

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**



**Activación de Sistemas Binarios y Ternarios Base Cemento  
Portland con Residuos Agro-Industriales**

Por:

**JOSÉ FRANCISCO RAMOS LARA**

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

**Diciembre, 2015**

## DEDICATORIA

Primeramente agradezco y dedico este trabajo de investigación a mis padres el Sr. JOSE MARÍA RAMOS ARMENDARÍZ y la Sra. FRANCISA LARA TORRES por haberme inculcado grandes valores y quienes siempre me han dado todo el apoyo, cariño, comprensión y la libertad de tomar mis decisiones. Gracias a Dios por haberme dado la oportunidad de continuar con estos estudios de post grado y rodearme de personas trabajadoras, honradas y de gran calidad humana. A mi hermana Gaby, a las pequeñas Regina y Rebeca así como a Israel M. por ser parte de esta gran familia y tenerme presente día a día y contar con todo su apoyo, consejos y demás, infinitas gracias. A mi presente A.V. por su incondicional apoyo y comprensión.

Dedicación, admiración y el agradecido infinitamente hacia el Dr. RODRIGO GONZALEZ por haber aceptado el reto y de asignarme este proyecto así como todo su apoyo, consejos, comentarios y respaldo en todo momento dentro y fuera de la Institución y además de todas las enseñanzas que aprendí en este ciclo y por ser parte de mi formación profesional, es un gran ejemplo en lo personal. De igual manera a mis compañeros y amigos de los cuales me llevo muchos recuerdos, historias y demás.

Agradecimientos hacia:

La UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL E INSTITUTO DE INGENIERÍA CIVIL

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

FACULTAD DE CIENCIAS FISICO-MATEMATICAS

A todos mis profesores de este ciclo de post grado. A cada uno de los Departamentos dentro del Instituto de Ingeniería Civil que me brindaron su apoyo.

A mis amigos que siempre he contado con su apoyo, respaldo y tiempo y con quienes he compartido infinidad de historias y he aprendido bastante a su lado

A cada uno de los que se toman el tiempo de leer este trabajo de investigación que se realizó con mucho trabajo, dedicación, esfuerzo, entre dificultades y demás.

# ÍNDICE

<b>Capítulo 1. Introducción .....</b>	<b>1</b>
1.1 Introducción.....	1
1.2 Planteamiento del Problema .....	3
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Objetivo General .....	5
1.5 Objetivos Específicos.....	5
1.6 Justificación.....	5
<b>Capítulo 2. Marco Teórico.....</b>	<b>8</b>
2.1 Introducción a la hidratación del Cemento Portland.....	8
2.2 El Cemento .....	9
2.2.1 Cemento Portland .....	10
2.2.2 Tipos de Cemento Portland .....	11
2.2.3 Cementos Compuestos .....	13
2.3 Pasta de Cemento .....	14
2.4 Materiales Cementantes Suplementarios (SCM).....	15
2.5 Materiales con Carácter Puzolánico .....	19
2.6 Materiales de Carácter Hidráulico .....	20
2.6.1 Características de Las Cenizas Volantes, Aplicaciones en Cementos y Concretos .....	22
2.7 Sustentabilidad en La Industria del Cemento y del Concreto.....	23
<b>Capítulo 3. Antecedentes.....</b>	<b>24</b>
3.1 La Agro-industria.....	24
3.2 Bio Residuos.....	25
3.3 Utilización de Residuos Agro Industriales.....	26
3.4 La Biomasa .....	27
3.4.1 Producción de Bioenergía .....	28
3.4.2 Desechos de los Desechos: El Residuo de la Quema de la Biomasa una Alternativa de uso como Material de Construcción .....	30
3.5 Agave Salmiana .....	33
3.5.1 Producción de AS en México.....	34

