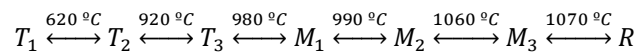


IDENTIFICACIÓN DE POLIMORFOS M1 Y M3 DE ALITA EN CLÍNKER

El mineral Alita forma la mayor parte del clínker y es importante para el desarrollo de las resistencias iniciales y finales del cemento. Una caracterización apropiada de esa fase brinda herramientas para la mejor comprensión de su comportamiento en el producto. Mediante la técnica de difracción de rayos X, con el espectrómetro ARL™ 9900 X-Ray WorkStation™ de Thermo Scientific™ se pueden identificar los polimorfos de la alita presentes en el clínker.



La presencia de impurezas como Mg^{2+} , Al^{3+} y Fe^{3+} en el silicato tricálcico (Ca_3SiO_3), cantidades menores de Na^+ , K^+ , y SO_3 , y el perfil térmico del proceso de clinkerización, estabilizan diferentes polimorfos de la alita formados a altas temperaturas, donde las estructuras estables a mayor temperatura son las más reactivas en el cemento. Las formas cristalinas T1, T2 y T3 son triclinicas, M1, M2 y M3 monoclinicas, y R romboédrica:



En el clínker industrial, la alita suele presentarse en las formas monoclinicas M1 y M3.

