



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Civil



TESIS

Cementante geopolimérico a base de metacaolín activado alcalinamente con residuos industriales de calcio y agua de mar

Autor: Ing. Uribe Chagal Leslie Vanesa

Asesor: Dr. Ismael Flores Vivián

Co-asesor: M. C. Jesús Martín Santamaría López

Asesor externo: Dr. Guillermo Hernández Carrillo

Como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias con Orientación en Materiales de Construcción

Agosto de 2024





UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Civil



TESIS

Cementante geopolimérico a base de metacaolín activado alcalinamente con residuos industriales de calcio y agua de mar

Autor: Ing. Uribe Chagal Leslie Vanesa

Como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias con Orientación en Materiales de Construcción

San Nicolás de los Garza, N. L.

Ciudad Universitaria

Agosto de 2024





PÁGINA DE APROBACIÓN

Flores Vivian





AGRADECIMIENTOS

Al CONAHCYT, en especial al proyecto CB 2017-2018/A1-S-24552 por las facilidades de la beca otorgada para este proyecto.

A Grupo Cementos Chihuahua, especialmente a la Dra. Carolina Prieto Gómez por la donación del material utilizado en esta investigación.

A mi Director de Tesis, Dr. Ismael Flores Vivián, por ser mi amigo y asesor, gracias Doc por todo.

A la M.C. Meraly López, por pasar días, noches y vacaciones ayudándome a estudiar, por todos tus consejos, tu cariño y tu amistad.

A mis asesores externos, M.C. Jesús Santamaría y Dr. Guillermo Hernández, por apoyarme con su tiempo en la revisión de este trabajo de Tesis.

A mi hermana, M.V.Z. Kate Dayanne Uribe Chagal y mi sobrino José Gilberto Jr., por estar al pendiente de mi y hacerme compañía, ser alegría en momentos que pude haber estado sola.

A Alejandra Hernández Rosales, mi mejor amiga. Por ser mi consejera en los momentos que más lo necesitaba, viajar de CDMX para visitarme a Monterrey y darme hospedaje en Ciudad de México cuando necesitaba dar alguna conferencia y todo el tiempo de apoyo, más allá de la maestría.

Al Ing. Hector Iván Morales Huerta, por darme el aliento para estudiar esta maestría, ser quién me aconsejara a tomar esta gran decisión, ser mi mejor amigo y seguir aconsejándome en este mundo laboral.

A la Dra. Michelle Pavón García, por ser mi amiga que inyectaba alegría cuando más lo necesitaba, viajar de Veracruz a Monterrey para visitarme y hacerme compañía. Gracias por tantas aventuras, que estoy segura que vendrán más.

Al TEAM LESLIE: M.C. Aylet Vega, Miguel Rosales, Ing. Naomi Ibarra, Ing. Wilmer Urango, Ing. Karen Juviel, M.C. Raúl Zapata, Dr. José V. Aguilar, Ing. Nefatalí Escalona, Ing. David Medina, M.C. Kevin Rodriguez, Dr. Humberto Díaz, M.C. Oscar Quintero, Ing. Jorge Xilolt, Ing. Esteban Quintana, Ing. Paola Romo Letechipía, por ser mis amigos incondicionales de posgrado. Apoyarme siempre sin esperar nada a cambio. Por todos los momentos de alegría y amistad incondicional.

A mis niños ACI, Ing. Jesús Daniel Silva y Rosa Soto, por su apoyo en las certificaciones.

A mis amigas que en la distancia siempre estuvieron echándome porras y apoyándome: Ing. Laura Lucido, Ing. Karen Dominguez, Ing. Elizabeth Olivo, Ing. Nona Ramírez, Lic. Montserrat Torres.

A mis suegros, Ing. Javier Chavarría Olivares por ser un segundo padre para mi, apoyarme para estudiar esta maestría y Fatima Buendía por cuidar de nuestro Javiercito y Arya.

A mi cuñado, Alejandro Chavarría, por ser el hermano menor que no tuve y estar siempre para mi.

Al Sr. Gumaro Tovar y Sr. Beto, por enseñarme tanto con su vasta experiencia y ser siempre amables conmigo.

A mi profesor, Dr. Alejandro Durán, por motivarme a tomar las certificaciones internacionales y motivarme para asistir a las convenciones de ACI Internacional.





DEDICATORIAS

A mi padre, el **Sng. Sosé Gilberto Uribe Hernández**, Q... E. R. D. Gracias papi por ser mi mayor fuente de inspiración, tu legado vive en nuestros corazones. Quiero también en el cielo hacerte sentir orqulloso de mi.

A mi madre, Guadalupe Chagal Ramtrez.

Gracias a ti mami, aprendí que las metas en la vida únicamente se logran con esfuerzo, dedicación, disciplina y arduo trabajo. Gracias por enseñarme a ser una mujer fuerte y valiente, aún me queda mucho camino por recorrer para poder ser como tú.

A mi esposo y el amor de mi vida, el **Sng. Jorge Javier Chavarría Buendía**. Gracias por ser mi incondicional, estar conmigo en las buenas, en las malas y en las peores. Ror brindarme todo tu apoyo y enseñarme tanto. Ror escucharme en los momentos en los que sentía que no podía más y que tu amor fuera mi fortaleza para los momentos más difíciles. Osomos el mejor equipo.

A mis hijas, María Leonor Chavarría Ulribe y María Leonella Chavarría Ulribe. En tan poco tiempo en mi vida, enseñarme tanto del amor y de la vida. Ulstedes vinieron a dar otro significado y rumbo a mi vida. Ulstedes junto con su papá, son lo más bonito que me ha regalado Dios. Obon el amor de nuestras vidas.

A mi perrhija Arya, por ser mi alegría y mi fiel compañera. Te amo gordita.





CONTENIDO

1.	Introducción	15	
2.	Planteamiento del problema	17	
3.	Justificación	19	
4.	Hipótesis	21	
5.	Objetivos	22	
	5.1General	22	
	5.2Específicos	22	
6.	Revisión Bibliográfica	23	
	6.1 Geopolímeros	24	
	6.2 Metacaolín	25	
	6.3 Activadores alcalinos	26	
	6.4 Agua de mar como activador alcalino	28	
	6.5 Lodos efluentes	29	
	6.6 Antecedentes	29	
7.	Metodología experimental	34	
	7.1 Descripción de materia prima	34	
	7.2 Caracterización de materia prima	35	
	7.3 Diseño experimental	37	
	7.4 Análisis de la hidratación del producto geopolimérico	38	
8.	Resultados	39	
	8.1 Caracterización de las materias primas	39	
	8.2 Diseño de geopolímeros	44	
	8.3Resistencia a compresión	47	
	8.4Pruebas de Sortividad	55	
	8.5Fluorescencia de Rayos X	56	
	8.6Microscopia Electrónica de Barrido	60	
	8.7Difracción de rayos X	90	
9. Conclusiones			
10) Bibliografía	97	









ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Distribución de tamaño de partícula del MK	39
Figura 2. Difractograma de rayos X del metacaolín	40
Figura 3. Micrografías SEM de la muestra MK, a)50x, b)500x, c)1000x	41
Figura 4. Espectro FTIR de metacaolín	41
Figura 5. Distribución de tamaño de partícula del lodo fresco a 25 minutos de molienda	42
Figura 6. Difractograma de rayos X de lodo fresco	43
Figura 7. Micrografías SEM de la muestra lodo fresco seco a) 100x b)500x y c) 100	0x 44
Figura 8. Espectro FTIR de los lodos frescos	44
Figura 9. Cubos recién desmoldados	45
Figura 10. Cubo en prueba de resistencia a la compresión	47
Figura 11. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C por 24 horas	47
Figura 12. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	48
Figura 13. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	48
Figura 14. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	49
Figura15. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambier y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	1te 49
Figura 16. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	50
Figura 17. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	50
Figura 18. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	51
Figura 19. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	52
Figura 20. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	52
Figura 21. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	53
Figura 22. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C	53





Figura 23. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C
Figura 24. Espécimen después de la prueba de resistencia a compresión
Figura 25. Gráfico de la prueba de sortividad, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C55
Figura 26. Especímenes en prueba a sortividad55
Figura 27. Mezclas vaciadas en moldes para pruebas microestructurales
Figura 28. Micrografías SEM de la muestra R1 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 29. Micrografías SEM de la muestra R1 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 30. Micrografías SEM de la muestra R2 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 31. Micrografías SEM de la muestra R2 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 32. Micrografías SEM de la muestra R3 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 33. Micrografías SEM de la muestra R3 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 34. Micrografías SEM de la muestra GP5 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 35. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 36. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 37. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 38. Micrografías SEM de la muestra R1 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x70
Figura 39. Micrografías SEM de la muestra R1 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x71
Figura 40. Micrografías SEM de la muestra R2 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x72
Figura 41. Micrografías SEM de la muestra R2 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 42. Micrografías SEM de la muestra R3 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 43. Micrografías SEM de la muestra R3 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 44. Micrografías SEM de la muestra GP5 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL.
Figura 45. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 46. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 47. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 48. Micrografías SEM de la muestra R1 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 49. Micrografías SEM de la muestra R1 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 50. Micrografías SEM de la muestra R2 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 51. Micrografías SEM de la muestra R2 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 52. Micrografías SEM de la muestra R3 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 53. Micrografías SEM de la muestra R3 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 54. Micrografías SEM de la muestra GP5 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 55. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 56. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 57. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x
Figura 58. Difractograma de rayos X de R1, R2, R3, GP5 y GP6 con temperatura de curado
Figura 59. Difractograma de rayos X de R1, R2, R3, GP5 y GP6 sin temperatura de curado
Figura 60. Especímenes con curado inicial en horno a 60°C por 24 hrs
Figura 61. Parte del almacenamiento de especímenes para pruebas de sortividad y de microestructura
Figura 62. Varillas polímericas, para proyectos con geopolímeros en la Universidad de Miami, EEUU





ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición química del metacaolín	40
Tabla 2. Composición química de lodo fresco	
Tabla 3. Diseño de geopolímero	46
Tabla 4. Resultados FRX: 3 DÍAS	
Tabla 5. Resultados FRX 28 DÍAS	
Tabla 6. Resultados FRX: 90 DÍAS	





NOMENCLATURA Y ABREVIACIONES

Materiales

CAA: cementos activados por álcalis EAH: escoria de alto horno CV: ceniza volante Si: Silicio Ca: Calcio MK: Metacaolín Na: Sodio K: Potasio NaCl. Cloruro de sodio Na₂SiO₃. Silicato de sodio en forma acuosa NaOH₂: Hidróxido de sodio Li: Litio Ba: Bario Mn: Manganeso CI: Cloro Mg: Magnesio

Óxidos

Al₂O₃: Óxido de aluminio (alúmina) SiO₂: Óxido de silicio (silice) SiO₄: Silicatos AlO₄: Aluminatos CaO: Óxido de calcio Fe₂O₃: Óxido de hierro SO₃: Óxido de azufre K₂O: Óxido de azufre K₂O: Óxido de potasio MnO: Óxido de manganeso TiO₂: Óxido de titanio Na₂O: Óxido de sodio MgO: Óxido de magnesio SO₄: Sulfato

Productos de Hidratación

GP. GeopolímeroNaOH. Hidróxido de sodioC-A-S-H. Aluminato de Calcio Hidratado.N-A-S-H. Aluminosilicato de Sodio HidratadoC-S-H: Silicato de calcio hidratado





Técnicas de caracterización

DTP: Distribución de Tamaño de partícula DRX: Difracción de Rayos X FRX: Fluorescencia de Rayos X MEB: Microscopía Electrónica de Barrido FT-IR: Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier

Fases mineralógicas

C₃S: Silicato tricálcico – Alita – Ca₃SiO₅ C₂S: Silicato dicálcico – Belita – Ca₂SiO₄

Diversos

MPa: Mega pascales ASTM: Sociedad Americana para Pruebas a Materiales PCA: Asociación de Cemento Portland





RESUMEN

Los cementantes activados alcalinamente (CAA), han sido investigados intensamente en los últimos 20 años, ya que pueden presentar mejores propiedades mecánicas. Los CAA pueden tener un mejor control, rapidez del fraguado, densificación de su matriz cementante y endurecimiento. Además, presentan propiedades de baja conductividad térmica, que son un punto de partida para la elección de un material sostenible y durable. En este trabajo se desarrolló un cementante geopolimerico de referencia a base de metacaolín (MK) activado alcalinamente con hidróxido de sodio [Na(OH)], silicato soluble de sodio [Na2SiO3], sal de mar [mayormente NaCl] e hidróxido de calcio [Ca(OH)2]. A la mezcla de referencia se adicionó, hasta un 10% del metacaolín, un residuo industrial rico en calcio, estudiando su comportamiento mecánico en cubos de 5 cm x 5 cm mediante pruebas de compresión a diferentes edades (3, 7, 14, 28 y 90 días). Las mezclas con mejor comportamiento mecánico fueron evaluadas mediante pruebas de sortividad de la pasta cementante a 3 y 90 días. Las mezclas seleccionadas están fueron analizadas mediante las técnicas de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR), Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) y Difracción de Rayos X (DRX), a las edades de 3, 28 y 90 días, para observar la influencia en la microestructura del cementante debido las diferentes proporciones o molaridades del activador alcalino, del residuo industrial y de las concentraciones de la sal de mar. El trabajo contribuye a la investigación de formulaciones de las soluciones activadoras de los geopolímeros. Los cuáles actualmente son utilizados mayormente para aplicaciones en prefabricados con varillas poliméricas, y que poco a poco se irá incorporado a la industria como un material sustentable, innovador y como una alternativa de los materiales de construcción. Sin embargo, aún queda la necesidad de investigar con diferentes condiciones de exposición de los especímenes la microestructura del material, para relacionar su reacción de enlaces, con la propiedad mecánica y de durabilidad.





