

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**“OBTENCIÓN DE UN ADITIVO PLASTIFICANTE PARA USO EN
EL CONCRETO A PARTIR DE LA MELAZA MEDIANTE
HIDRÓLISIS ENZIMÁTICA”**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

Autores

ANGELA MARYAN PAICO HUAMANI

JENNYFER MILAGROS OLIVERA MEDINA

Asesor

Mg. LEONARDO FELIX MACHACA GONZALEZ

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN: INGENIERÍA Y TECNOLOGIA

Callao, 2022

PERÚ

INFORMACIÓN BÁSICA

FACULTAD:

Facultad de Ingeniería Química

UNIDAD DE INVESTIGACIÓN:

Facultad de Ingeniería Química

TÍTULO:

“Obtención de un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática”.

AUTORES:

Jennyfer Milagros Olivera Medina/ 0000-0003-0914-4492/ DNI: 45492441

Angela Maryan Paico Huamaní/ 0000-0003-4008-4504/ DNI: 46322891

ASESOR:

Mg. Leonardo Félix, Machaca González/ 0000-0003-0631-8549/ DNI: 07275983

LUGAR DE EJECUCIÓN:

Laboratorio de Investigación y Desarrollo de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao.

UNIDAD DE ANÁLISIS:

Aditivo plastificante aplicado en la mejora de propiedades del concreto.

TIPO

Aplicativo

ENFOQUE:

Cuantitativo

DISEÑO DE INVESTIGACIÓN:

Experimental

TEMA OCDE:

Ingeniería de procesos.

HOJA DE REFERENCIA DEL JURADO Y APROBACION

La presente tesis fue sustentada por los bachilleres OLIVERA MEDINA JENNYFER MILAGROS y PAICO HUAMANÍ ANGELA MARYAN ante el JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS conformado por los siguientes profesores ordinarios:

Ing. Dr. CARRASCO VENEGAS LUIS AMÉRICO	PRESIDENTE
Ing. Mg. ANGELES QUEIROLO CARLOS ERNESTO	SECRETARIO
Ing. Mg. RANGEL MORALES FABIO MANUEL	VOCAL
Lic. Dr. ALVARADO BRAVO NESTOR MARCIAL	MIEMBRO SUPLENTE
Ing. Mg. MACHACA GONZALES LEONARDO FELIX	ASESOR

Tal como está sustentado en el libro de Acta N°108 de Tesis con ciclo de Tesis Folio N°109 y Acta N°108 de fecha 06 de Noviembre del año 2022, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la modalidad de Titulación de Tesis con ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el reglamento de Grados y Títulos aprobado por resolución de Consejo Universitario N°099-2021-CU, de fecha 30 de Junio del 2021

DEDICATORIA

Angela Paico:

Este trabajo está dedicado a mis padres y mi familia, pues son el motivo, apoyo constante para la culminación de todas las metas trazadas a nivel profesional.

Jennyfer Olivera:

Este trabajo está dedicado a mis padres y hermanos quienes me acompañan siempre y con su apoyo son el impulso para seguir continuando en esta etapa profesional, con mención especial a mi hermano Nilo para que pueda vencer estos difíciles momentos y pronto rencuentro con su familia.

AGRADECIMIENTO

A Dios por la bendición de estar en sanidad y poder realizar este trabajo en su nombre.

A nuestras familias por el apoyo incondicional y persistente en este largo proceso de titulación.

A nuestra querida alma mater por albergarnos en sus aulas durante todo nuestro proceso universitario.

A nuestros profesores por su paciencia, compromiso, constante seguimiento y apoyo en este proceso de titulación.

A nuestro coordinador del IX ciclo de tesis por su apoyo y amistad desde que egresamos hasta llegar a este ansiado momento de titulación.

A nuestros jefes por los permisos obtenidos en nuestros trabajos para poder terminar la tesis satisfactoriamente.

ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS	4
ÍNDICE DE FIGURAS	5
RESUMEN	6
ABSTRACT	7
INTRODUCCIÓN	8
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	9
1.1. Descripción de la realidad problemática	9
1.2. Formulación del problema	10
1.2.1. Problema general	10
1.2.2. Problemas específicos	10
1.3. Objetivos	10
1.3.1. Objetivo general	10
1.3.2. Objetivos específicos	10
1.4. Justificación	10
1.5. Delimitantes de la Investigación	12
II. MARCO TEÓRICO	13
2.1. Antecedentes	13
2.1.1. Antecedentes internacionales	13
2.1.2. Antecedentes nacionales	17
2.2. Bases teóricas	19
2.2.1. Medida de la actividad enzimática	19
2.2.2. Cinética de las reacciones enzimáticas	20
2.3. Marco conceptual	22
2.3.1. Enzimas	22

2.3.2. Invertasa	23
2.3.3. Melaza	24
2.3.4. Aditivo	27
2.3.5. Concreto	28
2.3.6. Calorimetría	30
2.4. Definiciones de términos básicos	30
III. HIPÓTESIS Y VARIABLES	33
3.1. Hipótesis	33
3.1.1. Operacionalización de variables	33
IV. METODOLOGÍA DEL PROYECTO	35
4.1. Diseño metodológico	37
4.1.1. Tipo de la investigación	35
4.1.2. Diseño de la investigación	35
4.2. Método de investigación	36
4.3. Población y muestra	46
4.3.1. Población	46
4.3.2. Muestra	46
4.4. Lugar de estudio y periodo desarrollado	46
4.5. Técnicas e instrumentos para la recolección de la información	46
4.5.1. Instrumentos de recolección de datos	46
4.5.2. Metodología para la caracterización de la melaza	48
4.5.3. Metodología para el procedimiento de hidrolisis enzimática de la melaza	48
4.5.4. Metodología para la determinación de los parámetros favorables de hidrolisis enzimática de la melaza	49
4.5.5. Metodología para la validación del aditivo plastificante	49
4.6. Análisis y procesamiento de datos	49
4.7. Aspectos éticos de la investigación	50

V. RESULTADOS	51
5.1. Resultados descriptivos	51
5.2. Resultados inferenciales	54
VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	62
6.1. Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados	62
6.2. Contrastación de los resultados con otros estudios similares	62
6.3. Responsabilidad ética	63
VII. CONCLUSIONES	64
VIII. RECOMENDACIONES	65
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	66
ANEXOS	68

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	pH óptimo de algunas enzimas	20
Tabla 2	Caracterización de la melaza	25
Tabla 3	Operacionalización de las variables	34
Tabla 4	Diseño factorial	36
Tabla 5	Diseño experimental	36
Tabla 6	Diseño de caracterización de la melaza	36
Tabla 7	Factor de Fehling para determinación de % de glucosa	51
Tabla 8	Porcentaje de glucosa después de la inversión	52
Tabla 9	Análisis fisicoquímico del aditivo plastificante	53
Tabla 10	Resultados de pruebas de diseño de concreto	53
Tabla 11	Coeficientes según el método superficie respuesta (Escenario 1)	55
Tabla 12	Coeficientes según el método superficie respuesta (Escenario 2)	56
Tabla 13	Análisis de varianza de términos significativos	57
Tabla 14	Comparación de resultados obtenidos	57
Tabla 15	Parámetros favorables obtenidos	61
Tabla 16	Matriz de consistencia	69

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1	Curso de una reacción enzimática	19
Figura 2	Expresión gráfica de la constante de Michaelis (Km)	21
Figura 3	Medida del pH de la melaza	37
Figura 4	Medida de la densidad de la melaza	38
Figura 5	Medida de % sólidos de la melaza	39
Figura 6	Medida de la viscosidad de la melaza	39
Figura 7	Proceso de contenido de glucosa antes de la inversión	42
Figura 8	Proceso de la inversión de la melaza	43
Figura 9	Pruebas con el aditivo obtenido	45
Figura 10	Pruebas en el calorímetro	54
Figura 11	Superficie respuesta de glucosa vs concentración, temperatura	59
Figura 12	Contorno para la glucosa vs concentración, temperatura	59
Figura 13	Superficie respuesta de glucosa vs tiempo, temperatura	59
Figura 14	Contorno para la glucosa vs tiempo, temperatura	60
Figura 15	Determinación de agua reducida con uso de aditivo plastificante	71
Figura 16	Determinación de fluidez mediante ensayos de asentamiento	72
Figura 17	Muestras de probeta para determinación de resistencias	73
Figura 18	Medida de resistencia de probetas concreto convencional	74
Figura 19	Medida de resistencia de probetas concreto con aditivo	75

RESUMEN

Se ha obtenido un aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrolisis enzimática. La metodología utilizada fue de tipo experimental a nivel de laboratorio para la determinación de las condiciones favorables de temperatura, concentración de enzima y tiempo de reacción en las que se puede lograr la hidrolisis enzimática de la melaza proveniente del norte del país. Así mismo se determinó el porcentaje de glucosa de la melaza antes y después de la inversión por el método volumétrico de Fehling. Los resultados obtenidos muestran una conversión favorable de la sacarosa en función de glucosa en un porcentaje de 22.58% a la temperatura obtenida es de 60.3 °C, la concentración de la enzima invertasa 0.01% respecto al total de la solución y el tiempo favorable es de 40 minutos. Luego se procedió a realizar pruebas de concreto en tres diseños, el primero fue para un concreto convencional (sin aditivo), el segundo fue usando un aditivo a base de melaza sin invertir y el ultimo con el aditivo a base de melaza invertida. Se verificó que la reducción de agua para el segundo diseño fue de 16.3 % y para el ultimo diseño fue mayor a un 20% respecto al concreto convencional, también se observó la mejora en los tiempos de fraguado.

Finalmente, el aditivo plastificante obtenido a partir de la melaza cumple con las propiedades de reducción del consumo de agua y una notable mejora en tiempos de fraguado.

Palabras claves: Aditivo plastificante, melaza, hidrolisis enzimática.

ABSTRACT

A plasticizer additive for use in concrete has been obtained from molasses by enzymatic hydrolysis. The methodology used was experimental at the laboratory level to determine the favorable conditions of temperature, enzyme concentration and reaction time in which the enzymatic hydrolysis of molasses from the north of the country can be achieved. Likewise, the percentage of glucose in the molasses was determined before and after the inversion by the Fehling volumetric method. The results obtained show a favorable conversion of sucrose based on glucose in a percentage of 22.58% at the temperature obtained is 60.3 °C, the concentration of the enzyme invertase 0.01% with respect to the total solution and the favorable time is 40 minutes. Then concrete tests were carried out in three designs, the first was for a conventional concrete (without additive), the second was using an additive based on molasses without inverting and the last one with the additive based on inverted molasses. It was verified that the water reduction for the second design was 16.3% and for the last design it was greater than 20% compared to conventional concrete, the improvement in setting times was also observed.

Finally, the plasticizer additive obtained from molasses meets the properties of reducing water consumption and a notable improvement in setting times.

Keywords: *Plasticizer additive, molasses, enzymatic hydrolysis.*

INTRODUCCIÓN

En la actualidad se sabe que la ingeniería Química está inmersa en muchos sectores industriales, dónde el sector construcción es parte de ella y el empleo de aditivos de diferentes tipos, son de gran uso para el “concreto”; una de las materias primas empleada para la fabricación de aditivos en esta industria, es la melaza.

Soto [1] considera a la melaza como un aditivo o como materia prima para la fabricación de aditivos plastificantes; pero esta tiene una propiedad muy particular al no ser tratada resultando un retardante excesivo del fraguado del concreto donde se sabe que la sacarosa se encuentra presente en un alto contenido y es la causante de esto.

Jiménez [2] menciona que en la actualidad las materias primas más utilizadas para la fabricación de aditivos plastificantes son importadas, entre estas tenemos al naftaleno sulfonato de sodio, lignosulfonatos y otros; teniendo una gran afectación al costo del aditivo.

Basado en lo mencionado por Soto, el propósito de esta investigación fue obtener un aditivo plastificante mediante hidrólisis enzimática de la melaza, la cual nos permitió lograr otra alternativa para la fabricación de aditivos, mejorando los tiempos de fraguado y la reducción del consumo de agua en el concreto, de este modo se ha generado gran aporte al sector ya que la melaza es un efluente del resultado del proceso de fabricación del azúcar, de fácil acceso y con un bajo costo en comparación de otras materias primas.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. Descripción de la realidad problemática

Actualmente el uso del concreto en las construcciones es de uso continuo, sin embargo, existen componentes como por ejemplo el agua que al ser reducidos con el uso de aditivos mejoren sus propiedades de tal forma que la composición del concreto siga denominándose así y siga brindando un buen rendimiento. Los aditivos plastificantes son de gran uso en este sector, uno de ellos es a base de compuestos azucarados.

En estos tiempos se busca encontrar una alternativa que puedan desempeñarse como los lignosulfonatos, naftalenos y otros, ya que estos presentan en su composición compuestos que dan excelentes resultados al hormigón; pero se sabe que estos son hoy en día escasos, caros y difíciles de conseguir debido a la coyuntura actual. Jiménez [2].

En el Perú se cuenta con diversas empresas procesadoras de azúcar, se sabe que uno de los efluentes al finalizar el procesamiento es la melaza o también conocida como miel fina. El residuo efluente del proceso de la caña de azúcar (melaza) puede ser utilizado en diferentes sectores uno de ellos es el sector construcción. Para la fabricación de aditivos plastificantes es necesario lograr un proceso de inversión de la sacarosa, en este caso se desea la inversión de la melaza reestructurando la molécula de la sacarosa logrando la hidrólisis de esta que nos permitirá romper la molécula de sacarosa en glucosa y fructuosa dando como resultado un aditivo plastificante compuesta por una solución inicial de melaza al 62.8%.

1.2. Formulación del Problema

1.2.1. Problema general

¿Cómo se obtendrá un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática?

1.2.2. Problemas específicos

- ¿Cómo se determinará los parámetros del proceso de hidrólisis enzimática de la melaza?
- ¿Cómo se identificará el aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis de la melaza?

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo general

Obtener un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.

1.3.2. Objetivos específicos

- Determinar los parámetros del proceso de hidrólisis enzimática de la melaza.
- Identificar el aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.

1.4. Justificación

Esta investigación se justifica por su impacto económico, ya que el desarrollo de esta contribuye al uso de materias primas nacionales, de bajo costo y con un performance mejor o cercano a materias primas importadas.

Se sabe que hoy en día el abastecimiento de diversas materias primas se encuentra muy limitadas y si en caso se tiene la posibilidad de importar materias primas estas conllevan un pago de flete muy alto; esta situación no escapa para el sector de construcción en cuanto a la fabricación de aditivos plastificantes para el concreto.

En la actualidad una de las materias primas de mayor costo de importación y de gran utilización para la fabricación de aditivos es el naftaleno sulfonato de sodio, siendo posible importar, pero con un alto costo y tiempos de entrega largos que no benefician en ningún motivo a la empresa.

En la investigación se obtuvo un aditivo plastificante para concreto dando una alternativa de materia prima a utilizar previa reestructuración, el aditivo obtenido presento mejora en las propiedades del concreto siendo un buen reductor de agua y disminuyendo el tiempo de fraguado.

Se determinaron las condiciones óptimas de la melaza luego de haber sufrido un proceso de hidrolisis enzimática generando mejores propiedades útiles a la materia prima en el concreto.

Debemos tener en consideración que la melaza es un subproducto generado durante la fabricación del azúcar y que generalmente es desechada o utilizada para alimentación de bovinos.