3.5.2 El Bagazo de Agave y su Residuo, Aplicaciones y Tendencias Futuras .....	36
3.6 Uso de Materiales Cementantes Suplementarios .....	38
3.7 Uso, Aplicaciones y Antecedentes de la Ceniza Volante .....	40
3.8 Biomasa, Aplicaciones y Derivados .....	43
<b>Capítulo 4. Metodología Experimental .....</b>	<b>46</b>
4.1 Introducción .....	46
4.2 Etapa I. Caracterización de Materiales .....	49
4.3 Etapa II. Evaluación del Potencial Desarrollo de Resistencia Mecánica .....	64
4.3.1 Procedimiento de Mezclado en Morteros .....	64
4.3.2 Llenado de Morteros Base Cemento Portland con Ceniza de AS .....	66
4.3.3 Ensaye a La Compresión de Morteros Base Cemento Portland con Cenizas de AS ...	68
4.4 Etapa III. Evaluación del Desempeño Mecánico y Análisis Microestructural del Desarrollo Experimental en Pastas Base Cemento Portland con Sustitución de CV y CBA.....	70
4.4.1 Calorimetría Semi-adiabática en Pastas con Sistemas Binarios y Ternarios Base Cemento Portland.....	71
4.4.2 Evaluación de La Resistencia a La Compresión en Sistemas Binarios y ternarios Base Cemento Portland.....	72
4.4.3 Caracterización de Pastas de Cemento Binarias y ternarias.....	77
<b>Capítulo 5. Discusión de resultados .....</b>	<b>81</b>
5.1 Introducción .....	81
5.2 Caracterización de Materiales .....	81
5.3 Etapa I. Caracterización de AS.....	81
5.4 Etapa II. Comparativa del Desarrollo Mecánico en Morteros .....	90
5.5 Etapa III. Caracterización de Pastas de Cemento.....	95
5.5.1 Pastas de Cemento con sustitución de CBA y análisis de Difracción de Rayos X.....	98
5.5.2 Pastas de Cemento con sustitución de CBA y análisis Termo Gravimétrico.....	109
5.5.3 Pastas de Cemento Hidratadas a 28 días, evidencia mediante SEM/EDS .....	119
<b>Capítulo 6. Conclusiones y recomendaciones.....</b>	<b>131</b>
6.1 Conclusión general.....	131
6.2 Conclusiones Etapa I. Determinar el efecto sobre la composición química, estructura y morfología de la temperatura de quemado en la descomposición de residuos de AS.....	131

6.3 Conclusiones Etapa II. Determinar el potencial de reacción de las cenizas de agave previamente calcinadas en sistemas binarios (Índice de la Actividad en la Resistencia) y ternarios mediante Calorimetría semiadiabática. ....	132
6.4 Conclusiones Etapa III. Determinar la mejor combinación en desempeño mecánico de los sistemas binarios y ternarios en base a la temperatura de quemado, composición química, mineralógica y morfológica. Evaluar la microestructura desarrollada en pastas base cemento Portland en sistemas binarios y ternarios mediante técnicas de DRX, SEM/EDS y TGA/DTA. ....	132
6.5 Recomendaciones .....	133
<b>Bibliografía .....</b>	<b>134</b>
<b>Lista de Tablas .....</b>	<b>143</b>
<b>Lista de Figuras.....</b>	<b>144</b>

# Capítulo 1. Introducción

## 1.1 Introducción

La infraestructura en cualquier parte del mundo es necesaria para tener una buena calidad de vida, desarrollo justo y crecimiento económico para la sociedad. El tener vías rápidas de comunicación, centros de negocios, edificios, áreas de recreación familiar y la necesidad de salvaguardar la integridad física bajo las condiciones ambientales extremas, es una tarea que compete al desempeño de los elementos constructivos de concreto. Anteriormente eran pocas o nulas las especificaciones del concreto respecto a su durabilidad, hoy en día con las nuevas tecnologías es posible observar los problemas prematuros y de largo alcance a causa del deterioro dentro de una matriz cementante. Por ello, se exige protección y mantenimiento a las estructuras de concreto.