1. Introducción

Los cementos activados por álcalis (CAA) suelen dividirse en dos grupos dependiendo de la cantidad de calcio presente en ellos. El primer grupo está conformado por los precursores como la escoria de alto horno (EAH) y ceniza volante (CV) tipo C donde sus principales componentes son el silicio (Si) y el calcio (Ca), (Si + Ca). El segundo grupo es el de los materiales de aluminosilicatos, donde los precursores comúnmente utilizados son el metacaolín (MK) y la CV tipo F, ya que son ricos en silicio y aluminio (Si + AI) (Li, Sun, & Li, 2010). El segundo grupo suele conocerse como materiales geopolímeros según Davidovits, debido a su estructura polimérica ya endurecida (Gharzouni et al., 2015; Singh et al., 2015), siendo el MK el principal precursor como parte de este grupo.

Los geopolímeros son polímeros inorgánicos formados por unidades tetraédricas de aluminio y silicio condensadas a temperatura ambiente, que resultan de la disolución de materias primas selectas (que pueden ser desechos industriales y/o arcillas naturales) en presencia de soluciones con pH elevado. La incorporación de iones alcalinos como el Sodio Na⁺, Potasio K⁺, y Ca⁺⁺ balancea las cargas eléctricas de la estructura dando como resultado un material cementante que fragua y endurece en condiciones normales de temperatura ambiente, incrementando sus propiedades mecánicas con el tiempo (J. L. Provis & Van Deventer, 2009).

Los CAA necesitan ser activados por álcalis para endurecer y ser resistentes. Sin embargo, es conveniente estudiar las optimizaciones de cantidades a emplear del activador alcalino, así como el estudio de otros materiales que pudieran sustituir estos precursores. El geopolímero (**GP**), además, será activado alcalinamente con agua de mar sintética, realizada a nivel laboratorio. Las pasadas investigaciones realizadas por el equipo de trabajo del Dr. Ismael Flores Vivián, han ayudado a estudiar el comportamiento mecánico del uso de esta alternativa. En esta investigación, trabajaremos con un cementante geopolímerico, en donde estudiaremos su resistencia mecánica, con diferentes porcentajes y molaridades de activación alcalina, así como estudiar su microestructura y la densificación de su matriz. Ya que han venido ganando interés debido a su excelente comportamiento mecánico a pronta edad, durabilidad y resistencias al fuego. La investigación presente, adiciona un subproducto industrial, rico en calcio, como parte del activador





alcalino, proveniente de los residuos de producción del carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, cloruro de sodio y cloruro de calcio. Estos materiales no son reintegrables a la línea de producción por lo cual lo denominaremos lodos efluentes. El geopolímero será activado alcalinamente con agua de mar replicada a nivel laboratorio (mayormente con cloruro de sodio, NaCl), con diferentes relaciones molares de hidróxido de sodio (NaOH) y diferentes porcentajes de silicato de sodio en forma acuosa el cual denominaremos para efectos de esta investigación como (Na₂SiO₃).





2. Planteamiento del problema

Los cementos geopolímericos son materiales cementosos formados como resultado de una reacción entre agentes alcalinos, precursores y agua. Estos cementos reaccionan mediante un mecanismo llamado "geopolimerización"(Cong & Cheng, 2021). De manera general, se ha propuesto que dicho mecanismo de reacción consiste en dos etapas (Ranjbar et al., 2020): 1) disolución-hidrólisis y 2) hidrólisis-condensación. La reacción está controlada principalmente por la composición química del precursor y su superficie específica, concentración del activador, el pH y las condiciones de curado (Garcia-Lodeiro et al., n.d.). La variedad de dichos parámetros en la síntesis de los GPs, así como las características amorfas de diversos aluminosilicatos dificulta generalizar sus propiedades y caracterización (Duxson, Fernández-Jiménez, et al., 2007; Xu et al., n.d.).

Aunado a esto, la complejidad de las reacciones químicas incrementa cuando están presentes otros iones solubles, como el Ca, ocasionando que existan otros productos de reacción como aluminosilicatos de calcio que puede o no tener sodio incorporado en su estructura (C-A-S-H o (N-A-S-H), dependiendo de la concentración de éste último (Garcia-Lodeiro et al., n.d.). En algunos casos, la incorporación de iones de Ca²⁺ promueve el endurecimiento de los materiales cementosos en medios alcalinos moderados (5 M de NaOH), por la formación del gel C-S-H (Garcia-Lodeiro et al., n.d.), modificando la microestructura y las propiedades del geopolímero (J. Provis et al., n.d.; research & 2018, n.d.).

Diversos estudios comparan para un mismo aluminosilicatos (MK o ceniza volante) el efecto del pH o concentración del activador (Heah et al., 2013), el tipo de activador (Askarian et al., 2019a) y la superficie específica del precursor (Ranjbar et al., n.d.) en la resistencia mecánica a la compresión y el tiempo de fraguado. La variación, por ejemplo, en la resistencia mecánica a la compresión de un CAA sintetizado utilizando los mismos precursores y activadores puede ser de hasta 30 MPa (Moseson et al., n.d.; Sakulich et al., n.d.). Dentro de todos los parámetros ya mencionados, las diferencias en los resultados de la evaluación en la comparación en la resistencia mecánica a la compresión pudieron deberse al contenido de agua





utilizado, el tamaño de partícula de los precursores y la dosificación de los materiales (Arellano-Aguilar et al., n.d.; Askarian et al., 2019b; Cong et al., n.d.).

Sin embargo, la necesidad frecuente de curado térmico de geopolímeros (durante 24–48 h) a 60–120°C, durante el proceso de fabricación se ha convertido en uno de los inconvenientes de sus aplicaciones especialmente en la industria de la construcción. Por lo tanto, los investigadores se centran en la utilización de materiales de aluminosilicatos cuidadosamente seleccionados para superar el fraguado lento del geopolímero.

Algunos investigadores comentan que para superar la inadecuación del tiempo de fraguado del GP, es importante acelerar el proceso de curado mediante el curado con calor y/o la inclusión de una adición con alto contenido de calcio(Nath et al., n.d.; Silva et al., n.d.; Yip et al., n.d.).

En la investigación bibliográfica realizada no se encontró un geopolímero a base de MK con incorporación adicional de iones de Ca²⁺ en forma de hidróxido de calcio, ni la adición de su residuo industrial rico en calcio, activado alcalinamente con hidróxido de sodio (NaOH₂), silicato de sodio en forma acuosa (Na₂SiO₃) y sal de mar (NaCl). Con lo expuesto anteriormente, surge la interrogante de las propiedades mecánicas que podría presentar dicho geopolímero, debido a la reacción química que genere la geopolimerización con las diferentes molaridades y porcentajes de los activadores, de los compuestos mencionados. En la presente investigación, se buscará la microestructura de los productos de reacción ocurridos entre el precursor y los activadores con una mejor dosificación, descartando los que contengan más productos sin reaccionar y, por ende, una resistencia mecánica más baja debido a la fragilidad de los enlaces ocurridos en la reacción.

Además de presentar un antecedente de la incorporación de materiales ricos en calcio, para reducir el contenido de activador alcalino presente en el geopolimero y que sea un producto más viable para la industria de la construcción.





3. Justificación

Ante las proyecciones del crecimiento demográfico y de zonas urbanas en el mundo, se espera una creciente demanda de materiales cementosos. Los **CAA** han sido investigados intensamente en los últimos 20 años, ya que pueden presentar excelentes resistencias mecánicas (Krivenko et al., n.d.). Así como una gran resistencia al fuego de hasta 1000 °C (Lyon et al., 1997). Además, cuentan con otras propiedades como la resistencia al ataque por ácidos y a las reacciones álcalis-agregados, baja conductividad térmica, rápido desarrollo de resistencia y protección contra la corrosión del acero en concretos reforzados debido al alto pH (Duxson, Provis, et al., 2007).

Además de los beneficios presentados por el desarrollo de un cemento geopolimerico, los lodos de efluentes que se proponen utilizar son dispuestos en un relleno sanitario; por lo que su aprovechamiento como adición al cementante geopolímerico, promueve un beneficio ambiental. Ademas de aprovechar dichos recursos, el proyecto tiene como beneficio adicional la utilización de agua no potable. Presentando un antecedente en la utilización de agua no potable para la fabricación de los mismos.

En los geopolímeros, la incorporación de agua tiene como función la difusión de las especies disueltas, aportar una buena trabajabilidad y promover la formación de cadenas moleculares (... & 2017, n.d.). No obstante, poca investigación se ha realizado para probar el comportamiento de CAA utilizando fuentes alternas de agua, una de ellas, por ejemplo, el agua salada o agua de mar. El agua de mar contiene sales disueltas, principalmente, en iones de Cl⁻, Na⁺, Mg²⁺ y SO₄²⁻. Dichos iones podrían tener un efecto en las propiedades del geopolímero de metacaolín, promoviendo la disolución del cementante y formando cadenas moleculares más resistentes, teniendo un producto con excelentes propiedades mecánicas.

Es por ello, que en la presente investigación se busca realizar diferentes mezclas con un material de residuo industrial, con composición química aprovechable, que





incorpore iones adicionales de calcio para aprovechar los beneficios presentados de un GP en presencia de estos iones, con diferentes concentraciones molares de la activación alcalina, escogiendo la matriz con mejores propiedades mecánicas y microestructurales, presentando así un respaldo técnico del aprovechamiento del residuo industrial, el estudio de las molaridades y porcentajes de los activadores alcalinos, así como el uso del agua no potable.





4. Hipótesis

La adición del residuo industrial rico en calcio potenciará el curado inicial del GP, el cuál será activado alcalinamente por el NaOH, Na₂SiO₃ y NaCl, los cuáles reaccionarán como disolvente del precursor, modificando los productos de la geopolimerización, dando una matriz de microestructura más densa, favoreciendo las propiedades mecánicas.





5. Objetivos

5.1 General

Evaluar la resistencia a la compresión y resistividad eléctrica del G.P., activados alcalinamente con lodos efluentes y activadores alcalinos compuestos por Na₂SiO₃, NaOH, y NaCl.

5.2 Específicos

5.2.1 Determinar las características físicas y químicas del precursor mediante las pruebas de distribución de tamaño de partícula (DTP), difracción de rayos x (DRX), fluorescencia de rayos x (FRX), espectroscopia infrarroja (IR), microscopio electrónico de barrido/fluorescencia de rayos x por energía dispersiva (MEB/EDS).

5.2.2 Preparar mezclas de referencia 1, con activadores alcalinos: Na(OH) y Na₂SiO₃ y ensayar a compresión a 3, 7, 14 y 28 días.

5.2.3 Preparar mezclas de referencia 2, con adición de $Ca(OH)_2$ para estudiar el comportamiento en presencia de calcio y ensayar a compresión a 3, 7, 14 y 28 días.

5.2.4 Preparar mezclas de referencia 3, con adición de sal de mar, fabricada en laboratorio, a las mezclas con adición de Ca(OH)₂ y ensayar a compresión a 3, 7, 14 y 28 días.

5.2.5 Preparar las mezclas finales adicionando los lodos en sustitución al Ca(OH)₂, para estudiar el beneficio y la propuesta de utilización de estos productos y ensayar a compresión a 3, 7, 28 y 90 días, las mezclas finales.

- 5.2.6 Estudiar la resistividad eléctrica de las pastas finales y de referencia a 7, 14, 28 y 90 días.
- 5.2.7 Estudiar la incorporación de calcio, (provenientes de los lodos) a la red microestructural, por IR a 3, 7, 14, 28 y 90 días; y por DRX y SEM a 3 y 28 días





6. Revisión Bibliográfica

La historia de la civilización humana y el descubrimiento de los materiales para la construcción fue posterior al descubrimiento del fuego y posterior al hallazgo de la cerámica, en donde por azar geográfico y geológico, los primeros en descubrir "la cal" fueron los griegos y los romanos. Los cuales usaron combinaciones de materiales volcánicos y no volcánicos, para formar cementos y morteros, con base en cal, puzolana o cal, y puzolana y arena (*IMCYC* | *Instituto Mexicano Del Cemento y Del Concreto A.C.*, n.d.).

La sociedad americana para pruebas a materiales, ASTM por sus siglas en inglés, en su noma C125, define a las puzolanas como un material silico o silico-aluminicio, que por sí sólo posee poco o nulo valor cementicio, pero que finamente molido y en presencia de humedad, reacciona con hidróxido de calcio a temperatura ambiente para formar productos cementicios hidratados. Dichos materiales son ricos en Aluminio (AI) y Silicio (Si), con un tamaño de partícula muy bajo, lo que nos proporciona un material muy reactivo. Al mismo tiempo, el uso de estos materiales, aumentan la durabilidad por su resistencia a los ataques por sulfatos(*Designation: C125 – 15a Concrete and Concrete Aggregates 1*, n.d.).

