la función respecto de la variable g

A continuación se presentan las ecuaciones utilizadas para determinar la incertidumbre de los parámetros: sílice disuelta, reducción en la alcalinidad, concentración y normalidad.

Continuación apéndice 1.

No. De Ecuación	Parámetro	Función de incertidumbre
21	Sílice disuelta (Sc)	$\Delta Sc = \left \frac{5000}{V} \right \Delta C + \left \frac{5000 * C}{V^2} \right \Delta V$
22	Reducción en la alcalinidad (Rc)	$\Delta Rc = \left[\left \frac{(V_3 - V_2)}{V_1} \right \Delta N + \left \frac{(V_3 - V_2)}{V_1^2} \right \Delta V_1 + \left \frac{N}{V_1} \right \Delta V_2 + \left \frac{N}{V_1} \right \Delta V_3 \right] * 20,000$
23	Concentración (c)	$\Delta c = \left \frac{1}{m} \right \Delta s_y + \left \frac{A - b}{m^2} \right * \Delta m + \left \frac{1}{m} \right \Delta b$
24	Normalidad (N)	$N = 2000 * \left(\left \frac{1}{PM * VU} \right * \Delta gu + \left \frac{gu}{PM * VU^2} \right * \Delta VU \right)$

Ejemplo: se determinó la función matemática para calcular la incertidumbre del parámetro de sílice disuelta, y luego determinar el valor de incertidumbre de Sc para una concentración de 0.22±0.0083 mmol/L y un volumen de 5±0.013mL.

$$Sc = 20 \left(\frac{100}{V} \right) C * \frac{50}{20}$$

La derivada parcial de la ecuación para obtener la incertidumbre sería:

$$\Delta Sc = \left| \frac{\partial Sc}{\partial C} \right| \Delta C + \left| \frac{\partial Sc}{\partial V} \right| \Delta V$$

Continuación apéndice 1.

Primero, se derivó la ecuación respecto de la concentración (C):

$$\frac{\partial S_c}{\partial C} = \frac{5000}{V}$$

Segundo, se derivó la ecuación respecto del volumen (V):

$$\frac{\partial S_c}{\partial V} = -\frac{5000 * C}{V^2}$$

Reagrupando y ordenando términos, la incertidumbre para la función Sc sería:

$$\Delta S_c = \left| \frac{5000}{V} \right| \Delta C + \left| \frac{5000 * C}{V^2} \right| \Delta V$$

Ahora, se determinó la incertidumbre para la sílice disuelta sustituyendo los valores dados:

$$\Delta S_c = \left| \frac{5000}{5mL} \right| 0.0083mmol/L + \left| \frac{5000 * 0.22mmol/L}{(5mL)^2} \right| 0.013mL$$

$$\Delta S_c = 8.90mmol/L$$

Nota: se realizó el mismo procedimiento para determinar la función de la incertidumbre para la concentración (Δc), la reducción en la alcalinidad (ΔRc) y la normalidad del HCl (ΔN), y sus valores correspondientes.

Porcentaje de recuperación (%R)

$$\%R = \frac{\text{Concentración obtenida}}{\text{Concentración real}} * 100 \quad [\text{Ec. No.25}]$$

Continuación apéndice 1.

Ejemplo: se determinó el porcentaje de recuperación para la arena estándar 30-60 con fortificación de 8mL de sílice estándar, dando como resultado promedio de sílice disuelta 71.76 mmol/L, si se conoce que el promedio de sílice disuelta en la arena estándar 30-60 sin adiciones es de 72.82mmol/L.

$$\%R = \frac{71.76 \text{ mmol/L}}{72.82 \text{ mmol/L}} * 100 = 98.54\%$$

Límite de detección (LOD)

$$LD = \bar{y}_B - 3s_B \quad [\text{Ec. No.26}]$$

Donde:

- \bar{y}_B : media de la concentración del analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco.
- s_B : desviación estándar del blanco.

Ejemplo: se determinó el límite de detección del método espectrofotométrico, si se obtienen los siguientes datos para muestras de blanco del espectrofotómetro:

Repetición	Absorbancia	Concentración (mmol/L)
1	0.076	0.03
2	0.071	0.03
3	0.087	0.04
4	0.103	0.05
5	0.114	0.05
6	0.113	0.05

Continuación apéndice 1.

La desviación de los datos anteriores es de 0.0098 mmol/L, y se conoce que la media de la concentración del analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco es el intercepto b de la curva de calibración del método espectrofotométrico, entonces:

$$LOD = \frac{0.029mmol}{L} - \frac{3(0.0098)mmol}{L}$$

$$LOD = 0.0005mmol/L$$

Nota: el límite de detección (LOD) del método volumétrico depende de la sensibilidad de la bureta automática y la habilidad del operador, así como de la concentración del ácido clorhídrico.

Valor predictivo negativo

$$VPN = \frac{VN}{VN + FN} \quad [\text{Ec. No.27}]$$

Donde:

- VPN: valor predictivo negativo
- VN: verdadero negativo (deletéreo categórico)
- FN: falso negativo

Ejemplo: de acuerdo con la figura 6 se determinó el valor predictivo negativo:

$$VPN = \frac{13}{13 + 2}$$

Continuación apéndice 1.

$$VPN = 0.8667 * 100 = 86.67\%$$

Valor predictivo positivo

$$VPP = \frac{VP}{VP + FP} \quad [\text{Ec. No.28}]$$

Donde:

- VPP: valor predictivo positivo
- VP: verdadero positivo (inocuo categórico)
- FP: falso positivo

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. **Datos calculados**

Tabla I. **Datos para determinar la incertidumbre de los parámetros de la curva de calibración del método espectrofotométrico**

No.	x_i	y_i	Error	$x_i \cdot y_i$	x_i^2	d_i	d_i^2
1	0.10	0.18	0.13	0.02	0.01	-3.40E-03	1.16E-05
2	0.20	0.34	0.24	0.07	0.04	2.00E-04	4.00E-08
3	0.30	0.51	0.35	0.15	0.09	6.80E-03	4.62E-05
4	0.40	0.65	0.44	0.26	0.16	-6.00E-04	3.60E-07
5	0.50	0.81	0.54	0.40	0.25	-3.00E-03	9.00E-06
SUMATORIA	1.50	2.49		0.90	0.55		6.72E-05

Fuente: elaboración propia.

Tabla II. **Determinación de la incertidumbre para los parámetros de la curva de calibración del método espectrofotométrico**

D	M	B	S_y	S_m^2	S_b^2
0.5000	1.5640	0.0290	4.7329E-03	2.2400E-04	2.4640E-05
Raíz cuadrada de				0.01497	0.004964

Fuente: elaboración propia.

Tabla III. Datos para la curva de calibración del método volumétrico

Normalidad teórica	Normalidad real	Repetición			P. Gasto HCl (L)
		Gasto HCl R1 (mL)	Gasto HCl R2 (mL)	Gasto HCl R3 (mL)	
1.0	1.000	19.73	19.88	19.78	0.0198
0.9	0.864	17.06	16.91	17.00	0.0170
0.8	0.759	15.32	15.39	15.30	0.0153
0.7	0.699	13.56	13.51	13.55	0.0135
0.6	0.576	11.72	11.62	11.65	0.0117
0.5	0.481	9.47	9.53	9.58	0.0095
0.4	0.379	7.30	7.41	7.47	0.0074
0.3	0.285	6.05	6.01	6.07	0.0060
Coeficiente de determinación R ²					0.998

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. Datos para determinar la incertidumbre de los parámetros de la curva de calibración del método volumétrico

No.	x _i	y _i	x _i *y _i	x _i ²	d _i	d _i ²
1	1	0.0198	0.0198	1.0000	6.008E-05	3.610E-09
2	0.864	0.0170	0.0147	0.7465	-9.729E-05	9.465E-09
3	0.759	0.0153	0.0116	0.5761	2.948E-04	8.690E-08
4	0.699	0.0135	0.0095	0.4886	-3.331E-04	1.109E-07
5	0.576	0.0117	0.0067	0.3318	1.863E-04	3.471E-08
6	0.481	0.0095	0.0046	0.2314	-9.974E-05	9.949E-09
7	0.379	0.0074	0.0028	0.1436	-2.461E-04	6.057E-08
8	0.285	0.0060	0.0017	0.0812	2.350E-04	5.524E-08
SUMATORIA	5.043	0.100	0.071	3.599	1.795E-03	3.223E-06

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Determinación de la incertidumbre para los parámetros de la curva de calibración del método volumétrico**

D	M	b	S_y	S_m²	S_b²
3.362	1.948E-02	2.565E-04	1.037E-03	1.598E-06	1.150E-06
Raíz cuadrada de				1.264E-03	1.073E-03

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Purulhá**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora0 (h:min)	Horaf (h:min)	T0 (°C)	Tf (°C)
Preparación	112.201 ±0.001	23/10/2017	--	--	--	--
Lavado	150.024 ±0.001	24/10/2017	--	--	--	--
Secado	111.325 ±0.001	24/10/2017	10:23	10:23	105.3 ±0.1	105.1 ±0.1
Calentamiento	--	25/10/2017	10:26	10:26	80.0 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Purulhá**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota1 (mL)	Balón1 (mL)
B	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	02:13.9	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:24.6	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:48.6	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:24.4	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Purulhá**

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Purulhá**

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.022	0.022	95	0	0	0.0062
M1	0.392	0.37	41	0.23	0.22	0.0083
M2	0.397	0.375	40	0.24	0.22	0.0083
M3	0.432	0.41	37	0.26	0.24	0.0085

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla X. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Purulhá**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.67±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	17.15±0.06	
M2	20±0.03	3	17.29±0.06	
M3	20±0.03	3	18.58±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XI. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Purulhá**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.26	--
1	363.03	252	16.11	17.77
2	368.35	238	16.19	17.45
3	405.66	109	16.79	14.50
Promedio	379.01	200	16.36	16.57

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XII. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Río Blanco**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	142.067 ±0.001	24/10/2017	--	--	--	--
Lavado	190.573 ±0.001	25/10/2017	--	--	--	--
Secado	139.546 ±0.001	25/10/2017	11:23	11:23	105.5 ±0.1	105.1 ±0.1
Calentamiento	--	26/10/2017	9:39	9:39	80.0 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Río Blanco**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	00:32.8	10±0.011	200 ±0.1
M1	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:37.6	10±0.011	200 ±0.1
M2	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	06:23.3	10±0.011	200 ±0.1
M3	25.004 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	06:15.3	10±0.011	200 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Río Blanco**

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	2.000 ±0.004	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	2.000 ±0.004	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	2.000 ±0.004	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	2.000 ±0.004	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Río Blanco.**

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.009	0.009	98	0	0	0.0061
M1	0.278	0.269	54	0.16	0.15	0.0077
M2	0.310	0.301	50	0.18	0.17	0.0079
M3	0.340	0.331	47	0.20	0.19	0.0080

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XVI. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Río Blanco**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	20.47±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	16.84±0.06	
M2	20±0.03	3	17.55±0.06	
M3	20±0.03	3	17.99±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Río Blanco**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc(mmol/L)
Blanco	0.00	0	15.19	0
1	383.07	363	19.93	20.31
2	434.23	292	20.53	18.69
3	482.19	248	21.08	17.68
Promedio	433.16	301	20.51	18.89

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XVIII. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Río Madre Vieja

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	155.02 ±0.001	6/11/2017	--	--	--	--
Lavado	189.086 ±0.001	7/11/2017	--	--	--	--
Secado	150.865 ±0.001	7/11/2017	9:45	9:45	105.6 ±0.1	105.1 ±0.1
Calentamiento	--	8/11/2017	9:54	9:54	80.3±0.1	80.0±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Río Madre Vieja

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:56.29	10.0±0.1	200±0.1
M1	25.002 ±0.001	25.0±0.1	-50.00±1.25	06:04.22	10.0±0.1	200±0.1
M2	25.003 ±0.001	25.0±0.1	-50.00±1.25	05:40.27	10.0±0.1	200±0.1
M3	25.002 ±0.001	25.0±0.1	-50.00±1.25	08:17.45	10.0±0.1	200±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Río Madre Vieja

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Río Madre Vieja

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.019	0.019	96	0	0	0.0061
M1	0.389	0.37	43	0.23	0.22	0.0083
M2	0.506	0.487	33	0.3	0.29	0.0090
M3	0.539	0.52	30	0.32	0.31	0.0092

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXII. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Río Madre Vieja**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	21.76±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	16.37±0.06	
M2	20±0.03	3	16.49±0.06	
M3	20±0.03	3	16.48±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Río Madre Vieja**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.23	0
1	363.03	539	16.11	18.02
2	487.72	527	18.09	24.07
3	522.89	528	18.65	24.09
Promedio	457.88	531	17.62	22.06

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXIV. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Santa Rosa**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	114.473 ±0.001	08/11/2017	--	--	--	--
Lavado	165.734 ±0.001	09/11/2017	--	--	--	--
Secado	112.546 ±0.001	09/11/2017	12:31	12:31	105.5 ±0.1	105.1 ±0.1
Calentamiento	--	13/11/2017	9:11	9:11	80.0 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXV. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Santa Rosa**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	00:25.22	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.003 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:45.45	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.004 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:50.27	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.004 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	05:09.67	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVI. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Santa Rosa

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVII. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Santa Rosa

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.019	0.019	96	0.00	0.00	0.0061
M1	0.470	0.450	35	0.28	0.27	0.0088
M2	0.381	0.360	43	0.22	0.21	0.0082
M3	0.389	0.370	43	0.23	0.22	0.0083

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXVIII. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Santa Rosa

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	20.66±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.38±0.06	
M2	20±0.03	3	19.83±0.06	
M3	20±0.03	3	19.65±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIX. Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Santa Rosa

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.23	0.00
1	449.35	72	17.48	13.65
2	354.50	83	15.97	13.90
3	363.03	101	16.11	14.31
Promedio	388.96	85	16.52	13.95

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXX. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	124.767 ±0.001	24/11/2017	--	--	--	--
Lavado	165.248 ±0.001	27/11/2017	--	--	--	--
Secado	116.003 ±0.001	27/11/2017	12:04	9:27	105.0 ±0.1	105.0 ±0.1
Calentamiento	--	28/11/2017	10:17	10:17	80.0 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXI. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	00:37.14	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:15.55	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:57.50	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.002 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	04:23.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)