La importancia de tomar en cuenta los aspectos de durabilidad comenzó desde la década de 1960 con la implementación del concreto de alto desempeño (HPC por sus siglas en inglés High-Performance Concrete). En los años setenta surgieron los aditivos superplastificantes, y a partir de ese momento y hasta nuestros días se ha presentado una revolución en la fabricación de materiales para construcción. Además los aditivos minerales, naturales e industrializados -provenientes comúnmente de subproductos y/o residuos agro-industriales- se pueden utilizar para fabricar concretos con mejores desempeños, basados en su resistencia mecánica, densidad, durabilidad, y amigables con el medio ambiente. Estos cambios tenían, en su inicio, un enfoque hacia la resistencia y actualmente hacia los conceptos de sustentabilidad y durabilidad. Este último enfoque representa un desafío, debido al reciente uso de materiales reemplazantes de los cementos que desarrollan características que se desvían del desempeño regular de los mismos, lo que puede provocar fallas prematuras no contempladas. Hoy en día, estas debilidades se han ido superando, con los estudios exhaustivos sobre fibras, agregados ligeros, aditivos químicos y minerales. Sin embargo, la problemática no está resuelta completamente y será necesario seguir realizando más estudios que contemplen estos cambios.

Con la creciente demanda actual del concreto, así como el constante aumento de la producción de cemento portland, es necesario implementar medidas que puedan atenuar la contribución de las emisiones por la fabricación del cemento. Para atender los problemas de contaminación originados en los procesos de producción del cemento, las normativas internacionales discuten cuatro maneras tecnológicas para reducir el CO<sub>2</sub> emitido por la industria cementera-concretera. Estos mecanismos contemplan lo siguiente: **i)** un cambio en el tipo de combustible, por alguno con menor contenido de carbono, como el carbón por gas natural; **ii)** adición de un proceso de absorción químico que capture el CO<sub>2</sub>; **iii)** cambiar el proceso de fabricación del Clinker; **iv)** añadir grandes cantidades de materiales cementantes suplementarios (SCM), como cenizas volantes de carbón, humo de sílice, o escorias granuladas de alto horno. De estas 4 tecnologías, la última es la más viable, ya que al usar SMC el cemento se vuelve más económico, además de sus ventajas medioambientales, como la conservación de los recursos naturales y el reúso a nivel industrial de subproductos. Actualmente, la industria de la construcción emplea subproductos como los ya mencionados y algunos de ellos tienen una mayor ventaja respecto a la reducción de gases de efecto invernadero, como el uso de residuos de biomasa, debido a que el CO<sub>2</sub> es una conversión natural gracias a la capacidad de renovación de la biomasa. Alrededor del mundo se han llevado a cabo constantes investigaciones para mejorar el desempeño de la biomasa en lugar de combustibles fósiles para la conversión de energía [1]. El crecimiento global de biomasa se estima alrededor de 112 y 220 mil millones de toneladas por año [2]. Sin embargo, la producción mundial anual de biomasa con potencial energético es estimada en cerca de 3 mil millones de toneladas para residuos forestales; 1.1 a 3.1 mil millones de toneladas para residuos de agricultura; y cerca de 1.1 mil millones de toneladas para desechos sólidos municipales [3].

La biomasa actualmente aporta entre el 5% y el 8% de los suministros mundiales de energía como el calor, electricidad y combustibles para el transporte. Se estima que para el año 2050, el 33-50% del consumo actual de energía primaria en el mundo podría corresponder a la biomasa [3]. Aproximadamente 475 millones de toneladas de ceniza de biomasa (CB) se podrían generar en todo el mundo anualmente, si la biomasa quemada se supone que es de 7 mil millones de toneladas, y un 6.8% es residuo de cenizas en estado seco. Entonces, esta cantidad podría ser comparable a la de las cenizas de carbón, con una producción anual actual de 780 millones. Como se puede observar, es una gran cantidad de material a la que se le puede sacar provecho, tanto para la reducción de energía en los procesos de fabricación de cemento, como la cantidad de cenizas generadas a partir de biomasa y carbón.

En este proyecto de investigación se buscará desarrollar una metodología para evaluar los residuos derivados de la quema directa de biomasa de bagazo del Agave Salmiana (AS) y establecer el efecto de la exposición a diferentes temperaturas sobre las características de las cenizas de biomasa del agave, (CBA). Posteriormente, se explorará la incorporación en una matriz cementante binaria y/o ternaria, realizando una caracterización rigurosa del proceso de quema y los mecanismos de interacción matriz cementante y CBA.