Por ello las razones que justifican esta investigación son las siguientes:

A continuación, se mencionan Normas legales peruanas que justifican el presente proyecto de investigación:

- ❖ Norma técnica peruana NTP 334.009.2013 CEMENTOS PORTLAND - REQUISITOS.
- ❖ ACI C 309 Aditivos para el concreto.

El trabajo se enfocó en el desarrollo de un nuevo aditivo plastificante a partir de la materia prima melaza, logrando a nivel laboratorio la restructuración de la melaza mediante hidrolisis enzimática, esta se podría escalar a nivel industrial.

1.5. Delimitantes de la investigación

Teórica

La presente investigación abarcó solo información teórica de hidrólisis enzimática de la melaza, comportamiento de la enzima frente a muestras orgánicas oscuras, identificación de azúcares reductores, reductores e información sobre aditivos plastificantes y tiempos de fraguado.

Temporal

El desarrollo del presente proyecto de investigación tuvo una duración de 4 meses, desde junio a septiembre del año 2022.

Espacial

El proyecto de investigación propuesto se realizó en las instalaciones de la Universidad Nacional del Callao y en la empresa QSI Perú S.A., debido a que la universidad no cuenta con todos los equipos necesarios para el desarrollo adecuado para esta investigación.

II. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes

2.1.1. *Antecedentes internacionales*

Zamora et al. [3], desarrollaron a nivel de laboratorio una investigación donde estudió el efecto del flujo volumétrico, la temperatura y la concentración inicial de sacarosa en la reacción de hidrólisis de sacarosa utilizando invertasa inmovilizada. Así mismo mencionaron que se inmovilizó la enzima en 20 g. de soporte de tamaño de malla entre 120 y 140. Obtuvo que la cantidad máxima de enzima inmovilizada es de 0,130 mg/g de soporte a los 220 min. También en la primera etapa experimental mencionan que consistió en la evaluación del efecto de la concentración inicial de sacarosa (1,0 y 1,5 mol/L), el flujo volumétrico (3,0 mL/min y 4,0 mL/min) y la temperatura de reacción (45° C y 50° C). Encontraron que la conversión se favorece para una concentración 1,0 mol/L de sacarosa, un flujo volumétrico de 3 mL/min y una temperatura de 50°C. La máxima conversión que obtuvieron fue de 95,4 %. En la segunda etapa experimental evaluaron: el efecto de la concentración inicial de sacarosa (0,75 y 1,0 mol/L), el flujo volumétrico (2,5 mL/min y 3,0 mL/min) y la temperatura (50° C y 55° C). Encontraron que la conversión se favorece para un flujo de 2,5 mL/min, y es preferible operar a 50° C y a una concentración 1,0 mol/L de sacarosa, y el mayor porcentaje de conversión de sacarosa fue de un 94,8 %. Finalmente, en la fase experimental, analizaron el efecto de la concentración inicial de sacarosa, encontrando que a una concentración 1,1 mol/L se obtiene el mayor porcentaje de la conversión de un 95,0 %, para una temperatura de 50° C y un flujo volumétrico de 2,5 mL/min.

Jiménez [2], desarrolló una vía alterna al uso de lignosulfonatos en los procesos de elaboración de aditivos de concreto tipo D según la norma ASTM C 494 a partir de la hidrólisis oxidación de la melaza en la empresa Sika Venezuela, con el fin de evitar la dependencia de los lignosulfonatos en los procesos involucrados antes mencionados además de la importación de estas materias primas. Para llevar a cabo la meta propuesta, evaluó fisicoquímica y funcionalmente la melaza y los lignosulfonatos como materia prima con el fin de observar su comportamiento por separado, evidenció además que la melaza no arrojó valores de resistencias a la compresión al cabo de 1 día por presentar retardos en los tiempos de fraguados con valores alrededor de 30,85 horas de fraguado inicial, a diferencia de lo logrado por los lignosulfonatos y un mortero patrón sin aditivo, los cuales arrojaron valores de 9,45 y 2,16 horas respectivamente. Concluyó que la melaza tiene un desempeño negativo en primera instancia como aditivo tipo D, ya que no satisface los requerimientos de los clientes para este tipo de aditivos. Posteriormente realizó un proceso de reestructuración de la molécula contenida en la melaza realizando un proceso de inversión de azúcares vía hidrólisis-oxidación con ácidos y bases fuertes con el fin de que las moléculas de sacarosa presentes en la melaza fuesen transformadas a glucosa y fructosa.

Romero [4], buscó desarrollar un método alternativo para la hidrólisis de sacarosa por β -D-fructofuranosidasa de *Sacharomyces cerevisiae* inmovilizada sobre nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto (NPM-COFe₂O₄), una metodología que permite el reúso de la entidad biológica. Los resultados revisados en la literatura alertan sobre la modificación de la actividad de las enzimas cuándo son inmovilizadas; por esta razón se cuantificaron los cambios en las propiedades catalíticas de la enzima inmovilizada para conocer la eficacia de este sistema a escala de laboratorio.

Las nanopartículas magnéticas fueron sintetizadas por el método de reducción poliol y caracterizadas por difracción de rayos X, magnetometría de muestra vibrante, microscopia electrónica de barrido y microscopia electrónica de transmisión. Las nanopartículas se recubrieron con quitosano y se activaron con glutaraldehído, el cual acoplo la β -D-fructofuranosidasa sobre las nanopartículas mediante unión covalente. La inmovilización se caracterizó por espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier, y la cantidad de enzima inmovilizada y el rendimiento de la inmovilización se determinó por el método espectrofotométrico para la cuantificación de proteína de Bradford. Se investigó el comportamiento catalítico de la enzima en función del pH y la temperatura. El pH operacional óptimo fue 0.5 más alta para la enzima inmovilizada respecto a la enzima libre. La temperatura operativa óptima fue de 50°C para la enzima libre e inmovilizada. Luego de la inmovilización $V_{MÁX}$ disminuyó 2.96% y K_M aumento un factor de 20.7. Las bio-nanopartículas retuvieron un 98.95 y 91.79% de la actividad inicial, en el segundo y tercer ciclo de uso.

Paret [5], desarrolló una investigación titulada "Propuesta tecnológica para la etapa de hidrólisis enzimática en la producción de glucosa a partir de azúcar de refino" cuyo objetivo fue evaluar el proceso de producción de glucosa por inversión ácida a partir de azúcar refino C en la UEB "Chiquitico Fabregat, el mismo presenta elevado consumo de materia prima, debido a la baja conversión en la hidrólisis, bajo rendimiento en cristales por no alcanzar el enfriamiento necesario, formación de productos coloreados con presencia de cenizas y subproductos no deseados debido al empleo de ácido fosfórico a elevadas temperaturas. Se propone la sustitución de la etapa de hidrólisis ácida por la enzimática empleando enzima invertasa sumergida. Realizó una evaluación a escala de laboratorio a partir de un diseño experimental, donde las variables son de dos niveles; del diseño tomaron como referencia el

experimento 2, del cual mencionan que el reporte de los resultados es el nivel de reductores totales, y a partir de trazaron un plan de mejoras para optimizar las variables del proceso, empleando el procedimiento de plazo ascendente. Así mismo mencionan que los parámetros óptimos son los reductores totales (1 102,34 g/L); concentración de sacarosa (X_1) = 70%; concentración de enzima (X_2) = 14,64 mL/100g de refino; pH(X_3) = 4,6; temperatura(X_4) = 860 y tiempo de reacción 3 horas; trabajando con azúcar refino C; también indica que, si se sustituye por azúcar refino A, el nivel de reductores totales asciende a 1 327,4 g/L, lo que indica la influencia de la calidad del azúcar refino en la etapa de inversión. Finalmente menciona que el diseño y escalamiento del reactor para la hidrólisis requiere de una capacidad de 0,130 m³ y un costo de \$ 5 143,05.

Acosta [6], desarrolló una propuesta atractiva y novedosa para la aplicación de la inversión enzimática a escala industrial, constituidos por la β -fructosidasa de *thermotoga marítima* expresada en *pichia pastoris* e inmovilizada en alginato de calcio, dada la elevada termoestabilidad y termoactividad de este biocatalizador, cuyo objetivo fue determinar las condiciones operacionales para la escala industrial de la hidrólisis enzimática de la sacarosa en una instalación productora de glucosa, a partir de las variables experimentales óptimas y los requerimientos de facilidades auxiliares. Para el diseño metodológico se combinó el diseño experimental y la optimización del comportamiento de las variables experimentales influyentes en el porcentaje de hidrólisis alcanzado con el biocatalizador termoestable. Escaló las condiciones reactivas experimentales y se seleccionó la tecnología para la inserción de este método, con los consumos correspondientes.

2.1.2. Antecedentes nacionales

Concepción [7], desarrolló la hidrólisis enzimática de dextrano del jugo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) cuyo objetivo fue estudiar las condiciones ambientales óptimas de hidrólisis enzimática del dextrano en jugo de caña de azúcar. Se realizó la caracterización enzimática de la dextranasa, en la que se determinó la concentración de proteínas, la actividad específica y sus parámetros cinéticos. Luego se procedió con la hidrólisis enzimática.

El desarrollo experimental, lo realizó con un diseño compuesto central rotacional, evaluando el efecto de 3 variables; concentración de enzima, tiempo y temperatura, sobre el porcentaje de reducción de dextrano en la muestra. Así mismo menciona que, realizó su investigación empleando un simulado de jugo de caña de azúcar preparado, consiguiendo las condiciones óptimas de hidrólisis, que aplicó en la hidrólisis del jugo de caña de azúcar. Finalmente encontró que el contenido de proteínas de la dextranasa comercial fue 89.41 mg/L, la actividad enzimática y sus parámetros cinéticos, velocidad máxima 0.006 g/L min y las condiciones ambientales óptimas de hidrólisis del dextrano del simulado de jugo de caña fueron: concentración de enzima de 224 ppm, un tiempo de 32 minutos y una temperatura de reacción de 46 °C, dándose un 70% de reducción de dextranasa. Aplicado las condiciones óptimas en la hidrólisis enzimática de dextrano del jugo de caña se redujo en 69% la concentración de dextrano contenida.

Malaver [8] desarrolló el mejoramiento de la resistencia del concreto, adicionando residuos PET, para su investigación, utilizó un procedimiento para diseñar la mezcla de concreto, teniendo en cuenta los datos tabulados por el comité ACI-211.1-91. Para ello diseñó una muestra patrón para las resistencias a la compresión de $f'c$ 175 kg/cm², 210 Kg/cm² y 280 kg/cm² y muestras de concreto adicionando residuos PET en forma cuadrada de 3 cm.,

4 cm. y 5 cm. en peso del Concreto. Así mismo realizó probetas de concreto con residuos PET en forma cuadrada, determinó las propiedades físicas del concreto al estado fresco, posteriormente realizó los ensayos de los especímenes al estado endurecido. Con esta investigación buscó poder mejorar el concreto convencional aprovechando otros recursos y promoviendo el reciclaje.

Apaza [9] determinó la influencia de la sacarosa, utilizando diferentes porcentajes de esta 0.03%, 0.075% y 0.015% de sacarosa, para el aumento de resistencia del concreto de $f'c = 210 \text{ Kg/cm}^2$ utilizando el cemento IP, cemento de uso general de mayor uso en la ciudad de Juliaca, se realizaron ensayos de resistencia a los 7 y 14 días, se demostró con los resultados obtenidos que la resistencia si aumenta en función del concreto patrón, se llega a la conclusión que la resistencia a los 7 y 14 días si aumenta respecto al concreto patrón, utilizando el 0.075% de sacarosa.

Vásquez [10] comprobó la influencia de la melaza de caña y residuos de construcción y demolición en la estabilización de suelo para la trocha carrozable, Chiclayo. Uno de los grupos de control estaba formado por suelo patrón y el primer grupo experimental estaba conformado por suelo natural con adición de RCD al 10%, 20%, 30%, 40% y 50%, con respecto al peso del suelo patrón y el segundo grupo experimental estaba conformado por suelo natural con adición de MDC al 2%, 4%, 6%, 8% y 10%, con respecto al peso del suelo patrón. Se demostró con la adición al 50% de residuos de construcción y demolición (RCD), genera influencia significativa en la estabilización de suelos para trocha carrozable, Chiclayo y la adición al 6% de melaza de caña (MDC), genera influencia significativa en la estabilización de suelos para trocha carrozable.

2.2. Bases teóricas

2.2.1. Medida de la actividad enzimática

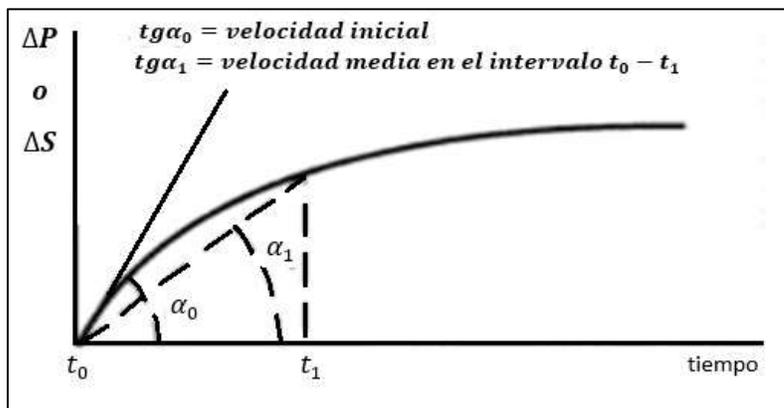
La medida de una actividad enzimática determinada en un material biológico (una planta, un tejido animal, un cultivo bacteriano, un alimento, etc.) tiene importancia científica y tecnológica y se hace determinando la velocidad con que se consume el sustrato o se produce el producto, en presencia de la enzima, con concentraciones y condiciones adecuadas y definidas.

El curso de una reacción enzimática en función del tiempo se muestra en la figura 1. La velocidad de reacción (pendiente de la curva) va disminuyendo asintóticamente y para las medidas de actividad enzimática, se toma la velocidad inicial o $tg\alpha$ en el origen, o las media en un tiempo corto de reacción (velocidad media inicial).

En el primer caso, hay que trazar la curva y, en el segundo, basta con tomar dos puntos. Para una cantidad de sustrato en exceso, la velocidad inicial es proporcional a la concentración de la enzima. [12]

Figura 1

Curso de una reacción enzimática



Fuente: Química orgánica básica y aplicada de la molécula a la industria [12]

El pH influye decisivamente en la actividad enzimática; hay un valor óptimo, y a mayor o menor pH la actividad decrece rápidamente. Esto se debe a los cambios de carga eléctrica en función del pH. En el pH óptimo, las cargas son las justas y necesarias para la afinidad con el sustrato y para la acción catalítica, pero a pH bajos y altos, las cargas positivas o negativas de la molécula proteica, se destruye la conformación (desnaturalización). Por eso, en los ensayos de actividad, el medio debe tamponarse, cuidadosamente, al pH óptimo. Este varía mucho de unas proteínas a otras, como puede verse en la tabla 1.