M	Alícuota₂ (mL)	Balón₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	18.000 ±0.033	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	18.000 ±0.033	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	18.000 ±0.033	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	18.000 ±0.033	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIII. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)

Muestra	A_m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.083	0.083	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.363	0.28	52	0.21	0.16	0.0077
M2	0.373	0.29	42	0.22	0.17	0.0078
M3	0.35	0.267	45	0.2	0.15	0.0077

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXXIV. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	20.74±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.11±0.06	
M2	20±0.03	3	22.61±0.06	
M3	20±0.03	3	21.13±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXV. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Chincayote, Honduras (TCONSA WTG 13)**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	8.33	0	1.83	0.00
1	44.52	37	2.24	12.85
2	46.29	187	2.26	16.28
3	42.21	39	2.21	12.89
Promedio	44.34	88	2.24	14.01

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XXXVI. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	118.873 ±0.001	15/11/2017	--	--	--	--
Lavado	150.656 ±0.001	21/11/2017	--	--	--	--
Secado	112.972 ±0.001	21/11/2017	10:26	10:26	105.0 ±0.1	105.0 ±0.1
Calentamiento	--	22/11/2017	10:24	10:24	80.0 ±0.1	80.1 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXVII. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	00:26.02	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.003 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:15.50	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.002 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:40.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.002 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	06:47.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXVIII. **Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)**

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIX. **Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)**

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.019	0.019	96	0	0	0.0061
M1	0.470	0.450	35	0.28	0.27	0.0088
M2	0.381	0.360	43	0.22	0.21	0.0082
M3	0.389	0.370	43	0.23	0.22	0.0083

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XL. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	20.66±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.38±0.06	
M2	20±0.03	3	19.83±0.06	
M3	20±0.03	3	19.65±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLI. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Construfácil Roosevelt (Río Villalobos)**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc(mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.23	0.00
1	449.35	72	17.48	13.65
2	354.50	83	15.97	13.90
3	363.03	101	16.11	14.31
Promedio	388.96	85	16.52	13.95

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XLII. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente del Volcán de Fuego**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	114.120 ±0.001	19/06/2018	--	--	--	--
Lavado	150.147 ±0.001	20/06/2018	--	--	--	--
Secado	112.972 ±0.001	20/06/2018	11:28	10:54	107.0 ±0.1	105.0 ±0.1
Calentamiento	--	21/06/2018	9:54	9:54	80.0 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIII. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente del Volcán de Fuego**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	00:26.02	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:15.50	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:40.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.000 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	06:47.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIV. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente del Volcán de Fuego

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	5±0.013	100 ±0.1	2±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	5±0.013	100 ±0.1	2±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	5±0.013	100 ±0.1	2±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	5±0.013	100 ±0.1	2±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLV. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente del Volcán de Fuego

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.042	0.042	91	0.01	0.01	0.0063
M1	0.418	0.376	38	0.25	0.22	0.0083
M2	0.425	0.383	38	0.25	0.23	0.0084
M3	0.397	0.355	40	0.24	0.21	0.0082

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XLVI. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente del Volcán de Fuego**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	20.19±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	19.42±0.06	
M2	20±0.03	3	19.74±0.06	
M3	20±0.03	3	19.19±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVII. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente del Volcán de Fuego**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	10.00	0	6.30	0.00
1	221.65	77	8.90	13.76
2	226.13	45	8.95	13.03
3	208.22	100	8.73	14.29
Promedio	218.67	74	8.86	13.69

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XLVIII. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de El Mástil Escuintla

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	119.939 ±0.001	06/08/2018	--	--	--	--
Lavado	162.014 ±0.001	07/08/2018	--	--	--	--
Secado	115.568 ±0.001	07/08/2018	10:20	10:20	105.7 ±0.1	105.8 ±0.1
Calentamiento	--	08/08/2018	11:16	11:16	80.0 ±0.1	80.1 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIX. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de El Mástil Escuintla

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:26.02	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.000 ±0.001	25.0±0.1	-50.00±1.25	05:15.50	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.000 ±0.001	25.0±0.1	-50.00±1.25	05:40.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.000 ±0.001	25.0±0.01	-50.00±1.25	06:47.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla L. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de El Mástil Escuintla

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	5.000 ±0.013	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	5.000 ±0.013	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	5.000 ±0.013	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	5.000 ±0.013	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LI. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de El Mástil Escuintla

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.026	0.026	94	0.00	0.00	0.0062
M1	0.455	0.429	35	0.27	0.26	0.0086
M2	0.407	0.381	39	0.24	0.22	0.0084
M3	0.44	0.414	36	0.26	0.25	0.0086

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LII. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de El Mástil Escuintla**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.81±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	19.04±0.06	
M2	20±0.03	3	19.55±0.06	
M3	20±0.03	3	19.09±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LIII. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de El Mástil Escuintla**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc(mmol/L)
Blanco	0.00	0	6.18	0.00
1	255.54	77	9.31	13.76
2	224.85	26	8.94	12.60
3	245.95	72	9.19	13.65
Promedio	242.12	58	9.15	13.34

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LIV. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de El Mástil Jocotenango

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	112.256 ±0.001	13/08/2018	--	--	--	--
Lavado	150.124 ±0.001	17/08/2018	--	--	--	--
Secado	111.214 ±0.001	17/08/2018	10:41	10:41	104.4 ±0.1	107.0 ±0.1
Calentamiento	--	21/08/2018	9:13	9:13	80.3 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LV. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de El Mástil Jocotenango

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:34.62	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:20.35	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:14.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.000 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	04:14.11	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LVI. **Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de El Mástil Jocotenango**

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LVII. **Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de El Mástil Jocotenango**

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.023	0.023	95	0.00	0.00	0.0062
M1	0.448	0.425	36	0.27	0.25	0.0086
M2	0.447	0.424	36	0.27	0.25	0.0086
M3	0.438	0.415	36	0.26	0.25	0.0086

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LVIII. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de El Mástil Jocotenango**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.80±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	17.88±0.06	
M2	20±0.03	3	18.06±0.06	
M3	20±0.03	3	17.88±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LIX. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de El Mástil Jocotenango**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.27	0.00
1	421.64	192	17.04	16.40
2	420.58	174	17.02	15.98
3	410.99	192	16.87	16.40
Promedio	417.74	186	16.98	16.26

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LX. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	114.340 ±0.001	22/08/2018	--	--	--	--
Lavado	145.006 ±0.001	23/08/2018	--	--	--	--
Secado	111.257 ±0.001	23/08/2018	12:14	10:56	105.3 ±0.1	105.0 ±0.1
Calentamiento	--	29/08/2018	11:34	11:34	79.8 ±0.1	80.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXI. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:51.50	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:48.76	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:47.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.000 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	04:19.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	3.000 ±0.019	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXIII. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.018	0.018	96	0	0	0.0061
M1	0.352	0.334	44	0.21	0.19	0.0081
M2	0.366	0.348	43	0.22	0.20	0.0082
M3	0.347	0.329	45	0.2	0.19	0.0080

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXIV. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.99±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	17.41±0.06	
M2	20±0.03	3	18.30±0.06	
M3	20±0.03	3	17.08±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXV. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 1)**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc(mmol/L)
Blanco	0.00	0	10.22	0.00
1	324.66	258	15.50	17.91
2	339.58	269	15.74	18.16
3	319.33	291	15.41	18.66
Promedio	327.86	273	15.55	18.24

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXVI. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	117.482 ±0.001	30/08/2018	--	--	--	--
Lavado	145.006 ±0.001	03/09/2018	--	--	--	--
Secado	111.257 ±0.001	03/09/2018	11:33	10:58	105.1±0.1	105.3±0.1
Calentamiento	--	04/09/2018	11:47	11:47	79.8±0.1	80.0±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXVII. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:51.50	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:48.76	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:47.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.001 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	04:19.42	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXVIII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	13.000 ±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	13.000 ±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	13.000 ±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	13.000 ±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXIX. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.062	0.062	87	0.02	0.02	0.0064
M1	0.356	0.294	44	0.21	0.17	0.0078
M2	0.419	0.357	38	0.25	0.21	0.0082
M3	0.333	0.271	46	0.19	0.15	0.0077

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXX. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.10±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	18.54±0.06	
M2	20±0.03	3	19.09±0.06	
M3	20±0.03	3	17.13±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXI. **Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Quebrada de San Juan (muestra 2)**

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	7.69	0	2.48	0.00
1	65.08	56	3.16	13.28
2	80.58	1	3.34	0.00
3	59.43	197	3.09	16.51
Promedio	68.36	85	3.20	9.93

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXII. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena proveniente de Cobán

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	127.76 ±0.001	04/09/2018	--	--	--	--
Lavado	150.162 ±0.001	05/09/2018	--	--	--	--
Secado	110.504 ±0.001	05/09/2018	11:50	9:32	105.0±0.1	105.1±0.1
Calentamiento	--	06/09/2018	11:47	11:47	80.0±0.1	80.2±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXIII. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena proveniente de Cobán

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:38.93	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:58.60	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.000 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:51.71	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.000 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	03:30.46	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

**Tabla LXXIV. Registro de la preparación del método espectrofotométrico
para el ensayo de reactividad potencial de la arena
proveniente de Cobán**

M	Alícuota₂ (mL)	Balón₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	40.000 ±0.014	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	40.000 ±0.014	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	40.000 ±0.014	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	40.000 ±0.014	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

**Tabla LXXV. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena
proveniente de Cobán**

Muestra	A_m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Blanco	0.062	0.062	87	0.10	0.10	0.0064
M1	0.158	0.096	70	0.08	0.04	0.0066
M2	0.184	0.122	65	0.10	0.06	0.0068
M3	0.143	0.081	72	0.07	0.03	0.0065

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXVI. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena proveniente de Cobán

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Blanco	20±0.03	3	19.69±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	13.46±0.06	
M2	20±0.03	3	13.08±0.06	
M3	20±0.03	3	13.52±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXVII. Resultados de Sc y Rc para arena proveniente de Cobán

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Blanco	12.50	0	0.80	0.00
1	5.33	623	0.83	26.27
2	7.40	661	0.85	0.00
3	4.13	617	0.82	26.13
Promedio	5.62	634	0.83	17.46

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXVIII.Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena estándar 20-60

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora₀ (h:min)	Hora_f (h:min)	T₀ (°C)	T_f (°C)
Preparación	116.734 ±0.001	08/02/2018	--	--	--	--
Lavado	160.574 ±0.001	09/02/2018	--	--	--	--
Secado	113.438 ±0.001	09/02/2018	9:34	9:34	105.0±0.1	105.2±0.1
Calentamiento	--	13/02/2018	10:13	10:13	80.0±0.1	80.5±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXIX.Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 20-60

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota₁ (mL)	Balón₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:41.40	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:44.41	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	03:59.33	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.001 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	04:00.51	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXX. **Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 20-60**

Muestra	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
Blanco	15.000 ±0.017	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	15.000 ±0.017	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXI. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 20-60

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.103	0.103	79	0.05	0.05	0.0067
M1	0.454	0.351	35	0.27	0.21	0.0082
M2	0.465	0.362	34	0.28	0.21	0.0082
M3	0.446	0.343	36	0.27	0.20	0.0081
Repetición 2						
Blanco	0.113	0.113	77	0.05	0.05	0.0067
M1	0.456	0.343	35	0.27	0.20	0.0081
M2	0.471	0.358	34	0.28	0.21	0.0082
M3	0.467	0.354	34	0.28	0.21	0.0082
Repetición 3						
Blanco	0.114	0.114	77	0.05	0.05	0.0067
M1	0.459	0.345	35	0.27	0.20	0.0081
M2	0.477	0.363	33	0.28	0.21	0.0082
M3	0.464	0.35	34	0.28	0.21	0.0082

Fuente: "Muestra de cálculo."

Tabla LXXXII. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 20-60

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	20.04±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.19±0.06	
M2	20±0.03	3	20.44±0.06	
M3	20±0.03	3	20.26±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	19.94±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.19±0.06	
M2	20±0.03	3	20.41±0.06	
M3	20±0.03	3	20.33±0.06	
Repetición 3				
Blanco	20±0.03	3	20.01±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.1±0.06	
M2	20±0.03	3	20.33±0.06	
M3	20±0.03	3	19.84±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXIII. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 20-60

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Δ Sc (mmol/L)	Δ Rc (mmol/L)
Repetición 1				
Blanco	16.67	0	2.24	0.00
1	68.56	-15	2.80	12.34
2	70.90	-40	2.83	12.92
3	66.85	-22	2.78	12.50
Repetición 2				
Blanco	16.67	0	2.26	0.00
1	66.85	-25	2.78	12.57
2	70.05	-47	2.82	13.08
3	69.19	-39	2.81	12.89
Repetición 3				
Blanco	16.67	0	2.26	0.00
1	67.28	-9	2.79	12.21
2	71.11	-32	2.83	12.73
3	68.34	17	2.80	12.39

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXXIV. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 20-60

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio Δ Sc (mmol/L)	Promedio Δ Rc (mmol/L)
Arena Estándar 20-60	68.77	-26	2.80	12.59
Arena Estándar 20-60 (2)	68.70	-37	2.80	12.85
Arena Estándar 20-60 (3)	68.91	-8	2.80	12.44
Promedio	68.79	-24	2.80	12.63
Desviación estándar	0.109	14.6	0.00	0.2049

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXXV. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena estándar VIGUA

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	122.789 ±0.001	25/01/2018	--	--	--	--
Lavado	173.265 ±0.001	29/01/2018	--	--	--	--
Secado	119.959 ±0.001	29/01/2018	11:23	11:23	105.0±0.1	105.0±0.1
Calentamiento	--	30/01/2018	10:27	10:27	80.0±0.1	80.2±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXVI. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar VIGUA

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:37.47	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:11.45	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:03.23	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.001 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	03:20.89	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

**Tabla LXXXVII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico
para el ensayo de reactividad potencial de la arena
estándar VIGUA**

Muestra	Alícuota₂ (mL)	Balón₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
Blanco	13±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	13±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	13±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	13±0.030	100 ±0.1	2±0.01	1±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla LXXXVIII. **Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar VIGUA**