## **1.2 Planteamiento del Problema**

La producción y consumo de alimentos es una de las características que define el progreso y supervivencia de la sociedad. Las prácticas políticas de pagar a los agricultores para disminuir la producción de alimentos de consumo básico, no son rentables y atentan contra el progreso; encareciendo los mismos y disminuyendo el potencial del uso total del ciclo de estos productos. Actualmente, la revolución energética ha dirigido sus necesidades a que los agricultores trasladen la venta de sus productos del mercado de alimentos a la industria bioenergética, con la finalidad de obtener biocombustibles. Estas prácticas repercuten de una manera paradigmática, por un lado la sustitución de los combustibles fósiles por fuentes renovables y en otro, la escasez y encarecimiento de los alimentos básicos. Es por ello, que los métodos por los cuales el mundo trabaja, deben cambiar: trasladarse a un sistema con un nuevo enfoque, buscar nuevas ideas y emplear diferentes técnicas. Una de las soluciones es un sistema social basado en el aprovechamiento de los estudios científicos, que permita la gestión de los recursos naturales del planeta y poco a poco cambie el sistema y la tecnología actual a otro que proporcione una alta calidad de vida a cada individuo; conectando la humanidad con la naturaleza mediante la eliminación de costumbres nocivas como el uso de combustibles fósiles o el desperdicio de recursos. En este contexto, la flora que no está contemplada dentro del ciclo del consumo humano básico debiera ser explotada como una alternativa a la producción de combustibles. Un ejemplo de ello son las plantas con sistema Metabólico Ácido de las Crasuláceas (CAM) que pueden generar poder energético. Entre las plantas que destaca y reúne este requisito de no quitar cultivo ni consumo humano y además tiene características de generación de energía, es la planta de AS.

En este trabajo de investigación se pretende estudiar el uso de residuos agroindustriales en mezclas binarias y mezclas ternarias base cemento Portland y la activación mediante la incorporación de residuos de la agroindustria. La

razón por la que se enfoca la atención a estos residuos es simple: estos desechos de los que dispondremos en el estudio, son derivados del uso de la planta AS en diferentes actividades como producción de bebidas alcohólicas, generación de energía limpia entre otras. Por lo cual se aprovechan las tierras áridas y semiáridas principalmente para su producción y no quita terreno a plantas que sirven como alimento humano, como ya se mencionó. Incluso se podría mejorar el subsuelo donde crece esta planta, que inclusive pudiese aliviar el problema de la desertificación.

Por otro lado, aunado a la generación de energía, se podrá adelantar el aumento en la cantidad de este residuo y sus derivados. Simulando las condiciones industriales que se pueden dar para la combustión de este tipo de subproductos y la generación de residuos (cenizas), estos últimos se podrían utilizar dentro de la industria de la construcción. Se tiene conocimiento del uso de las cenizas de biomasa de bagazo de diferentes plantas de origen azucarero (maíz, coco, caña de azúcar) en la producción de pastas, morteros y concretos; las cuales tienen un buen desempeño en comparación con el cemento Portland, presentando buen desarrollo de resistencia mecánica a la compresión, algunas inclusive mejoran la durabilidad [4, 5, 6]. En la mayoría de las ocasiones estas características se ven reflejadas a edades tardías, lo que representa una desventaja en comparación del cemento Portland. Por otro lado, el estudio micro estructural de diferentes adiciones y sustituciones distintas al cemento Portland es muy complejo. Por lo que se requiere un estudio del efecto sinérgico que desempeñan al utilizar diferentes combinaciones de los residuos con un potencial puzolánico e hidráulico; además de aportar nuevo conocimiento en la utilización de desechos que aún no se han catalogado en las diferentes normativas internacionales, a causa de la diferente composición química que pudiese resultar. La ceniza volante por otro lado, es un material ya ampliamente utilizado dentro de mezclas binarias base cemento portland. Por tanto, la integración de residuos dentro de una matriz cementante determinará su potencial de reuso, si las propiedades se mantienen o mejoran a partir de diferentes porcentajes de adición.