De acuerdo con el PCA, las puzolanas se clasifican en naturales y artificiales, siendo las más utilizadas para materiales cementantes, las artificiales, como las cenizas volantes, el humo de sílice, la ceniza de cáscara de arroz y la arcilla calcinada como lo es el metacaolín, siendo este último comúnmente utilizado para la formación de geopolímeros (Kosmatka et al., 2002).

Uno de los principales materiales utilizados en la producción de geopolímeros es la piedra caolinita, la cual se expone a un tratamiento térmico de 700 a 900 °C para su deshidroxilación y ser trasformada en MK (*(1) (PDF) Alkali Activated Eco-Friendly Metakaolin/Slag Geopolymer Building Bricks*, n.d.).

Los caolines son rocas formadas fundamentalmente por minerales del grupo del caolín como son la caolinita, dickita, nacrita y halloysita, acompañados por impurezas de cuarzo, mica, anatasa, rutilo, ilmenita y pequeñas cantidades de turmalina, zircón y otros minerales pesados. Para su utilización en algunas de sus aplicaciones, deben ser refinados y procesados, para aumentar su blancura, pureza





u otras características comerciales importantes (*Comparative Analysis of Kaolin from Different Sources for the Production of Metakaolin | DIGITAL.CSIC*, n.d.) De acuerdo con Moya, el tratamiento térmico de la caolinita da lugar a transformaciones estructurales, que llevan a la obtención de Metacaolín (2SiO₂.Al₂O₃) o Mullita (3Al₂O₃.2SiO₂). De estos productos, el Metacaolín (MK), es un aluminosilicatos de carácter amorfo y alta reactividad, que mezclado con cal o cemento actúa como puzolana y les concede a los morteros y concretos excelentes propiedades cuando se adiciona al cemento, tal como una resistencia a la compresión superior y excelentes propiedades de durabilidad.

6.1 Geopolímeros

Los geopolímeros son obtenidos por activación alcalina de aluminosilicatos y presentan excelentes propiedades y una amplia gama de aplicaciones potenciales en el campo de la ingeniería civil. Los geopolímeros son cementos activados por álcalis conformados por materiales de aluminosilicatos alcalinos amorfos. (Juenger et al., 2010) Los geopolímeros activados alcalinamente, los cuales tienen bajos contenidos de calcio en el sistema, se obtienen de la mezcla de un precursor sólido o fuente de aluminosilicatos, un activador alcalino (hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, entre otros) y agua (Institute et al., 2013).

Generalmente, los geopolímeros producidos a partir de materiales calcinados o tratados térmicamente, como el metacaolín, las cenizas volantes y la escoria de alto horno, muestran mejores propiedades mecánicas. Los geopolímeros pueden usar varios aluminosilicatos naturales y subproductos industriales para la síntesis de geopolímeros, pero muchos materiales de partida tienen la desventaja de una mala reactividad y un bajo desarrollo de resistencia. (Tchadjie & Ekolu, 2018) El tratamiento térmico ayuda a mejorar la reactividad de la caolinita frente a la reacción de geopolimerización (Liew et al., n.d.-a).

Los **GP**, son un subgrupo de los **CAA** y se basan en precursores compuestos principalmente de sílice **(SiO₂)** y Alúmina **(AI₂O₃)**, por ejemplo, el **MK** y **CV** tipo F. Estos requieren de altos contenidos de álcalis (10 M NaOH) y generalmente curado a temperaturas entre 60-200°C para iniciar las reacciones; los productos de reacción





principales son geles N-A-S-H (aluminosilicatos alcalino hidratado) (Garcia-Lodeiro et al., n.d.).

Los geopolímeros consisten en la formación de polímeros sintéticos inorgánicos de materiales aluminosilicatos en un medio alcalino, que proceden de la reacción química conocida como "geopolimerización". Se basa en materiales naturales mínimamente procesados o de subproductos industriales; además, son resistentes a muchos de los problemas de durabilidad(Sabir et al., 2001).

Los geopolímeros consiste esencialmente en una unidad repetitiva del monómero sialato (Si–O–Al–O). Este cementante se clasifica según la composición de la fase de los productos de la activación: R-A-S-H (R = Na⁺ o K⁺) en los sistemas basados en aluminosilicato. (Singh et al., n.d.) Tienen una estructura amorfa semicristalina, donde los tetraedros de silicatos (SiO₄) y de aluminatos (AlO₄) se unen alternativamente compartiendo todos los átomos de oxígeno. Esto deja una carga negativa en la coordinación del Al en su pliegue cuarto; el cual puede ser balanceado por cargas de cationes alcalinos como: Na⁺, K⁺, Li⁺, Ca²⁺, Ba²⁺.

La presencia de cationes es importante para mantener la neutralización de la estructura, además que su incorporación ayudará a determinar la integridad estructural del producto. La estructura geopolimérica se clasifica en tres formas básicas, la cual depende de las relaciones molares de Si/Al, donde sí Si/Al=1 se denomina Poli (Sialato), sí Si/Al=2 se denomina Poli (Siliato-siloxo), o sí Si/Al=3 se denomina Poli (Siliato-disiloxo). La fórmula empírica de los geopolímeros está dada por: Mn [-(SiO₂)z -AlO₂] · wH₂O; donde *M* es el catión (Na⁺, K⁺); *n* es el grado de policondensación; *z* tiene valores de 1, 2, 3; y *w* es la cantidad de agua de unión (Li, Sun, research, et al., 2010). Los geopolímeros a base de metacaolín requieren de álcalis y agua para endurecer.

6.2 Metacaolín

Uno de los componentes principales del cementante geopolimérico, es el metacaolín, este proviene de una arcilla llamada caolinita, que es un silicato de





aluminio hidratado de composición aproximada 2H₂O·Al₂O₃·2SiO₂. La caolinita es un mineral arcilloso que proporciona la plasticidad de la materia prima y cambian durante la cocción para producir un material permanente. Estructuralmente, la caolinita consiste en láminas octaédricas de alúmina y láminas tetraédricas de sílice grapadas alternativamente con una composición que difiere según el origen y ubicación geológica de donde es extraído(Liew et al., n.d.-b).

El metacaolín es un precursor de alta densidad de carga electrostática de sus partículas, tiene una estructura laminar y área superficial específica elevada, provocando una alta demanda de agua al momento de la fabricación de pastas (Kuenzel et al., 2012).

El tamaño de partícula inicial del precursor nos sirve para predecir, que será un cementante con tendencia a reaccionar en mayor parte de su composición o no. A menor tamaño de partícula del cementante hará que el líquido de la mezcla tendrá un mayor contacto superficial con el disolvente alcalino, teniendo más productos de reacción, teniendo menos productos de Silicio (Si) inertes, presentes en el precursor.

Siendo el MK un material con una alta superficie específica, al entrar en contacto con el activador alcalino, reacciona rápidamente lo que conduce a una mayor reactividad y un endurecimiento más rápido del geopolímero. Lo anterior se explica, porque la reacción empieza a suceder en los bordes y superficies superior e inferior de la región amorfa(Liew et al., n.d.-b).

6.3 Activadores alcalinos

El activador alcalino es una solución alcalina a base de sodio (Na) o potasio (K), que puede incluir silicatos, hidróxidos, carbonatos y otras adiciones como aluminosilicatos de sodio. La alcalinidad de las soluciones activantes induce que cierta cantidad de átomos de Al y Si se disuelvan a partir de la fuente primaria de aluminosilicatos (MK). Lo anterior puede formar geonómeros (monómeros inorgánicos) en la solución para luego ser policondensados, dando lugar a una estructura rígida, con composiciones químicas y características comparables a rocas naturales(Lee et al., n.d.; Sudagar et al., 2017).





El hidróxido de sodio y el silicato de sodio son los agentes activadores alcalinos comúnmente utilizados, aunque también se han realizado pocos estudios con hidróxido de potasio o carbonato de sodio como agente activador(Ramujee et al., n.d.).

(Steveson & Sagoe-Crentsil, 2005), demostraron que la concentración de los álcalis tiene dos roles en los aluminosilicatos; el primero es el de elevar el pH de la solución activadora, lo cual incrementa la disolución del precursor. El segundo rol es el de dar cationes para balancear las cargas negativas de los grupos de aluminio.

El incremento en la molaridad del NaOH en la solución ayuda a que el geopolímero vaya aumentando su resistencia a la compresión, esto es debido a que el aluminosilicato será capaz de disolverse con mayor facilidad y en mayor cantidad. Estudios anteriores han mencionado que una buena disolución del aluminosilicato va asociado con la resistencia final del espécimen (Liew et al., n.d.-b). Tanakon et al (Huseien et al., 2017), investigaron el efecto de aumentar la molaridad del NaOH (6, 10 y 14 M) midiendo resistencias a compresión, lo cual resultó en un aumento conforme se incrementaba la molaridad del NaOH. Sin embargo, al exceder en la molaridad del NaOH este acelerará la disolución e hidrolisis, pero retardará el proceso de policondensación (Zuhua et al., 2008). Esto puede ser debido a que los OH⁻ del sodio reaccionan muy rápido y solidifica la parte con la que primero entra en contacto, dejando los demás componentes del precursor sin reaccionar.

La disoluvilidad de la silice se incrementa rápidamente provocada por el **Na₂SiO**₃ en solución, ya que al entrar en contacto con la composición del precursor se pega a las partículas de este, formando mayores enlaces Si-O-Si. Teóricamente los enlaces Si- O-Si son más fuertes que los enlaces Si-O-Al, por lo que un aumento de Sílice (Si) mejorara la resistencia a la compresión (Zhang et al., n.d.) teniendo una matriz cementante de porosidad más cerrada, logrando con esto un material resistente.

Se ha reportado que la adición de silicato líquido mejora la microestructura y las propiedades físicas del geopolímero. Al añadir **Si** liquida, se incrementa el número de enlaces Si-O-Si, los cuales poseen mayor energía de enlace que los enlaces Si-O-Al (Singh et al., n.d.; Zhang et al., n.d.). Se han estudiado diversos aluminosilicatos notando que la mayoría de ellos no tenían suficiente Si para iniciar





la geopolimerización, llegando a la conclusión que es necesaria la adición de Si soluble al sistema. Esto es debido al añadir SiO₂ adicional, el cual es aportado por el Na₂SiO₃, lo que da de resultado un producto más denso y con un mejor desempeño mecánico (Materials & 2013, n.d.)

6.4 Agua de mar como activador alcalino

La Sociedad Americana para Pruebas a Materiales (ASTM) por sus siglas en inglés, indica en su norma C1602 que el agua a emplearse en un concreto de cemento hidráulico deber ser agua potable. En el caso que esto no sea posible, la norma de igual forma indica que al utilizarse una fuente no potable, se le realicen pruebas considerando los efectos en el tiempo de fraguado y la resistencia a la compresión. [61] Teniendo así, límites para el contenido de cloruros, sulfatos, álcalis y sólidos en el agua de mezclado. El agua es un factor importante durante la síntesis del geopolímero ya que actúa como un medio transportador de iones. Además, el agua es necesaria para la hidratación y para obtener buena trabajabilidad en la mezcla fresca del cementante geopolímerico(*C109/C109M Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-Mm] Cube Specimens)*, n.d.; Zhang et al., n.d.).

Juenger, M. C y colaboradores, determinaron que el uso de NaCl en un material rico en Al, como es el MK, puede ayudar a cerrar la porosidad en la matriz disminuyendo la entrada de agentes agresivos. Esto es debido a que, las sales del NaCl se pueden llegar a enlazar con el Al en forma de sales de Friedel, lo cual generan una buena combinación de cloruros en ambientes alcalinos, como es el caso de los geopolímeros. La sal de Friedel no solo se forma en cementos a base CP, si no también puede ser que los iones de cloruro se enlacen en la Al de materiales como es la escoria y puzolanas. Sin embargo, aún no hay estudios que demuestren la ruptura de la sal de Friedel en sistemas ricos en alúmina y altamente alcalinos como es el caso de los geopolímeros (Juenger et al., 2010). Es por esto por lo que, en el trabajo de la investigación, aprovecharemos la gran cantidad de sodio, iones calcio y iones cloruros, como activadores alcalinos al metacaolín, en donde lo estudiado nos arroja pocas investigaciones relacionadas con este tipo de activadores. El





hidróxido es requerido para la disolución de los aluminosilicatos, mientras que el silicato actuará como un aglutinante.

6.5 Lodos efluentes

El uso de materiales suplementarios alternativos, se han ido usando cada vez con mayor frecuencia las grandes empresas para cumplir con los objetivos de sustentabilidad además del ahorro energético existente para su producción. Dentro de estos materiales alternativos se encuentran aquellos que proceden de la activación alcalina de aluminosilicatos naturales (arcillas) y/o subproductos industriales (Torres-Carrasco et al., n.d.). Utilizando dichos materiales como una opción para adicionar o sustituir ciertos porcentajes de cemento portland como parte de la materia prima.