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.075	0.075	84	0.03	0.03	0.0065
M1	0.436	0.361	37	0.26	0.21	0.0082
M2	0.385	0.31	41	0.23	0.18	0.0079
M3	0.376	0.301	42	0.22	0.17	0.0079
Repetición 2						
Blanco	0.083	0.083	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.449	0.366	36	0.27	0.22	0.0083
M2	0.398	0.315	40	0.24	0.18	0.0079
M3	0.392	0.309	41	0.23	0.18	0.0079
Repetición 3						
Blanco	0.089	0.089	81	0.04	0.04	0.0066
M1	0.457	0.368	35	0.27	0.22	0.0083
M2	0.407	0.318	39	0.24	0.18	0.0080
M3	0.395	0.306	40	0.23	0.18	0.0079

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla LXXXIX. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar VIGUA**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	20.12±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.61±0.06	
M2	20±0.03	3	19.68±0.06	
M3	20±0.03	3	19.84±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	19.92±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.71±0.06	
M2	20±0.03	3	19.86±0.06	
M3	20±0.03	3	20.00±0.06	
Repetición 3				
Blanco	20±0.03	3	19.94±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	21.64±0.06	
M2	20±0.03	3	19.69±0.06	
M3	20±0.03	3	20.00±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XC. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar VIGUA

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Δ Sc (mmol/L)	Δ Rc(mmol/L)
Repetición 1				
Blanco	11.54	0	2.52	00.00
1	81.56	-149	3.35	15.41
2	69.02	44	3.20	13.01
3	66.80	28	3.18	12.64
Repetición 2				
Blanco	11.538	0	2.54	00.00
1	82.791	-179	3.37	16.10
2	70.248	6	3.22	12.14
3	68.772	-8	3.20	12.18
Repetición 3				
Blanco	15.385	0	2.56	00.00
1	83.283	-170	3.37	15.89
2	70.986	25	3.23	12.57
3	68.034	-6	3.19	12.14

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XCI. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar VIGUA

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio Δ Sc (mmol/L)	Promedio Δ Rc (mmol/L)
Arena Estándar 20-60	72.46	-26	3.25	13.69
Arena Estándar 20-60 (2)	73.94	-60	3.26	13.47
Arena Estándar 20-60 (3)	74.10	-50	3.27	13.53
Promedio	73.50	-45	3.26	13.56
Desviación Estándar	0.903	17.8	0.011	0.11

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XCII. Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena estándar 30-60

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	111.545 ±0.001	10/01/2018	--	--	--	--
Lavado	156.135 ±0.001	11/01/2018	--	--	--	--
Secado	110.303 ±0.001	11/01/2018	10:24	9:25	105.1±0.1	105.0±0.1
Calentamiento	--	15/01/2018	9:24	9:16	80.2±0.1	80.0±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCIII. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:31.53	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:19.76	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:34.38	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M3	25.002 ±0.001	25.0 ±0.01	-50.00±1.25	03:59.49	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCIV. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M3	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCV. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 30-60

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.087	0.087	82	0.04	0.04	0.0066
M1	0.455	0.368	35	0.27	0.22	0.0083
M2	0.467	0.38	34	0.28	0.22	0.0083
M3	0.455	0.368	35	0.27	0.22	0.0083
Repetición 2						
Blanco	0.076	0.076	84	0.03	0.03	0.0065
M1	0.443	0.367	36	0.26	0.22	0.0083
M2	0.459	0.383	35	0.27	0.23	0.0084
M3	0.447	0.371	36	0.27	0.22	0.0083
Repetición 3						
Blanco	0.071	0.071	85	0.03	0.03	0.0065
M1	0.423	0.352	38	0.25	0.21	0.0082
M2	0.452	0.381	35	0.27	0.22	0.0084
M3	0.44	0.369	36	0.26	0.22	0.0083

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XCVI. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	21.86±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.70±0.06	
M2	20±0.03	3	20.91±0.06	
M3	20±0.03	3	20.57±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	21.76±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.45±0.06	
M2	20±0.03	3	20.60±0.06	
M3	20±0.03	3	19.77±0.06	
Repetición 3				
Blanco	20±0.03	3	21.93±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	20.63±0.06	
M2	20±0.03	3	20.71±0.06	
M3	20±0.03	3	20.53±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla XCVII. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60

Muestra	Sc (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Δ Sc (mmol/L)	Δ Rc (mmol/L)
Repetición 1				
Blanco	13.33	0	2.20	00.00
1	72.18	116	2.84	14.66
2	74.74	95	2.87	14.18
3	72.18	129	2.84	14.95
Repetición 2				
Blanco	10.00	0	2.17	00.00
1	71.97	131	2.84	15.00
2	75.38	116	2.87	14.66
3	72.82	199	2.85	16.56
Repetición 3				
Blanco	10.00	0	2.16	00.00
1	68.77	130	2.80	14.98
2	74.95	122	2.87	14.79
3	72.39	140	2.84	15.21

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XCVIII. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio Δ Sc (mmol/L)	Promedio Δ Rc (mmol/L)
Arena Estándar 20-60	73.03	113	2.85	14.60
Arena Estándar 20-60 (2)	73.39	149	2.85	15.40
Arena Estándar 20-60 (3)	72.04	131	2.84	14.99
Promedio	72.82	131	2.85	15.00
Desviación Estándar	0.700	17.7	0.007	0.4046

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla XCIX. **Registro de la preparación para el ensayo de reactividad de la arena estándar 30-60 más adición de sílice estándar**

Proceso	Masa (g) tamizada de 300g	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
Preparación	119.396 ±0.001	05/06/2018	--	--	--	--
Lavado	157.358 ±0.001	06/06/2018	--	--	--	--
Secado	114.324±0.001	06/06/2018	9:21	9:20	105.1 ±0.1	105.1 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla C. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60 más adición de 3 mL de sílice estándar**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota ₁ (mL)	Balón ₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	- 50.00±1.25	00:27.34	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M1	25.002 ±0.001	25.0 ±0.1	- 50.00±1.25	05:17.33	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	- 50.00±1.25	04:40.28	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla CI. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60 más adición de 1 mL de sílice estándar

M	Alícuota₂ (mL)	Balón₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2×10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2×10 ⁻⁴
M1	15±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2×10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2×10 ⁻⁴
M2	15±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2×10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2×10 ⁻⁴
M1	15±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2×10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2×10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla CII. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar
30-60 más adición de 3 mL de sílice estándar

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.079	0.079	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.517	0.438	30	0.31	0.26	0.0087
M2	0.408	0.329	39	0.29	0.19	0.0080
M1	0.503	0.424	31	0.30	0.25	0.0086
M1	0.517	0.438	30	0.31	0.26	0.0087
Repetición 2						
Blanco	0.079	0.079	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.504	0.425	31	0.3	0.25	0.0086
M2	0.481	0.402	33	0.29	0.24	0.0085
M1	0.481	0.402	33	0.29	0.24	0.0085

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CIII. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60 más adición de 3 mL de sílice estándar

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	19.77±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	18.67±0.06	
M2	20±0.03	3	17.67±0.06	
M1	20±0.03	3	18.46±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	19.77±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	18.42±0.06	
M2	20±0.03	3	18.45±0.06	
M1	20±0.03	3	18.59±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla CIV. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60 más adición de 3 mL de sílice estándar

Muestra	Sc (mmol/L)	Sc corregida (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Rc corregida (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Repetición 1						
Blanco	10.00	--	0	--	2.18	00.00
1	87.10	81.10	110	83.97	3.00	14.52
2	63.87	57.87	210	63.47	2.75	16.81
3	84.12	78.12	131	59.56	2.97	15.00
Repetición 2						
Blanco	10.00	--	0	--	2.18	00.00
1	84.33	78.33	135	13.67	2.97	15.09
2	79.43	73.43	132	25.39	2.92	15.02
3	79.43	73.43	118	14.65	2.92	14.70

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CV. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60 más adición de 3 mL de sílice estándar

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio ΔSc (mmol/L)	Promedio ΔRc (mmol/L)
Arena Estándar 30-60+3	72.36	150	2.91	15.44
Arena Estándar 30-60+3 (2)	75.06	128	2.93	14.94
Promedio	73.71	139.33	2.92	15.19
Desviación Estándar	1.909	15.556	0.0204	0.356

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CVI. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota₁ (mL)	Balón₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50±1.25	00:20.51	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50±1.25	04:28.02	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50±1.25	04:01.40	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla CVII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla CVIII. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.079	0.079	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.523	0.444	30	0.32	0.27	0.0087
M2	0.527	0.448	30	0.32	0.27	0.0088
M1	0.524	0.445	30	0.32	0.27	0.0087
Repetición 2						
Blanco	0.079	0.079	83	0.03	0.03	0.0065
M1	0.508	0.429	31	0.31	0.26	0.0086
M2	0.502	0.423	31	0.3	0.25	0.0086
M1	0.503	0.424	31	0.3	0.25	0.0086

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CIX. **Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar**

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	20.20±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	18.30±0.06	
M2	20±0.03	3	18.23±0.06	
M1	20±0.03	3	18.30±0.06	
Repetición 2				
Blanco	Blanco	Blanco	Blanco	0.05±0.001
M1	M1	M1	M1	
M2	M2	M2	M2	
M1	M1	M1	M1	

Fuente: elaboración propia.

Tabla CX. **Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar**

Muestra	Sc (mmol/L)	Sc corregida (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Rc corregida (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Repetición 1						
Blanco	10.00	--	0.00	--	2.18	00.00
1	88.38	82.38	174.42	2.93	3.01	10.87
2	89.23	83.23	180.85	3.91	3.02	11.13
3	88.59	82.59	174.42	2.93	3.02	10.87
Repetición 2						
Blanco	10.00	--	0.00	--	2.18	00.00
1	85.18	79.18	159.73	1.95	2.98	10.25
2	83.90	77.90	166.15	4.88	2.97	10.53
3	84.12	78.12	175.33	14.65	2.97	10.91

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXI. **Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60 más adición de 5 mL de sílice estándar**

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio ΔSc (mmol/L)	Promedio ΔRc (mmol/L)
Arena Estándar 30-60+5	82.73	176.56	3.02	15.06
Arena Estándar 30-60+5 (2)	78.40	167.08	2.97	14.84
Promedio	80.57	171.82	2.99	14.95
Desviación Estándar	3.065	6.71	0.033	0.154

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXII. **Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar**

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota₁ (mL)	Balón₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	01:04.28	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:31.41	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:26.52	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIII. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIV. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.169	0.169	68	0.09	0.09	0.0071
M1	0.537	0.368	29	0.32	0.22	0.0083
M2	0.534	0.365	29	0.32	0.21	0.0083
M1	0.53	0.361	30	0.32	0.21	0.0082
Repetición 2						
Blanco	0.083	0.083	83	0.05	0.05	0.0065
M1	0.507	0.424	31	0.31	0.25	0.0086
M2	0.507	0.424	31	0.31	0.25	0.0086
M1	0.506	0.423	31	0.3	0.25	0.0086

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXV. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	20.03±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	17.45±0.06	
M2	20±0.03	3	17.51±0.06	
M1	20±0.03	3	17.47±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	20.03±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	17.44±0.06	
M2	20±0.03	3	17.49±0.06	
M1	20±0.03	3	17.40±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXVI. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar

Muestra	Sc (mmol/L)	Sc corregida (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Rc corregida (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Repetición 1						
Blanco	30.00	--	000.00	--	2.39	0.00
1	72.18	66.18	194.53	7.81	2.84	13.50
2	71.54	65.54	190.01	13.67	2.83	13.40
3	70.69	64.69	193.02	9.76	2.82	13.47
Repetición 2						
Blanco	16.67	--	0.00	--	2.20	00.00
1	84.12	78.12	237.76	6.83	2.97	16.46
2	84.12	78.12	233.17	11.72	2.97	16.36
3	83.90	77.90	241.43	10.74	2.97	16.54

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXVII. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60 más adición de 8 mL de sílice estándar

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio ΔSc (mmol/L)	Promedio ΔRc (mmol/L)
Arena Estándar 30-60+8	65.47	193	2.83	13.46
Arena Estándar 30-60+8 (2)	78.04	237	2.97	16.45
Promedio	71.76	214.99	2.90	14.95
Desviación Estándar	8.893	31.774	0.095	2.119

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXVIII. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota₁ (mL)	Balón₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	01:16.62	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	05:17.64	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:29.34	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXIX. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXX. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.038	0.038	92	0.01	0.01	0.0063
M1	0.454	0.416	35	0.27	0.25	0.0086
M2	0.453	0.415	35	0.27	0.25	0.0086
M1	0.459	0.421	35	0.27	0.25	0.0086
Repetición 2						
Blanco	0.044	0.044	90	0.01	0.01	0.0063
M1	0.424	0.38	38	0.25	0.22	0.0083
M2	0.432	0.388	37	0.26	0.23	0.0084
M1	0.42	0.376	38	0.25	0.22	0.0083

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXI. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

Muestra	Alícuota ₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	20.12±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	16.76±0.06	
M2	20±0.03	3	16.79±0.06	
M1	20±0.03	3	16.87±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	20.20±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	16.65±0.06	
M2	20±0.03	3	16.70±0.06	
M1	20±0.03	3	16.48±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXII. Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

Muestra	Sc (mmol/L)	Sc corregida (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Rc corregida (mmol/L)	ΔSc (mmol/L)	ΔRc (mmol/L)
Repetición 1						
Blanco	3.33	--	20.12	--	2.09	00.00
1	82.41	76.41	16.76	57.61	2.95	10.56
2	82.20	76.20	16.79	60.54	2.95	10.47
3	83.48	77.48	16.87	68.35	2.96	10.20
Repetición 2						
Blanco	3.33	--	20.20	--	2.10	00.00
1	74.74	68.74	16.65	46.87	2.87	0.94
2	76.44	70.44	16.70	51.75	2.89	0.95
3	73.88	67.88	16.48	61.51	2.86	0.91

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXIII. Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60 más adición de 12 mL de sílice estándar

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio ΔSc (mmol/L)	Promedio ΔRc (mmol/L)
Arena Estándar 30-60+12	76.69	176	2.95	10.41
Arena Estándar 30-60 +12 (2)	78.04	237	2.97	16.45
Promedio	77.37	206.79	2.96	13.43
Desviación Estándar	0.955	43.362	0.010	4.272