Tabla 1

pH óptimo de algunas enzimas

Enzima	pH óptimo	Actividad
Tripsina	7,8	Hidroliza proteínas en la digestión intestinal
Caboxipeptidasa	7,5	Hidroliza el AA C-terminal de las proteínas
Amilasa del páncreas	~7	Hidroliza almidón
Ureasa	~6,5	Hidroliza urea
Fosfatasa ácida	4,5	Hidroliza ésteres fosfóricos
Pepsina	~1,5-2	Hidroliza proteínas en la digestión gástrica

Fuente: Química orgánica básica y aplicada de la molécula a la industria [12]

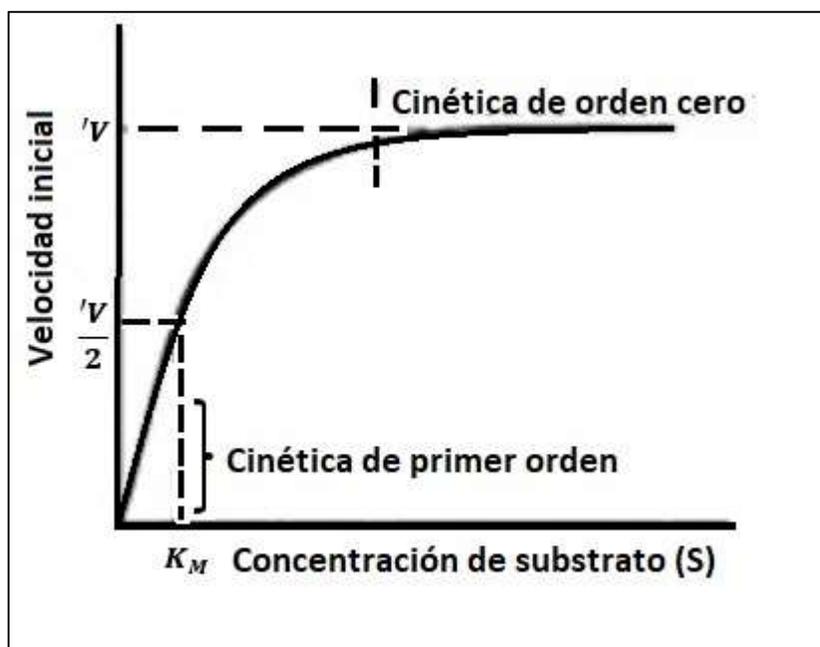
2.2.2. Cinética de las reacciones enzimáticas

El conocimiento de las velocidades de reacción enzimática tiene importancia biológica e industrial; en los organismos vivos, el equilibrio fisiológico es el resultado de un perfecto acoplamiento de las velocidades de reacción y la detección de cualquier desajuste es un síntoma patológico; en la industria, el uso de enzimas es cada vez más frecuente y el conocimiento de su cinética es indispensable para el diseño de los procesos.

Si una reacción enzimática se repite varias veces, con una cantidad constante de enzima y con cantidades crecientes de sustrato y se mide cada vez la velocidad inicial, obtendremos una curva como se muestra en la figura 2. La curva es asintótica; en su primer tramo corresponde a una cinética de primer orden y en el tramo horizontal a una de orden cero. Esto indica que con concentraciones bajas de sustrato la enzima no está saturada y a concentraciones altas la velocidad de reacción ya no depende de (S) y se alcanza la velocidad máxima V_m . Si la concentración de enzima aumenta en presencia de un exceso de sustrato, V aumenta linealmente.

Figura 2

Expresión gráfica de la constante de Michaelis (K_M)



Fuente: Química orgánica básica y aplicada de la molécula a la industria [12].

2.3. Marco conceptual

En la siguiente investigación se propone realizar una hidrólisis enzimática de la melaza que es un subproducto del proceso de refinado del azúcar, la melaza es muy conocida como materia prima es por ello que se aprovechará esta materia prima como aprovechamiento para elaborar nuevas alternativas en la elaboración de un aditivo plastificante, es este caso se romperá las macromoléculas de la melaza mediante una hidrólisis enzimática y así poder obtener un aditivo que al ser reemplazado parcialmente por los naftalenos o lignitos en la composición del concreto obtendrá nuevas propiedades que beneficiara en su resistencia, fraguado.

En el Perú podemos encontrar la melaza en la parte norte como Lambayeque, Casa Grande, Pomalca; así mismo la enzima será abastecida por la empresa QSI internacional.

El proceso de hidrólisis se realizará mediante un equipo que nos permitirá encontrar la temperatura óptima donde se romperán los enlaces. Luego de obtener el aditivo plastificante para el mejoramiento de las propiedades del concreto se realizará el análisis que permita reconocer su nueva estructura para el mejoramiento en las propiedades del concreto.

2.3.1. Enzimas

Las enzimas son catalizadores específicos y potentes que posibilitan la coexistencia de un elevado número de reacciones químicas dentro de la célula. En la mayoría de los casos son de naturaleza proteica, pero también se conocen algunas que son RNA. Muy a menudo, los grupos funcionales de la enzima son complementados con cofactores: iones inorgánicos (metales) o moléculas orgánicas (coenzimas) que contribuyen a ampliar el espectro de mecanismos posibles Peretó [11].

Hay diversos factores químicos que pueden justificar las altas velocidades alcanzadas por las enzimas en las condiciones de pH y temperaturas propias de las células. La complementariedad de la enzima con la geometría del estado de transición de la reacción es la causa más notable de su poder catalítico.

El mecanismo de cinética más sencillo es el representado por la ecuación de Michaelis-Menten. Esta hipótesis supone la formación de un complejo específico entre enzima y sustrato, que explica el fenómeno de la saturación. Ciertas sustancias rebajan la velocidad de las reacciones catalizadas por enzimas, y pueden actuar de manera reversible o irreversible. Entre los mecanismos cinéticos de inhibición reversible tenemos la inhibición competitiva, la a competitiva y la mixta. Peretó [11].

2.3.2. Invertasa

La enzima invertasa provoca la inversión de la sacarosa; la hidrólisis de sacarosa para producir fructuosa y glucosa, aumentando la solubilidad de la solución y obteniéndose un sabor más dulce.

El nombre oficial para la invertasa es el β -fructofuranosidasa, la invertasa se utiliza principalmente en la industria del alimento (confitería) donde la fructosa se prefiere sobre la sacarosa porque es más dulce y no se cristaliza fácilmente.

Sin embargo, el uso de la invertasa es algo limitado porque otra enzima, isomerasa de la glucosa, se puede utilizar para convertir la glucosa a fructosa más económicamente. Por razones de la salud y del gusto, su uso en el sector alimenticio requiere que la invertasa esté purificada altamente. Una amplia gama de microorganismos produce la invertasa y puede, así, utilizar la sacarosa como alimento. Comercialmente, la invertasa es biosintetizada principalmente por las tensiones de la levadura del *Saccharomyces cerevisiae*

o del *Saccharomyces carlsbergensis*. Incluso dentro de la misma cultura de la levadura, la invertasa existe en más de una forma. En contrario a la mayoría de las otras enzimas, la invertasa exhibe actividad relativamente alta sobre una amplia gama de pH (3,5 - 5,5), con el pH = 4.5 cercano al óptimo. La actividad enzimática alcanza un máximo en alrededor 55°C. La enzima invertasa empleada en su forma nativa (sumergida) presenta como inconvenientes: ser soluble, dificultad para su reutilización, generalmente muy inestables ante condiciones desnaturalizantes y sufren inhibiciones por substratos y productos según Benavides [13].

Una de las estrategias en las que se ha venido trabajando para dar solución a estas inconvenientes es la inmovilización de enzimas en un soporte, permitiendo la reutilización de estas, y su incorporación a procesos industriales económicamente rentables según Chávez [19].

2.3.3. Melaza

La melaza o miel de caña es un producto líquido, y espeso derivado de la caña de azúcar y en menor medida de la remolacha azucarera, obtenido del residuo restante en las cubas de extracción de los azúcares. Su aspecto es muy similar al de la miel, aunque de color parduzco muy oscuro, prácticamente negro.

Se elabora mediante la cocción del jugo de la caña de azúcar hasta la evaporación parcial del agua que éste contiene, formándose un producto meloso semi cristalizado. Nutricionalmente presenta un altísimo contenido en hidratos de carbono además de vitaminas del grupo B y abundantes minerales, entre los que destacan el hierro, cobre y magnesio. Su contenido de agua es bajo.

Es un líquido denso y viscoso, obtenido en la preparación del azúcar mediante una cristalización repetida. Además, es una mezcla compleja que contiene

azúcar invertido, sales y otros compuestos solubles en álcali que normalmente están presente en el jugo de caña, así como los formados durante el proceso de manufactura del azúcar. Contiene sacarosa, glucosa, fructuosa, rafinosa y sustancias reductoras no fermentables.

Composición y características. La composición de las melazas es muy heterogénea y puede variar considerablemente dependiendo de la variedad de caña de azúcar, suelo, clima, periodo de cultivo, eficiencia de la operación de la fábrica, sistema de ebullición del azúcar, tipo y capacidad de los evaporadores, entre otros.

Por otro lado, la melaza de caña se caracteriza por tener grados Brix o sólidos disueltos de 68-85%, en algunos casos puede llegar a un 90°Brix y un pH de 5.0-6.1%. Lápiz et. Al [14].

Tabla 2

Caracterización de la melaza:

Parámetros	Porcentajes
Grados Brix	78 – 93 %
Sólidos totales	75 – 78 %
Azúcares totales	44 – 60%
Azúcares no fermentables	40 – 55%
Compuestos inorgánicos	8 – 12 %
Gravedad específica	1.38 – 1.52
pH a 50 Brix dilución	5.1 - 5.4

Fuente: CHEN, James. Manual de azúcar de caña. p. 473 [].

Tipos de melaza según procedencia. Las melazas se pueden clasificar principalmente según su origen en melaza de remolacha o de caña.

Existen otros tipos de melazas que se pueden clasificar en:

Melaza de caña de azúcar. La melaza obtenida en la manufactura del proceso con la caña de azúcar no puede contener menos de un 46% de sacarosa.

Melaza de remolacha. La melaza obtenida en la manufactura del proceso de la remolacha no puede contener menos de un 48% de sacarosa.

Melaza cítrica. Proviene de jugos parcialmente deshidratados obtenida de la manufactura del secado de pulpas cítricas. Esta melaza no puede contener menos de un 45% de sacarosa.

Extracto de hemicelulosa. Es un subproducto de la fabricación de madera prensada. Es el concentrado de material soluble obtenido del tratamiento de madera en condiciones de temperatura y presión elevadas junto con la utilización de ácidos, álcalis o sales.

Melaza de almidón. Es un subproducto de la fabricación de la dextrosa obtenida del almidón, proveniente del concentrado de maíz. El almidón es hidrolizado por enzimas y/o ácidos. Puede contener no menos de 43% de azúcar reducida expresada como dextrosa y no menos de 50% de azúcares totales expresados como dextrosa Rodríguez (15).

2.3.4. Aditivo

De acuerdo con la Norma Española (UNE-EN 934-2, 2002), se denominan aditivos a aquellos productos que se incorporan en el momento del amasado del concreto o inmediatamente después, en una cantidad no superior al 5 % en masa, con relación al contenido de cemento, con objeto de modificar las propiedades y características de la mezcla en estado fresco y/o endurecido. Por otro lado, el comité del "American Concrete Institute" (ACI 116R) y la norma NTP 334.088, definen al aditivo como un material que, no siendo agua, agregado, cemento hidráulico, o fibra de refuerzo, es empleado como ingrediente del mortero o concreto, y es añadido a la tanda inmediatamente antes o durante su mezclado. Estas definiciones aclaran que otros materiales tales como cenizas volantes, puzolanas, escorias, humo de sílice que pueden ser adiciones del cemento (de acuerdo con la normativa actual) y/o del hormigón, así como aquellos que actúan como refuerzos (fibras metálicas, de polipropileno, etc.) no se considera como aditivo. Mayta [20]

Clasificación de los aditivos. La Asociación de Productores de Cemento (ASOCEM, 2000), manifiesta que, en armonía con el desarrollo de los aditivos y su aplicación más extensiva en nuestro medio, se ha dado la nueva norma NTP 334.088 que reemplaza a las anteriores normas nacionales 339.086 y 339.087 del año 1981. El antecedente de la nueva norma se encuentra en la ASTM C 494. La norma, como lo indica su denominación, se refiere a aditivos químicos, comprendidos dentro de la nomenclatura de la norma ASTM.

No se consideran algunos aditivos de uso limitado, como son aquellos que regulan la contracción del concreto, fungicidas y germicidas, generadores de burbujas de gas, etc. Tampoco incluye a los incorporadores de aire. Mayta [20].

En consecuencia, las normas NTP 334.088 y ASTM C 494 distinguen siete tipos de aditivos:

Tipo A: Reductor de agua.

Tipo B: Retardador de fraguado.

Tipo C: Acelerador de fraguado.

Tipo D: Reductor de agua y retardador.

Tipo E: Reductor de agua y acelerador.

Tipo F: Reductor de agua de alto rango.

Tipo G: Reductor de agua de alto rango y retardador.

2.3.5. Concreto

El concreto es el material constituido por la mezcla en ciertas proporciones de cemento, agua, agregados y opcionalmente aditivos, que inicialmente denota una estructura plástica y moldeable, y que posteriormente adquiere una consistencia rígida con propiedades aislantes y resistentes, lo que lo hace un material ideal para la construcción. Mayta [20].

De esta definición se desprende que se obtiene un producto híbrido, que conjuga en mayor o menor grado las características de los componentes, que bien proporcionados, aportan una o varias de sus propiedades individuales para constituir un material que manifiesta un comportamiento particular y original. En consecuencia, para poder dominar el uso de este material, hay que conocer no sólo las manifestaciones del producto resultante, sino también

la de los componentes y su interrelación, ya que son en primera instancia los que le confieren. Mayta [20].

Como cualquier material, se contrae al bajar la temperatura, se dilata si ésta aumenta, se ve afectado por sustancias agresivas y se rompe si es sometido a esfuerzos que superan sus posibilidades, por lo que responde perfectamente a las leyes físicas y químicas. Luego pues, la explicación a sus diversos comportamientos siempre responde a alguna de estas leyes; y la no obtención de los resultados esperados, se debe al desconocimiento de la manera cómo actúan en el material, lo que constituye la utilización artesanal del mismo (por lo que el barco de la práctica sin el timón de la ciencia nos lleva a rumbos que no podemos predecir) o porque durante su empleo no se respetaron o se obviaron las consideraciones técnicas que nos da el conocimiento científico sobre él. Mayta [20].

Componentes del concreto. La tecnología del concreto moderna define para este material cuatro componentes: cemento, agua, agregados y aditivos como elementos activos y el aire como elemento pasivo. Si bien la definición tradicional consideraba a los aditivos como un elemento opcional, en la práctica moderna mundial estos constituyen un ingrediente normal, por cuanto está científicamente demostrada la conveniencia de su empleo en mejorar condiciones de trabajabilidad, resistencia y durabilidad, siendo a la larga una solución más económica si se toma en cuenta el ahorro en mano de obra y equipo de colocación y compactación, mantenimiento, reparaciones e incluso en reducción de uso de cemento. Mayta [20].

2.3.6. Calorimetría

La calorimetría es la medición del calor perdido o ganado durante una reacción química como, en este caso, es la liberación de calor de la disolución de las fases cristalográficas del cemento, es decir, la hidratación del cemento. El calor liberado, medido en función del tiempo, puede usarse para describir y evaluar la cinética de hidratación y las propiedades correlacionadas, como la reactividad, la resistencia mecánica, los tiempos de fraguado y el desequilibrio de sulfato. La calorimetría se puede realizar en condiciones isotérmicas, adiabáticas o semiadiabáticas [19].