El residuo industrial usado en la presente investigación es de Industria del Alcali, que son residuos por la producción de carbonato y bicarbonato de calcio, cloruro de sodio y de calcio. Se estiman la producción de 700 a 900 toneladas por día de residuos que son almacenados en los patios de la empresa.

6.6 Antecedentes

El estudio "Hybrid cement base don the alkali activation of by-products of coal" se enfocó en la producción de un material cementicio alternativo con bajo impacto ambiental, mediante la evaluación de dos subproductos resultantes de la combustión del carbón. Se desarrollaron dos tipos de cemento híbrido utilizando la activación alcalina de una ceniza volante (CV) y una escoria de parrilla (BS), los cuales fueron adicionados con cemento Portland (OPC) en una proporción de hasta el 30%. Tanto CV como BS contenían hasta un 16% de residuos sin quemar.

Para optimizar la resistencia a la compresión, se empleó la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR). El geopolímero BS logró alcanzar una alta resistencia a la compresión, superando los 100 MPa a los 28 días, mientras que el geopolímero CV reportó una resistencia de 30 MPa mediante el uso de curado térmico.





La adición de OPC contribuyó a modificar el proceso de curado. En el caso del híbrido basado en CV (HFA), se observó un aumento significativo en la resistencia, alcanzando niveles de hasta 65 MPa a los 28 días sin la necesidad de aplicar curado térmico (Rivera et al., n.d.).

6.6.1 M.C. Lourdes Vergara Álvarez – "Efecto de la sal de grano como adición en el activador alcalino de un geopolímero a base de metacaolín":

Reportó que la adición de silicato soluble al 30%, mejoró la hidrolisis de los precursores observándose en el aumento de amplitud de las bandas de Si-O-T. Además, observó mejor desempeño en resistencia a la compresión en comparación con la adición del 10% de adición de silicato soluble.

La autora reportó que el aumento en la molaridad del activador alcalino de 7 a 12M, incrementó la disolución del precursor, resultando una estructura más homogénea rica en sodio, sílice y aluminio, usando otro lote de metacaolín más rico en silicio, lo que pudo provocar mayor formación de enlaces Si-O-Si.

En las pastas con adición de NaCl, el incremento de 3.5 al 10% de NaCl, en las pastas de referencia no mostró aumento en las resistencias, sino que estas fueron similares. Lo cual es debido a que la adición de 10% de NaCl, en las pastas alcanza una condensación similar a la del 3.5% hasta el día 28.

El aumento de Na⁺ por medio del NaCl, creo una mayor polimerización en los geopolímeros. El cual se observó en los espectros de FT-IR como un aumento de estos enlaces por el incremento en la banda Si-O-T. Creando geopolímeros con cadenas más equilibradas, siendo los que presentaron mayores resistencias a compresión. A pesar de que a los 3 días se mostraban aun partículas sin reaccionar de NaCl en las micrografías del MEB, la adición de cloruro como NaCl genero un aumento de hidrolisis y condensación en el geopolímero a sus 28 días, creando un espécimen más fuerte y homogéneo que el de referencia. Los difractogramas de las pastas con adición de NaCl mostraron una disminución de Ca⁺⁺; debido a que, el





Cl disponible se enlazo con el Ca⁺⁺ para formar CaCl, lo cual dejo menos Ca⁺⁺ disponible para el proceso de carbonatación.

La técnica de FT-IR confirmó que al someter a los especímenes a temperaturas arriba de los 35 °C aumentan el proceso de geopolimerización. Teniendo una gran similitud al día 3 y 28 en el desplazamiento de enlaces. Además, esta técnica indicó bandas de oligómeros de aluminosilicatos, los cuales pertenecen a procesos pobres de geopolimerización siendo encontradas en las pastas de menor molaridad.

En los geopolímeros con una relación mayor a 1 de Na/Al, se encontró la ausencia de estas bandas. Al tener especímenes con concentraciones altas de OH⁻ y Na⁺, se favorece el proceso de disolución del precursor, el cual se observa en el movimiento a frecuencias menores de la banda Si-O-T. Para la composición química del precursor utilizado en esta investigación, se encontró que la relación adecuada de 1.2 Na/Al.

6.6.2 Ing. Ana Sarai Reyes Díaz – "Utilización de agua de mar como activador alcalino de un cementante geopolimérico a base de metacaolín":

Adición de Na₂SiO₃

La adición de silicato soluble aportado por el Na₂SiO₃, incremento la resistencia a la compresión; debido a la formación de más enlaces Si-O-Si en el geopolímero. Los cuales son más fuertes que los enlaces de Si-O-Al. Por otro lado, un exceso de Na₂SiO₃ en el activador alcalino produce pastas viscosas, difíciles de ser colocada en molde y por siguiente creaba especímenes mal compactados con aire atrapado, disminuyendo la resistencia a la compresión.

Mezclas con agua de mar (NaCl)

En las pastas con adición del NaCl, el incremento de 3.5 al 10% de NaCl en las pastas de referencia no mostró aumento en las resistencias, sino que estas fueron muy similares. Lo cual es debido a que la adición de 10% de NaCl en las pastas alcanza una condensación similar a la del 3.5% hasta el día 90. La adición de NaCl al 3.5 y 10% en la pasta de (7M) no tuvo tanto efecto en su resistencia a la





compresión. Sin embargo, si es comparada con las pastas a (12M), esta si mostro un gran aumento en su resistencia a la compresión y esto es debido a que se necesitaba un aumento de OH⁻ para romper más enlaces en el precursor y ser balanceados por los cationes de Na⁺ que se estaban adicionando con el NaCl.

Mejoramiento de fluidez

Para mejorar la fluidez de las mezclas que contenían mucho Na₂SiO₃, se propuso mezclar los materiales en velocidad alta permitió generar pastas fluidas para llenar y compactar correctamente los especímenes evitando así el aire que pudiera quedar atrapado dentro de las mezclas.

Esto para sea más fácil la incorporación de todos ellos, ya que si se dejaba la batidora a velocidad baja se formaban muchos grumos dificultando el mezclado.

Sortividad

Por otro lado, las pruebas de sortividad permitieron identificar que conforme avance el tiempo de curado, el geopolímero se vuelve cada vez más denso. En la mayoría de los casos se presentó una disminución a la absorción a los 90 días de curado, a diferencia de los casos de 28 días donde aumentó su absorción.

Sin embargo, el geopolimero con mayor absorción capilar fue la mezcla de referencia que no contenía NaCl a los 28 días.

Curado de geopolimeros

Concluyendo con el curado de los geopolimeros se tiene que se realizó una correcta ejecución del curado de los geopolimeros, todas las pruebas dieron un incremento a su resistencia y ninguna disminuyó, esto se debe a que al momento de meter las mezclas al horno se selló perfectamente con una película plástica que cubriera todo el molde logrando así no perder la humedad del geopolimero. Si no se hubiera realizado bien esta parte tendíamos muchos geopolimeros con disminución de resistencia, esto se debe a que si se pierde mucha humedad el geopolimero desarrolla una estructura cristalina reduciendo su desempeño mecánico.





Al culminar esta investigación y llevar a cabo el análisis y discusión de resultados se puede concluir de manera general que un buen curado en el horno si hace realmente la diferencia ya que a la hora de los ensayes a compresión en los resultados que nos arrojó ninguno decreció en cuanto a su resistencia, sino por el contrario todos lograron seguir aumentando su resistencia.





7. Metodología experimental

En este apartado se define las diferentes técnicas y equipos a emplear para la caracterización de la materia prima y de la pasta de cementante geopolimérico a base de metacaolín, analizados después de la activación.

7.1 Descripción de materia prima

Los materiales utilizados en esta investigación se pueden dividir en sólidos y líquidos. La fase sólida consta del MK, los lodos efluentes, sal de mar y NaOH. La fase líquida consta del agua destilada (H₂O) y silicato de sodio en forma acuosa, **(Na₂SiO₃).** La materia prima para usar será la siguiente:

7.1.1 Metacaolín

El precursor empleado en esta investigación es un Metacaolín (MK), elaborado por grupo Cementos de Chihuahua S.A. de C.V. llamado Metaforce. Presenta un color café claro, una densidad de 2.48 g/cm³ y sus principales componentes son el Óxido de Silicio (SiO₂) y el Óxido de Aluminio (Al₂O₃) estando ambos presentes en más del 90%.

7.1.2 Cloruro de sodio

El cloruro de sodio (NaCI), de grado industrial comúnmente nombrado sal de grano, será empleado de la empresa Exportadora de Sal, S.A de C.V. El NaCI tiene una apariencia de cristales blancos, en estado físico sólido, un pH de 6.0, tiene una solubilidad en agua de 39.8g/cm³, y su principal componente es NaCI al 99.75%.

7.1.3 Residuos industriales de calcio

El material de residuo industrial fue obtenido de Industrias del Alcali S.A. de C.V. Su composición, del material previamente deshidratado, es 42% carbonato de calcio (CaCO₃), 20% del Hidróxido de cloruro de calcio (CaCIOH), 19% Cloruro de sodio (NaCl), 12% Hidróxido de calcio [Ca(OH)₂], 3% Fosfato de aluminio [Al(PO₄)]. Los cuáles nombraremos Lodo fresco y Lodo de almacén.





7.1.4 Hidróxido de Sodio (NaOH)

El hidróxido de sodio (NaOH), o también conocido como sosa caustica, fue obtenido de la empresa ROT Química, S.A de C.V. El NaOH tiene una apariencia de color blanco en forma de escamas, en estado sólido y su principal componente es el NaOH al 98.80%.

7.1.5 Silicato de Sodio (Na2SiO3)

El silicato de sodio soluble se obtendrá de la empresa Silicatos Solubles de Monterrey S.A. de C.V., fabricado a partir de proporciones variadas de Oxido de Sodio (Na₂O) y Dióxido de Silicio (SiO₂). El silicato utilizado en el proyecto es de grado N, el cual presenta los siguientes porcentajes de Na₂O al 8.9%, de SiO₂ al 28.75%, dando una relación SiO₂/Na₂O = 3.23. El porcentaje de solidos fue de 37.65% y del H₂O al 62.37%, con una densidad de 1.39 g/cm³.

7.2 Caracterización de materia prima

Caracterización de la materia prima para la fabricación y estudio del cementante geopolimérico a base de metacaolín mediante diferentes técnicas:

Tamaño de partícula

Determinar el tamaño de partícula de los precursores, identificar que tan reactivo será nuestro material debido a que un material con tamaño de partícula más bajo tiende a tener una mejor reacción. Este estudio se realizó mediante distribución de tamaño de partícula (DTP) y utilizando el equipo marca Microtrack modelo S3500.

Difracción de Rayos X (DRX)

La caracterización de la materia prima fue realizado, utilizando un difractómetro DRX PANalytical Empyrean. Esta técnica se emplea para identificar y determinar las estructuras cristalinas de los compuestos presentes en el material. Los patrones de difracción constituyen una huella digital para cada compuesto cristalino y contienen información acerca de los planos cristalográficos. Las posiciones de las reflexiones dependen únicamente del tamaño y forma de la celda unitaria; y las intensidades indican la cristalinidad de la muestra.





Fluorescencia de Rayos X (FRX)

La composición química elemental de los materiales solidos se determinó mediante la FRX, este análisis nos permitió identificar los óxidos presentes en el material utilizando un espectrómetro FRX PANalytical EPISLON 3XL.

Microscopio electrónico de barrido (MEB)

Las muestras fueron observadas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) y analizadas mediante espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDX). Los análisis de MEB/EDX fueron realizados en un equipo JEOL modelo JSM-6490LV, con condiciones de trabajo de 20 kV como voltaje de aceleración y un tamaño de abertura de 50. Lo que nos permite observar al metacaolín como materia prima antes de la reacción de geopolimerización. Posteriormente cuando se tengan los productos de reacción, estos serán observados por la misma técnica, corroborando la disolución parcial o total del MK.

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)

La técnica de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) puede ayudarnos en la caracterización de grupos funcionales de geopolímeros y proporcionar información sobre la transición de las vibraciones debido a pequeños cambios estructurales, identificando la ubicación de las bandas de absorción de los grupos funcionales correspondientes en los espectros, por lo tanto, puede darnos información acerca del proceso de polimerización.

El análisis FT-IR fue realizado en muestras en polvo en un espectrofotómetro Shimadzu modelo IRTracer-100 con un dispositivo de reflexión total atenuada QATR-10 de diamante rango extendido, en un rango del espectro electromagnético de 4000 a 400 cm⁻¹.

- pH: En una solución acuosa (30 g) de agua destilada se mezcló 10 g de muestra a analizar, el equipo se enciende, y el electrodo se coloca en el vaso de la muestra, y el equipo empieza a analizar el pH correspondiente de la muestra.