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXIV. Elaboración del ensayo de reactividad potencial y filtrado de la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar

Muestra	Masa (g)	Volumen NaOH 1N (mL)	Presión (kPa)	Tiempo (min:s.cs)	Alícuota₁ (mL)	Balón₁ (mL)
Blanco	0.000	25.0±0.1	-50.00±1.25	00:54.16	10.0±0.1	200.0±0.1
M1	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:31.18	10.0±0.1	200.0 ±0.1
M2	25.001 ±0.001	25.0 ±0.1	-50.00±1.25	04:44.68	10.0±0.1	200.0 ±0.1

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXV. Registro de la preparación del método espectrofotométrico para el ensayo de reactividad potencial de la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar

M	Alícuota ₂ (mL)	Balón ₂ (mL)	M. amonio (mL)	HCl (mL)	Tiempo (min)	Ácido oxálico (mL)	Tiempo de reposo (min)
B	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.0000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M2	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴
M1	15.000 ±0.017	100.0 ±0.1	2.00±0.01	1.000 ±0.006	15 ±2x10 ⁻⁴	1.5 ±0.005	5±2x10 ⁻⁴

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXVI. Datos para obtener la sílice disuelta (Sc) para la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar

Muestra	A _m	A	T (%)	C (mmol/L)	C corregida (mmol/L)	Δc [mmol/L]
Repetición 1						
Blanco	0.044	0.044	90	0.01	0.01	0.0063
M1	0.449	0.405	36	0.27	0.24	0.0085
M2	0.456	0.412	35	0.27	0.24	0.0085
M1	0.450	0.406	35	0.27	0.24	0.0085
Repetición 2						
Blanco	0.052	0.052	89	0.01	0.01	0.0063
M1	0.432	0.38	37	0.26	0.22	0.0083
M2	0.429	0.377	37	0.26	0.22	0.0083
M1	0.430	0.378	37	0.26	0.22	0.0083

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXVII. Datos para obtener reducción de la alcalinidad (Rc) para la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar

Muestra	Alícuota₃ (mL)	Fenolftaleína (gotas)	Gasto HCl (mL)	Normalidad HCl
Repetición 1				
Blanco	20±0.03	3	19.98±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	15.79±0.06	
M2	20±0.03	3	16.05±0.06	
M1	20±0.03	3	16.04±0.06	
Repetición 2				
Blanco	20±0.03	3	19.98±0.06	0.05±0.001
M1	20±0.03	3	16.16±0.06	
M2	20±0.03	3	16.22±0.06	
M1	20±0.03	3	15.99±0.06	

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXVIII. **Resultados de Sc y Rc para la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar**

Muestra	Sc (mmol/L)	Sc corregida (mmol/L)	Rc (mmol/L)	Rc corregida (mmol/L)	Δ Sc (mmol/L)	Δ Rc (mmol/L)
Repetición 1						
Blanco	3.33	--	0	--	2.10	00.00
1	80.07	74.07	368.72	50.77	2.92	19.00
2	81.56	75.56	345.84	76.16	2.94	18.48
3	80.28	73.64	346.72	75.18	2.92	18.50
Repetición 2						
Blanco	3.33	--	0	--	2.12	00.00
1	74.74	68.74	336.16	86.90	2.87	18.26
2	74.10	68.10	330.88	92.76	2.86	18.14
3	74.31	68.31	351.12	70.30	2.86	18.60

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXIX. **Promedios de sílice disuelta y reducción en la alcalinidad con sus respectivos errores de la arena estándar 30-60 más adición de 15 mL de sílice estándar**

Nombre	Promedio Sc (mmol/L)	Promedio Rc (mmol/L)	Promedio Δ Sc (mmol/L)	Promedio Δ Rc (mmol/L)
Arena Estándar 30-60+15	74.42	354	2.93	18.66
Arena Estándar 30-60 +15 (2)	68.38	339	2.86	18.33
Promedio	71.40	346.57	2.90	18.50
Desviación Estándar	4.27	10.163	0.046	0.23

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXX. Registro para el calentamiento de la arena estándar 30-60 más adiciones de sílice estándar

Adición (mL)	Fecha	Hora ₀ (hr:min)	Hora _f (hr:min)	T ₀ (°C)	T _f (°C)
3	11/06/2018	9:27	9:27	80.2±0.05	80.2±0.05
5	05/07/2018	10:18	10:18	80.0±0.05	79.8±0.05
8	11/07/2018	9:27	9:27	80.0±0.05	80.1±0.05
12	18/07/2018	9:49	9:49	80.0±0.05	80.0±0.05
15	23/07/2018	10:39	10:39	79.8±0.05	80.0±0.05

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXI. Registro para el enfriamiento con agua del grifo para diversas arenas

Muestra	Tagua (°C)	Fecha	Hora ₀ (h:min)	Hora _f (h:min)
Purulhá	21.6±0.05	26/10/2017	10:26	10:41
Río Blanco	21.9±0.05	27/10/2017	9:39	9:54
Río Madre Vieja	21.5±0.05	09/11/2017	9:54	10:09
Santa Rosa	21.6±0.05	14/11/2017	9:11	9:26
Chincayote Honduras (TCONSA WTG13)	20.8±0.05	29/11/2017	10:17	10:32
Construfácil Roosevelt (río Villalobos)	21.0±0.05	23/11/2017	10:24	10:39
Volcán de Fuego	21.0±0.05	22/06/2018	9:54	10:09
El Mástil Escuintla	21.0±0.05	09/08/2018	11:16	11:31
El Mástil Jocotenango	21.5±0.05	22/08/2018	9:13	9:28
Quebrada de San Juan (muestra 1)	21.0±0.05	30/08/2018	11:34	11:49
Quebrada de San Juan (muestra 2)	21.0±0.05	05/09/2018	11:47	12:02
Cobán	22.0±0.05	07/09/2018	10:30	10:45
Arena estándar 20-60	20.7±0.05	14/02/2018	10:30	10:45
Arena estándar VIGUA	20.6±0.05	31/01/2018	10:27	10:42
Arena estándar 30-60	18.7±0.05	16/01/2018	9:16	9:31
Arena estándar 30-60 + 3	19.0±0.05	12/06/2018	9:27	9:42
Arena estándar 30-60 + 5	20.5±0.05	06/07/2018	10:18	10:33
Arena estándar 30-60 + 8	21.0±0.05	12/07/2018	9:27	9:42
Arena estándar 30-60 + 12	21.5±0.05	19/07/2018	9:49	10:04
Arena estándar 30-60 + 15	22.0±0.05	24/07/2018	10:39	10:54

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXII. **Determinación de la exactitud relativa por medio del porcentaje de recuperación de la arena estándar 30-60**

Nombre/Adición	P. Sc mM/L	P. Rc mM/L	%R Sc	%R Rc
Arena Estándar 30-60	72.82	131	----	----
Arena Estándar 30-60+3	73.71	43.45	101.23	33.20
Arena Estándar 30-60+5	80.57	5.21	110.64	3.98
Arena Estándar 30-60+8	71.76	10.09	98.54	7.71
Arena Estándar 30-60+12	77.37	57.77	106.25	44.14
Arena Estándar 30-60+15	71.40	75.35	98.05	57.56
Promedio	--	--	102.95	29.32

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXXIII. **Clasificación de los agregados y determinación del VPP y VPN**

Nombre	Sc (mM/L)	Rc (mM/L)	ΔSc (mM/L)	ΔRc (mM/L)	Tipo de agregado
Purulhá	379.01	200	16.36	16.57	P. Perjudicial
Río Blanco	433.16	301	20.51	18.89	P. Perjudicial
Madre Vieja	457.88	531	17.62	22.06	FN
Santa Rosa	388.96	85	16.52	13.95	Perjudicial
Chincayote, Honduras	44.34	88	2.24	14.01	Inocua
Construfácil Roosevelt/Villalobos	564.26	257	1.37	17.88	P. Perjudicial
Arena Estándar 30-60	72.82	131	2.85	15.00	Inocua
Arena VIGUA	73.50	-45	3.26	13.56	Perjudicial
Arena Estándar 20-60	68.77	-26	2.80	12.59	Perjudicial
Volcán de Fuego	218.67	74	8.86	13.69	Perjudicial
El Mástil Escuintla	242.12	58	9.15	13.34	Perjudicial
El Mástil Jocotenango	417.74	186	16.98	16.26	P. Perjudicial
Quebrada de San Juan M1	327.86	273	15.55	18.24	FN
Quebrada de San Juan M2	68.36	85	3.20	9.93	FP
Cobán	5.62	634	0.83	17.46	Inocua
VPN: 86.67%			VPP: 75.00%		

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXXIV. Datos para la determinación del LOD del método espectrofotométrico

Número	Absorbancia	Concentración [mM/L]
1	0.076	0.030
2	0.071	0.030
3	0.087	0.040
4	0.103	0.050
5	0.114	0.050
6	0.113	0.050
Desviación estándar	0.0187	0.0098
LOD: 4.96E-04 mM/L		

Fuente: muestra de cálculo.

Tabla CXXXV. Datos para la intercomparación con analistas de LAFIQ

	Arena VIGUA			Arena 30-60		
Gasto de volumen de HCl (mL)						
Muestra	Analista A	Analista B	Analista C	Analista A	Analista B	Analista C
M1	20.38	20.77	21.06	20.73	20.39	20.91
M2	20.52	19.19	19.44	20.27	19.80	20.26
M3	20.44	19.72	19.43	20.62	19.38	20.06
Desv. Est.	0.07	0.80	0.94	0.24	0.51	0.44
Concentración de sílice disuelta (mM/L)						
M1	0.19	0.18	0.2	0.22	0.25	0.26
M2	0.19	0.14	0.19	0.22	0.22	0.23
M3	0.19	0.21	0.19	0.22	0.18	0.22
Desv. Est.	0.00	0.04	0.01	0.00	0.04	0.02

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXVI. **ANOVA de un factor del gasto de volumen de ácido clorhídrico para la arena estándar 30-60**

Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor P	F crítico
Entre grupos	0.790022	2	0.395011	2.311659	0.180166	5.143253
Dentro grupos	1.025267	6	0.170878			
Total	1.815289	8				

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXVII. **ANOVA de un factor de la concentración de sílice disuelta para la arena estándar 30-60**

Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor P	F crítico
Entre grupos	0.000689	2	0.000344	0.62	0.569165	5.143253
Dentro grupos	0.003333	6	0.000556			
Total	0.004022	8				

Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXVIII. **ANOVA de un factor del gasto de volumen de ácido clorhídrico para la arena VIGUA**

Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor P	F crítico
Entre grupos	0.534	2	0.267	0.5229	0.6175	5.1433
Dentro grupos	3.0636	6	0.5106			
Total	3.5976	8				

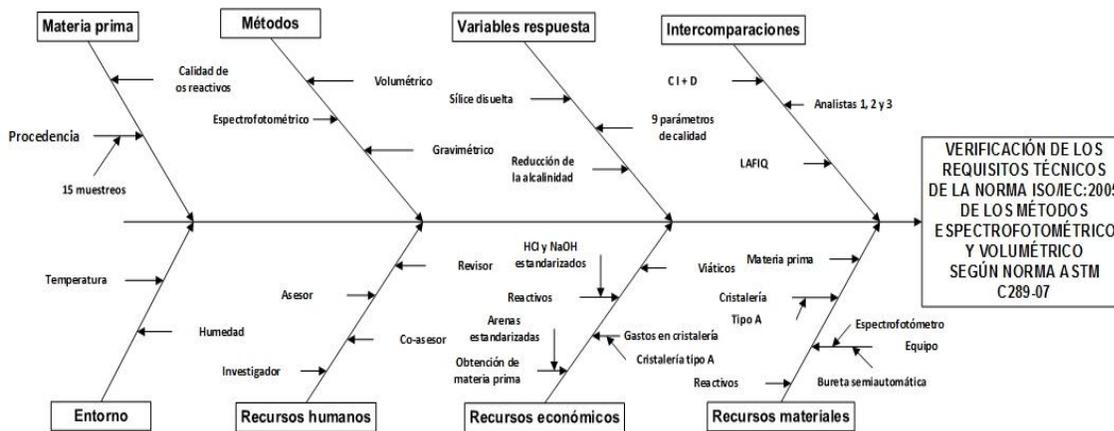
Fuente: elaboración propia.