2.4. Definiciones de términos básicos

Hidrolisis

Reacción química lenta cuyo resultado es la descomposición de una molécula por acción del agua. Ríos [11]

Hidrolisis Enzimática

Es un proceso que es llevado a cabo por enzimas, tiene por objeto la transformación de las materias primas en azúcares.

Elas pueden encontrarse en la saliva, los jugos pancreáticos, las células de la sangre, las semillas, los granos de muchas plantas, en hongos y bacterias. Ríos [11]

Melaza

Las melazas, mieles finales suelen ser definidas, por muchos autores como los residuos de la cristalización final del azúcar de los cuales no se puede obtener más azúcar por métodos físicos. La denominación melaza se aplica

al efluente final obtenido en la preparación del azúcar mediante una cristalización repetida.

El proceso de evaporación y cristalización es usualmente repetido tres veces hasta el punto en el cual el 24 azúcar invertido y la alta viscosidad de las melazas ya no permitan una cristalización adicional de la sacarosa Swan [17].

Enzima

Es una proteína que cataliza las reacciones bioquímicas del metabolismo. Las enzimas actúan sobre las moléculas conocidas como sustratos y permiten el desarrollo de los diversos procesos celulares. Suelen ser utilizadas a nivel comercial e industrial para la producción de alimentos, el desarrollo de biocombustibles y la elaboración de productos de limpieza (detergentes) Ríos [16].

Concreto

Material muy común que se utiliza en la industria de la construcción, que se encuentra conformada por una aglomerada combinación de agregados (gravas), agua y algunos aditivos. Adrian [22]

Aditivos

Los aditivos son una sustancia que se agregan al momento de preparar el hormigón, cuando se mezclan sus componentes, tienen la finalidad de modificar una o varias propiedades del concreto. Carrasco [18].

Tipos de aditivos. Se clasifican según los efectos que producen en el concreto, entre los diferentes efectos están los acelerantes y retardantes de fraguado, reductores de agua e incluso de aire. Jiménez [2].

Aditivos plastificantes. El aditivo reductor de agua, plastificante es un producto para incorporar durante el amasado del concreto, con el fin de disminuir la cantidad de agua para la misma consistencia o aumentar el asentamiento en cono para una misma cantidad de agua. Huarcaya [23]

Tiempo fraguado

Cuando el cemento y el agua entran en contacto, se inicia una reacción química exotérmica que determina el paulatino endurecimiento de la mezcla a ciertas condiciones de tiempo y temperatura. Dentro del proceso general de endurecimiento se presenta un estado en que la mezcla pierde apreciablemente su plasticidad y se vuelve difícil de manejar, tal estado corresponde al fraguado inicial de la mezcla. A medida que se produce el endurecimiento normal de la mezcla, se presenta un nuevo estado en el cual la consistencia ha alcanzado un valor muy apreciable; este estado se denomina fraguada final. [14]

III. HIPÓTESIS Y VARIABLES

3.1. Hipótesis

Hipótesis general

Con las condiciones favorables de operación (temperatura, tiempo y concentración) en el proceso de hidrólisis enzimática se obtiene un aditivo plastificante de tal forma que se pueda dar uso en el concreto.

Hipótesis específicas

- Los parámetros de concentración de enzima, temperatura del proceso y tiempo de operación tienen influencia en la hidrólisis enzimática de la sacarosa contenida en la melaza.
- El uso de melaza hidrolizada influye en el tiempo de fraguado y en la reducción del consumo de agua cuando se usa como aditivo en la fabricación de concreto.

3.3.1. Operacionalización de variables

Variables dependientes:

$Y=F(X)$: Obtención de un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.

Variables independientes:

X_1 = Parámetros óptimos de hidrólisis enzimática.

En la tabla 3 se muestra cómo se realizó la definición operacional de las variables, a través de dimensiones, indicadores y métodos de ensayo a realizar.

Tabla 3

Operacionalización de las variables

VARIABLES	DIMENSIONES	INDICADORES	METODOS
Variable dependiente Y = Obtención de un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática	Contenido glucosa	- g/L	- Experimental.
	Propiedades físicas y fisicoquímicas de del aditivo obtenido a partir de la melaza invertida.	- Densidad	- Experimental.
		- Viscosidad	- Experimental.
		- pH	- Experimental.
		- % de solidos	- Experimental.
		- Retención de agua	- Aplicativo
	- Tiempo de fraguado	- Aplicativo	
Variables independientes X1= Parámetros óptimos de hidrólisis enzimática.	Temperatura		- Experimental
	Tiempo de proceso	- °C	Experimental
	Concentración de enzima	- Segundos. - g/mL	- Experimental

IV. METODOLOGÍA DEL PROYECTO

4.1. Diseño Metodológico

4.1.1. Tipo de la investigación

Por el enfoque es cuantitativo ya que se determinó el porcentaje de glucosa antes de la inversión enzimática y luego de la inversión enzimática, también se determinó la disminución de agua reducida en el concreto.

En función al propósito es aplicada, porque de acuerdo con la teoría existente, una vez obtenida las condiciones favorables de concentración, temperatura y tiempo se logró la obtención del aditivo, el cual fue aplicado en el concreto logrando los objetivos deseados como la reducción de consumo de agua y disminuyendo los tiempos de fraguado del concreto.

4.1.2. Diseño de la investigación

Por los medios para obtener los datos es a nivel laboratorio.

Por la mayor o menor manipulación de variables es experimental, permitiendo obtener el porcentaje de glucosa al inicio del proceso y al final de la inversión para su posterior aplicación en el concreto.

Según el periodo temporal: Transversal, ya que se realizó en un periodo de 4 meses.

El diseño experimental se realizó mediante el uso de la estadística descriptiva y del método de superficie respuesta para la obtención del porcentaje de glucosa.

Para nuestra investigación tenemos las siguientes variables:

Variables de proceso

X₁: Temperatura °C (50°C, 60°C y 70°C)

X₂: Concentración de enzima (0.006%, 0.008% y 0.01% g/W_{SOL})

X₃: Tiempo (minutos) (15, 30 y 45)

Variable de Respuesta:

Y: Porcentaje de Glucosa.

Donde nuestro diseño factorial se muestra en la tabla 4.

Tabla 4

Diseño factorial

Factores	Unidades	Niveles		
		Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
Temperatura	°C	50	60	70
Tiempo	Minutos	15	30	45
Concentración	w/w	0.006	0.008	0.01

Así mismo el diseño de experimentos se representa en la tabla 5.

Tabla 5

Diseño de experimental

Niveles factor (Temperatura)	Nivel de factor (Tiempo)	Niveles factor (Concentración)		
		C1 (0.006%)	C2 (0.008%)	C3 (0.01%)
T1 (50°C)	15	Y1	Y2	Y3
	30	Y4	Y5	Y6
	45	Y7	X8	Y9
T2 (60°C)	15	Y10	Y11	Y12
	30	Y13	Y14	Y15
	45	Y16	Y17	Y18
T3 (70°C)	15	Y19	Y20	Y21
	30	Y22	Y23	Y24
	45	Y25	Y26	Y27

4.2. Método de investigación

La presente tesis se realizó, aplicando el método científico, la investigación fue desarrollada de manera experimental aplicativo con enfoque cuantitativo y la recolección de datos fue experimental en 6 etapas.

Etapa I: Caracterización fisicoquímica de la melaza

Se realiza una caracterización fisicoquímica de la melaza de los parámetros a continuación mostrados.

Aspecto. A partir de una muestra de melaza de 500 gramos, se observa las propiedades organolépticas de la misma y se realizan las respectivas anotaciones.

pH. Se toma una muestra de 250 g. y esta es llevada a una temperatura en laboratorio de 23°C – 25°C, después con ayuda del pH metro se toma el valor del pH, tal como se indica en la figura 3.

Figura 3

Medida del pH de la melaza.



Densidad. A partir de una muestra de 250g. es llevada a una temperatura de 23°C – 25°C y se realiza la medición de la densidad haciendo uso de un picnómetro metálico como se aprecia en la figura 4, este es antes tarado en una balanza calibrada y verificada, luego se procede a llenar el contenido al ras y se coloca la tapa y se limpia el líquido restante, es llevado nuevamente a la balanza para calcular el peso y este se divide entre el volumen del picnómetro que se encuentra en ml.

Figura 4

Medida de la densidad de la melaza.



Sólidos. En un equipo desecador Mettler Toledo como se muestra en la figura 5, pág. 39, se toma una muestra de 2g. y esta es colocada en un platillo metálico con mucho cuidado, esta muestra es extendida en toda la superficie del platillo finalmente se coloca la muestra en el desecador a una temperatura de 110°C.

Figura 5

Medida de % en sólidos de la melaza.



Viscosidad. Se toma una muestra de 400g. de melaza, esta es acondicionada a una temperatura de 23°C – 25°C, posteriormente se realiza la medición de la viscosidad en un equipo Brookfield como se aprecia en la figura 6, la medida es realizada con agujas Spindle 63 y a 100 rpm.

Figura 6

Medida de viscosidad de la melaza.



Etapa II: Determinación de contenido de glucosa de la melaza.

Preparación de muestra de melaza. Pesar 12.5 g. de muestra en un vaso precipitado tarado y se añade a la solución 12.5 ml de oxalato de potasio al 5%, se agita y se lava todo en un matraz estándar de 250 ml, se enrasa con agua destilada a 20°C y se agita vigorosamente. La solución al 5%p/v así formada se filtra utilizando un papel filtro calibre 67.

De la solución filtrada obtenida se transfirió a una bureta de 50ml como se muestra en la figura 7, pág.42.

Determinación del porcentaje de glucosa en la muestra. Adicionalmente se prepara en un Erlenmeyer una mezcla de 5 ml de solución de sulfato de cobre (solución A) y 5 ml de tartrato de sodio y potasio (solución B) con 25 ml de agua destilada y se pone a calentar la mezcla. Adicional se agrega de 50 ml de la solución de melaza tratada a una bureta.

Se continua con el calentamiento en el Erlenmeyer y se deja hervir 2 a 3 minutos para eliminar el oxígeno disuelto, posteriormente se le agregan 3 gotas de indicador azul de metileno al 1%. Después de agregar el azul de metileno al 1%, continuar en agitación constante durante un minuto, luego se valora la muestra con la solución contenida en la bureta, hasta que la solución contenida en el Erlenmeyer torne un color ladrillo - rojizo. Anotamos los mililitros consumidos en la bureta.

La expresión que nos permitirá calcular la cantidad de azúcares reductores en función de glucosa está dada por la ecuación 1:

$$\% \text{ Az. reductores} = \frac{\text{Factor de Fehling} * \text{Volumen de aforo} * 100}{\text{masa de la muestra} * \text{ml utilizados}} \dots (1)$$

Donde:

%AR: Porcentaje de azúcares reductores en función de glucosa.

f: Factor de Fehling

V= Volumen de aforo.

M= Masa de muestra.

$ml_{gastados}$ = Mililitros gastados

Estandarización del reactivo de Fehling. El factor de Fehling se requiere calcular para poder determinar los azúcares reductores en función de la glucosa. Para esto se usó una solución A (sulfato de cobre) y una solución "B" (Solución de hidróxido de sodio y sal de Rochelle), una solución etanólica de azul de metileno al 1%, una solución de glucosa al 0.2% (glucosa anhidra).

El proceso se inició midiendo 5ml de solución "A", 5ml de solución "B" y 25 ml de agua destilada, los cuales se transferirán a un Erlenmeyer de 250 ml de capacidad. En una bureta de 50 ml se coloca la solución de glucosa al 1%. Se procede a calentar el Erlenmeyer con solución "A" y "B", adicionar 20ml de solución de glucosa contenida en la bureta, se continúa calentando, se deja hervir de 2 a 3 minutos para eliminar el oxígeno disuelto, luego agregar 3 gotas de solución de azul de metileno al 1%. Pasado un minuto después de agregarle el azul de metileno se le continúa agregando solución de glucosa contenida en la bureta hasta que la solución de Erlenmeyer tome un color ladrillo finalmente se anotan los mililitros gastados de la solución de glucosa.

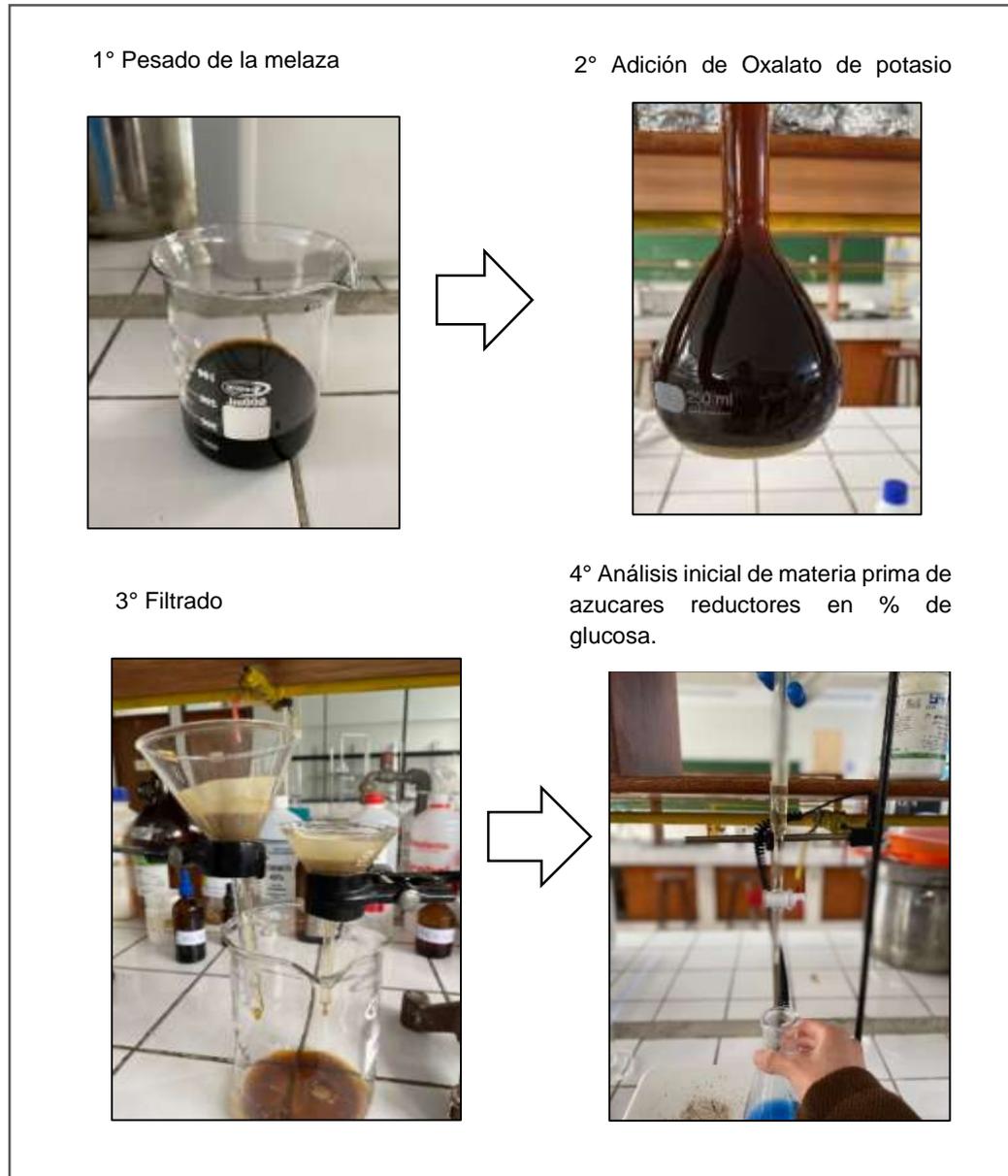
El factor de Fehling se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{Factor de Fehling} = \frac{ml_{gastados\ de\ glucosa} * 0.2}{100} \dots \dots \dots (2)$$

En la investigación se utilizó este método, ya que nos permite determinar el contenido de azúcares reductores finales alcanzados después de la inversión.