### **1.3 Hipótesis**

El reemplazo de cemento portland por residuos provenientes de la combustión de biomasa activarán las reacciones en mezclas binarias (MB) y mezclas ternarias (MT) base cemento Portland (CP), desarrollando una mejora

de resistencia mecánica a edades tempranas en comparación a una mezcla de referencia de cemento Portland a relaciones agua cemento bajas.

#### **1.4 Objetivo General**

Determinar el efecto de adicionar cenizas de AS previamente acondicionadas sobre el desarrollo de propiedades, químicas y mecánicas de cementos binarios y ternarios y características mineralógicas.

#### **1.5 Objetivos Específicos**

Determinar el efecto sobre la composición química, estructura y morfología de la temperatura de quemado en la descomposición de residuos de AS.

Determinar el potencial de reacción de las cenizas de agave previamente calcinadas en sistemas binarios y ternarios mediante técnicas analíticas como: Calorimetría, FRX, DRX, TGA/DTA y SEM/EDS.

Determinar la mejor combinación en desempeño mecánico de los sistemas binarios y ternarios en base a la temperatura de quemado, composición química, mineralógica y morfológica.

Evaluar la microestructura desarrollada en pastas base cemento Portland en sistemas binarios y ternarios mediante técnicas de DRX, SEM/EDS y TGA/DTA.

#### **1.6 Justificación**

La industria de la construcción está relacionada con alrededor del 3-7% del CO<sub>2</sub> antropogénico. Por lo que la reducción del consumo de cemento, ayudará a mitigar el impacto ambiental dentro de esta industria, debido a la incorporación en sustitución de residuos industriales. Además, al utilizar residuos agroindustriales con potencial energético (biocombustible) en la activación de mezclas binarias y ternarias ayudará a incrementar el consumo de

materias primas alternas. Asimismo, del poco estudio que se tiene sobre estos materiales aplicables en la industria del cemento.

Hoy en día el concreto es uno de los materiales más utilizados alrededor del mundo, dicho material está compuesto por varios ingredientes así como puede ser adiciones químicas, minerales y otros como por ejemplo, activadores, que en conjunto interaccionan entre si químicamente para dar características especiales según el tipo de uso del concreto. La excesiva explotación de los recursos naturales para producir el ingrediente principal del concreto, requiere de un proceso largo y con un consumo de energía elevado además de generar contaminación al medio ambiente. La búsqueda por sustituir total o parcialmente este ingrediente y tener nuevos materiales para mejorar o crear características especiales como lo es la durabilidad y la pronta hidratación del concreto a edades tempranas con un alto porcentaje de desarrollo en sus propiedades mecánicas y buena trabajabilidad, lo cual representa un ahorro en la ejecución de diferentes obras en el ámbito de la Ingeniería Civil. Sin embargo, para que esto tenga un efecto evidente, cabe resaltar la inclusión de residuos agro-industriales, tales como la ceniza volante, generada por las empresas generadoras de electricidad a partir de la combustión de carbón en presas denominadas carboeléctricas, generada en una de las Etapas de la producción de aceros y el uso de las cenizas de bagazo de Agave, el cual se tiene poca o nula referencia como material de construcción. El AS es un importante cultivo dentro de la agricultura mexicana. Primordialmente su uso está dentro de la industria del Tequila y hoy en día se le ha dado un enfoque energético gracias al residuo que se genera, lo cual da por resultado el bagazo de AS con un contenido energético, el cual gracias a su composición química puede emplearse como biomasa para la generación de energía limpia. Esto representa una gran ventaja de utilizar sus residuos en la industria de la construcción, ya que todo se reutiliza. La generación de las cenizas a partir del bagazo de AS podrían tener potencial de uso como material de construcción por su composición química elemental así como por su gran área superficial y por el tamaño de sus partículas a nivel micro y nano métrico, lo que deriva como un sitio de activación por el hecho de que se pueden dar sitios de nucleación para los componentes del cemento y las adiciones de residuos industriales dentro de mezclas binarias y ternarias base cemento Portland.