Tabla CXXXIX. ANOVA de un factor de la concentración de sílice disuelta para la arena VIGUA

Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor P	F crítico
Entre grupos	0.0005	2	0.0002	0.5526	0.6022	5.1433
Dentro grupos	0.0025	6	0.0004			
Total	0.003	8				

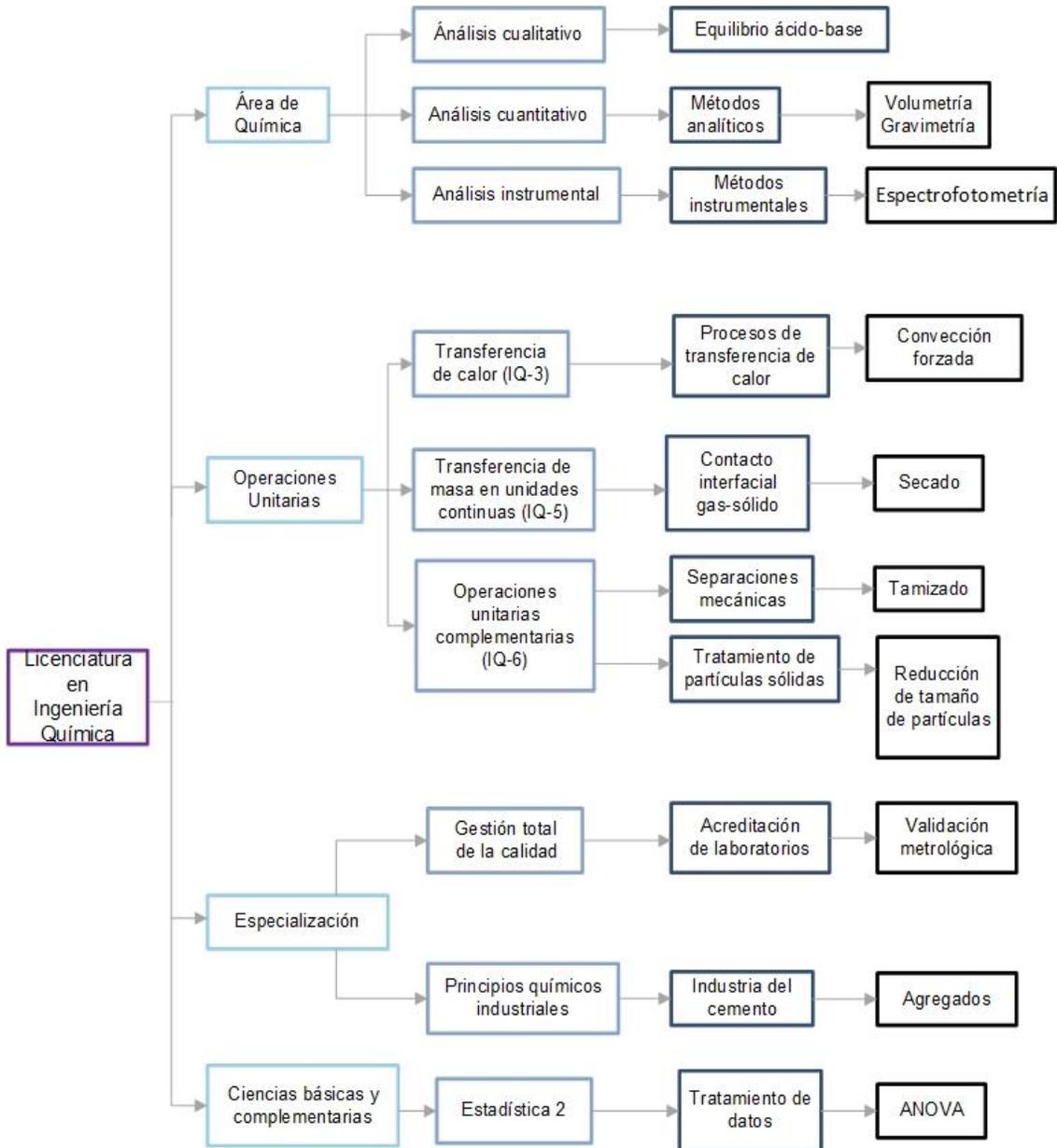
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Diagrama de Ishikawa



Fuente: elaboración propia.

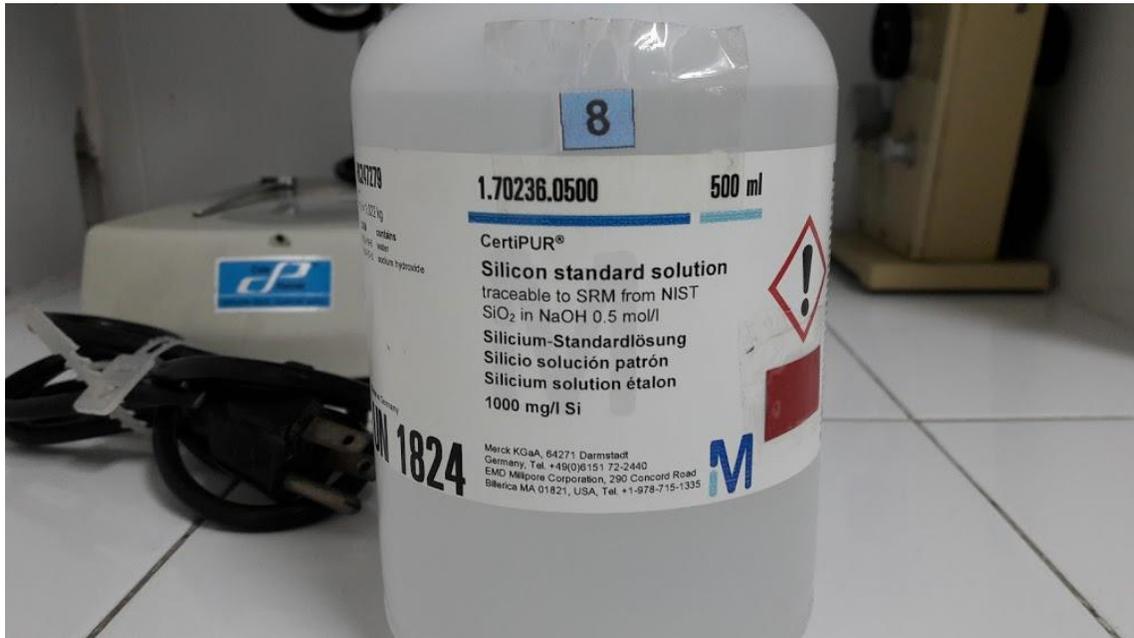
Apéndice 4. **Tabla de requisitos académicos**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. Fotografías de la parte experimental

Solución de sílice estándar



Método de cuarteo



Continuación apéndice 5.

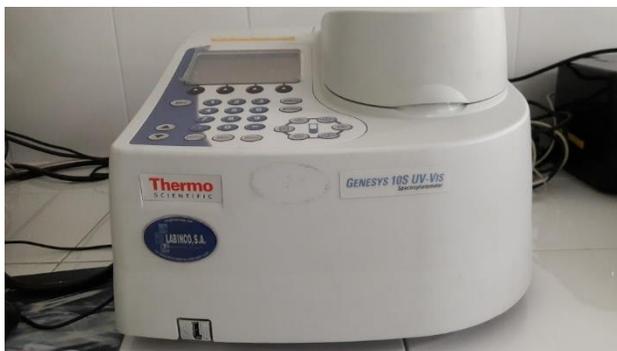
Lavado de arena



Preparación del ensayo de reactividad potencial



Método espectrofotométrico



Continuación apéndice 5.

Método volumétrico



Bureta y pipeta automática



Prueba de hidrólisis alcalina

Blanco



Arena VIGUA

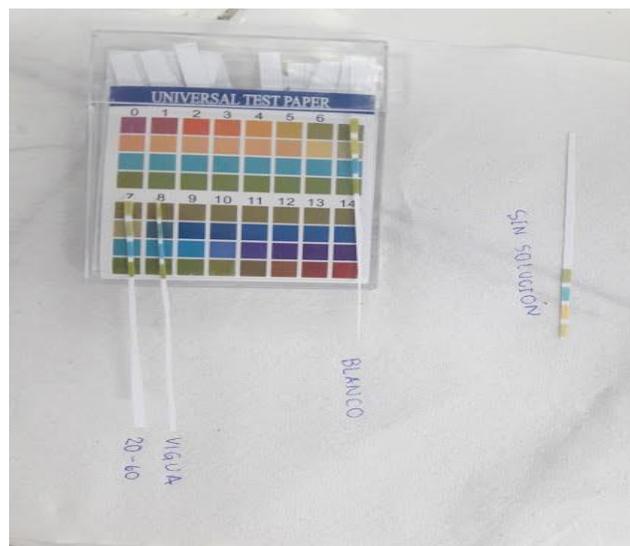


Continuación apéndice 5.

Arena estándar 30-60



Resultados



El potenciómetro solo se utilizó para observar el cambio en la magnitud del pH, mientras que se utilizaron como referencia las tiras de papel pH.

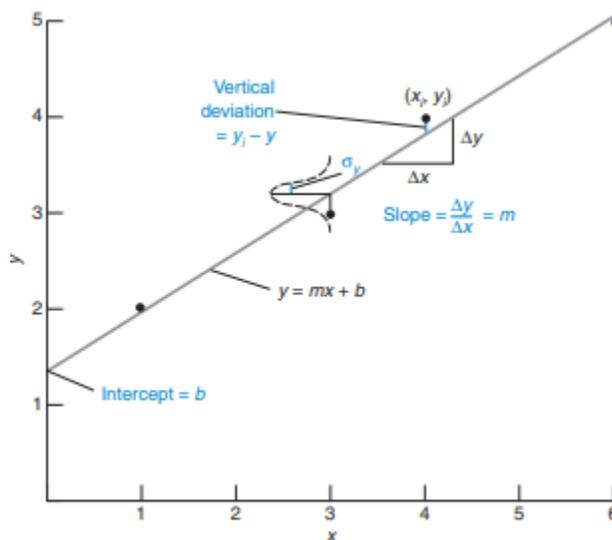
Fuente: elaboración propia.

ANEXOS

Anexo 1. Método de mínimos cuadrados

La ecuación de la curva de calibración se construye a partir del método de mínimos cuadrados, que es una técnica que da “la mejor línea” para la nube de puntos que se tienen en un plano x-y. Se dice que es la mejor línea ya que los puntos presentan cierta desviación y esto causa que no caigan perfectamente sobre la línea de correlación.

Figura 1. Descripción de curva de calibración para método de mínimos cuadrados



Fuente: HARRIS, Daniel. *Quantitative Chemical Analysis*. p. 66.

Se conoce que la ecuación de una línea recta es:

$$y = mx + b$$

Continuación anexo 1.

Donde “m” es la pendiente de la recta y “b” el intercepto en y. Ambos parámetros se construyen a partir de pares de datos (x,y). A partir del método de mínimos cuadrados, se puede determinar la pendiente “m” y el intercepto “b” como corresponde:

$$m = \frac{n \sum(x_i y_i) - \sum x_i \sum y_i}{n \sum(x_i^2) - (\sum x_i)^2}$$
$$b = \frac{\sum(x_i^2) \sum y_i - (\sum x_i y_i) \sum x_i}{n \sum(x_i^2) - (\sum x_i)^2}$$

En este método, se minimiza únicamente el error que existe en los valores de las ordenadas (valores y), ya que se consideran más grandes que la incertidumbre en las abscisas (valores x). El error en la ordenada (d), se puede expresar por medio de:

$$d = (y_i - y)^2 = (y_i - mx_i - b)^2$$

Donde y es la sumatoria de todos los valores y_i . Además, al momento de la construcción de una curva de calibración existe error tanto en las abscisas como en las ordenadas, por lo que es necesario encontrar la propagación del error tanto en la pendiente como en el intercepto de la curva. Primero es necesario encontrar la desviación estándar de los errores en la ordenada, tal que:

$$s_y = \sqrt{\frac{\sum(d_i^2)}{n - 2}}$$

Donde d_i es la suma de los errores en la ordenada y n es el número de puntos usados para la curva de calibración. De esta manera las incertidumbres tanto en la pendiente (s_m) como en el intercepto (s_b) son:

Continuación anexo 1.

$$s_m = \sqrt{\frac{s_y^2 n}{D}}$$
$$s_b = \sqrt{\frac{s_y^2 \sum(x_i^2)}{D}}$$

Y la determinante D es:

$$D = n \sum(x_i^2) - (\sum x_i)^2$$

Fuente: HARRIS, Daniel. *Quantitative Chemical Analysis*. Págs. 81-85.

Anexo 2. Procedimiento de muestreo interno de agregados finos

**NORMA
TÉCNICA
GUATEMALTECA**

**COGUANOR
NTG-41010 h11**

COGUANOR NTG-41010 h11

2/12

Índice

	Página
1 Objeto.....	5
2 Documentos citados	5
3 Terminología.....	5
4 Significado y Uso.....	5
5 Selección del Método.....	6
6 Muestreo.....	7
7 Método A – divisor mecánico – Equipo.....	7
8 Procedimiento	8
9 Método B – Cuarteo – Equipo.....	10
10 Procedimiento.....	10
11 Método C – muestreo por apilamiento en miniatura (sólo para agregado fino húmedo) – Equipo.....	11
12 Procedimiento.....	11
13 Descriptores.....	12

Práctica para la reducción de muestras de agregados a tamaños de ensayo.

Esta norma es esencialmente equivalente a la norma ASTM C702, la cual fue revisada con el conocimiento y aprobación de los integrantes del CTN de Concreto.

Adaptada Consejo Nacional de Normalización



Edificio Centro Nacional de Metrología
Calle Alvarado Azul 27-32, zona 12
Teléfono: (502) 2247-2600
Fax: (502) 2247-2607
www.mineco.gov.gt
info-coguanor@mail.mineco.gov.gt

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

3/12

Prólogo COGUANOR

La Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) es el Organismo Nacional de Normalización, creada por el Decreto No. 1523 del Congreso de la República del 05 de mayo de 1962. Sus funciones están definidas en el marco de la Ley del Sistema Nacional de la Calidad, Decreto 78-2005 del Congreso de la República.

COGUANOR es una entidad adscrita al Ministerio de Economía, su principal misión es proporcionar soporte técnico a los sectores público y privado por medio de la actividad de normalización.

COGUANOR, preocupada por el desarrollo de la actividad productiva de bienes y servicios en el país, ha armonizado las normas internacionales.

El estudio de esta norma, fue realizado a través del Comité Técnico de Normalización de Concreto (CTN Concreto), con la participación de:

Ing. Emilio Beltranena
Coordinador de Comité

Ing. Luis Álvarez Valencia
Representante Instituto del Cemento y del Concreto de Guatemala

Ing. Héctor Herrera
Representante COGUANOR

Ing. Sergio Sevilla
Representante CIFA

Ing. José Manuel Vásquez
Representante MIXTO LISTO

Ing. Kenneth Molina
Representante PRECÓN

Inga. Dilma Yanet Mejicanos Jol
Representante CII-USAC

Ing. Luis Fernando Salazar
Representante Facultad Arquitectura-USAC

Ing. Roberto Chang Campang
Representante AGIES

Ing. Israel Orellana
Representante FORCOGUA
Ing. Juan Luis Carranza
Representante MULTIBLOCKS, S.A.

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

4/12

Ing. Rafael Sazo Ruano
Representante CEMEX

Ing. José Estuardo Palencia
Representante PROQUALITY

Continuación anexo 2.

COGUANOR NTG-41010 h11

5/12

1. OBJETO

1.1 Esta práctica cubre tres métodos de reducción de muestras grandes de agregados, a los tamaños apropiados para ensayos, empleando técnicas que tiendan a minimizar las variaciones de las características medidas entre las muestras de ensayo así seleccionadas y la muestra grande.

1.2 Los valores expresados en unidades SI o en unidades libra-pulgada deben ser considerados separadamente como el estándar, los valores en libra-pulgada se indican entre paréntesis. Los valores dados en cada sistema no son equivalentes exactos; por lo tanto cada sistema debe ser independiente del otro. Combinando valores de los dos sistemas pueden dar lugar a la no conformidad con la norma.