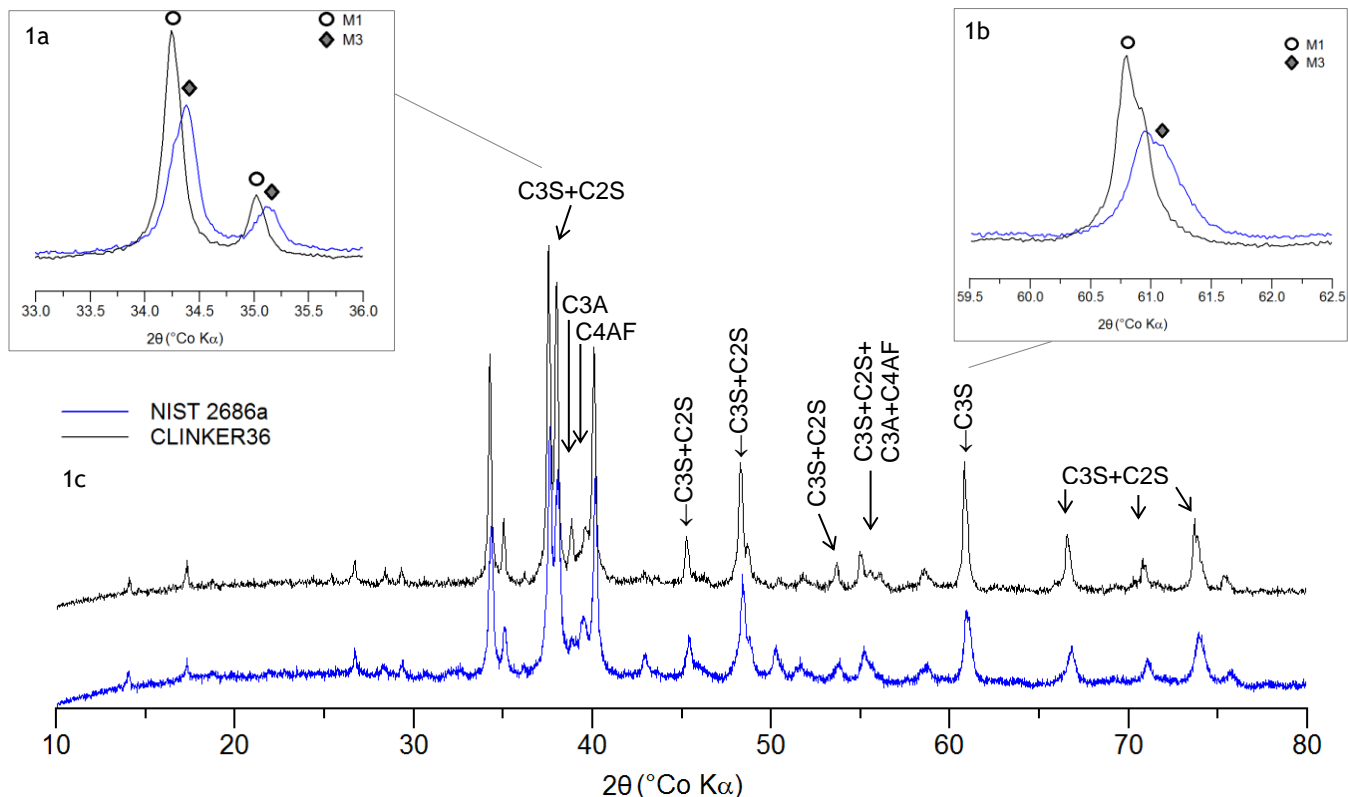


Figura 1. Diagramas de difracción de rayos X de muestras de clínker. Datos obtenidos con el espectrómetro ARL™ 9900 WorkStation™, radiación de $CoK\alpha$ ($\lambda = 0.1788996$ nm). 1a y 1b incremento de 0.02° y tiempo de conteo de 3 segundos. 1c incremento de 0.015° y tiempo de conteo de 0.5 s.

A pesar de la complejidad en los diagramas debida a la coexistencia de polimorfos y las fases adicionales en el clínker (belita (C2S), periclasa (MgO), aluminato (C3A) y ferrita (C4AF)), se pueden considerar ventanas características para identificar la presencia de las estructuras M1 y M3 en los rangos 37-38.5° (CoK α) y 60-62° (CoK α), como se muestra en la Figura 1. En la primera ventana angular (1a), los picos de mayor intensidad pueden ser difíciles de interpretar por la orientación preferencial. La región alrededor de 61° (2b) se hace clave, y la tendencia a un pico doble es indicador de la estructura cristalina del polimorfo M3.

Fase	CLINKER36	NIST2686a		NIST2686a Certificado
Alite, C3S (M3)	22.3	45.3	67	63.4
Alite, C3S (M1)	49.1	21.7		
Belite, C2S (beta)	13.9	16.1	16.1	18.7
Aluminate, C3A (ortho.)	5.0	2.0	3.5	2.5
Aluminate, C3A (cubic)	0.0	1.5		
Ferrite, C4AF	8.7	10.0	10.0	10.8
Periclasa	--	3.4	3.4	3.4
Otra(s)	0.4	--	--	0.9

Tabla 1. Cuantificación de fases de clínker por refinamiento Rietveld en Siroquant™. La muestra CLINKER36 contiene mayor cantidad de M1 que de M3, y en la muestra NIST 2686a la cantidad de M3 supera la de M1, como se observa en los patrones de difracción de la Figura 1b.

El análisis cuantitativo de las fases se realiza por refinamiento Rietveld en el software integrado Siroquant™, que permite generar archivos de cuantificación automática para un procedimiento rápido y confiable. En la Tabla 1 se muestran los resultados que confirman la inspección de los diagramas de los materiales examinados en la Figura 1. Se comparan también los valores obtenidos y los certificados para la muestra NIST 2686a, con diferencias coherentes con la técnica y las especificaciones internacionales.

Adicionalmente, la Tabla 2 muestra la repetibilidad del método para una muestra de clínker industrial. Los valores de la desviación estándar calculada para cada fase principal, siguen las especificaciones ASTM C 1365-06.

Número de réplica	Alite			Belite C2S (beta)	Aluminate C3A (cubic)	Ferrite C4AF	Free Lime	Arcanita
	M3	M1	M1+M3					
1	23.60	47.43	71.03	14.59	4.56	8.74	0.31	0.23
2	21.65	48.44	70.09	15.04	4.90	8.91	0.48	0.33
3	21.98	48.94	70.92	14.99	4.61	8.59	0.33	0.32
4	23.54	46.77	70.31	15.53	4.41	8.76	0.32	0.20
5	20.94	49.74	70.68	15.21	4.74	8.77	0.43	0.16
Promedio	22.34	48.26	70.61	15.07	4.64	8.76	0.37	0.25
Desv. Est.			0.40	0.34	0.19	0.11	0.08	0.07
ASTM C1365 s-within*			0.74	0.64	0.47	0.49		0.22

Tabla 2. Repetibilidad del método para una muestra de clínker industrial.

Incremento de paso 0.03°, tiempo de conteo 0.5 segundos.

* Máxima diferencia permisible entre réplicas. Repetibilidad entre el laboratorio.