Por otro lado, la tendencia futura de utilizarse como energía verde, elevaría su cultivo al haber en el mundo un porcentaje elevado de suelo árido y semi-árido aprovechable para este tipo de siembra en especial y representaría también una ayuda directa al problema de desertificación a nivel mundial. No obstante, la ceniza volante proporciona beneficios al concreto en su estado

fresco y endurecido, como la disminución de la permeabilidad, mejora la trabajabilidad, mejora la resistencia a la corrosión en concreto reforzado con acero. El uso de cenizas volantes así como de otros materiales cementantes suplementarios implica disminuir el consumo de cemento Portland. La producción actual de ceniza de carbón en todo el mundo se estima en unos 600 millones de toneladas, en la cual la ceniza volante constituye entre 75-80% lo cual cerca de 500 millones de toneladas de ceniza son producidas [7]. Por ello es de gran importancia conocer el comportamiento de estos residuos agroindustriales en la industria de la construcción, para ello se propone el estudio de cada uno de ellos así como de la combinación para observar sus efectos sinérgicos en mezclas binarias y ternarias base cemento Portland, mediante técnicas analíticas y su respectiva caracterización de los materiales mediante Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Energía Dispersa (EDS), BET, Fluorescencia de Rayos X (FRX), Análisis Termo Gravimétrico y Análisis Térmico Diferencial (TGA-DTA) así como el estudio mediante prueba semi-adiabática.

# Capítulo 2. Marco Teórico

## 2.1 Introducción a la hidratación del Cemento Portland

El mayor problema de los cementos Portland (CP) sin adición alguna radica en su hidratación. Ésta ocurre por un periodo de 28 a 56 días, donde alcanza el 100% de su resistencia calculada. Por ello es importante adicionar y/o sustituir al cemento Portland agentes químicos que aceleren esta propiedad del CP a edades tempranas. Por lo cual, existen varios métodos como el sustituir parte del CP por materiales como las cenizas de los residuos agroindustriales. Por ello, en este capítulo se muestra la información general acerca de las propiedades de los materiales de construcción, así como de los productos principales utilizados en la industria de la construcción. Se reporta acerca de las principales fases de hidratación de las pastas de cemento portland, donde se discuten los sistemas binarios y ternarios por la adición o sustitución parcial en peso del cemento, utilizando los materiales cementantes suplementarios (SMC). Se indica la composición típica de los SMC más estudiados y utilizados alrededor del mundo dentro de la industria de la construcción. La información incluye, normativas internacionales que regulan el uso de dichos SMC, (como el porcentaje de sustitución por cemento, las condiciones de curado, las características de fase, mineralógica, química y física que deben poseer, entre otras). Para su aplicación son sometidos a técnicas de caracterización como: la Difracción de Rayos X (XRD), Fluorescencia de Rayos X (FRX), Termo gravimetría (TGA), Espectroscopia Electrónica de Barrido y Energía Dispersa de Electrones (SEM/EDS), Análisis por Fisisorción de gas (BET N-2), entre las más importantes por citar algunas.

Enseguida, se presenta de forma general la información acerca de los materiales hidráulicos y/o puzolánicos, que son características primordiales dentro de una matriz cementante. Para ello se hace mención a los materiales empleados en esta investigación que van desde la ceniza volante (CV) y la problemática medioambiental que presenta este residuo, donde al tener una buena caracterización se llega a tener un concreto sustentable. Por otro lado, los residuos de la agroindustria juegan también un rol importante, ya que este sector representa un futuro prometedor al aplicar nuevas tecnología para el aprovechamiento total de sus residuos. Por ejemplo, el bagazo de caña de azúcar, cáscara de arroz, entre muchos otros que son originados durante el

procesamiento de productos dentro de esta industria. En México y el mundo existen una cantidad vasta de estas zonas; por lo que, si son aprovechadas para el cultivo de esta planta se puede acrecentar el número de generación de biomasa para aplicaciones energéticas, principalmente la sustitución de combustibles fósiles. Los derivados de la biomasa en un proceso con nuevas tecnologías para producción de energía como calor, vapor y electricidad derivan en cenizas volantes de biomasa y cenizas de fondo de biomasa, donde la última también es el tema de estudio de esta Tesis.