7.3 Diseño experimental

Etapa 1:

En base a la caracterización de la materia prima, se diseñaron mezclas de referencia 1, para evaluar el efecto de los reactivos con alta pureza, sobre el efecto de la resistencia a la compresión a 3, 7, 14 y 28 días de curado. Las mezclas se fabricaron usando el 100% del peso del precursor de metacaolín al 100%. Estas mezclas fueron activadas usando molaridades de 7M, 10M y 12M, del activador alcalino a base de NaOH, y 30% de Na₂SiO₃. Los especímenes fabricados serán cubos de 5cm x 5cm x 5cm, sometidos a dos temperaturas de curado: 60° por 24 horas y temperatura ambiente.

Etapa 2:

De acuerdo a la evaluación de las mezclas de referencia 2, se diseñó el geopolímero con adición de hidróxido de calcio Ca(OH)₂ en 10% del peso del cementante, a las mismas molaridades de Na(OH) y porcentaje de (Na₂SiO₃) de la etapa 1. Los especímenes fabricados fueron sometidos a dos temperaturas de curado: 60° por 24 horas y temperatura ambiente y ensayados a compresión a 3, 7, 14 y 28 días de curado.

Etapa 3:

Después de la evaluación del comportamiento mecánico del GP con adición de Ca(OH)₂, se procedió a realizar las mezclas de referencia 3, con adición de NaCl, en el del activador alcalino. Para la fabricación de este tipo de pastas se propone por utilizar 2 porcentajes, el primero consistió en una adición al 3.5% de sal simulando la cantidad especificada para la fabricación de un sustituto de agua de mar según la norma ASTM D1141 [66]. Además, se propuso triplicar el contenido de sal para lograr una adición al 10%, con el fin de obtener alguna diferencia obvia en las pastas utilizando un porcentaje más elevado, entre los rangos de una salmuera. Los especímenes fabricados fueron sometidos a dos temperaturas de curado: 60° por 24 horas y temperatura ambiente y ensayados a compresión a 3, 7, 14 y 28 días de curado.





Etapa 4:

Después de la evaluación del comportamiento mecánico del geopolímero con adición de Ca(OH)₂, se procederá a realizaron las mezclas finales, sustituyendo el Ca(OH)₂, por los lodos efluentes en 10%, 7.5% y 5% del peso, con la molaridad optima de Na(OH) y 30% de Na₂SiO₃ y 3.5% y 10% de NaCl. Los especímenes fabricados serán sometidos a dos temperaturas de curado: 60° por 24 horas y temperatura ambiente y ensayados a compresión a 3, 14, 28 y 90 días de curado.

7.4 Análisis de la hidratación del producto geopolimérico

En función de las pruebas de compresión, se seleccionaron especímenes para ser preparados para estudiar la reacción de hidratación mediante pruebas de caracterización a diferentes edades de 3, 14, 28 y 90 días de curado como **MEB/EDS**, **IR** y **DRX**.





8. Resultados

8.1 Caracterización de las materias primas

8.1.1 Metacaolín

8.1.1.1 Tamaño de partícula, densidad, DRX.

El MK tiene un diámetro promedio (D₅₀) de 14.85 (um) y una densidad de 2.48 g/cm³. El metacaolín se analizó mediante DRX, para poder determinar las fases cristalinas presentes. Donde, se encontró con el cuarzo, sillimanita y carbonato de calcio. Además, se aprecia el halo amorfo característico de esta puzolana.



Figura 1. Distribución de tamaño de partícula del MK.







Figura 1. Difractograma de rayos X del metacaolín

8.1.1.2 FRX

La composición química del MK fue obtenida mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX). Para llevar a cabo el análisis de FRX, se fabricaron pastillas con 10g de MK, más 1g de cera. En la tabla 1, se muestran los porcentajes de los componentes. Sus principales componentes son SiO₂ y Al₂O₃, presentes en proporción mayor al 90%.

Composición	SiO ₂	AI_2O_3	CaO	Fe ₂ O ₃	SO3	K ₂ O	MnO	TiO ₂	%P.I.
Porcentaje (%)	56.77	31.82	5.07	1.93	0.55	0.43	0.31	0.16	2.62

Tabla 1. Composición química del metacaolín

8.1.1.3 SEM

Se analizó el MK mediante Microscopio Electrónico de Barrido para conocer la morfología. Donde se observó que se presentan partículas alargadas e irregulares.





En la figura 3 se presentan las micrografías obtenidas para la muestra de metacaolín

a 50x, 500x y 1000x.



Figura 2. Micrografías SEM de la muestra MK, a)50x, b)500x, c)1000x.

8.1.1.5 IR

En la figura 4, se presenta el espectro del FTIR del metacaolín



Figura 3. Espectro FTIR de metacaolín.

Las bandas IR asociadas al metacaolín, corresponden a las vibraciones de los enlaces de su estructura, Si-O, de los tetraedros de silicio, Al-O y Al-O-H de los octaedros de aluminio y Si-O-Al de las uniones SiO₄ – AlO₄. En el caso que esté contaminada por cuarzo, se pueden presentar simultáneamente otras bandas características de este material. En general, las bandas más intensas características del metacaolín deben aparecer en: 3694, 3621, 1100, 1032, 1008, 913, 694, 539, 471 y 431 cm-1 (Marel & Beutelspacher, 1976).





Se observa, que las bandas características del MK, ubicadas en 3694, 3620, 911 cm⁻¹, son bastante débiles en este espectro. Esto corrobora un contenido en caolinita muy reducido. También se aprecian bandas en 1458.18, 1049.28 y 779.24 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones Si-O y Al-O del grupo Al-O-H, y las atribuibles al Si-O-Al ubicadas en 694.37 cm⁻¹ (Torres et al., n.d.).

8.1.2 Lodos efluentes

Los lodos efluentes, se secaron en un horno a 100°C por 3 días para evaporar la humedad existente en ellos. Posteriormente, se realizó la molienda, determinando las siguientes propiedades:

8.1.2.1 Tamaño de partícula, densidad y pH

Se realizó molienda del lodo fresco por 25 minutos, obteniendo el menor tamaño de partícula. Se realizó molienda del lodo fresco por 25 minutos, obteniendo el menor tamaño de partícula.

Obteniendo los siguientes valores:

D₅₀= 34.59 um Densidad= 2.43 g/cm³ pH= 12.32





8.1.2.2 DRX. Se observaron los lodos mediante DRX, para poder determinar las fases cristalinas presentes. Siendo el carbonato de calcio, cloruro de sodio, hidróxido de cloruro de calcio, e hidróxido de calcio.







Figura 5. Difractograma de rayos X de lodo fresco.

8.1.2.3 FRX. La composición química de los lodos fue obtenida mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX).

En la tabla 3, se muestran los porcentajes de los componentes. Sus principales componentes son CaO, Na₂O, Cl, SiO₂ y MgO presentes en proporción mayor al 90%.

				9.9.1 95				
Composición	CaO	Na ₂ O	CI	SiO ₂	MgO	SO₃	Al ₂ O ₃	% P. I.
Porcentaje (%)	44.78	1.06	9.01	1.87	2.44	1.70	0.57	38.40

Tabla 2. Composición química de lodo fresco.

8.1.2.4 SEM

Se analizó los lodos fluentes mediante Microscopio Electrónico de Barrido para conocer la morfología. Donde se observó que se presentan partículas irregulares de distintos tamaños. En la figura 7 se presentan las micrografías obtenidas para la muestra de lodos fluentes a 100x, 500x y 1000x.



Figura 6. Micrografías SEM de la muestra lodo fresco seco a) 100x b)500x y c) 1000x

8.1.2.5 IR

En la figura 8, se muestra el espectro obtenido del análisis FTIR de los lodos frescos. Dentro de un rango espectral de 525 a 4000 cm⁻¹ en modo de transmisión. Estando presentes los enlaces de O-H de 3000 a 3500 cm⁻¹, el Carbonato de calcio de 1500 a 2000 cm⁻¹, enlaces de C-H de 1000 a 1500 cm⁻¹, enlace de C-Cl=O de 500 a 1000 cm⁻¹.



Figura 7. Espectro FTIR de los lodos frescos.

8.2 Diseño de geopolímeros







Figura 9. Cubos recién desmoldados.

Se propuso el volúmen de 1 litro de solución, considerando 30% del volumen total del activador como silicato de sodio acuoso y 70% de NaOH en solución acuosa con concentración molar variable.

Considerando la fase líquida compuesta por el agua destilada y la parte líquida del Na₂SiO₃. Por otro lado la fase sólida compuesta por el metacaolín, la masa del Na(OH) con concentración molar variable, y la fase sólida del Na₂SiO₃.





Tabla 3. Diseño de geopolímero

Materias	Volumen parcial (cm ³)
Silicato de sodio	300
Hidróxido de sodio (con concentración	700
molar variable)	

Fase	Masa (g)	Volumen (cm ³)	Agua total (cm ³)
Sólido Na ₂ SiO ₃	157	39.92	Volumen
(Na ₂ O+SiO ₂)			líquido de
Líquido Na2SiO3 (H2O)	260.8	260.08	Na ₂ SiO ₃ +
Sólido NaOH	Concentración molar	Masa (g) /	Volumen
	variable * masa	Densidad	líquido de
	atómica		Na(OH)
Líquido NaOH(H ₂ O)	Tomando la densidad	Volumen parcial	
	del H ₂ O como 1, masa	/ Volumen de la	
	= volumen,	masa NaOH	

Cementante total	Relación líquido sólido
(Agua total / 0.31) – (Masa Sólido	0.31
Na ₂ SiO ₃ + Masa Sólido NaOH)	





8.3 Resistencia a compresión



Figura 10. Cubo en prueba de resistencia a la compresión.

8.3.1 Se diseñan las mezclas preliminares 1, que se describen a continuación:

Mezclas con MK, y activador alcalino siendo el NaOH a 7 molar, 10 molar y 12 molar y el 30% de Na₂SiO, con curado inicial de 60° y a temperatura ambiente.

Teniendo la siguiente nomenclatura: 7M-CT, 7M-ST, 10M-CT, 10M-ST, 12M-CT, 12M-ST.



Resultados de resistencia a compresión 7M (NaOH)

Figura 11. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C por 24 horas.







Resultados de resistencia a compresión 10 M (NaOH)

Figura 12. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.



Resultados de resistencia a compresión 12 M (NaOH)

Figura 13. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.





8.3.2 Se diseñan las mezclas preliminares 2, que se describen a continuación:

Mezclas con MK, adición de hidróxido de calcio Ca(OH)₂ al 10% en volumen del cementante y activador alcalino siendo el NaOH a 7molar, 10 molar y 12 molar y el 30% de Na₂SiO, con curado inicial de 60° y a temperatura ambiente.



Resultados de resistencia a compresión 7M (NaOH)

Figura 14. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.



Resultados de resistencia a compresión 10M (NaOH)

Figura15. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.







Resultados de resistencia a compresión 12M (NaOH)

Figura 16. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.

8.3.3 Se diseñan las mezclas preliminares 3, que se describen a continuación:

Mezclas con MK, adición de hidróxido de calcio Ca(OH)₂ al 10% en volumen del cementante y activador alcalino siendo el NaOH a 7molar, el 30% de Na₂SiO, y adición de NaCl al 3.5% con curado inicial de 60° y a temperatura ambiente.



Resultados de resistencia a compresión 7M (NaOH)

Figura 17. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.





En las 3 mezclas de referencias, se hizo muy notorio el mejor comportamiento mecánico a la compresión de la molaridad de 7M de NaOH, tanto con la adición de CaOH y la adición de NaCl, por lo que de decidió trabajar únicamente con dicha molaridad, para realizar mezclas finales con diferentes tipos de adiciones.

8.3.4 Se diseñan las mezclas finales GP1, que se describen a continuación:

Mezclas con MK, adición de lodo fresco al 10%, adición de NaCl al 3.5%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 18. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.





8.3.5 Se diseñan las mezclas finales GP2, que se describen a continuación: Mezclas con adición de lodo fresco al 10%, adición de NaCl al 10%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 19. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.

8.3.6 Se diseñan las mezclas finales GP3, que se describen a continuación:

Mezclas con adición de lodo fresco al 7.5%, adición de NaCl al 3.5%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 20. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.





8.3.7 Se diseñan las mezclas finales GP4, que se describen a continuación:

Mezclas con adición de lodo fresco al 7.5%, adición de NaCl al 10%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 21. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.

8.3.8 Se diseñan las mezclas finales GP5, que se describen a continuación:

Mezclas con adición de lodo fresco al 5%, adición de NaCl al 3.5%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 22. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.





8.3.9 Se diseñan las mezclas finales GP6, que se describen a continuación:

Mezclas con adición de lodo fresco al 5%, adición de NaCl al 10%, molaridad óptima de 7M de NaOH y con temperatura de curado inicial a 60° y a temperatura ambiente.



Figura 23. Gráfico de resistencia a la compresión, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.



Figura 24. Espécimen después de la prueba de resistencia a compresión





8.4 Pruebas de Sortividad

Se realizaron pruebas de sortividad de acuerdo con la norma **NMX-C-529** para determinar el coeficiente de absorción capilar en Kg/m²min^{1/2}. La prueba se realizó a las 3 mezclas de referencia, con temperatura de curado y sin temperatura de curado. Así también, se seleccionaron los 2 geopolímeros finales que demostraron mejor comportamiento mecánico: GP5 y GP6. Dicha prueba se realizó a los 3 y 90 días de edad respectivamente.