Nota 1: El tamaño de los tamices se identifica por su designación normalizada en la especificación ASTM E 11. La designación alternativa dada entre paréntesis es solamente para información y no representa una diferente designación normalizada del tamaño de los tamices.

1.3 Esta norma no pretende tratar todos los aspectos relacionados con la seguridad si los hubiera, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas apropiadas de seguridad y salud para determinar la aplicabilidad de las limitaciones reguladoras, previo a su uso.

2. DOCUMENTOS CITADOS

2.1 Normas NTG (ASTM):

NTG 41006 Terminología referente al concreto y agregados para concreto. (C 125)

NTG 41010 h8 Método de ensayo. Determinación de la densidad, densidad relativa y absorción del agua del agregado fino. (C 128)

NTG 41009 Práctica para el muestreo de los agregados. (D 75)

3. TERMINOLOGÍA

3.1 Definiciones. Los términos usados en ésta práctica son los definidos en la norma de terminología NTG 41006 (ASTM C 125).

4. SIGNIFICADO Y USO

4.1 Las especificaciones para agregados requieren de porciones del material para los ensayos. Considerando que otros factores sean iguales, las muestras más grandes tenderán a ser más representativas del total del suministro. Esta práctica provee procedimientos para reducir la muestra grande obtenida en la obra o preparada en el laboratorio, a un tamaño conveniente para realizar el número de

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

6/12

ensayos para describir el material y medir su calidad de tal manera que la porción más pequeña de ensayo, sea con mayor probabilidad una representación de la muestra más grande, y por lo tanto del total del suministro. Si no se siguen atentamente los procedimientos de esta práctica, el resultado puede ser la provisión de una muestra no representativa para ser usada en los subsiguientes ensayos. Los métodos de ensayo individuales requieren del uso de una mínima cantidad del material.

4.2 Bajo determinadas circunstancias no es recomendable la reducción en tamaño de una muestra grande antes de su ensayo. A veces no puede evitarse que haya diferencias sustanciales entre las muestras de ensayo seleccionadas, como por ejemplo, en el caso de un agregado que tenga relativamente pocas partículas de gran tamaño en la muestra. Las leyes del azar dictan que estas pocas partículas pueden estar desigualmente distribuidas entre las muestras de ensayo reducidas. Similarmente, si la muestra de ensayo está siendo examinada para detectar ciertos contaminantes que ocurren como algunos fragmentos discretos en porcentajes muy bajos, debe tenerse mucho cuidado en interpretar los resultados de una muestra de ensayo de tamaño reducido. La inclusión al azar de una o dos partículas en la muestra de ensayo seleccionada, pueden tener una influencia importante en la interpretación de las características de la muestra original. En estos casos, la muestra original completa es la que debe ensayarse.

5. SELECCIÓN DEL MÉTODO DE REDUCCIÓN DE TAMAÑO

5.1 Agregado Fino – Se reduce el tamaño de las muestras de agregado fino que están más secas que la condición saturada de superficie seca (Ver Nota 1) usando un divisor mecánico de acuerdo con el Método A. Reducir el tamaño de las muestras que tengan humedad libre en la superficie de las partículas, por cuartos de acuerdo al Método B, o por tratamiento de las mismas como una pila en miniatura, como se describe en el método C.

5.1.1 Si se desea usar el Método B o el Método C y la muestra no tiene humedad libre en la superficie de sus partículas humedecer previamente la muestra para obtener la humedad libre en la superficie de las partículas, mezclándola a fondo y luego reducir el tamaño de la muestra.

5.1.2 Si se desea usar el Método A, y la muestra tiene humedad libre en sus partículas, secar la muestra completa para llegar por lo menos al estado saturado de su superficie seca usando temperaturas que no excedan de las especificadas para cualquiera de los ensayos contemplados, y luego proceder a la reducción del tamaño de la muestra. Alternativamente, si una muestra húmeda es muy grande, se puede hacer una subdivisión preliminar usando el divisor mecánico de muestras con aberturas de ranura de 38 mm (1 1/2 pulg) o mayores de ancho para reducir la muestra a porciones de no menos de 5 kg (10 lb). Luego, secar la porción obtenida y reducirla a su tamaño de ensayo, usando el Método A.

Nota 1: el método para determinar la condición saturada de superficie seca se describe en el método de ensayo NTG 41010 h9 (ASTM C 128). Como una

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

7/12

aproximación rápida, si el agregado fino es capaz de retener su forma cuando es moldeado por la mano se puede considerar que está más húmedo que el estado saturado de superficie seca.

5.2 Agregado grueso y mezclas de agregados gruesos y fino – Reducir la muestra usando un divisor mecánico de acuerdo con el Método A (Método preferido) o por cuarteo de acuerdo con el Método B. No se permite usar el Método C de aguilamiento en miniatura, para lo agregados gruesos o mezclas de agregado grueso y fino.

6. MUESTREO

6.1 Obtener las muestras de agregado en el campo, de acuerdo con la práctica NTG 41009 (ASTM D 75), o como sea requerido por los métodos individuales de ensayo. Cuando se contemplan solamente ensayos de granulometría el tamaño de la muestra de campo listado en la práctica NTG 41009 (ASTM D 75) es usualmente adecuado. Cuando se deben hacer ensayos adicionales, el usuario quedará satisfecho que el tamaño inicial de la muestra de campo sea la adecuada para lograr hacer todos los ensayos previstos. Usar procedimientos similares para tratar la reducción del agregado producido en el laboratorio.

MÉTODO A – DIVISOR MECÁNICO

7. EQUIPO

7.1 Divisor de Muestras – Los divisores de muestras deben tener un número par de ranuras del mismo ancho, pero no menos de un total de ocho para agregado grueso, o de doce para agregado fino, las que descargan alternativamente a cada lado del divisor. Para agregado grueso o agregado mezclado, el ancho mínimo de las ranuras debe ser aproximadamente 50 % mayor que las partículas de mayor tamaño de la muestra a ser reducida (Ver Nota 2). Para agregado fino seco en que la totalidad de la muestra pasa el tamiz de 9.5 mm (3/8 pulg) debe usarse un divisor que tenga ranuras de 12.5 a 19 mm (1/2 a 3/4 pulg). El divisor debe estar equipado con dos receptáculos para recibir las dos mitades de la muestra subdividida. También debe estar equipado con una tolva de alimentación o recipiente de lados rectos que tenga un ancho igual o ligeramente menor que el ancho del conjunto de ranuras, con el objeto de que la muestra sea alimentada a las ranuras a una velocidad controlada. El divisor y sus accesorios del equipo deben ser diseñados de tal forma que la muestra pueda fluir de manera uniforme y sin restricciones o pérdida de material (Ver Fig. 1 y Fig. 2).

Nota 2: Los divisores mecánicos están comúnmente disponibles en los tamaños adecuados para agregado grueso cuya partícula de mayor tamaño sea no mayor de 37.5 mm (1 1/2 pulg).

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

8/12

8. PROCEDIMIENTO

8.1 Colocar la muestra original en la tolva o recipiente de alimentación y distribuir uniformemente de un extremo al otro, de manera que cuando se introduzca en las ranuras, fluyan cantidades aproximadamente iguales a través de cada ranura. Introducir la muestra a una velocidad tal, que le permita fluir libremente a través de las ranuras hasta los receptáculos que están abajo a los lados. Reintroducir la porción de la muestra de uno de los receptáculos al divisor, tantas veces como sean necesario para reducir la muestra al tamaño especificado para el ensayo prescrito. Reservar la porción de material coleccionado en el otro receptáculo para la reducción de tamaño para otros ensayos requeridos.

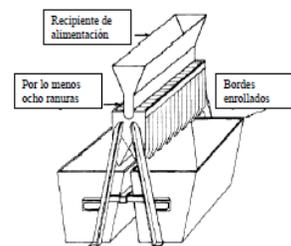


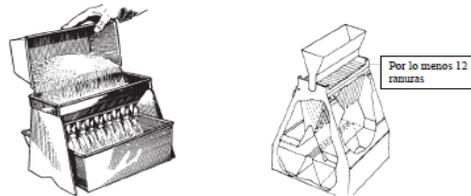
Fig. 1 Divisor de muestras para agregados gruesos

Continúa

Continuación anexo 2.

COGUANOR NTG-41010 h11

9/12



Por lo menos 12 ranuras

Nota: Los divisores de muestras pequeños para agregados finos, pueden ser contruidos del tipo abierto o del tipo cerrado. Se prefieren los de tipo cerrado.

Fig. 2 Divisores de muestras pequeños

MÉTODO B – CUARTEO

9. EQUIPO

9.1 El equipo debe consistir de un cucharón cuadrado pala o paleta, una escoba o cepillo y una lona de material adecuado (que no permita pérdida del material de muestra) aproximadamente de 2 m por 2.5 m (6 pies por 8 pies).

10. PROCEDIMIENTO

10.1 Se usa cualquiera de los procedimientos descritos en 10.1.1 o en 10.1.2 o una combinación de ambos.

10.1.1 Colocar la muestra original sobre una superficie dura, limpia y nivelada, donde no haya posibilidad de pérdida de material o adición accidental de material extraño. Mezclar el material a fondo, volteando la totalidad de la muestra por tres veces. Con la última vuelta, palear la totalidad de la muestra, formando una pila cónica, depositando cada palada sobre la precedente. Aplanar cuidadosamente la pila cónica hasta lograr darle un espesor y diámetro uniforme presionando el cono hacia abajo desde su ápice, con una pala a manera de lograr que cada cuarto de la pila resultante, contenga su material original. El diámetro debe ser aproximadamente de cuatro a ocho veces el espesor. Dividir la masa aplanada en cuatro cuartos iguales, con una pala o paleta y remover los dos cuartos diagonalmente opuestos, incluyendo todo el material fino y limpiar con cepillo los espacios liberados. En seguida, mezclar y cuartear nuevamente el material remanente, hasta que la

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

10/12

muestra se reduzca al tamaño deseado (Ver Fig. 3).

10.1.2 Como alternativa al procedimiento descrito en 10.1.1, cuando la superficie del piso es dispárea, colocar la muestra de campo sobre una lona y mezclarla a fondo con una pala como se indica en 10.1.1, o alternativamente, levantando cada esquina de la lona, y pasándola sobre la muestra hacia la esquina diagonal opuesta, causando el rotado del material. Aplanar la pila como se describe en 10.1.1, dividir la muestra como se indica en 10.1.1, o si la superficie bajo la lona no está pareja, insertar un tubo o palo recto bajo la lona y bajo el centro de la pila, y luego levantar ambos extremos del tubo o palo, dividiendo la muestra en dos partes iguales. Sacar el tubo o palo dejando un doblez en la lona entre las dos porciones. Insertar el tubo o palo bajo el centro de la pila y a ángulo recto de la primera división y doblar otra vez, levantando ambos extremos del tubo o palo dividiendo la muestra en cuatro partes iguales. Remover los dos cuartos diagonalmente opuestos, teniendo el cuidado de limpiar los finos sobre la lona. Sucesivamente, mezclar los cuartos remanentes y subdividirlos en la forma indicada hasta que la muestra sea reducida al tamaño deseado.

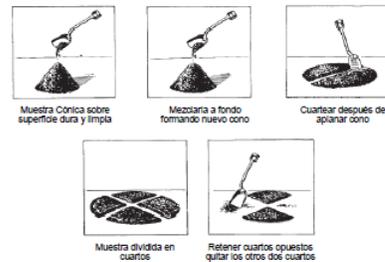


Fig. 3 – Cuarteo sobre superficie dura, limpia y nivelada

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

11/12



Fig. 4 – Cuarteo sobre una lona de cuarteo

MÉTODO C – MUESTREO DE UNA PILA MINIATURA (SOLAMENTE PARA AGREGADO FINO HÚMEDO)

11. EQUIPO

11.1 El equipo debe consistir de un cucharón cuadrado, una pala o paleta para mezclar el agregado y ya sea un muestreador pequeño, un cucharón pequeño o una cuchara de mesa para el muestreo.

12. PROCEDIMIENTO

12.1 Colocar la muestra original de agregado fino húmedo sobre una superficie dura, limpia y nivelada donde no haya posibilidad de pérdida de material o de adición accidental de material extraño. Mezclar el material a fondo, volteando la totalidad de la muestra por tres veces. Con la última vuelta palear la totalidad de la muestra formando una pila cónica, depositando cada palada sobre la precedente. Si así se desea, aplanar la pila cónica hasta lograr un espesor y diámetro uniforme, presionando el cono hacia abajo desde el ápice, con una pala y de tal manera que cada cuarto de la pila resultante contenga su material original. Obtener la muestra para cada ensayo, seleccionando al menos cinco incrementos de material de localizaciones al azar de la pila miniatura usando cualquiera de los dispositivos de muestreo indicados en 11.1.

Continúa

COGUANOR NTG-41010 h11

12/12

13. DESCRIPTORES

13.1 Agregado; agregado grueso; agregado fino; ensayo de campo agregados; muestreo – agregados; reducción de muestra; preparación de especímenes.

— Última línea —

Fuente: Comisión Guatemalteca de Normas. COGUANOR NTG-41010 H11: Práctica para la reducción de muestras de agregados a tamaños de ensayo. p. 12.

Anexo 3. Norma ASTM C289-07



Denominación: C 289 - 07

Método de Ensayo Estándar para Reactividad potencial Alcali-Silice de Agregados (Método Químico)¹

Este estándar está publicado bajo la denominación compuesta C289, el número inmediato que sigue a la denominación indica el año de adopción original o, en caso de revisión, el año de la última modificación. Un número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. Un carácter apóstrofo (') como superíndice indica un cambio en la redacción desde la última revisión o re-aprobación.

Este estándar ha sido aprobado para su uso por las agencias del Departamento de Defensa.

1. Alcance²

1.1 Este método de ensayo cubre la determinación de la reactividad potencial de un agregado con álcalis en concreto de cemento Portland, la cual está indicada por la cantidad de reacción durante 24 h a 80°C entre una solución de hidróxido de sodio 1 N y agregado, previamente triturado y secado para pasar por un tamiz de 300-µm y ser retenido por uno de 150-µm.

1.2 Los valores expresados en unidades del SI son considerados estándar.

1.3 Este estándar no pretende abarcar todas las disposiciones de seguridad en dado caso, asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar, establecer las prácticas apropiadas de salud y seguridad así como de determinar la aplicación de las limitaciones regulatorias antes de su uso. Una declaración de precaución específica se da en el apartado 5.7.1.