## 2.2 El Cemento

Cada año la industria del cemento y concreto producen mundialmente arriba de 3 a 10 billones de toneladas, respectivamente [8]. Con esta gran popularidad es de considerar un gran impacto ambiental al fabricar estos dos productos. El cemento es considerado un término genérico que puede ser aplicado a todos los materiales ligantes [9]. Desde tiempos remotos, los constructores han utilizado ligantes en conjunto con piedras y rocas para formar estructuras más estables. Las primeras civilizaciones de Egipto, Grecia y Roma, fabricaron un cemento calizo directamente por un proceso de calcinación de caliza que proporciona una rápida cal. Cuando se mezclaba con agua, rápidamente se formaba cal apagada (hidróxido de calcio) y cuando se mezclaba con más agua para formar una pasta (ahora conocido como mortero de cal), la cal apagada lentamente endurecía por la reacción con el dióxido de carbono presente en el aire para formar carbonato de calcio o tiza [9, 10]. El proceso de producción es antiguo dentro de la industria química, sus reacciones se pueden describir como [10]:

1.- Calcinación o quema de tiza/piedra caliza para producir cal viva:



2.- Hidratación o el apagado de la cal viva para producir cal hidratada



3.- Carbonatación de la cal hidratada para producir carbonato de calcio



En contraste con los morteros de cal que endurecen por la acción del dióxido de carbono, los Griegos y Romanos también desarrollaron cementos que endurecen por reacción química con el agua y una vez endurecidos forma productos que no se ven afectados por el contacto con más agua. Estas civilizaciones descubrieron que cuando mezclan un material volcánico (puzolana) y un ladrillo cocido con cal viva, el resultado es un cemento con mayor calidad que los morteros simples de cal, el cual [10, 11] se conoce como cemento Romano. Estos morteros fraguan lentamente, y alcanzan su mayor resistencia cuando se curan dentro de agua más que con el aire y llegan a ser extremadamente resistentes [10] La reacción del cemento hidráulico Romano es un testimonio de su calidad como se demuestra hoy en día los muchos ejemplos de edificaciones romanas aún en pie hasta nuestros días [10].

### **2.2.1 Cemento Portland**

Según la ASTM C-150 , el cemento Portland es un cemento hidráulico producido mediante la pulverización de Clinker que consiste esencialmente de silicatos de calcio hidráulicos, por lo general contiene uno o más tipos de sulfato de calcio. El Cemento Portland es un material aglutinante que presenta propiedades de adherencia y cohesión, que permiten la unión de fragmentos minerales entre sí [12]. En la industria de la construcción la palabra cemento se utiliza para designar un tipo de aglutinante específico que se denomina Cemento Portland, debido a que es el más común [13] El cemento Portland es la mezcla de materiales calcáreos y arcillosos u otros materiales que contienen sílice, alúmina u óxidos de hierro procesados a altas temperaturas y mezclados con yeso [14]. El Cemento Portland contiene básicamente cuatro compuestos principales que corresponden al 90% de la masa del cemento, los cuales al ser adicionados en diferentes cantidades proporcionan distintas propiedades al concreto una vez que estas reaccionen [13, 14].

El cemento con alto contenido de  $C_3S$  produce que el concreto endurezca muy rápido y es el principal responsable del inicio del fraguado. El  $C_2S$  tiende a hacer al cemento menos reactivo, con lo cual la hidratación es más lenta. Sin embargo, la resistencia se adquiere a edades prolongadas. El  $C_3A$  en altos contenidos llega a ser contraproducente ya que puede reaccionar con los sulfatos y propiciar un efecto negativo sobre todo impactando negativamente en la durabilidad del concreto. Por otro lado, en cantidades

moderadas, contribuye a la hidratación y endurecimiento a edades tempranas. El  $C_4AF$  contribuye muy poco a la resistencia y proporciona el color característico al cemento. En la composición química del cemento también se encuentran otros compuestos en menor cantidad como lo es el sulfato de calcio o yeso y óxidos [15]. Como material cerámico, el cemento portland tiene abreviaturas para identificar más fácilmente los óxidos (**Tabla 1**) y las fases cristalinas (**Tabla 2**) más importantes en su composición, por ello se designan de la siguiente manera [14, 15]:

**Tabla 1 Simbología que simplifican los compuestos del cemento Portland[15]**

Óxido	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
Símbolo	S	C	A	F	M	K	N	Ŝ	H