Figura 25. Gráfico de la prueba de sortividad, siendo ST= Temperatura ambiente y CT= Con temperatura de curado inicial de 60°C.



Figura 26. Especímenes en prueba a sortividad





8.5 Fluorescencia de Rayos X



Figura 27. Mezclas vaciadas en moldes para pruebas microestructurales.

8.5.1 Prueba a 3 días

En la siguiente tabla se muestran los resultados del FRX de las mezclas de referencia de R1 Sin temperatura de curado inicial (R1 ST), R1 Con temperatura de curado inicial (R1 CT), R2 Sin temperatura de curado inicial (R2 ST), R2 Con temperatura de curado inicial (R2 CT), R3 Sin temperatura de curado inicial (R3 ST), R3 Con temperatura de curado inicial (R3 CT), GP5 Sin temperatura de curado inicial (GP5 ST), GP5 Con temperatura de curado inicial (GP5 CT), GP6 Sin temperatura de curado inicial (GP6 CT).





Mezclas de	Composición								
referencia	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	MnO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	TiO ₂
R1 ST (%)	55.04	22.43	10.78	5.13	2.76	1.25	1.06	0.57	0.22
R1 CT (%)	55.47	22.20	10.32	5.32	2.85	1.27	1.06	0.59	0.23
R2 ST (%)	51.62	20.78	9.77	11.33	2.70	1.20	1.09	0.57	0.21
R2 CT (%)	51.04	20.95	9.79	11.61	2.74	1.21	1.14	0.58	0.21
R3 ST (%)	51.17	20.56	9.79	11.62	2.81	1.26	0.99	0.58	0.22
R3 CT (%)	51.41	20.91	9.83	11.34	2.73	1.20	0.97	0.56	0.21
GP5 ST (%)	53.16	21.40	10.19	7.81	2.90	1.32	1.05	0.58	0.23
GP5 CT (%)	53.25	21.35	10.50	7.44	2.81	1.25	1.04	0.58	0.22
GP6 ST (%)	53.10	21.51	10.84	7.07	2.75	1.23	0.96	0.56	0.24
GP6 CT (%)	52.48	21.27	11.00	7.00	2.75	1.22	1.10	0.56	0.21

8.5.1.1 Mezclas de referencia

Tabla 4. Resultados FRX: 3 DÍAS

8.5.2 Prueba a 28 días

En la siguiente tabla se muestran los resultados del FRX de las mezclas de referencia de R1 Sin temperatura de curado inicial (R1 ST), R1 Con temperatura de curado inicial (R1 CT), R2 Sin temperatura de curado inicial (R2 ST), R2 Con temperatura de curado inicial (R2 CT), R3 Sin temperatura de curado inicial (R3 ST), R3 Con temperatura de curado inicial (R3 CT), GP5 Sin temperatura de curado inicial (GP5 ST), GP5 Con temperatura de curado inicial (GP5 CT), GP6 Sin temperatura de curado inicial (GP6 CT).





8.5.2.1 Mezclas de referencia

Mezclas de	Composición								
reterencia	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	MnO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	TiO ₂
R1 ST (%)	54.60	22.44	11.03	5.10	2.79	1.24	1.28	0.56	0.22
R1 CT (%)	55.50	22.18	10.51	5.24	2.81	1.26	1.20	0.58	0.22
R2 ST (%)	51.57	20.67	9.63	11.59	2.73	1.23	1.21	0.58	0.22
R2 CT (%)	50.56	20.64	9.41	11.57	2.93	1.32	1.02	0.56	0.22
R3 ST (%)	51.59	20.55	9.44	11.76	2.78	1.23	1.03	0.58	0.22
R3 CT (%)	51.09	21.27	10.41	10.97	2.57	1.13	0.95	0.56	0.20
GP5 ST (%)	52.66	21.74	10.73	7.44	2.80	1.25	1.03	0.57	0.22
GP5 CT (%)	53.38	21.39	10.44	7.46	2.84	1.28	0.96	0.58	0.21
GP6 ST (%)	52.84	21.63	10.53	7.47	2.78	1.28	0.98	0.56	0.22
GP6 CT (%)	53.27	21.68	10.24	7.28	2.80	1.25	0.90	0.57	0.22

Tabla 5. Resultados FRX 28 DÍAS

8.5.3 Prueba a 90 días

En la siguiente tabla se muestran los resultados del FRX de las mezclas de referencia de R1 Sin temperatura de curado inicial (R1 ST), R1 Con temperatura de curado inicial (R1 CT), R2 Sin temperatura de curado inicial (R2 ST), R2 Con temperatura de curado inicial (R2 CT), R3 Sin temperatura de curado inicial (R3 ST), R3 Con temperatura de curado inicial (R3 CT), GP5 Sin temperatura de curado inicial (GP5 ST), GP5 Con temperatura de curado inicial (GP5 CT), GP6 Sin temperatura de curado inicial (GP6 CT).





Mezclas de	Composición									
referencia	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	MnO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	K ₂ O	TiO ₂	
R1 ST (%)	55.50	22.81	10.14	5.21	2.74	1.19	0.86	0.55	0.22	
R1 CT (%)	55.18	22.12	10.24	5.55	2.97	1.32	1.06	0.59	0.23	
R2 ST (%)	51.12	20.97	10.57	10.99	2.74	1.14	1.03	0.54	0.20	
R2 CT (%)	51.49	21.34	10.00	10.94	2.56	1.13	1.00	0.55	0.21	
R3 ST (%)	51.00	20.93	9.99	11.41	2.70	1.17	0.96	0.56	0.21	
R3 CT (%)	50.61	21.32	10.49	10.98	2.56	1.14	0.96	0.55	0.20	
GP5 ST (%)	52.45	21.77	10.78	7.26	2.67	1.17	0.95	0.55	0.21	
GP5 CT (%)	53.09	21.43	10.68	7.24	2.61	1.16	0.84	0.55	0.21	
GP6 ST (%)	52.22	21.61	10.94	7.14	2.63	1.15	0.90	0.54	0.21	
GP6 CT (%)	52.77	21.50	10.10	7.36	2.78	1.22	0.78	0.57	0.22	

8.5.3.1 Mezclas de referencias

Tabla 6. Resultados FRX: 90 DÍAS





8.6 Microscopia Electrónica de Barrido

8.6.1 Prueba a 3 días



8.6.1.1 Mezcla de referencia 1: R1 Sin temperatura de curado inicial "R1 ST"

Figura 28. Micrografías SEM de la muestra R1 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R1 ST a 3 días no se encuentra homogenea en gran parte del analísis, además de la presencia de agujas que pudieran ser etringita, que pudieran desarrollar problemas de durabilidad posteriormente.





8.6.1.2 Mezcla de referencia 1: R1 Con temperatura de curado inicial "R1 CT"



Figura 29. Micrografías SEM de la muestra R1 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x. En las micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R1 CT a 3 días, aunque no se encuentra homogénea en gran parte del análisis, no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita. Las grietas aparentes, pudiera ser producto del quiebre de la muestra al momento de su extracción.





8.6.1.3 Mezcla de referencia 2: R2 Sin temperatura de curado inicial "R2 ST"



Figura 30. Micrografías SEM de la muestra R2 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R2 ST a 3 días, aunque no se encuentra homogénea en gran parte del análisis, no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita. Las grietas aparentes, pudiera ser producto del quiebre de la muestra al momento de su extracción.





8.6.1.4 Mezcla de referencia 2: R2 Con temperatura de curado inicial "R2 CT"



Figura 31. Micrografías SEM de la muestra R2 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x. En las micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R2 CT a 3 días, aunque no se encuentra homogénea en gran parte del análisis, no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita. Las grietas aparentes, pudiera ser producto del quiebre de la muestra al momento de su extracción.





8.6.1.5 Mezcla de referencia 3: R3 Sin temperatura de curado inicial "R3 ST"



Figura 32. Micrografías SEM de la muestra R3 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las

micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R3 ST a 3 días, aunque no se encuentra homogénea en gran parte del análisis, no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita. Las grietas aparentes, pudiera ser producto del quiebre de la muestra al momento de su extracción.





8.6.1.6 Mezcla de referencia 3: R3 Con temperatura de curado inicial "R3 CT"



Figura 33. Micrografías SEM de la muestra R3 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la pasta de referencia R3 CT a 3 días, aunque no se encuentra homogénea en gran parte del análisis, no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita. Las grietas aparentes, pudiera ser producto del quiebre de la muestra al momento de su extracción.





8.6.1.7 Geopolímero final: GP5 Sin temperatura de curado inicial "GP5 ST"





En las micrografías podemos determinar que el Geopolímero final GP5 ST a 3 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis, además no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita.





8.6.1.8 Geopolímero final: GP5 Con temperatura de curado inicial "GP5 CT"



Figura 35. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el Geopolímero final GP5 CT a 3 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis, donde también se puede distinguir la formación de algunos geles producto de la hidratación del cementante, además no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita.





8.6.1.9 Geopolímero final: GP6 Sin temperatura de curado inicial "GP6 ST"



Figura 36. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el Geopolímero final GP6 ST a 3 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis, además no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita.





8.6.1.10 Geopolímero final: GP6 Con temperatura de curado inicial "GP6 CT"



Figura 37. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT – 3 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el Geopolímero final GP6 CT a 3 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis, donde también se puede distinguir la formación de algunos geles producto de la hidratación del cementante, además no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita.





8.6.2 Prueba a 28 días



8.6.2.1 Mezcla de referencia 1: R1 Sin temperatura de curado inicial "R1 ST"

Figura 38. Micrografías SEM de la muestra R1 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia a 28 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 días, esto se debe al producto de hidratación del cementante, además no se encuentra la presencia de agujas que pudieran ser etringita.





8.6.2.2 Mezcla de referencia 1: R1 Con temperatura de curado inicial "R1 CT"



Figura 39. Micrografías SEM de la muestra R1 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia a 28 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 días, esto se debe al producto de hidratación del cementante, sin embargo, encontramos aparentemente una aguja en la zona de estudio que pudiera llegar a desarrollarse con mayor edad.





8.6.2.3 Mezcla de referencia 2: R2 Sin temperatura de curado inicial "R2 ST"



Figura 40. Micrografías SEM de la muestra R2 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia a 28 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 días, esto se debe al producto de hidratación del cementante.




8.6.2.4 Mezcla de referencia 2: R2 Con temperatura de curado inicial "R2 CT"



Figura 41. Micrografías SEM de la muestra R2 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x







8.6.2.5 Mezcla de referencia 3: R3 Sin temperatura de curado inicial "R3 ST"

Figura 42. Micrografías SEM de la muestra R3 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.





8.6.2.6 Mezcla de referencia 3: R3 Con temperatura de curado inicial "R3 CT"



Figura 43. Micrografías SEM de la muestra R3 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia a 28 días se encuentra aparentemente más homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 días, esto se debe al producto de hidratación del cementante, además se empieza a notar algunos de los posibles geles producto de esta misma hidratación.





8.6.2.7 Geopolímero final: GP5 Sin temperatura de curado inicial "GP5 ST"











8.6.2.8 Geopolímero final: GP5 Con temperatura de curado inicial "GP5 CT"

Figura 45. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.





8.6.2.9 Geopolímero final: GP6 Sin temperatura de curado inicial "GP6 ST



Figura 46. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.





8.6.2.10 Geopolímero final: GP6 Con temperatura de curado inicial "GP6 CT"



Figura 47. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT – 28 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.





8.6.3 Prueba a 90 días

8.6.3.1 Mezcla de referencia 1: R1 Sin temperatura de curado inicial "R1 ST"



Figura 48. Micrografías SEM de la muestra R1 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R1 ST a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días, además que encontramos la presencia de los geles, productos de la hidratación del cementante.







8.6.3.2 Mezcla de referencia 1: R1 Con temperatura de curado inicial "R1 CT"

Figura 49. Micrografías SEM de la muestra R1 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R1 CT a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días, además que encontramos la presencia de algunos geles producto de la hidratación del cementante, aunque en menor cantidad que en la muestra R1 ST – 90 días.





8.6.3.3 Mezcla de referencia 2: R2 Sin temperatura de curado inicial "R2 ST"



Figura 50. Micrografías SEM de la muestra R2 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R2 ST a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días.





8.6.3.4 Mezcla de referencia 2: R2 Con temperatura de curado inicial "R2 CT"



Figura 51. Micrografías SEM de la muestra R2 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R2 CT a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días, además que encontramos la presencia de algunos geles producto de la hidratación del cementante.





8.6.3.5 Mezcla de referencia 3: R3 Sin temperatura de curado inicial "R3 ST"



Figura 52. Micrografías SEM de la muestra R3 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R3 ST a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo, en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días.





8.6.3.6 Mezcla de referencia 3: R3 Con temperatura de curado inicial "R3 CT"



Figura 53. Micrografías SEM de la muestra R3 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que la mezcla de referencia R3 CT a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo, en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días.





8.6.2.7 Geopolímero final: GP5 Sin temperatura de curado inicial "GP5 ST"



Figura 54. Micrografías SEM de la muestra GP5 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el GP5 ST a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días, además que encontramos la presencia de los geles producto de la hidratación del cementante en casi la totalidad de la zona de estudio.