Figura 7

Proceso para el contenido de glucosa antes de la inversión.



Cálculo de Azúcares reductores en función de glucosa antes de la inversión. Por último, se realiza el cálculo de determinación de azúcares reductores en función de glucosa haciendo uso de la ecuación (1).

Etapa III: Proceso experimental de hidrólisis de la melaza para la determinación de los parámetros favorables para la inversión

El proceso de inversión de la melaza se realizó a partir de una solución de 0.774 g/mL, para la inversión se evaluaron 3 concentraciones de enzima invertasa, 0.006%, 0.008% y 0.010 % respecto al peso total de la solución, cada una de las muestras se calentaron a temperatura constante durante diferentes tiempos 15, 30 y 40 minutos con agitación ocasional a baño maría, las temperaturas manejadas de acuerdo con nuestra investigación fueron 50°C, 60° y 70°C.

En la figura 8 se observa el proceso de inversión de la melaza.

Figura 8

Proceso de inversión de la melaza

1° Preparación de muestras para la inversión



2° Proceso de inversión de muestra



3° Muestras hidrolizadas a diferentes temperaturas.



4° Determinación de % de glucosa luego de la inversión para cada una de las muestras tomadas.



Etapa IV: Determinación del contenido de glucosa en las muestras hidrolizadas

De las diferentes muestras obtenidas del proceso de hidrolisis, se procedió a determinar la cantidad de glucosa en cada una de las muestras.

Se tomó una alícuota de 5mL de muestra, llevándose a un matraz aforado de 250mL y enrasar, luego se agita vigorosamente se toma 50 mL de muestra y se lleva a una bureta.

Se toma la solución de Fehling preparada en un Erlenmeyer una mezcla de 5 mL de solución de sulfato de cobre (solución A) y 5 ml de tartrato de sodio y potasio (solución B) con 15 mL de agua destilada y se calienta la solución hasta ebullición con agitación constante durante 2 a 3 minutos para eliminar el oxígeno disuelto, posteriormente se le agregan 3 gotas de azul de metileno al 1%. Después de agregar el azul de metileno al 1% esperar un minuto, luego se le sigue adicionando la solución contenida en la bureta, hasta que la solución contenida en el Erlenmeyer tome color ladrillo - rojizo. Anotamos los mililitros consumidos en la bureta. Finalmente se realizaron los cálculos para la determinación de azúcares reductores en función de la glucosa para cada una de las muestras haciendo uso de las ecuaciones 1 y 2.

Etapa V: Procesamiento de datos y determinación de los parámetros favorables

Para la determinación de los parámetros favorables se realizó el análisis de datos obtenidos y se determinó la concentración, temperatura y tiempo a la que se tienen los parámetros favorables para la inversión enzimática.

Etapa VI: Aplicación del aditivo plastificante obtenido en el concreto

Se verificó el aditivo plastificante en el concreto:

Pruebas de performance del aditivo plastificante en el concreto. Se realizaron 3 diseños de concreto, el primero convencional, el segundo con aditivo fabricado con melaza sin hidrolizar y el último con el aditivo plastificante obtenido.

Se inició el procedimiento con una relación agua cemento de 0.8 para el concreto convencional, arena 19.63 kg, cemento 5.6 kg y piedra 18.51 kg, posteriormente se determinó las cantidades de agua para el segundo y tercer diseño donde verificamos la reducción de agua y la disminución de los tiempos de fraguado, se tomó una muestra de 1.2 kg y se llevó a un calorímetro que nos permitió ver la cinética de reacción.

Figura 9

Pruebas con el aditivo obtenido

1° Fabricación de muestra a las condiciones óptimas obtenidas.



2° Muestras fabricadas para la evaluación.



4.3. Población y muestra

4.3.1. Población

No aplica en este caso

4.3.2. Muestra

El tamaño de muestra de melaza usada para las pruebas correspondientes fue de 4 kg, provenientes del norte del país del proveedor Luzón Villegas Marco Antonio.

4.4. Lugar de estudio y periodo desarrollado

La parte experimental y corridas de nuestro proyecto se realizarán en la Universidad Nacional del Callao – Laboratorio del Instituto de Investigación de especialización en Agroindustria IIEA – UNAC.

La evaluación de propiedades en el concreto del aditivo plastificante será realizada en las instalaciones del laboratorio de Investigación y Desarrollo de la empresa QSI Perú S.A.

4.5. Técnicas e instrumentos para la recolección de la información

En la presente investigación se utilizará la técnica de observación sistemática en todas las etapas del desarrollo metodológico, con la finalidad de determinar los parámetros óptimos que nos permiten evaluar los resultados de forma metódica y exacta. Los instrumentos para utilizar son los siguientes:

- Observación directa
- Experimental
- Datos estadísticos
- Bibliografía virtual

4.5.1. Instrumentos de recolección de datos

La materia prima utilizada en esta investigación fue proporcionada por la empresa QSI Perú S.A

Equipos

- Plancha eléctrica con agitador magnético
- Potenciómetro (rango 1 – 14)
- Termómetro (rango 0 – 200°C)
- Balanza analítica (sensibilidad: 0.1mg).
- Picnómetro
- Equipo desecador (calibrado)
- Equipo de baño María
- Trompo
- Cono de Abranches
- Wincha
- Calorímetro

Insumos y reactivos químicos.

- Melaza
- Solución de soda caustica al 50%.
- Agua destilada.
- Enzima.
- Sulfato de cobre pentahidratada
- Tartrato de sodio y potasio.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Glucosa anhidra.
- Oxalato de potasio.
- Cemento
- Arena
- Piedra chancada.

Materiales

- Vaso precipitado 500 mL.
- Gómeros 250 mL.
- Espátula metálica.
- Luna de reloj.

- Pipetas.
- 2 matraces aforados de 100mL.
- 2 matraces aforados de 250 mL.
- Bureta de 50mL.

4.5.2 Metodología para la caracterización de la melaza.

Aspecto de la Melaza. Se determinó a partir de la guía de procedencia interno del área Control de calidad de la empresa QSI Perú S.A. “Determinación del aspecto o apariencia QSIPE.06.GU.003”, versión 1, 2022.

pH de la materia prima. Se determinó a partir de la guía de procedimiento interno de Control de calidad de la empresa QSI Perú S.A. “Determinación de pH de productos líquidos QSIPE.06.GU.006”, versión 1, 2022.

Porcentaje de sólidos. El porcentaje de sólidos se determinó a partir de la guía de procedimientos internos del área de Control de Calidad de la empresa QSI PERÚ S.A. “Determinación de % de Sólidos QSIPE.06.GU.007” versión 2022.

Viscosidad. Se determinó a partir de la guía de procedimientos internos del área de Control de Calidad de la empresa QSI PERÚ S.A. “Determinación de Viscosidad QSIPE.06.GU.008” versión 2022.

Densidad. Se determinó a partir de la guía de procedimientos internos del área de Control de Calidad de la empresa QSI PERÚ S.A. “Determinación de la densidad de líquidos QSIPE.06.GU.005” versión 2022.

4.5.3. Metodología para el procedimiento de Hidrólisis enzimática de la melaza.

La determinación de los parámetros favorables de temperatura (°C), concentración de enzima, tiempo de reacción, se determinaron a partir de la metodología propuesta por la Comisión Internacional para métodos uniformes de análisis de azúcar. ICUMSA [15].

De acuerdo con ICUMSA, se procedió al análisis de la materia prima melaza previo tratamiento, se calculó el porcentaje de azúcares reductoras iniciales de la melaza antes del proceso de inversión.

4.5.4. Metodología para la determinación de los parámetros favorables de Hidrólisis enzimática de la melaza.

La determinación de los parámetros de concentración, temperatura y tiempo, se obtuvieron a partir de la determinación de azúcares reductores en función al % de glucosa contenido en la muestra final, para ello se hizo uso del método volumétrico de Fehling.

4.5.5. Metodología para la validación del aditivo plastificante.

Una vez que se determinó la temperatura, concentración y tiempo óptimo para finalizar la reacción se procedió a evaluar el aditivo plastificante. El proceso de evaluación de aditivos plastificantes se realizó de acuerdo con la norma ASTM (498 - 08).

Para las pruebas en el concreto se replicó el proceso considerando los parámetros óptimos obtenidos.

El proceso realizado se muestra en la figura 9, pág.45.

4.6. Análisis y procesamiento de datos

En la presente investigación para el análisis de los datos se evaluó la estadística descriptiva e inferencial y del método de superficie respuesta para la evaluación y obtención del % de glucosa.

El método de superficie respuesta es una técnica matemática y estadística útil en los casos donde la variable respuesta, que se quiere determinar, recibe la influencia de diversas variables.

Para nuestra investigación tenemos las siguientes variables:

Variables del proceso:

X1: Temperatura °C

X2: Concentración

X3: Tiempo (minutos)

Variable respuesta:

Y: % de glucosa

4.7. Aspectos Éticos en Investigación.

Los autores de la investigación se responsabilizan por la información emitida en el presente informe final de investigación, de acuerdo con el Reglamento del Código de Ética de investigación de la UNAC, Resolución del Consejo Universitario N° 260-2019-CU.

V. RESULTADOS

5.1. Resultados descriptivos

Etapa I: Resultados de caracterización de melaza

En la tabla 6 podemos observar los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica de la melaza.

Tabla 6

Resultados de caracterización de la melaza.

Muestra	% sólidos	Densidad (g/ml)	Viscosidad (cp.)	pH
melaza	79.47	1.435	9068	5.09

Etapa II: Determinación de glucosa de la melaza antes de la inversión.

Factor de Fehling para las pruebas:

Factor de Fehling = mL gastados de glucosa*0.2/100

mL gastados de glucosa: 21.1 mL

Factor de Fehling = 0.0422

Tabla 7

Factor de Fehling para determinación de % de glucosa.

Datos	Resultados
Factor de Fehling	0.0422
Volumen de aforo	250 mL
Masa de muestra	12.5 g
Vol. gastado en la valoración	8 mL
% Glucosa	10.55

Etapa III y IV: Resultados del proceso experimental de hidrólisis de la melaza y de determinación de glucosa obtenida después de la inversión.

Luego del proceso de inversión de la melaza, se obtuvieron los siguientes porcentajes de glucosa para cada una de las muestras, tal como se muestra en la tabla 8.

Tabla 8

Porcentaje de glucosa después de la inversión.

Niveles factor (Concentración)				
Niveles factor (Temperatura)	Nivel de factor (Tiempo)	C1 (0.006%)	C2 (0.008%)	C3 (0.01%)
T1 (50°C)	15	8.038	12.98	20.35
	30	11.88	14.31	22.57
	45	11.88	13.84	22.56
T2 (60°C)	15	13.79	18.8	17.73
	30	15.51	20.68	18.11
	45	17.99	22.16	18.53
T3 (70°C)	15	11.82	14.6	18.53
	30	12.41	14.95	19.1
	45	13.64	15.32	20.69

Etapa V: Procesamiento de datos y determinación de parámetros favorables de hidrólisis.

El procesamiento de datos se realizó haciendo uso del programa MINITAB, el desarrollo de esta se muestra en el ítem 5.2 Resultados inferenciales.

Etapa VI: Resultados de caracterización del aditivo plastificante

En la tabla 9, pág. 53 podemos observar los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica del aditivo plastificante.

Tabla 9*Análisis fisicoquímico del aditivo plastificante.*

MUESTRA	%Sólidos	Densidad (g/ml)	pH
Aditivo plastificante	50.64	1.246	4.97

Los resultados de las pruebas realizadas para los 3 diseños de concreto se muestran en la tabla 10.

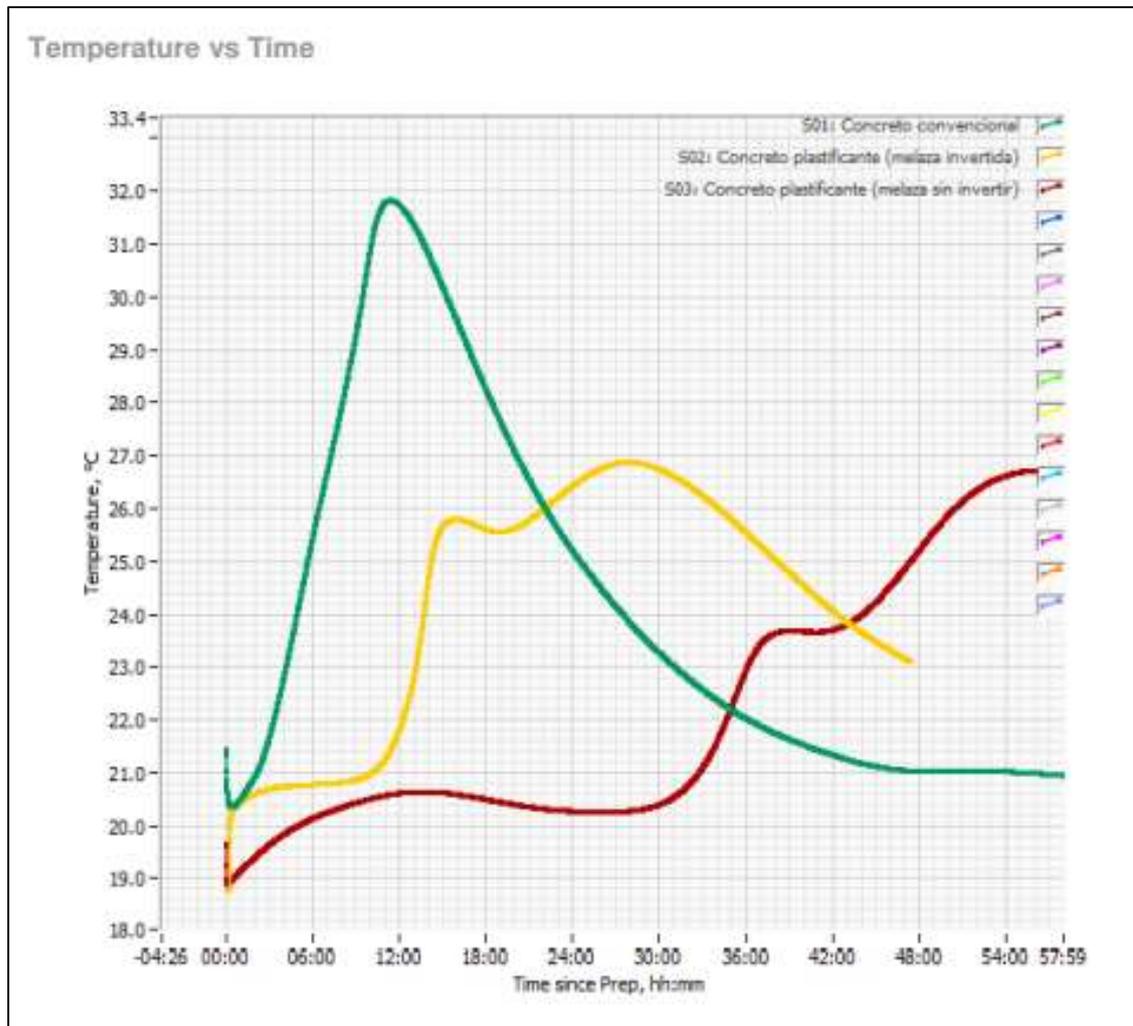
Tabla 10*Resultados de pruebas de diseños de concreto.*

	Concreto convencional	Concreto con melaza sin invertir	Concreto con melaza invertida
Dosis de aditivo	0	0.8	0.8
Relación a/c	0.875	0.7321	0.679
Cemento (kg.)	5.6	5.6	5.6
Arena (kg.)	19.63	19.63	19.63
Piedra (kg.)	18.51	18.51	18.51
Agua (kg)	4.9	4.10	3.8
Tiempos de fraguado (horas)	8	34	14
Resistencias obtenidas kgf/cm ²	25	0	15

Las muestras de concreto fueron evaluadas en el calorímetro de la marca CALMETRIX, donde se evaluó la cinética de reacción para los tres diseños realizados y se tomaron en consideración los tiempos de fraguado, y las máximas temperaturas alcanzadas, los resultados se muestran en la figura 10, pág. 54.