2. Documentos de referencia

2.1 Estándares ASTM

- C114 Método de ensayo para Análisis Químico de Cemento Hidráulico³
- C227 Método de ensayo de Reactividad Potencial Alcali para combinaciones de Agregado de cemento (Método Barra de Mortero)³
- C295 Guía para examen petrográfico de agregados para concreto³

C702 Práctica para reducir Muestras de Agregado al tamaño de ensayo³

C1005 Especificación para Masas de Referencia y Dispositivos para determinar Masa y Volumen para uso en el Examen Físico de Cemento Hidráulico³

C1260 Método de ensayo para Reactividad Potencial Alcali de Agregados (Método Barra de mortero)³

C1293 Método de ensayo para la determinación del cambio de longitud del concreto debido a la reacción Alcali-Silice³

D75 Práctica para muestreo de Agregados⁴

D1193 Especificación para el agua como reactivo⁵

D1248 Especificación para extrusión de materiales Plásticos de Polietileno en cable y alambre⁶

E11 Especificación para mallas metálicas y tamices con propósito de ensayo⁷

E60 Práctica para análisis de metales, minerales y materiales relacionados mediante Espectrometría de Absorción Molecular⁸

2.2 Documentos de la Asociación Americana de Química:
Reactivos químicos, Especificaciones de la Asociación americana de química.

Nota 1 – Para sugerencias sobre los reactivos de los ensayos no listados por la Asociación Americana de Química, ver "Estaciones y Reactivos Químicos" de Joseph Ross, D. Van Nostrand Co., New York, NY, y la "Farmacopea de los Estados Unidos"

¹ Este método de ensayo está bajo la jurisdicción del comité ASTM C09 de Cemento y Agregados de concreto y su responsabilidad directa es autorizada por el Comité de Estandares Químicos.

² Libro anual de estándares ASTM, Vol. 04.02.
³ Libro anual de estándares ASTM, Vol. 04.03.
⁴ Libro anual de estándares ASTM, Vol. 01.01.
⁵ Libro anual de estándares ASTM, Vol. 05.01.
⁶ Libro anual de estándares ASTM, Vol. 01.02.
⁷ Libro anual de estándares ASTM, Vol. 03.06.

⁸ Una sección del resumen de cambios aparece al final de este estándar.
Copyright © ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2959, United States.
Copyright por ASTM Int. (Todos los derechos reservados), 30 de Septiembre de 2007. Traducción por: E. Jager Martínez, Revisada Por: Ing. Cesar Garcia



C 289 - 07

3. Importancia y Uso

3.1 Cuando este método de ensayo se utiliza para evaluar la reactividad potencial de componentes de silicio en el agregado con álcalis en concreto de cemento hidráulico, este debe ser usado en combinación con otros métodos. No usar los resultados de las pruebas con este método de ensayo como la única base para aceptar o descartar las fuentes en lo que respecta a la reactividad de Alcali-Silice.

3.2 Las reacciones entre una solución de hidróxido de sodio y los componentes de silicio en el agregado se muestran para correlacionar el desempeño de algunos agregados en las estructuras de concreto. Los resultados de este método de ensayo pueden ser obtenidos rápidamente y aunque no son completamente confiables en todos los casos, pueden proveer de información útil.

3.3 Este método de ensayo puede ser empleado como una herramienta de control de calidad para una determinada fuente con un historial de servicio aceptable.

4. Equipo

4.1 Básculas – Las básculas y pesas utilizadas para pesar materiales tienen que llenar los requerimientos presuntos en la especificación C1005.

4.2 Balanzas – La balanza analítica y las pesas usadas para determinar la silice disuelta por el método gravimétrico tienen que cumplir con los requerimientos presuntos en los métodos de ensayo C114.

4.3 Equipo de trituración y molido – Una pequeña trituradora de mandibula y un disco pulverizador u otro equipo apto para triturar y moler agregado para hacerlo pasar por un tamiz de 300 µm.

4.4 Tamices:
4.4.1 Tamiz de 300 µm y 150 µm de agujero cuadrado, con tejido de malla metálica conforme a la especificación E11.

4.4.2 Un tamiz 4.75 mm (No. 4).

4.5 Reactores – Reactores de 50 a 75 mL de capacidad, hechos de acero resistente a la corrosión u otro material resistente a la corrosión, equipados con tapaderas herméticas. Un reactor que ha sido encontrado apropiado se muestra en la Fig. 1.

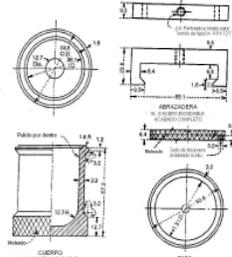


Fig. 1. Reactor de ensayo.

Otros reactores hechos de material resistente a la corrosión como polietileno, pueden ser apropiados. La conveniencia en el uso de estos materiales queda determinada por el cambio en la alcalinidad de la solución de hidróxido de sodio (R₁, Sección de Reducción en la Alcalinidad) al ser usada sola como blanco en el contenedor en cuestión; este cambio debe ser menor de 10 mmol/L.

4.6 Baño Isotérmico – Un contenedor para baño líquido capaz de mantener la temperatura a 80 ± 1°C por 24 horas.

4.7 Espectrofotómetro o Fotómetro – Un espectrofotómetro o fotómetro fotoeléctrico capaz de medir la transmisión de la luz a una longitud de onda constante de aproximadamente 410 nm (Ver Práctica E60).

4.8 Cristalería – Todos los equipos de vidrio y recipientes deben ser cuidadosamente seleccionados para cubrir los requerimientos particulares de cada operación. Los matraces volumétricos estándar, buretas y pipetas deben ser de precisión.

5. Reactivos

5.1 Pureza de los Reactivos – Químicos de grado reactivo deben ser usados en todos los ensayos. Excepto que se indique otra cosa, todos los reactivos deben llenar las especificaciones del Comité de Reactivos de Análisis de la Asociación Americana de Química, donde estas especificaciones se encuentran disponibles. Otros grados pueden ser usados, siempre que se demuestre primero que el reactivo es lo suficientemente alto en pureza para permitir su uso sin lesionar la exactitud de la determinación.

5.2 Pureza del Agua – Excepto otra indicación, las referencias al agua deben ser interpretadas conforme al Tipo IV de la Especificación D1193.

5.3 Solución de Molibdato de Amonio – Disolver 10g de Molibdato de Amonio (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O en 100 mL de agua. Si la solución no está limpia, filtre a través de papel de textura fina. Almacene la solución en un contenedor de polietileno (Ver Nota 2).

5.4 Acido Clorhídrico (1.19 kg/L) – Acido clorhídrico concentrado (HCL). Almacene la solución en un recipiente de vidrio resistente al ataque químico o en un contenedor plástico apropiado. (Ver Nota 2).

5.5 Acido Clorhídrico Estándar (0.05 N) – Preparar aproximadamente 0.05 N de HCL y estandarizar hasta ± 0.0001 N. Almacene la solución en un recipiente de vidrio resistente al ataque químico o en un contenedor plástico apropiado. (Ver Nota 2).

5.6 Acido Clorhídrico (1+1) – Mezclar volúmenes iguales de HCL (1.19 kg/L) y agua. Almacene la solución en un recipiente de vidrio resistente al ataque químico o en un contenedor plástico apropiado. (Ver Nota 2).

5.7 Acido fluorhídrico (aproximadamente 50% HF), Acido fluorhídrico concentrado. Almacene en un envase de polietileno. (Ver Nota 2).

5.7.1 Advertencia – Antes de utilizar HF, revisar (1) Las precauciones de seguridad en el uso. (2) Primeros auxilios en caso de quemaduras, y (3) Respuestas de emergencia ante derrames, como está descrito para el material en la ficha de seguridad del productor o de alguna otra fuente confiable de la literatura. HF puede causar quemaduras y daño muy serios a ojos y piel de protegida. El equipo apropiado de protección personal debe utilizarse siempre. Este debe incluir máscara facial, delantales de goma y guantes resistentes al HF. Los guantes deben ser revisados periódicamente en busca de orificios.

5.8 Solución de ácido oxálico – Disolver 10 g de ácido oxálico dihidratado en 100 mL de agua. Almacene la solución en un recipiente de vidrio resistente al ataque químico o en un contenedor plástico apropiado. (Ver Nota 2).

5.9 Solución Indicadora de Fenolftaleína – Disolver 1 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol (1+1). Almacene la solución en un recipiente de vidrio resistente al ataque químico o en un contenedor plástico apropiado. (Ver Nota 2).

5.10 Solución estándar de Silice – Preparar una solución estándar de silice conteniendo aproximadamente 10 mmol de silice (SiO₂)L

mediante la disolución de metasilicato de sodio en agua. Almacene la solución en un envase de polietileno. Utilizar una alícuota de 100 mL de solución para determinar el contenido de SiO₂ mediante el procedimiento descrito en las secciones 8.1.1 a 8.2.1. No utilizar una solución estándar de silice de más de 1 año, debido a que la silice iónica disuelta en esta solución se polimeriza lentamente, causando falsas lecturas fotométricas. (Ver Nota 2)

5.11 Solución estándar de Hidróxido de Sodio (1.000 ± 0.01 N) – Preparar una solución de hidróxido de sodio 1.000 ± 0.01 N y estandarizar hasta ± 0.001 N. Almacene la solución en un recipiente de polietileno. (Ver Nota 2) Proteger el reactivo seco y la solución de contaminación por dióxido de carbono.

5.12 Acido sulfúrico (gr esp 1.84) – Acido sulfúrico concentrado (H₂SO₄). Almacene la solución en un contenedor de vidrio resistente a ataque químico. (Ver Nota 2)

Nota 2 – En la selección del recipiente contenedor, tomar las precauciones para asegurar que el reactivo no sea modificado por reacción con el material del que se compone el contenedor incluyendo pigmentos u otros aditivos o por transpiración a través de las paredes del recipiente. Los contenedores con paredes delgadas no tienen de 0.51 mm y compuestas de polietileno de alta densidad que llenan los requerimientos de la especificación D1248, para material Tipo II, Clase A, pueden seleccionarse.

6. Selección y Preparación de Muestras para Ensayo

6.1 El ensayo puede ser utilizado para agregado grueso o fino y cuando el agregado fino y el grueso son del mismo material, se puede utilizar para el total de agregado.
6.2 Obtener la muestra de agregado conforme a la Práctica D75. Usar los tamaños de muestra dados en la Tabla 1 de la práctica D75.

6.2.1 Para muestras de agregado con un tamaño máximo nominal menor de 19.0 mm, dividir la muestra a la mitad de acuerdo a la práctica C702. Triturar la mitad como se describe en 6.2.3. Retenga la otra mitad para futuros exámenes si se desea.

6.2.2 Para muestras de agregado con tamaño nominal máximo de 19.0 mm o mayor, mezclar y

cuartear la muestra de acuerdo con la Práctica C702. Triturar un cuarto como se muestra en 6.2.3. Retenga los otros tres cuartos de la muestra para futuros exámenes si se desea.

6.2.3 Triturar la muestra en un triturador de mandibula empleando pequeñas proporciones a la vez, reteniendo todas las fracciones, hasta que la muestra pase un tamiz de 4.75 mm. (No. 4). Reducir la muestra triturada hasta 300 ± 5 g mediante separación de acuerdo con la Práctica C702.

6.3 Tamizar la muestra de 300 g, descartando todo material que pase el tamiz de 150 µm (No. 100). Triturar o moler la muestra en pequeñas porciones utilizando un pulverizador de disco, molino rotatorio o un mortero. Para minimizar la producción de material que pasa el tamiz de 150 µm (No. 100), pase varias veces la porción por el equipo, removiendo el material que pase el tamiz de 300 µm (No. 60) antes de volver a moler el remanente. Si la cantidad de material retenido en el tamiz de 150 µm (No. 100) es menor que 100 g después de pulverizar la muestra completa de 300 g, descarte la muestra y pulverizar una muestra nueva de 300 g. (Nota 3)

Nota 3 – Una muestra sobre pulverizada puede no producir los resultados correctos en el examen químico. Una muestra pulverizada correctamente tendrá entre 110 y 150 g de material retenido en el tamiz de 150 µm (No. 100) después del lavado.

6.4 Para asegurar que todo el material más fino que el tamiz de 150 µm se ha removido, lavar la muestra sobre un tamiz de 150 µm. No lavar más de 100 g sobre un tamiz de 203 mm de diámetro a la vez. Secar la muestra lavada a 105 ± 5 °C por 20 ± 4 h. Enfriar la muestra y volver a tamizar en un tamiz de 150 µm. Si la inspección de la muestra indica la presencia de sedimentos o capas arcillosas, repetir el procedimiento de lavado y secado, luego tamizar como antes sobre un tamiz de 150 µm. Reserve la porción retenida en el tamiz de 150 µm para la muestra de ensayo.

Continuación anexo 3.



C 289 - 07

7. Procedimiento de reacción

7.1 Pesar tres porciones representativas de 25.00 ± 0.05 g de la muestra seca para ensayo de 150 µm a 300 µm preparada de acuerdo a la sección 6. Colocar una porción en cada uno de los tres reactores y agregar mediante una pipeta, 25 mL de solución de NaOH 1.000 N. Agregar mediante una pipeta 25 mL de la misma solución de NaOH a un cuarto reactor, la cual servirá como blanco. Sellar los cuatro reactores y enroscar suavemente para liberar el aire atrapado.

7.2 Inmediatamente después de que los reactores han sido sellados, colocarlos en un baño líquido mantenido a 80 ± 1.0 °C. Después de 24 ± ½ h, remover los reactores del baño y enfriarlos por 15 ± 2 min, en agua corriendo a temperatura por debajo de 30 °C.