8.6.2.8 Geopolímero final: GP5 Con temperatura de curado inicial "GP5 CT"



Figura 55. Micrografías SEM de la muestra GP5 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el GP5 CT a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo, en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días.





8.6.2.9 Geopolímero final: GP6 Sin temperatura de curado inicial "GP6 ST"



Figura 56. Micrografías SEM de la muestra GP6 ST a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el GP6 ST a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo, en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días.





8.6.2.10 Geopolímero final: GP6 Con temperatura de curado inicial "GP6 CT"



Figura 57. Micrografías SEM de la muestra GP6 CT a 90 días, a)100x, b)500x, c)1000x, d)2000x.

En las micrografías podemos determinar que el GP6 CT a 90 días se encuentra aparentemente en su totalidad homogéneo, en gran parte de la zona del análisis a comparación del estudio a 3 y 28 días. Además, que encontramos la presencia de los geles producto de la hidratación del cementante.





8.7 Difracción de rayos X

Se realizaron pruebas de difracción de rayos X. La prueba se realizó a las 3 mezclas de referencia, con temperatura de curado. Así también, se seleccionaron los 2 geopolímeros finales que demostraron mejor comportamiento mecánico: GP5 y GP6. Dicha prueba se realizó a los 90 días de edad respectivamente.

Se demuestra que los Geopolímeros fueron hidratados correctamente las líneas de alita y belita tendieron a desaparecer para formar el principal producto de hidratación, el gel C-S-H, el cual se comporta amorfo, razón por la cual no se aprecia en el DRX.

Como se menciona en la literatura, las fases que presenta el GP es amorfa, sin embargo la formación del halo del MK en ambos sistemas, formado entre 20 – 30 el cual es producido por la activación alcalina que promueven la disolución y la posterior destrucción de la estructura del aluminosilicato dando lugar a los geles de reacción.



Figura 58. Difractograma de rayos X de R1, R2, R3, GP5 y GP6 con temperatura de curado





Posteriormente se realizaron pruebas de difracción de rayos X. La prueba se realizó a las 3 mezclas de referencia, sin temperatura de curado. Así también, se seleccionaron los 2 geopolímeros finales: GP5 y GP6. Dicha prueba se realizó a los 90 días de edad respectivamente.



Figura 59. Difractograma de rayos X de R1, R2, R3, GP5 y GP6 sin temperatura de curado





9. Conclusiones

9.1 Conclusiones Resistencia a compresión

Se puede observar que, en todas las mezclas finales, el comportamiento mecánico de 28 a 90 días es casi del mismo valor, lo que nos puede decir que la hidratación del cementante a los 28 días es casi al 100%.

Los mejores comportamientos mecánicos, se observaron en las mezclas GP5 en sus 2 modalidades de curado: a temperatura ambiente y con temperatura de curado inicial a 60°C por 24 horas, a diferencia de la mezcla GP6 que presenta de igual forma, buen comportamiento mecánico a la compresión, sin embargo no alcanza los mismos valores que la mezcla GP5, esto puede ser debido a que la adición del NaCl en la mezcla GP6 representa el 10% de la adición, en comparación a GP5 con el 3.5% únicamente.

La sobresaturación de elementos químicos en la matriz cementante, como lo son los lodos, el NaOH, el Na₂SiO₃, en una muy baja relación a/c, provoca que el disolvente, en este caso el agua, no sea capaz de hidratar a toda la matriz cementante, por lo que mayor adición del NaCl, nos disminuye la capacidad de la resistencia a la compresión.

9.2 Conclusiones prueba de sortividad

Los coeficientes de sortividad en las mezclas finales GP5 ST, GP5 CT, GP6 ST y GP6 CT, se observa que el menor coeficiente de absorción capilar en Kg/m²min^{1/2} lo tiene la mezcla GP5 ST, lo que se relaciona con la mejor resistencia a compresión de la mezcla tanto en los 3 días, como en los 90, siendo nulo el coeficiente de absorción capilar, lo que nos indica que la matriz cementante está completamente hidratada impidiendo el paso de nueva absorción.

9.3 Conclusiones en prueba de FRX

Las pruebas al cementante en 3, 28 y 90 días, demuestran el mayor contenido en % del SiO₂ y AI_2O_3 en las mezclas GP5 ST y GP5 CT, coincidiendo en la relación





de mejor comportamiento mecánico a la resistencia a la compresión y mas bajo coeficiente de absorción capilar. En efecto, también tiene un bajo % de CaO, a comparación de las otras mezclas de referencia, sin embargo esto se puede atribuir a que esta mezcla se diseñó con el menor porcentaje de lodo fresco que contribuye con la adición de CaOH, sin embargo, nos proporciona un buen comportamiento a las pruebas tanto mecánicas, como de absorción.

9.4 Conclusiones Microscopia Electrónica de Barrido

Las primeras mezclas preliminares, se observan en gran parte del análisis con poca homogeneidad lo que se asocia con baja relación de la hidratación del cementante, en su estudio a 3 días, observando incluso, agujas como etringita que conforme el desarrollo de la edad del cementante, pudiera desarrollar problemas de durabilidad.

La apariencia en este estudio, mejora con las mezclas preliminares a la edad de 28 días y 90 días, respectivamente, ya que la hidratación del cementante mejora, este comportamiento es mas notorio en la mezcla preliminar R2, mezcla que se usó de referencia para definir la moralidad a usar de NaOH, para el diseño de las mezclas finales.

El estudio en las mezclas GP5 y GP6 con temperatura de curado inicial de 60°C por 24 horas, tiene mayor formación de geles, desde el estudio a 3 días, ya que el curado inicial con temperatura a 60°C ayuda con la hidratación del cementante, reflejándose en la resistencia a compresión.

9.5 Conclusiones Difracción de Rayos X

Comparando los sistemas de difracción de los geopolímeros estudiados tanto de la temperatura de curado inicial, así como sin temperatura de curado, podemos observar que los geopolímeros siguen presentando algunas de las reflexiones propias de la caolinita y del cuarzo, dado a que son las fases menos reactivas del sistema.





9.6 Conclusiones generales

- 9.6.1 El material tuvo una incorporación de lodo rico en calcio como adición al activador alcalino, para así mejorar comportamientos microestructurales, mecánicos y durables del cementante. Los lodos de efluentes productos de los residuos industriales ricos en calcio, de los cuáles se tuvo un aprovechamiento de estos recursos y proponer una adición del activador alcalino al GP.
- 9.6.2 En el desarrollo de las mezclas preliminares 1, encontramos que un exceso de activador alcalino produce pastas viscosas, difíciles de ser colocada en molde y por siguiente creaba especímenes mal compactados con aire atrapado, disminuyendo la resistencia a la compresión.
- 9.6.3 Por su parte, se realizaron pruebas preliminares 2, en donde sólo se modificó el uso de estos lodos por Ca(OH)₂, para verificar el comportamiento microestructural de las mezclas, verificándolo en pruebas de resistencia a la compresión. De esto, pudimos comprobar que el resultado de las resistencias a compresión incluyendo el Ca(OH)₂, nos ayuda a bajar la molaridad del activador alcalino, y poder utilizar especimenes sin temperatura de curado inicial.
- 9.6.4 Por lo cuál, en el desarrollo de las pruebas preliminares 3, con la adición de Ca(OH)2 y NaCl, se decidió usar la molaridad de NaOH a 7M. Sin embargo, el proceso de mezclado se dificultó cuando la molaridad bajaba, esto lo podemos adjudicar a la falta de OH para la disolución del precursor.
- 9.6.5 La adición de sílice soluble aportado por el Na₂SiO₃, incrementó la resistencia a la compresión; facilitando la formación de enlaces Si-O-Si en el geopolímero. Siendo que los enlaces de Si-O-Si son más fuertes que los enlaces de Si-O-Al.
- 9.6.6 El OH- en el activador alcalino es el encargado de disolver los enlaces Si-O-Al del precursor. Por lo que se puede decir que los hidróxidos





presentes en el NaOH son esenciales para la disolución de los enlaces de Al y Si en el precursor.

- 9.6.7 Con el desarrollo de las resistencias de las prubas preliminares 3, se decidió que la molaridad óptima para el desarrollo de esta investigación es 7M, por lo cuál, las mezclas de geopolímeros finales, se decidieron trabajar con dicha molaridad y diferentes porcentajes de lodo fresco, ya que por trabajos anteriores, se demostró un mejor comportamiento mecánico de dicho lodo, debido a que este material no está tan carbonatado, como el lodo almacenado.
- 9.6.8 Tras el análisis del cementante geopolimérico desarrollado, se determina la ventaja de adicionar el lodo efluente como una fuente de calcio al activador alcalino en cementantes geopolimericos, ya que aunque el proceso de curado inicial con temperatura de 60°C en un horno, nos ayuda con el rápido desarrollo de resistencia, teniendo el 86% de la resistencia a los 3 días, a comparación de los especímenes, que son curados a temperatura ambiente, que solo proporcionan el 52% de su resistencia final a los 3 días.
- 9.6.9 En la aplicación de concretos geopoliméricos con temperatura de curado es recomendable cuando se tiene proyectado el uso para elementos prefabricados, que necesitan un rápido desarrollo de resistencia, como lo son trabes, columnas, pilotes, sobre todo que están expuestas a agentes salinos, como lo son en zonas costeras. El desarrollo de dichos elementos es una realidad ya como lo es en Miami, y las Islas del Caribe.
- 9.6.10 En México, aún no contamos con la infraestructura suficiente para el desarrollo de cámaras de curado como las que se utilizan en los países mencionados, fue por ello, que el trabajo de esta investigación, se pensó en un material que pudiera ayudar al desarrollo de dicha resistencia sin tener la necesidad de utilizar una cámara de curado, aún a nivel laboratorio, lo que nos facilita su replica en diferentes aplicaciones, en cualquier lugar y proyecto.







Figura 60. Especímenes con curado inicial en horno a 60°C por 24 hrs.



Figura 61. Parte del almacenamiento de especímenes para pruebas de sortividad y de microestructura.



Figura 62. Varillas polímericas, para proyectos con geopolímeros en la Universidad de Miami, EEUU.





10 Bibliografía

- ... L. H.-E. of B. and their P. in, & 2017, undefined. (n.d.). Nanostructured ceramics. *Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081006030000018
- (1) (PDF) Alkali Activated Eco-friendly Metakaolin/Slag Geopolymer Building Bricks. (n.d.). Retrieved May 30, 2024, from https://www.researchgate.net/publication/292564528_Alkali_Activated_Ecofriendly_MetakaolinSlag_Geopolymer_Building_Bricks
- Arellano-Aguilar, R., Materials, O. B.-D.-... and B., & 2014, undefined. (n.d.). Geopolymer mortars based on a low grade metakaolin: Effects of the chemical composition, temperature and aggregate: binder ratio. *ElsevierR Arellano-Aguilar, O Burciaga-Diaz, A Gorokhovsky, JI Escalante-GarcíaConstruction and Building Materials, 2014*•*Elsevier.* Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813009392
- Askarian, M., Tao, Z., Samali, B., ... G. A.-C. and B., & 2019, undefined. (2019a). Mix composition and characterisation of one-part geopolymers with different activators. *ElsevierM Askarian, Z Tao, B Samali, G Adam, R ShuaibuConstruction and Building Materials, 2019*•*Elsevier.* https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.083
- Askarian, M., Tao, Z., Samali, B., ... G. A.-C. and B., & 2019, undefined. (2019b). Mix composition and characterisation of one-part geopolymers with different activators. *ElsevierM Askarian, Z Tao, B Samali, G Adam, R ShuaibuConstruction and Building Materials, 2019*•*Elsevier.* https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.083
- C109/C109M Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). (n.d.). Retrieved May 30, 2024, from https://www.astm.org/c0109_c0109m-16.html
- Comparative analysis of Kaolin from different sources for the production of metakaolin | DIGITAL.CSIC. (n.d.). Retrieved May 30, 2024, from https://digital.csic.es/handle/10261/258313
- Cong, P., & Cheng, Y. (2021). Advances in geopolymer materials: A comprehensive review. *Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition)*, *8*(3), 283–314. https://doi.org/10.1016/J.JTTE.2021.03.004
- Cong, P., Engineering, Y. C.-J. of T. and T., & 2021, undefined. (n.d.). Advances in geopolymer materials: A comprehensive review. *ElsevierP Cong, Y ChengJournal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition),* 2021•Elsevier. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2095756421000441
- Designation: C125 15a Concrete and Concrete Aggregates 1. (n.d.). https://doi.org/10.1520/C0125-15A
- Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J. L., Lukey, G. C., Palomo, A., & Van Deventer, J. S. J. (2007). Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, 42(9), 2917–2933. https://doi.org/10.1007/S10853-006-0637-Z
- Duxson, P., Provis, J., ... G. L. and concrete, & 2007, undefined. (2007). The role of inorganic polymer technology in the development of "green concrete." *ElsevierP Duxson, JL Provis, GC Lukey, JSJ Van Deventercement and*





Concrete Research, 2007•Elsevier. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.018