Figura 10

Pruebas en calorímetro.



5.2 Resultados inferenciales

Se realizó el método estadístico superficie respuesta con el objetivo de obtener los parámetros óptimos en la hidrólisis enzimática, para ello utilizaremos el software MINITAB en los siguientes escenarios:

Escenario 1. En términos de temperatura, concentración, tiempo, temperatura*temperatura, concentración*concentración, tiempo*tiempo, temperatura*concentración, temperatura*tiempo, concentración*tiempo.

Al hacer uso de todos los términos, sus cuadrados e interacciones con la finalidad de identificar los términos significativos obtenemos la tabla 11, Glucosa vs. temperatura, concentración, tiempo.

Tabla 11

Coeficientes según el método de superficie de respuesta (escenario 1).

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p
Constante	18.15	1.22	14.88	0.000
Temperatura	0.163	0.554	0.29	0.772
Concentración	3.427	0.554	6.19	0.000
Tiempo	1.110	0.552	2.01	0.061
Temperatura*temperatura	-2.618	0.956	-2.74	0.014
Concentración*concentración	-0.008	0.956	-0.01	0.993
Tiempo*tiempo	-0.10	1.00	-0.10	0.919
Temperatura*concentración	-1.103	0.676	-1.63	0.121
Temperatura*tiempo	-0.234	0.672	-0.35	0.732
Concentración*tiempo	-0.393	0.672	-0.58	0.566

Los términos significativos serán aquellos que tienen un Valor p (p-value) menor a 0.05. Como vemos los términos que cumplen con esta regla son la concentración y temperatura*temperatura.

En este escenario 1 obtenemos un R-cuadrado de 75.64% y un R-cuadrado (ajustado) de 62.74%. Es decir, el 62.74% de varianza del % de glucosa se explica por las variables del proceso (términos) que hemos considerado en el escenario 1.

Como se mencionó anteriormente hay términos que son significativos en el escenario 1 y los consideraremos en el escenario 2 estos términos y además mantendremos al tiempo ya que es una variable importante, se sabe que al llegar a cierto tiempo se deja de tener incrementos sustanciales en el % de glucosa

como puede observarse en la tabla 8 pág. 52, donde para ciertas combinaciones manteniendo constante una concentración y temperatura luego de 30 min el porcentaje de glucosa es constante.

Asimismo, también consideraremos a la temperatura dado que su término cuadrado (temperatura*temperatura) es significativo y estamos en un modelo jerárquico donde debemos considerar el termino independiente si es que se requiere considerar el término cuadrado.

Escenario 2. Los términos son temperatura, concentración, tiempo y temperatura*temperatura como se muestra en la tabla 12.

Tabla 12

Coefficientes según el método de superficie respuesta (escenario 2)

Término	Coefficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Constante	18.070	0.748	24.16	0.000
Temperatura	0.147	0.528	0.28	0.783
Concentración	3.401	0.528	6.44	0.000
Tiempo	1.116	0.525	2.13	0.045
Temperatura*temperatura	-2.618	0.915	-2.86	0.009

Como vemos en el cuadro anterior los términos que cumplen con tener un Valor p (p-value) menor a 0.05 son la concentración, tiempo y temperatura*temperatura, donde en la tabla 13 pág. 57, podemos ver el análisis de varianza para este escenario.

Tabla 13*Análisis de varianza de términos significativos.*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	4	272.412	68.103	13.56	0.000
Lineal	3	231.275	77.092	15.35	0.000
Temperatura	1	0.391	0.391	0.08	0.783
Concentración	1	208.162	208.162	41.45	0.000
Tiempo	1	22.722	22.722	4.52	0.045
Cuadrado	1	41.138	41.138	8.19	0.009
Temperatura*temperatura	1	41.138	41.138	8.19	0.009
Error	22	110.479	5.022		
Total	26	382.891			

En el cuadro anterior podemos ver que el modelo lineal y cuadrático son significativo considerando los términos temperatura, concentración, tiempo y temperatura*temperatura.

Además, con el escenario 2 obtenemos un R-cuadrado del 71.15% y un R-cuadrado (ajustado) del 65.9%. Es decir, el 65.9% de varianza del % de glucosa se explica por las variables del proceso (temperatura, concentración, tiempo y temperatura*temperatura) mostrados en la tabla 14.

Tabla 14*Comparación de resultados obtenidos.*

Métrica	Escenario	
	1	2
R-cuadrado	75.64%	71.15%
R-cuadrado (ajustado)	62.74%	65.90%

Como vemos en el cuadro comparativo anterior se observa que en el escenario 2 obtenemos un R-cuadrado (ajustado) mayor que en el escenario 1. Además, en el escenario 2 usamos menos términos por lo cual por parsimonia elegimos el modelo del escenario 2. Es decir, elegimos el modelo más simple que nos de mejores resultados.

En el escenario 2 obtenemos la siguiente ecuación de regresión en unidades no codificadas.

$$\begin{aligned} \text{Glucosa} = & -86.3 + 3.16 \text{ Temperatura} + 3.401 \text{ Concentración} \\ & + 0.0893 \text{ Tiempo} - 0.02618 \text{ Temperatura} * \text{Temperatura} \end{aligned}$$

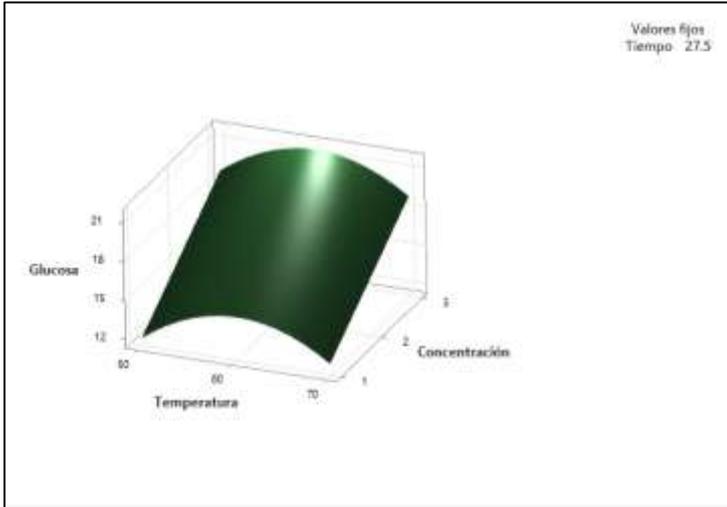
Se observa que los coeficientes de la temperatura y la concentración son mayores y positivos, por lo cual de cierta manera influyen más en el % de glucosa que se pueda obtener. Además, se observa que el tiempo tiene un coeficiente pequeño (0.0893) por lo que influye de menor manera y esto contrasta con su comportamiento que al llegar a cierto % de glucosa este permanece constante con el paso del tiempo.

Por otro lado, el cuadrado de la temperatura (temperatura*temperatura) al aumentar influye de manera ligeramente negativa al tener un coeficiente de - 0.02618.

A continuación, vemos en la figura 11 y figura 12 pág.58, las gráficas de superficie y contorno teniendo fijo una variable y viendo como interactúan las otras dos. Esto tiene el objetivo de darnos una intuición de manera gráfica de donde se podría encontrar la combinación óptima para lograr un mayor porcentaje de glucosa.

Figura 11

Superficie de respuesta (glucosa vs concentración y temperatura).



En la gráfica anterior vemos que teniendo un tiempo fijo de 27.5 minutos el mayor % de glucosa estaría aproximadamente a una temperatura de 60 °C y en el intervalo de concentración de 0.009 a 0.01.

Esto se ve de una forma más clara en su gráfico de contorno que vemos a continuación donde la zona de verde oscuro es donde se encontraría un mayor % de glucosa.

Figura 12

Contorno para la glucosa vs concentración y temperatura.

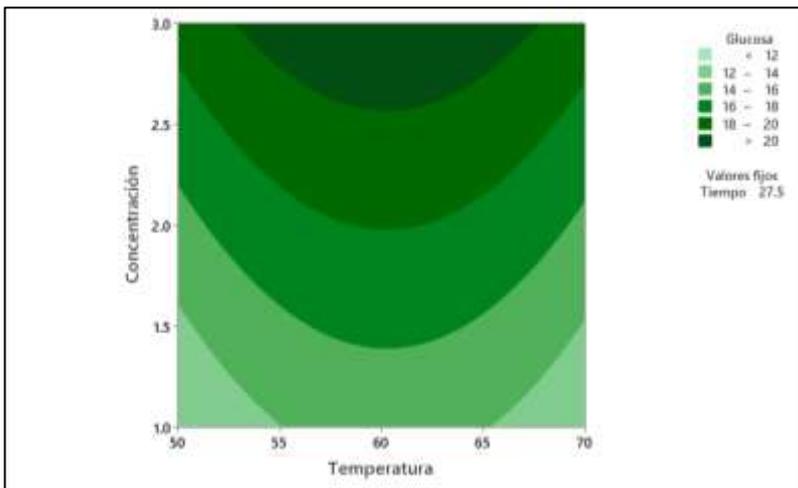
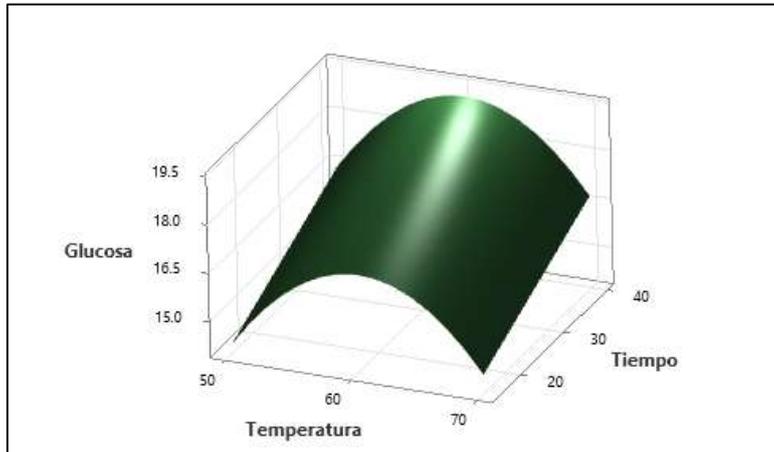


Figura 13

Superficie respuesta (glucosa vs tiempo, temperatura)

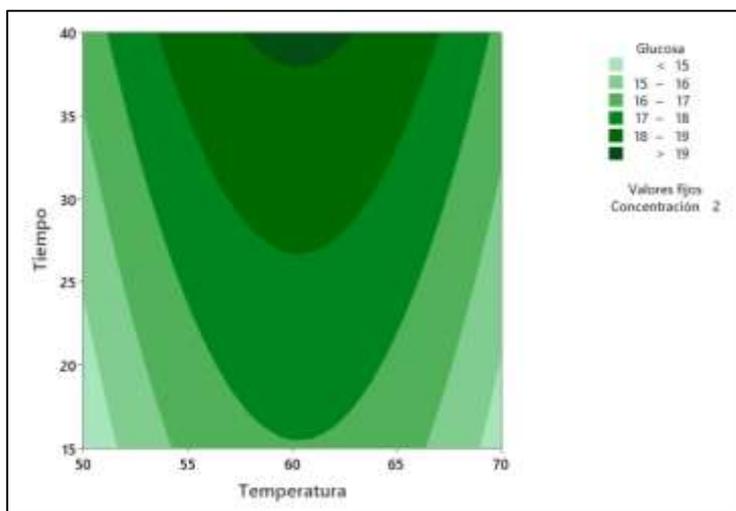


En la gráfica anterior vemos que teniendo una concentración fija de 2 el mayor % de glucosa estaría aproximadamente a una temperatura de 60 °C y en el intervalo de tiempo de 35 a 45 minutos.

Esto se corrobora en su gráfico de contorno (ver figura 14) que vemos a continuación donde la zona de verde oscuro es donde se encontraría un mayor % de glucosa.

Figura 14

Contorno para glucosa vs tiempo, temperatura



A continuación, se muestra en la tabla 15 los resultados para la determinación de los parámetros favorables usando el método de superficie de respuesta (maximizar el % de glucosa obtenido en el proceso). Se tuvo como objetivo un 22.57 % de glucosa.

Entonces los parámetros que nos permiten acercarnos a dicho porcentaje de glucosa son los siguientes:

Tabla 15

Parámetros favorables obtenidos

Temperatura	Concentración	Tiempo	Glucosa - ajuste
60.3030	3	40	22.5889

Como vemos con una temperatura de 60.3030 °C, concentración de 0.01 y con 40 minutos llegaríamos a obtener una 22.5889% de glucosa según el modelo que hemos obtenido que elegimos (escenario 2).

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

Hipótesis general: En la tabla 15 se puede observar los resultados de los parámetros obtenidos de la optimización de respuesta, se obtuvo un objetivo de 22.57% de glucosa a una temperatura de 60.30 °C con una concentración 3 de enzima a un tiempo de 40 minutos; según el modelo que hemos elegido, con estos valores se acepta la hipótesis planteada realizando los estudios estadísticos con el programa MINITAB demostrando así la hipótesis general.

Posteriormente se realizó tres diseños de concreto los cuales al ser evaluadas sus propiedades que confiere el uso de un aditivo plastificante, resultaron conformes, ya para el primer diseño “concreto convencional” (sin aditivo) se utilizó 4.9 kg. de agua, para el segundo diseño “concreto con aditivo plastificante a base de melaza sin tratar se utilizaron 4.10 kg. de agua y para el ultimo diseño donde se utilizó el aditivo plastificante obtenido se utilizó 3.8 kg., de estos resultados se comprobó que el concreto con aditivo plastificante si cumple la función de un aditivo reductor de agua a su vez los tres luego de ser evaluadas en el calorímetro se corroboró que el tiempo de fraguado del aditivo plastificante obtenido fue de 14 horas, el tiempo de fraguado del concreto convencional fue de 6 horas y el tiempo de fraguado del concreto con aditivo a base de melaza sin tratar fue de 34 horas corroborando así que el tiempo de fraguado mejora notablemente cuando se utiliza el aditivo a base de melaza hidrolizada y corroborándose que es un aditivo plastificante.