7.3 Inmediatamente después de que los reactores han sido enfriados, abrirlos y filtrar la solución del agregado residual. Utilizar un crisol Gooch de porcelana (Ver Nota 4) con un disco de papel filtro de grado analítico y de absorción rápida cortado para caber en el fondo del crisol; colocar el crisol en un contenedor de goma para crisol en un embudo. Colocar un tubo de ensayo seco de capacidad entre 35 y 50 mL al final de un matraz de filtración para recolectar el filtrado y sienta el embudo en el cuello del matraz de filtrado. Con la bomba de vacío en operación, decantar una cantidad pequeña de la solución en el papel filtro de manera que este asiente adecuadamente en el crisol. Sin agitar el contenido del reactor, decantar el líquido remanente libre dentro del crisol. Cuando la decantación del líquido ha terminado, apagar la bomba de vacío y transferir los sólidos remanentes en el reactor al crisol y empujaelos in-situ con la ayuda de una espátula de acero inoxidable. Luego aplique y ajuste el vacío a aproximadamente 51 kPa. Continuar la filtración hasta que los futuros rendimientos de filtración alcancen aproximadamente una tasa de 1 gota cada 10s; reserve el filtrado para posteriores análisis. Registre el total de tiempo transcurrido durante la aplicación del vacío; hacer cada esfuerzo para alcanzar un tiempo de filtración igual para todas las

muestras en un set determinado, mediante la uniformización del procedimiento en el ensamble de los aparatos de filtración y en el empaque de sólidos en el crisol.

Nota 4 – Los crisoles Gooch Tamaño No. 4 o equivalentes, han resultado satisfactorios para este propósito.

7.4 Filtrar la solución blanco de acuerdo con el procedimiento descrito en 7.3. Aplicando el vacío para un intervalo de tiempo igual al promedio del tiempo de filtración para los tres especímenes.

7.5 Inmediatamente después de completada la filtración, agitar el filtrado para asegurar la homogeneidad, luego tomar mediante una pipeta una alícuota de 10 mL del filtrado y diluir con agua hasta 200 mL en un matraz volumétrico. Reservar esta solución diluida para la determinación del SiO₂ disuelto y la reducción de la alcalinidad.

7.6 Si el filtrado diluido no será analizado en las próximas 4 horas después de terminada la filtración, transferir la solución hacia un contenedor de polietileno seco y limpio; cerrar el contenedor mediante un tapón o una tapadera que encaje ajustadamente.

8. Análisis del Filtrado

8.1 Medir la sílice disuelta utilizando el método gravimétrico o el método fotométrico (Ver 8.3) y medir la reducción en alcalinidad (Ver 8.4).

8.2 Determinación de Sílice disuelto por el Método Gravimétrico

8.2.1 Procedimiento:

8.2.1.1 Transferir mediante una pipeta 100 mL de solución disuelta (7.5) a un plato de evaporación, preferentemente de platino por la velocidad de evaporación, agregar de 5 a 10 mL de HCl (1.19 kg/L), y evaporar hasta que el contenido esté completamente seco en un baño de vapor. Sin calentar más el residuo, tratarlo con 5 a 10 mL de HCl (1.19 kg/L) y luego una cantidad igual de agua, o de una vez de 10 a 20 mL de HCl (1+1) sobre el residuo. Cubrir el crisol de aluminio y digerir por 10 min en el baño de vapor o en una plancha caliente. Diluir la solución con un volumen igual de agua caliente, filtrar inmediatamente con papel filtro de

grado cuantitativo bajo en cenizas. Lavar a fondo la sílice separada (SiO₂) con agua caliente (Ver Nota 5) y guarde el residuo.

Nota 5 – El lavado de las precipitados de SiO₂ puede ser más efectivo utilizando HCl (1+10) caliente y luego completando el lavado con agua caliente.

8.2.1.2 De nuevo evaporar el filtrado hasta que el contenido esté completamente seco, homear el residuo por 1 h a 105 - 110 °C. Recoger el residuo con 10-15 mL de HCl (1+1) y calentar en el baño o en la plancha caliente. Diluir la solución con un volumen igual de agua caliente, recoger y lavar la pequeña cantidad de SiO₂ contenida, en otro pedazo de papel filtro. Esta segunda evaporación es necesaria solo cuando se desea determinar la concentración de la solución estándar de metasilicato, ver 8.10, para las otras soluciones este paso puede ser eliminado.

8.2.1.3 Transferir los papeles conteniendo el residuo (8.1.1 y 8.1.2) a un crisol de platino (Ver Nota 6). Secar e incinerar los papeles, primero a baja temperatura hasta que el carbón del papel filtro se consuma completamente sin arder y finalmente a 1100 - 1200 °C hasta que la masa permanezca constante.

Nota 6 – La masa del crisol vacío debe ser determinada si se desea conocer la magnitud de impurezas en el residuo de SiO₂.

8.2.1.4 Tratar el SiO₂ así obtenido, el cual contendrá pequeñas cantidades de impurezas, en un crisol con unas gotas de agua, cerca de 10 mL de HF y una gota de H₂SO₄, evaporar en un baño de vapor con precaución hasta que el producto esté completamente seco. Finalmente calentar el pequeño residuo entre 1050 y 1100 °C por 1 a 2 minutos, enfriar y determinar la masa. La diferencia entre esta determinación y la anterior, representa la cantidad de SiO₂.

8.2.2 Cálculos:

Calcular la concentración de SiO₂ de la solución filtrada de NaOH del agregado como sigue:

$$S_s = 3330 \times W \quad (1)$$

Donde:

APÉNDICE

(información no obligatoria)

XI. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

XI.1 Las correlaciones entre datos obtenidos por este método, extensiones de barras de mortero que contienen cemento de alta alcalinidad, exámenes petrográficos de agregados y el desempeño de agregados en estructuras de concreto se encuentran publicadas en (1-7)⁴. Con base a estos datos, se describe la curva mostrada en la Fig. XI.1. Un grado potencialmente perjudicial de reactividad se indica si alguno de los tres puntos R_c se queda en el lado perjudicial de la curva en la Fig. XI.1. Sin embargo, agregados potencialmente perjudiciales representados por puntos sobre la línea punteada en la Fig. XI.1 pueden dar como resultado extensiones relativamente bajas en el mortero o en concreto aun cuando sean extremadamente reactivos con álcalis. Estos agregados deben ser considerados un indicador potencial perjudicial del grado de reactividad hasta que el carácter inocuo del agregado sea demostrado mediante registros de servicio o mediante métodos suplementarios de acuerdo con lo provisto por los métodos de ensayo C227, C1260, o C1293, para el caso que apliquen. Los métodos de ensayo adicionales deben ser seleccionados con base a las características mineralógicas del agregado.

Se recomienda que estas propiedades mineralógicas sean determinadas con un examen petrográfico de acuerdo con lo provisto por la guía C295.

XI.2 Los resultados de este método de ensayo pueden no ser correctos para agregados conteniendo carbonato de calcio, magnesio, o hierro ferroso, como caliza, dolomita, magnesia o siderita, o silicatos de magnesio como la antigonita (serpentina) (6,7). El error introducido por el carbonato de calcio no es significativo excepto que los valores de R_c y So indiquen que la reactividad potencial es marginal. Exámenes del agregado de acuerdo con la guía C295 se pueden usar para determinar la presencia de minerales de este tipo.

XI.3 Se recomienda que la interpretación basada en este método se correlacione con la Guía C295 y registros de servicio del agregado. Los resultados de este ensayo no predican la reactividad retardada y lenta de Sílice-Silicatos en concreto que puede resultar de la presencia de cuarzo incrustado o micro-granulado, agregados compuestos de meta-grauvaica, meta-ilmolita, meta-cuarzo y rocas similares.



C 289 - 07

volumétrico llenado hasta la mitad con agua y proceder como se indica en 10.2 y 10.3. Leer la concentración de sílice en la solución directamente de la curva de calibración preparada previamente correlacionando la transmisión de luz a la longitud de onda con la concentración de sílice. Si la transmitancia es menor del 30% o superior al 50%, debe utilizarse una alícuota menor o mayor de la solución diluida.

8.3.4 Cálculos:

8.3.4.1 Calcular la concentración de SiO₂ en la solución de NaOH filtrada del material del Agregado como sigue:

$$S_s = 20 \times (100/V) \times C \quad (2)$$

Donde:
S_s = concentración de SiO₂, mmol/L en el filtrado original.

C = concentración de sílice en la solución medida en el fotómetro, mmol/L.

V = mililitros de solución diluida utilizada de (7.5)

8.4 Reducción en la Alcalinidad

8.4.1 Procedimiento:

Transferir con la pipeta una alícuota de 20 mL de solución diluida (7.5) a un Erlenmeyer de 125 mL, agregar 2 o 3 gotas de solución de fenoftaleína y titular con HCl 0.05N hasta el punto de viraje de la fenoftaleína.

8.4.2 Cálculos:

Calcular la reducción en la alcalinidad como sigue:

$$R_r = \left(\frac{2000}{V_1} \right) (V_1 - V_2) \times 1000 \quad (3)$$

Donde:

R_r = la reducción en la alcalinidad, mmol/L

N = normalidad del HCl utilizado en la titulación

V₁ = mililitros de solución diluida utilizada de (7.5)

V₂ = mililitros de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenoftaleína en la muestra de ensayo.

V₃ = mililitros de HCl utilizado para lograr el viraje de la fenoftaleína en la solución blanco.

9. Precisión y Sesgo

9.1 Precisión – La información concerniente a la precisión de este método de ensayo se está investigando y será publicada cuando los datos sean obtenidos y analizados como se prescribe en la Práctica C670.

9.2 Datos preliminares en cuanto a precisión indican que los resultados del método de ensayo pueden ser considerados satisfactorios si ninguno de los tres valores de R_r (y de S_s) difieren del promedio de los tres por más de las siguientes cantidades: (1) cuando el promedio es 100 mmol/L o menos, 12 mmol/L, y (2) cuando el promedio es mayor de 100 mmol/L, 12%.

9.3 Sesgo – Debido a que no existe material de referencia adecuado para determinar el sesgo de este método de ensayo, no se enuncia nada al respecto.

10. Palabras Clave

10.1 Reactividad del agregado; álcali; reactividad álcali-sílice; agregados de concreto.

C 289 - 07

⁴ Los números en negrita entre paréntesis se vinculan a las referencias que aparecen al final de este método de ensayo.

Continuación anexo 3.

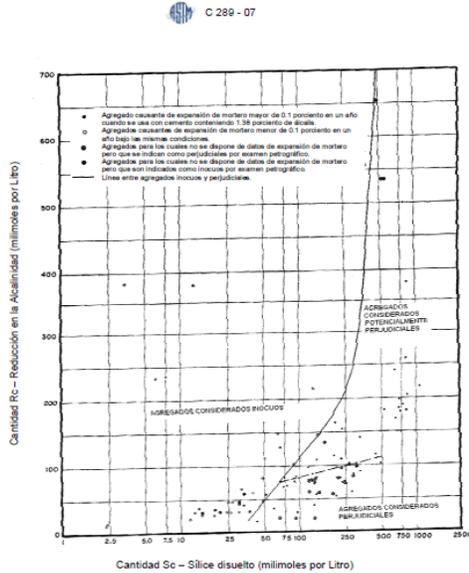


FIG. X1.1 Ilustración de la división entre Agregados Inocuos y Perjudiciales con base al ensayo de reducción de la alcalinidad.

C 289 - 07

C 289 - 07

REFERENCIAS

- (1) Mielenz, R. C. y Wite, L.P., "Tests Used by the Bureau of Reclamation for Identifying Reactive Concrete Aggregates" *Proceedings*, ASTM, Vol 48, 1948, pp. 1071-1103 y discusión, p. 1104.
- (2) Mielenz, R.C., Greene, K.T., y Benton, E.J., "Chemical Test for Reactivity of Aggregates with Cement Alkalies: chemical Process in Cement-Aggregate Reaction", *Proceedings*, Am. Inst. Del Concreto, Vol 44, 1948, p. 193.
- (3) Lerch, William, "Studies of Some Methods of Avoiding Expansion and Pattern Cracking Associated with the Alkali-Aggregate Reaction", *Symposio en el uso de materiales puzolánicos en morteros y concretos*, ASTM STP 99, ASTM, 1950.
- (4) Slate, F.O., "Chemical Reactions of Inert Aggregates in Chlorination of Concrete" *Proceedings*, ASTM, Vol 49, 1949, p. 954.
- (5) Lerch, William, "Chemical Reactions of Concrete Aggregates" ASTM STP, 1956, p. 334.
- (6) Mielenz, R.C. y Benton, E.J., "Evaluation of the Quick Chemical Test for Alkali reactivity of Concrete Aggregates", *Report*, 171, Highway Research Board, 1958, p. 1.
- (7) Chabon, Bernard, y Harwood, W.J., "Correlation Between chemical and Mortar Bar Test for Potential Alkali Reactivity of Concrete Aggregates", *Public Roads*, Vol 30, 1959, p. 177.

RESUMEN DE CAMBIOS

El comité C09 ha identificado la ubicación de los cambios seleccionados a este estándar desde la última modificación, C 289-03, que pueden modificar el uso de este estándar. (Aprobado el 1 de Noviembre, 2007)

- (1) Se reorganizó el método de ensayo, moviendo las secciones antiguas 8 - 13 en la nueva Sección 8.

ASTM Internacional no toma posición respecto de la validez de ninguno de los derechos de patente asociados en conexión con cualquiera de los símbolos mencionados en este estándar. Los usuarios del estándar están expresamente alertados que la validez de cualquiera de esos derechos de patente, y el riesgo de infracción, son enteramente su propia responsabilidad.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento por el comité técnico responsable y deberá ser reevaluado cada cinco años; de lo contrario, será aprobado de nuevo o retirado. Sus comentarios son bienvenidos para revisión de este estándar o de otros y deben ser dirigidos a las oficinas centrales de ASTM International. Sus comentarios serán cuidadosamente considerados por el comité técnico responsable, respectivo. Si usted piensa que sus comentarios no han recibido la atención que deberían, usted debería dar a conocer sus puntos de vista al Comité de estándares de ASTM, a la dirección abajo mostrada.

Este estándar está impreso bajo los derechos de autor de ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2909, EEUU. Copias individuales (líneas o múltiples) de este estándar deben ser obtenidas contactando a ASTM a su dirección o al teléfono siguiente: (610) 639-9686 (teléfono), (610) 639-9685 (fax), o service@astm.org (e-mail); o a través del sitio web (www.astm.org).

Fuente: American Society for Testing Material International. *ASTM C289-07: Método de ensayo estándar para reactividad potencial álcali-sílice de agregados (método químico)*. p. 10.