Garcia-Lodeiro, I., ... A. P.-H. of alkali, & 2015, undefined. (n.d.). An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. *Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781782422761500022

- Gharzouni, A., Joussein, E., Samet, B., Baklouti, S., & Rossignol, S. (2015). Effect of the reactivity of alkaline solution and metakaolin on geopolymer formation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 410, 127–134. https://doi.org/10.1016/J.JNONCRYSOL.2014.12.021
- Heah, C. Y., Kamarudin, H., Al Bakri, A. M. M., Bnhussain, M., Luqman, M., Khairul Nizar, I., Ruzaidi, C. M., & Liew, Y. M. (2013). Kaolin-based geopolymers with various NaOH concentrations. SpringerCY Heah, H Kamarudin, AM Mustafa Al Bakri, M Bnhussain, M Luqman, I Khairul NizarInternational Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2013•Springer, 20(3), 313–322. https://doi.org/10.1007/s12613-013-0729-0
- Huseien, G. F., Mirza, J., Ghoshal, S. K., Fahim Huseien, G., Ismail, M., Ghoshal, S. K., Hussein, A. A., & Bahru, J. (2017). Geopolymer mortars as sustainable repair material: A comprehensive review. *ElsevierGF Huseien, J Mirza, M Ismail, SK Ghoshal, AA HusseinRenewable and Sustainable Energy Reviews, 2017*•*Elsevier*. https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.05.076
- *IMCYC* | *Instituto Mexicano del Čemento y del Concreto A.C.* (n.d.). Retrieved May 30, 2024, from https://www.imcyc.com/
- Institute, J. D.-A. review. G., papers, T., & 2013, undefined. (2013). Geopolymer cement. *Researchgate.NetJ DavidovitsA Review. Geopolymer Institute, Technical Papers, 2013*•*researchgate.Net.*
 - https://www.researchgate.net/profile/Joseph-
 - Davidovits/publication/306946529_Geopolymer_Cement_a_review_2013/links /5bf2cb7c299bf1124fde4512/Geopolymer-Cement-a-review-2013.pdf
- Juenger, M., Winnefeld, F., ... J. P.-C. and concrete, & 2011, undefined. (2010). Advances in alternative cementitious binders. *ElsevierMCG Juenger, F Winnefeld, JL Provis, JH IdekerCement and Concrete Research,* 2011•Elsevier. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.11.012
- Kosmatka, S. H., Kerkhoff, B., & Panarese, W. C. (2002). *Design and Control of Concrete Mixtures FOURTEENTH EDITION*. www.cement.org
- Krivenko, P., Cao, H., ... L. W.-H. P., & 2016, undefined. (n.d.). High-performance alkali-activated cement concretes for marine engineering applications. *Books.Google.Com.* Retrieved May 29, 2024, from https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=PXaQDwAAQBAJ&oi=fnd& pg=PA163&dq=Krivenko+,+P.,+Cao,+H.,+Weng,+L.,+%26+Petropavlovskii,+ O.+(2016).+High-Performance+Alkali-Activated+Cement+Concretes+for+marine+Engineering+Applicaions,+in:+S.+

Yilmaz,+H.B.+Ozmen+(Eds.).+High+perform.+concr.+technol.+Appl.+InTech. +&ots=ANIPcBHPeu&sig=JiCjZHNmfpRDJo4kAo3Lezgprxg

Kuenzel, C., Vandeperre, L. J., Donatello, S., Boccaccini, A. R., Cheeseman, C., & Torroja, E. (2012). Ambient temperature drying shrinkage and cracking in metakaolin-based geopolymers. *Wiley Online LibraryC Kuenzel, LJ*





Vandeperre, S Donatello, AR Boccaccini, C CheesemanJournal of the American Ceramic Society, 2012•Wiley Online Library, 95(10), 3270–3277. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2012.05380.x

- Lee, N., Khalid, H., Materials, H. L.-M. and M., & 2016, undefined. (n.d.). Synthesis of mesoporous geopolymers containing zeolite phases by a hydrothermal treatment. *ElsevierNK Lee, HR Khalid, HK LeeMicroporous and Mesoporous Materials, 2016*•*Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1387181116301081
- Li, C., Sun, H., & Li, L. (2010). A review: The comparison between alkali-activated slag (Si + Ca) and metakaolin (Si + Al) cements. *Cement and Concrete Research*, *40*(9), 1341–1349. https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2010.03.020
- Li, C., Sun, H., research, L. L.-C. and concrete, & 2010, undefined. (2010). A review: The comparison between alkali-activated slag (Si+ Ca) and metakaolin (Si+ Al) cements. *ElsevierC Li, H Sun, L LiCement and Concrete Research, 2010*•*Elsevier.* https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.03.020
- Liew, Y., Heah, C., Science, H. K.-P. in M., & 2016, undefined. (n.d.-a). Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review. *ElsevierYM Liew, CY Heah, H KamarudinProgress in Materials Science, 2016*•*Elsevier.* Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642516300470

Liew, Y., Heah, C., Science, H. K.-P. in M., & 2016, undefined. (n.d.-b). Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review. *ElsevierYM Liew, CY Heah, H KamarudinProgress in Materials Science, 2016*•*Elsevier.* Retrieved May 30, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642516300470

- Lyon, R. E., Balaguru, P. N., Foden, A., Sorathia, U., Davidovits, J., & Davidovics, M. (1997). Fire-resistant aluminosilicate composites. *Wiley Online LibraryRE Lyon, PN Balaguru, A Foden, U Sorathia, J Davidovits, M DavidovicsFire and Materials, 1997•Wiley Online Library, 21*, 67–73. https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-1018(199703)21:2<67::AID-FAM596>3.0.CO:2-N
- Marel, H. Van der, & Beutelspacher, H. (1976). Atlas of infrared spectroscopy of clay minerals and their admixtures.

https://www.cabdirect.org/cabdirect/abstract/19791951827

- Materials, A. R.-C. and B., & 2013, undefined. (n.d.). Alkali-activated metakaolin: A short guide for civil Engineer–An overview. *ElsevierAM RashadConstruction and Building Materials, 2013*•*Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061812009877
- Moseson, A., Moseson, D., Concrete, M. B.-C. and, & 2012, undefined. (n.d.). High volume limestone alkali-activated cement developed by design of experiment. *ElsevierAJ Moseson, DE Moseson, MW BarsoumCement and Concrete Composites, 2012*•*Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946511002058
- Nath, P., Composites, P. S.-C. and C., & 2015, undefined. (n.d.). Use of OPC to improve setting and early strength properties of low calcium fly ash geopolymer concrete cured at room temperature. *ElsevierP Nath, PK*





SarkerCement and Concrete Composites, 2015•Elsevier. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.08.008

Provis, J. L., & Van Deventer, J. S. J. (2009). *Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications*. https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=NgijAgAAQBAJ&oi=fnd&pg

nttps://books.google.com.mx/books?nl=es&lr=&id=NqijAgAAQBAJ&ol=fnd&pg =PP1&dq=Provis,+J.,+Van+Deventer,+J.+(2009),+%22Geopolymers:+structur e,+processing+properties+and+industrial+applications%22.+(Sawston,+Camb ridge+UK:+Woodhead+Publishing+Ltd).,+p.+441&ots=e3j8frklu&sig=8vKgSGhBpP-qxpDN86kzCrCxAal

Provis, J., Palomo, A., Research, C. S.-C. and C., & 2015, undefined. (n.d.). Advances in understanding alkali-activated materials. *Elsevier*. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.013

Ramujee, K., proceedings, M. P.-M. today:, & 2017, undefined. (n.d.). Mechanical properties of geopolymer concrete composites. *ElsevierK Ramujee, M PothaRajuMaterials Today: Proceedings, 2017•Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785317303760

Ranjbar, N., Kuenzel, C., ... J. S.-C. and C., & 2020, undefined. (n.d.). Hardening evolution of geopolymers from setting to equilibrium: A review. *ElsevierN Ranjbar, C Kuenzel, J Spangenberg, M MehraliCement and Concrete Composites, 2020-Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946520302353

Ranjbar, N., Kuenzel, C., Spangenberg, J., & Mehrali, M. (2020). Hardening evolution of geopolymers from setting to equilibrium: A review. *Cement and Concrete Composites*, *114*, 103729.

https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2020.103729

research, J. P.-C. and concrete, & 2018, undefined. (n.d.). Alkali-activated materials. *Elsevier*. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.009

Rivera, J., ... J. M.-R. de, & 2014, undefined. (n.d.). Hybrid cement based on the alkali activation of by-products of coal. *Publicaciones.Revistasteiniana.Uc.Cl.* Retrieved May 30, 2024, from

http://publicaciones.revistasteiniana.uc.cl/index.php/RDLC/article/view/13536

- Sabir, B., Wild, S., composites, J. B.-C. and concrete, & 2001, undefined. (2001). Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review. *ElsevierBB Sabir, S Wild, J BaiCement and Concrete Composites, 2001•Elsevier.* https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00092-5
- Sakulich, A., Anderson, E., Materials, C. S.-... and B., & 2009, undefined. (n.d.). Mechanical and microstructural characterization of an alkali-activated slag/limestone fine aggregate concrete. *ElsevierAR Sakulich, E Anderson, C Schauer, MW BarsoumConstruction and Building Materials, 2009*•*Elsevier.* Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061809000622

Silva, P. De, Research, K. S.-C.-C. and C., & 2008, undefined. (n.d.). Medium-term phase stability of Na2O–Al2O3–SiO2–H2O geopolymer systems. *ElsevierP De Silva, K Sagoe-CrenstilCement and Concrete Research, 2008•Elsevier.* Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884607002785





Singh, B., Ishwarya, G., ... M. G.-C. and building, & 2015, undefined. (n.d.). Geopolymer concrete: A review of some recent developments. *ElsevierB Singh, G Ishwarya, M Gupta, SK BhattacharyyaConstruction and Building Materials, 2015•Elsevier.* Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815002834 Singh, B., Ishwarya, G., Gupta, M., & Bhattacharyya, S. K. (2015). Geopolymer

concrete: A review of some recent developments. *Construction and Building Materials*, *85*, 78–90. https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2015.03.036

Steveson, M., & Sagoe-Crentsil, K. (2005). Relationships between composition, structure and strength of inorganic polymers : PPPPart I Metakaolin-derived inorganic polymers. *Journal of Materials Science*, 40(8), 2023–2036. https://doi.org/10.1007/S10853-005-1226-2

Sudagar, A., Andrejkovičová, S., Patinha, C., Velosa, A., Mcadam, A., Ferreira Da Silva, E., & Rocha, F. (2017). A novel study on the influence of cork waste residue on metakaolin-zeolite based geopolymers. *ElsevierA Sudagar, S Andrejkovičová, C Patinha, A Velosa, A McAdam, EF Da Silva, F RochaApplied Clay Science, 2018*•*Elsevier.* https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.11.013

Tchadjie, L. N., & Ekolu, S. O. (2018). Enhancing the reactivity of aluminosilicate materials toward geopolymer synthesis. *Journal of Materials Science*, *53*(7), 4709–4733. https://doi.org/10.1007/S10853-017-1907-7

Torres, J., Gutiérrez, R. de, ... R. C.-... de M. y, & 2011, undefined. (n.d.). Análisis comparativo de caolines de diferentes fuentes para la producción de metacaolín. Ve.Scielo.OrgJ Torres, RM de Gutiérrez, R Castelló, C VizcaynoRevista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 2011•ve.Scielo.Org. Retrieved May 29, 2024, from http://ve.scielo.org/scielo.php?pid=S0255-69522011000100006&script=sci_arttext

- Torres-Carrasco, M., construcción, F. P.-R. ingeniería de, & 2017, undefined. (n.d.). La activación alcalina de diferentes aluminosilicatos como una alternativa al Cemento Portland: cementos activados alcalinamente o geopolímeros. SciELO ChileM Torres-Carrasco, F PuertasRevista Ingeniería de Construcción, 2017•SciELO Chile. Retrieved May 29, 2024, from https://www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-50732017000200001&script=sci arttext&tlng=pt
- Xu, H., processing, J. V. D.-I. journal of mineral, & 2000, undefined. (n.d.). The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301751699000745

Yip, C., Lukey, G., ... J. P.-C. and C., & 2008, undefined. (n.d.). Effect of calcium silicate sources on geopolymerisation. *ElsevierCK Yip, GC Lukey, JL Provis, JSJ Van DeventerCement and Concrete Research, 2008-Elsevier*. Retrieved May 29, 2024, from

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884607002840

Zhang, F., Zhang, L., Liu, M., Mu, C., Liang, Y., International, X. H.-C., & 2017, undefined. (n.d.). Role of alkali cation in compressive strength of metakaolin based geopolymers. *ElsevierF Zhang, L Zhang, M Liu, C Mu, YN Liang, X*





HuCeramics International, 2017•Elsevier. Retrieved May 29, 2024, from https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884216322787
Zuhua, Z., Xiao, Y., Huajun, Z., science, C. Y.-A. clay, & 2009, undefined. (2008). Role of water in the synthesis of calcined kaolin-based geopolymer. ElsevierZ Zuhua, Y Xiao, Z Huajun, C YueApplied Clay Science, 2009•Elsevier. https://doi.org/10.1016/j.clay.2008.09.003