6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares

Se tomo como antecedente los estudios de Bernys Jimenez en su tesis de maestría Desarrollo de una alternativa a los lignosulfatos, a partir del proceso de hidrolisis – Oxidación de la melaza en la empresa Sika Venezuela, donde corrobora mediante hidrolisis acida la inversión de la melaza y el mejoramiento de los tiempos de fraguado para el concreto con uso de aditivo plastificante a base de melaza invertida.

6.3 Responsabilidad ética de acuerdo con los reglamentos vigentes

Los autores de la investigación se responsabilizan por la información emitida en el presente informe final de investigación, de acuerdo con el Reglamento del Código de Ética de investigación de la UNAC, Resolución del Consejo Universitario N° 260-2019-CU.

VII. CONCLUSIONES

- Los parámetros favorables para la hidrólisis enzimática de la melaza se dieron a una temperatura constante 60.3°C durante un tiempo de 40 minutos con agitación ocasional a una concentración de enzima de 0.01% para una solución de melaza 1.234 g/mL.
- Las pruebas del aditivo en el concreto, se corroboraron las propiedades de reducción de agua y tiempo de fraguado realizando tres diseños, el primero concreto convencional, el segundo concreto haciendo uso de un aditivo plastificante a base de melaza sin invertir y el ultimo haciendo uso de un aditivo plastificante a base de melaza invertida, se calculó la cantidad de reducción de agua respecto al concreto convencional que es la propiedad que se le confiere a una aditivo plastificante donde el diseño de concreto 3 nos arrojó una reducción de agua mayor a un 20%.

Luego se procedió a realizar pruebas de concreto en tres diseños, el primero fue para un concreto convencional (sin aditivo), el segundo fue usando un aditivo a base de melaza sin invertir y el ultimo con el aditivo a base de melaza invertida. Se verificó que la reducción de agua para el segundo diseño fue de 16.3 % y para el ultimo diseño fue mayor a un 20% respecto al concreto convencional, también se observó la mejora en los tiempos de fraguado.

- Se pudo corroborar con ayuda de un calorímetro, la mejora en los tiempos de fraguado del aditivo a base de melaza invertida, siendo esta menos a 14 horas.

VIII. RECOMENDACIONES

Para futuros estudios de la melaza invertida, se recomienda un rango de temperatura más amplio, ya que en esta investigación se realizó solo a 3 temperaturas considerando que nuestro valor óptimo de temperatura se daría a los 60°C aproximadamente.

Para la cuantificación de azúcares reductores se recomienda el uso de otros métodos alternativos, que permita validar los datos encontrados en este trabajo.

Para las pruebas con el aditivo es necesario el apoyo de un técnico que permita validar la funcionabilidad y reducción de agua.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] SOTO, L. *Efecto del azúcar de caña en las propiedades físicas y mecánicas de las pastas y morteros elaborados con cemento Tequendama*. Cájia : Universidad Militar NuevaGranada, 2019.
- [2] JIMENEZ, B. *Desarrollo de una alternativa a los Lignosulfatos, a partir del proceso Hidrolisis-Óxidación de la melaza, en la empresa Sika Venezuela S.A.* Valencia : [s.n], 2016.
- [3] ZAMORA L et Al. *Evaluación del efecto de la temperatura, concentración y flujo volumétrico en la hidrólisis de la sacarosa mediante una invertasa inmovilizada en un reactor esférico*. (1), San José : UCR, 2011, Ingeniería, Vol. 21.
- [4] ROMERO, G Y REYES, J. *Saccharomises cerevisiae inmovilizada sobre nano partículas magnéticas de ferrita de cobalto Hidrólisis de sacarosa por invertasa de Saccharomyces cerevisiae*. Colombia : [s.n], 2019.
- [5] PARET, A. *Propuesta tecnológica para la etapa de hidrólisis enzimática en la producción de glucosa a partir de azúcar de refino*. Lima : [s.n], 2019.
- [6] ACOSTA, A et al. *Optimización de parámetros operacionales, escalado y determinación de requerimientos para la inversión enzimática de sacarosa..* 2, Santa Clara, Cuba : Feijóo, 2022, Vol. 49.
- [7] CHIA, C Y SOTELO, K. *Determinación de las condiciones Ambientales óptimas de la hidrolisis enzimática de dextrano del jugo de caña de azúcar (Sacharum Officinarum)*. Chimbote, Perú : [s.n], 2019.
- [8] MALAVER, N Y RAMIREZ , M. *Mejoramiento de la resistencia de concreto, adicionando residuos PET en forma cuadrada en su preparación, en la ciudad de Chimbote*. Chimbote, Perú : [s.n], 2021.
- [9] APAZA, N. *Análisis comparativo del concreto $f_c=210$ kg/cm² mediante el uso de la sacarosa para el aumento de al resistencia producido con cemento IP en la ciudad de Juliaca*. Juliaca, Perú : [s.n], 2019.
- [10] VASQUEZ, C Y LOPEZ L. *Influencia de melaza de caña y residuos de construcción y demolición en la estabilización del suelo para trocha carrozable*. Chiclayo, Perú : s.n., 2021.
- [11] PERETÓ et Al. *Fundamentos de Bioquímica*. Valencia, España : PUV, 2007. pág 97.

- [12] PRIMO, E. *Química orgánica básica y aplicada de la molécula a la industria*. España : Reverté, 1995.
- [13] CHITUNDA, B. *Ingeniería de biocatalizadores y bioprocesos: β -galactosidasa de*. Madrid, España : [s.n], 2002.
- [14] UNIVERSIDAD CENTRO AMERICANA "JOSÉ SIMEÓN CAÑAS", UCA. Determinación del tiempo de fraguado inicial y final de cemento. [En línea] [Citado el: 19 de Octubre de 2022.] <https://docplayer.es/33261368-Determinacion-del-tiempo-de-fraguado-inicial-y-final-del-cemento.html>.
- [15] ICUMSA. *Icumsa methods of sugar analysis*. Great Britain : H.C.S de Whalley, 1964.
- [16] Lapiz, Ivone Espinoza y Segura, Linda Carolina Tullume. *Uso de Betabio (Bactericida Natural) para incrementar el rendimiento en destilería de alcohol etílico a partir de melaza*. 2017.
- [17] Rodríguez, G. y Urzúa, J. *Optimización del proceso de obtención de azúcar invertida a partir de*. 2014.
- [18] HERRERA, C. *Estudio comparativo de métodos para la determinación de sacarosa y azúcares reductores en miel virgen de caña utilizadas en el ingenio Pichichí S.A*. Pichichí : s.n., 2011.
- [19] BESSORNIA, G. *Calorimetría: Conceptos y usos prácticos en la industria de la construcción civil*. [En línea] [Citado el: 07 de Noviembre de 2022.] <https://es.linkedin.com/pulse/calorimetr%C3%ADa-conceptos-y-usos-pr%C3%A1cticos-en-la-de-civil-bessornia>.
- [20] MAYTA, W. *Influencia del aditivo plastificante en el tiempo de fraguado, trabajabilidad y resistencia mecánica del concreto, en la ciudad de Huancayo*. Huancayo, Perú : s.n., 2014.

ANEXOS

Anexo 1: Matriz de consistencia

Tabla 16 Matriz de consistencia

PROBLEMA	OBJETIVOS	HIPÓTESIS	VARIABLES	METODOLOGIA DE LA INVESTIGACIÓN
<p>Problema general ¿Cómo se obtendrá un aditivo plastificante para uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática?</p> <p>Problema Específico 1. ¿Cómo se determinarán los parámetros del proceso de hidrólisis enzimática de la melaza? 2. ¿Cómo se identificará el aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática de la melaza?</p>	<p>Objetivo general Obtener un aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.</p> <p>Objetivos específicos: 1. Determinar los parámetros del proceso de hidrólisis enzimática de la melaza. 2. Identificar el aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.</p>	<p>Hipótesis general Con las condiciones favorables de operación (temperatura, tiempo y concentración) en el proceso de hidrólisis enzimática se obtiene un aditivo plastificante de tal forma que se pueda dar uso en el concreto.</p> <p>Hipótesis específicas 1. Los parámetros de concentración de enzima, temperatura del proceso y tiempo de operación tienen influencia en la hidrólisis enzimática de la sacarosa contenida en la melaza. 2. El uso de melaza hidrolizada influye en el tiempo de fraguado y en la reducción del consumo de agua cuando se usa como aditivo en la fabricación de concreto.</p>	<p>Variables independientes X1= Parámetros óptimos de hidrólisis enzimática.</p> <p>Variables dependientes Y = F(x) Obtención de un aditivo plastificante para el uso en el concreto a partir de la melaza mediante hidrólisis enzimática.</p>	<p>Tipo: - La presente investigación se tipifica por su naturaleza, experimental, pues se determinará. A partir de la experiencia los parámetros óptimos para la obtención de la melaza invertida. - Por la interpretación y análisis de las variables es cuantitativo. El diseño de la investigación está constituido por cuatro etapas: Primera Etapa: Revisión, análisis y discusión de la referencia bibliográfica. Segunda Etapa: Selección y análisis de la materia prima. Tercera Etapa: Proceso experimental de hidrólisis de la melaza. Cuarta Etapa: Obtención, y análisis de resultados experimentales.</p>

Anexo 2: Informe de ensayos fisicoquímicos de la melaza.

	LA MOLINA CALIDAD TOTAL LABORATORIOS UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA <i>Instituto de Certificación, Inspección y Ensayos</i>							
INFORME DE ENSAYOS N° 003245 - 2022								
SOLICITANTE	: LUZON VILLEGAS MARCO ANTONIO							
DIRECCIÓN LEGAL	: CALLE ANTISUYO 139 SANTA ANITA							
	: RUC: 10070629335	Teléfono: ---						
PRODUCTO	: MELAZA DE CAÑA							
NÚMERO DE MUESTRAS	: Uno							
IDENTIFICACIÓN/MTRA.	: S.I.							
CANTIDAD RECIBIDA	: 791,9 g (+envase) de muestra proporcionada por el solicitante.							
MARCA(S)	: S.M.							
FORMA DE PRESENTACIÓN	: Envasado, la muestra ingresa en botella plastica cerrada							
SOLICITUD DE SERVICIO	: S/S N°EN-001959 -2022							
REFERENCIA	: ACEPTACION TELEFONICA							
FECHA DE RECEPCIÓN	: 27/06/2022							
ENSAYOS SOLICITADOS	: FÍSICO/QUÍMICO							
PERÍODO DE CUSTODIA	: No aplica							
RESULTADOS :								
ENSAYOS FÍSICOS/QUÍMICOS :								
ALCANCE : N.A.								
<table border="1"><thead><tr><th>ENSAYOS</th><th>RESULTADO</th></tr></thead><tbody><tr><td>1.- pH</td><td>5,1</td></tr><tr><td>2.- Sólidos Solubles (Grados Brés)</td><td>77,0</td></tr></tbody></table>			ENSAYOS	RESULTADO	1.- pH	5,1	2.- Sólidos Solubles (Grados Brés)	77,0
ENSAYOS	RESULTADO							
1.- pH	5,1							
2.- Sólidos Solubles (Grados Brés)	77,0							
MÉTODOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO :								
1.- NTP 203.108:1978 (Revisada al 2012)								
2.- NTP 203.072:1977 (Revisada al 2017)								
FECHA DE EJECUCION DE ENSAYOS: Del 28/06/2022 Al 04/07/2022.								
ADVERTENCIA :								
1.- El muestreo, las condiciones de muestreo, tratamiento y transporte de la muestra hasta su ingreso a La Molina Calidad Total - Laboratorios son de responsabilidad del Solicitante.								
2.- Se prohíbe la reproducción parcial o total del presente Informe sin la autorización de La Molina Calidad Total - Laboratorios.								
3.- Válido sólo para la cantidad recibida. No es un Certificado de Conformidad ni Certificado del Sistema de Calidad de quien lo produce.								
La Molina, 4 de Julio de 2022								
								
	LA MOLINA CALIDAD TOTAL LABORATORIOS UNALM Biol. Jorge Arnolfo Chávez Pérez Director Técnico (e) CBP - N° 2303							
Pág 1/1								
Av. La Molina S/N (frente a la puerta principal de la Universidad Agraria) - La Molina - Lima - Perú Telf.: (511) 3495640 - 3492507 Fax: (511) 3495794 E-mail: mktg@lamolina.edu.pe - Página Web: www.lamolina.edu.pe/calidadtotal -  la molina calidad total								

Anexo 3:

Figura 15

Determinación de agua reducida con uso de aditivo plastificante.



Anexo 4:

Figura 16

Determinación de fluidez mediante ensayo de asentamiento.



Anexo 5:

Figura 17

Muestras de probetas para la determinación de resistencias



Anexo 6:

Figura 18

Medida de resistencia de probetas de concreto convencional.



Anexo 7:

Figura 19

Medida de resistencias de probetas de concreto con aditivo.



Anexo 8: ASTM C1753 – Calorimetría.

Machine Translated by Google

Este documento ha sido traducido de acuerdo con principios reconocidos internacionalmente sobre estandarización establecidos en la Decisión sobre Principios para el Desarrollo de Estándares, Guías y Recomendaciones Internacionales emitida por el Comité de Observaciones Técnicas al Comercio (TC) de la Organización Mundial del Comercio.



Designación: C1753/C1753M y 15¹

Práctica estándar para Evaluación de la hidratación temprana del cemento hidráulico Mezclas usando medidas térmicas¹

Esta norma se emite con la designación (E) C1753/C1753M el número que sigue. Imágenes en este documento indican el año de adopción original, en el caso de reedición, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última reaprobación. Un asterisco al final de un número indica una última edición o reaprobación.

Y1 NOTA—La designación se corrigió editorialmente en junio de 2016 para cumplir con la declaración de unidades (1.3).

1 Alcance

1.1 Esta práctica describe el aparato y el procedimiento para evaluar las diferencias relativas en la hidratación temprana de mezclas hidráulicas de cemento como pasta, mortero u hormigón, incluidas aquellas que contienen aditivos químicos, diversos materiales cementicios suplementarios (SCM) y otros materiales finamente divididos, midiendo la historia de la temperatura de un espécimen.

1.2 La calorimetría es la medida del calor perdido o ganado durante una reacción química como la hidratación del cemento. Las mediciones calorimétricas en función del tiempo se pueden utilizar para describir y evaluar la hidratación y el desarrollo de propiedades relacionadas en edades tempranas. La calorimetría se puede realizar en condiciones isotérmicas (como se describe en la Práctica C1679) o en condiciones adiabáticas o semiadiabáticas. Esta práctica no puede describirse como calorimetría porque no se intenta medir o calcular el calor desprendido de las muestras de prueba debido a la hidratación, pero en muchos casos puede usarse para evaluaciones similares. Las variables que deben ser consideradas en la aplicación de esta práctica se discuten en el Apéndice.

1.3 Unidades: los valores establecidos en unidades del SI o unidades de libra-pulgada se considerarán por separado como estándar. Los valores establecidos en cada sistema pueden no ser equivalentes exactos; por lo tanto, cada sistema debe usarse independientemente del otro. La combinación de valores de los dos sistemas puede resultar en una no conformidad con el estándar. Algunos valores solo tienen unidades SI porque en la práctica no se usan los equivalentes de pulgada-libra.

1.4 Esta norma no pretende abordar todos los problemas de seguridad, si los hubiere, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias antes de su uso.

NOTA 1—Advertencia: Las mezclas cementicias hidráulicas frescas son caudales

y pueden causar quemaduras químicas en la piel y las tejidos tras una exposición prolongada.²

2. Documentos de referencia

2.1 Normas ASTM Método de prueba C39/C39M para la resistencia a la compresión de especímenes cilíndricos de concreto C125 Terminología relacionada con el hormigón y la agricultura del hormigón agregados

C173/C173M Práctica para el muestreo de Concreción mezclado Creta

C192/C192M Práctica para hacer y curar pruebas de concreto Muestras en el Laboratorio

C219 Terminología relacionada con el cemento hidráulico

C305 Práctica para el Mezclado Mecánico de Cemento Hidráulico Pastas y Morteros de Consistencia Plástica Método de prueba C403/C403M para el tiempo de fraguado del concreto Mezclas por Resistencia a la Penetración

C494/C494M Especificación para Aditivos Químicos para Concreto

C1005 Especificación para masas de referencia y dispositivos para Determinación de la masa y el volumen para su uso en la física Ensayos de Cementos Hidráulicos

C1679 Práctica para medir la cinética de hidratación de mezclas cementicias hidráulicas usando calorimetría isotérmica

3. Terminología

3.1 Definiciones: para conocer las definiciones de los términos utilizados en esta práctica, consulte Terminología C125, Terminología C219 y Práctica C1679.

3.2 Definiciones de términos específicos de esta norma: 3.2.1 adiabático, adj—que ocurre sin intercambio de calor con el medio ambiente.

¹ Sección sobre Preocupaciones de Seguridad, Manual de Pruebas de Agregados y Concreto, 6to. anual de normas ASTM, vol. 04.02.

² Para consultar los nombres de ASTM, visite el sitio web de ASTM, www.astm.org o comuníquese con el Servicio al Cliente de ASTM en astm@astm.org. Para obtener información sobre el valor del Libro anual de normas de ASTM, consulte la página Resumen del documento de la norma en el sitio web de ASTM.

Edición actual aprobada el 1 de agosto de 2015. Publicación en septiembre de 2015. DOI: 10.1520/C1753-15.01753843291.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2999, Estados Unidos.

1


C1753/C1753M y 15¹

3.2.2 *exotermia, n*: evolución del calor durante la hidratación como lo demuestra un aumento en la temperatura de la muestra medida que se muestra en el perfil térmico.

3.2.3 *especimen inerte, n*—especimen colocado dentro del mismo ambiente térmico que el(los) espécimen(es) de prueba, hecho de un material no reactivo de capacidad calorífica similar y la misma masa que el(los) espécimen(es) de prueba reactivo(s).

3.2.3.1 *Discusión*: la diferencia entre la temperatura de la(s) muestra(s) de prueba de hidratación y la muestra inerte representa el cambio en la temperatura de la muestra debido a la hidratación. A menudo, la interpretación se puede mejorar comparando los historiales de temperatura después de restar la temperatura de la muestra inerte correspondiente (temperatura de referencia), que tiende a explicar los efectos del cambio de temperatura ambiental durante el periodo de medición. 3.2.4 *respuesta del pico principal, n*: el aumento de temperatura inicial y la caída de temperatura subsiguiente en el perfil térmico medido que comienza al final del periodo de latencia y, para una mezcla con un balance de sulfato normal, dura varias horas.

3.2.5 *temperatura de referencia, n*—la temperatura del espécimen inerte en una serie de pruebas en el momento correspondiente a una temperatura particular del espécimen de prueba. 3.2.6 *Demanda de sulfato, n*: el nivel

de sulfato de calcio soluble en una mezcla cementosa hidratante requerido para mantener un comportamiento de hidratación normal para una combinación específica de proporciones de mezcla, propiedades de los materiales, temperatura inicial de la mezcla y temperatura de prueba. 3.2.7 *umbral de desequilibrio de sulfato, n*—la condición de una mezcla cementosa

en términos de proporciones de la mezcla, propiedades de los materiales, temperatura inicial de la mezcla y temperatura de prueba, para la cual un pequeño cambio en cualquiera de estas variables puede resultar en un comportamiento de hidratación anormal debido a al agotamiento del sulfato de calcio en solución.

3.2.8 *muestra de ensayo, n*—una mezcla cementosa hidráulica siendo evaluado por su respuesta térmica.

3.2.9 *temperatura de prueba, n*: la temperatura del aire o del aislamiento, si lo hay, que rodea los recipientes de las muestras de prueba al comienzo de la medición de la temperatura, que normalmente debe permanecer constante.

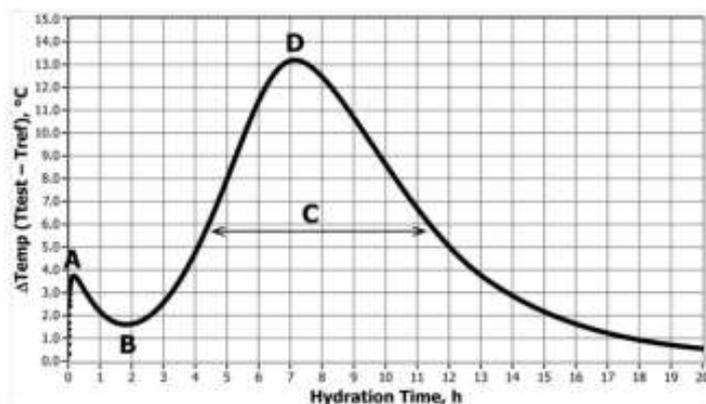
3.2.10 *perfil térmico, n*—la temperatura de una mezcla hidratante (antes o después de la sustracción de la temperatura de referencia), graficada como una función del tiempo de hidratación, que proporciona una indicación de la tasa de hidratación a lo largo del tiempo.

3.2.10.1 *Discusión*—En la Fig. 1 se muestra un ejemplo de perfil térmico. En el eje vertical *T_{test}* se refiere a la temperatura de la muestra de prueba y *T_{ref}* se refiere a la temperatura de la muestra inerte (referencia). La forma del perfil térmico se ve afectada no solo por la hidratación de la mezcla, sino también por el tipo y la masa del espécimen, las proporciones de la mezcla, la temperatura inicial del espécimen, el tamaño y la forma del recipiente del espécimen, el aislamiento (si lo hay) proporcionado alrededor del recipiente del espécimen y la temperatura, del entorno circundante. En el Apéndice se proporciona orientación adicional.

3.2.11 *marcador de tiempo de fraguado, n*—el punto marcado en el perfil térmico que indica el tiempo de hidratación cuando se alcanza una fracción seleccionada de la amplitud máxima principal y que se utiliza como indicador relativo del tiempo de fraguado.

4. Resumen de la práctica

4.1 Un sistema de prueba de medición térmica consta de dispositivos de medición de temperatura, equipo de recolección de datos y contenedores de muestras de volumen, forma y material similares, capaces de aislar de manera similar cada muestra de prueba y una muestra inerte. Los valores de aislamiento específicos para los contenedores de muestras y la temperatura de prueba se seleccionan en función de los objetivos de prueba previstos. En el Apéndice se proporciona orientación relacionada.



NOTA 1—(A) exotermia inicial por disolución de cemento e hidratación inicial, principalmente de aluminatos de calcio; (B) reducción de la temperatura del periodo de latencia asociada con una evolución de calor muy baja que indica una hidratación lenta y bien controlada; (C) respuesta máxima principal asociada principalmente con reacciones de hidratación que contribuyen al fraguado y al desarrollo temprano de la resistencia, con temperatura máxima en (D). La temperatura máxima (D) y las tasas de aumento y disminución de la temperatura que dan forma a la respuesta del pico principal (C) se ven afectadas no solo por la hidratación sino también por la respuesta de enfriamiento relacionada de la muestra.

FIGO. 1 Ejemplo de perfil térmico de una mezcla de pasta de cemento Portland (la temperatura de la muestra inerte se resta de la temperatura de la muestra de prueba)



C1753/C1753M y 15¹

4.2 Las mezclas compuestas de materiales cementosos, agua y, opcionalmente, aditivos químicos, o agregados, o ambos, se preparan y se introducen en recipientes de muestras para la recolección de datos de temperatura.

4.3 Los perfiles térmicos se trazan usando una escala de tiempo común que comienza en el momento de la mezcla inicial de agua con materiales cementosos, que es el comienzo del tiempo de hidratación.

Los perfiles térmicos medidos permiten una comparación cualitativa de la cinética de hidratación temprana, como tendencias de aceleración o retardo, influenciadas por diferentes combinaciones de materiales y comportamientos de hidratación anómalos que pueden interferir con el fraguado y el desarrollo de la fuerza.

5. Importancia y uso

5.1 Esta práctica proporciona un medio para evaluar el rendimiento relativo de hidratación temprana de varias mezclas de prueba en comparación con las mezclas de control que se preparan de manera similar.

5.2 Los perfiles térmicos se utilizan para evaluar el comportamiento de hidratación de las mezclas cementosas hidráulicas después de la adición de agua. Pueden proporcionar indicaciones sobre las características de fraguado, la compatibilidad de diferentes materiales, el balance de sulfato, el calor relativo de hidratación y el desarrollo temprano de la resistencia. Se pueden utilizar para evaluar los efectos de las composiciones, las proporciones y el tiempo de adición de los materiales, así como la mezcla inicial y las temperaturas de prueba. La prueba de perfil térmico es una herramienta eficaz para identificar sensibilidades o tendencias de desempeño y puede ayudar a reducir la cantidad de mezclas de prueba de concreto requeridas para desarrollar y calificar mezclas, especialmente aquellas que estarán sujetas a entornos ambientales variables. Puede ser utilizado por productores de concreto, proveedores de materiales y otros profesionales para respaldar el desarrollo de mezclas, la selección de tipos o fuentes de materiales, la optimización de proporciones o la solución de problemas de campo.

5.3 Esta práctica se puede usar para comprender problemas concretos relacionados con la pérdida de asentamiento, el fraguado y la resistencia inicial, pero es posible que los resultados no predigan el desempeño del concreto en campo. Se necesita la verificación del desempeño con concreto para cuantificar las tendencias identificadas usando pruebas térmicas.

5.4 Esta práctica se puede utilizar para evaluar los efectos de las mezclas químicas en los perfiles térmicos de las mezclas cementosas. Esto puede ser especialmente útil para seleccionar dosis apropiadas para diferentes condiciones ambientales.

5.5 Las pruebas de medición térmica, tal como se describen en esta práctica, pueden tener una importancia y un uso similares a los de la calorimetría isotérmica descrita en la Práctica C1670 o algunos tipos de calorimetría casi adiabática. La selección de qué práctica o métodos utilizar puede depender de aplicaciones y circunstancias específicas. Los perfiles térmicos obtenidos por esta práctica pueden tener formas similares a los perfiles de hidratación isotérmicos obtenidos por la Práctica C1670, pero los perfiles térmicos de esta práctica no brindan una medición cuantitativa del calor de hidratación, se ven afectados por varios detalles de las condiciones y mezclas de prueba (ver 3.2.10 y el Apéndice), y están sujetos a una mayor variabilidad. El equipo utilizado para esta práctica es menos costoso que los calorímetros isotérmicos o casi adiabáticos y puede adaptarse más fácilmente para su uso en el campo o donde se debe evaluar una gran cantidad de muestras y mezclas diferentes.

en un corto período de tiempo. La identificación del punto de agotamiento del sulfato de una mezcla (como se describe en la práctica C1679) generalmente no es posible mediante pruebas de medición térmica.

5.6 Para evaluar el potencial de hidratación anómala, es importante que las temperaturas de prueba y las temperaturas iniciales de la mezcla se seleccionen para representar el rango de temperaturas de campo de concreto iniciales esperadas.

5.7 Esta práctica no pretende proporcionar resultados que puedan compararse entre laboratorios que utilizan diferentes equipos ni proporcionar mediciones cuantitativas o aproximaciones corregidas del calor de hidratación real. No debe citarse en las especificaciones del proyecto ni usarse de otra manera con el propósito de aceptar o rechazar el concreto. Está destinado a servir como una herramienta simple y conveniente para la comparación del rendimiento relativo de hidratación en edades tempranas de diferentes combinaciones específicas de materiales que se preparan y almacenan en las mismas condiciones.

6. Aparatos

6.1 Dispositivos para la preparación de muestras:

6.1.1 Las pesas y los dispositivos de pesaje utilizados para la preparación de mezclas de prueba de laboratorio de hasta 5 kg [11 lb] de masa total deben cumplir con los requisitos de la Especificación C1005. Para preparar mezclas de prueba de mayor masa total, incluidos lotes de concreto en el laboratorio, los dispositivos de pesaje deben cumplir con los requisitos de la Práctica C192/C192M.

6.1.2 Los cilindros graduados deben cumplir con los requisitos de la Especificación C1005. La variación permisible para cilindros graduados de menos de 100 mL de capacidad será de $\pm 1.0\%$ de la capacidad indicada.

6.1.3 Las jeringas graduadas, si se utilizan, deberán tener la capacidad adecuada para contener el volumen deseado de mezcla líquida y deberán tener una precisión del $\pm 3\%$ del volumen requerido.

6.1.4 Aparatos mezcladores, capaces de producir una mezcla uniforme.

6.2 Equipo de prueba de medición térmica y sistema de adquisición de datos: el diseño real del equipo, ya sea comercial o personalizado, puede variar, pero debe cumplir con los siguientes requisitos para el tipo, la forma y la masa seleccionados de la muestra, el aislamiento (si lo hay) que rodea el recipiente de la muestra, la temperatura inicial de la mezcla y la temperatura de prueba.

6.2.1 Los sensores de temperatura deben ser termistores o termoacopla con una precisión de medición de $\pm 1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ [$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$].

6.2.2 La relación señal/ruido deberá ser de al menos 5,0. La señal se define como la diferencia entre las temperaturas más alta y más baja medidas desde el período de inactividad hasta la respuesta del pico principal (Fig. 1) para una muestra de prueba en la serie de prueba sin mezcla ni SCM (Fig. 2). El ruido se define como la diferencia entre las temperaturas más alta y más baja medidas durante el período de tiempo en el que se establece la señal (Fig. 2) para una muestra inerte que tiene una masa similar a la de las muestras de prueba. El espécimen inerte debe permanecer en el mismo entorno que los especímenes de prueba para indicar tanto los efectos de los cambios en la temperatura ambiente como cualquier influencia térmica de los especímenes de prueba adyacentes (ver también 6.2.5).

NOTA 2: La relación mínima de señal a ruido es más importante que los requisitos específicos para el valor de aislamiento del contenedor de muestras o el entorno (consulte el Apéndice para obtener orientación). Los contenedores de muestras seleccionados y las configuraciones de aislamiento (si lo hay) pueden variar según el tipo de me-