**Tabla 2 Escritura simplificada de fases cristalinas más importantes dentro del cemento Portland [15]**

Fase Pura	Nombre	Escritura simplificada	Fase impura
3CaO•SiO <sub>2</sub>	Silicato tricálcico	C3S	Alita
2CaO•SiO <sub>2</sub>	Silicato bicálcico	C2S	Belita
3CaO•Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminato tricálcico	C3A	Celita
4CaO•Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> •Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ferroalumina tetracálcico	C4AF	Felita
CaSO <sub>4</sub>	Sulfato de calcio	CŜ	-
CaSO <sub>4</sub> •2H <sub>2</sub> O	Yeso	CŜ 2H	-
-	Silicato de calcio hidratado	C•S•H	-

### 2.2.2 Tipos de Cemento Portland

Los cementos Portland son cementos hidráulicos compuestos principalmente de silicatos hidráulicos de calcio. Los cementos hidráulicos fraguan y endurecen por la reacción química con el agua. Durante la reacción, llamada hidratación, el cemento se combina con el agua para formar una masa similar a una piedra. Cuando se adiciona la pasta (cemento y agua) a los agregados (arena y grava, piedra triturada, piedra machacada, pedrejón u otro material granular), la pasta actúa como un adhesivo y une los agregados para formar el concreto, el material de construcción más versátil y más usado en el

mundo. En los Estados Unidos de América se fabrican diferentes tipos de cemento portland para satisfacer a varios requisitos físicos y químicos para aplicaciones específicas[12]. Los cementos portland se producen de acuerdo con las especificaciones ASTM C 150, AASHTO M 85 o ASTM C 1157. La ASTM C 150, Especificaciones de Norma para el Cemento Portland (Standard Specification for Portland Cement), designa ocho tipos de cementos[12] usando los números romanos, como se observa en la **Tabla 3**:

**Tabla 3 Tipos de cemento Portland [12]**

<b>Cemento</b>	<b>Descripción</b>
Tipo I	Normal
Tipo IA	Normal con aire incluido
Tipo II	Moderada resistencia a sulfatos
Tipo IIA	Moderada resistencia a sulfatos con aire incluido
Tipo IIIA	Alta resistencia inicial
Tipo IV	Alta resistencia inicial con aire incluido
Tipo V	Alta resistencia a los sulfatos

En México la norma NMX C 414-ONNCCE-2004, clasifica los cementos como se ve en la **Tabla 4**:

**Tabla 4 Denominación en cementos mexicanos[16].**

<b>Tipo de Cemento</b>	<b>Denominación</b>
CPO	Cemento Portland Ordinario
CPP	Cemento Portland Puzolánico
CPEG	Cemento Portland con Escoria Granulada de Alto Horno
CPC	Cemento Portland Compuesto
CPS	Cemento Portland con Humo de Sílice
CEG	Cemento con Escoria Granulada de Alto Horno

Esta norma (NMX-C-414-ONNCCE-2004) marca ciertos criterios de sustitución de cemento Portland con algunos materiales cementantes suplementarios [16]. Por otro lado, el cemento presenta adicionalmente una o más características especiales. Estas características especiales dependerán de la cantidad de elementos y/o compuestos químicos que presenta en su composición (**Tabla 5**):

**Tabla 5 Características especiales de los cementos [16].**

<b>Nomenclatura</b>	<b>Característica Especial</b>
RS	Resistencia a los sulfatos
BRA	Baja reactividad álcali-agregado
BCH	Bajo calor de hidratación
B	Blanco

### **2.2.3 Cementos Compuestos**

Los cementos compuestos han tenido un gran auge en los últimos años, ya que al estar constituidos por más de un tipo de material (cemento, residuo o cualquier otro tipo de material inerte con propiedad puzolánica), contribuyen notoriamente a la reducción del factor Clínter, al ahorro energético y la conservación de los recursos naturales. Por ello, cada día se intenta desarrollar nuevos materiales cementantes con mejores prestaciones mecánicas, incentivando el estudio y desarrollo de cementos con características especiales. Dentro de los cementos compuestos se encuentran los cementos binarios y ternarios, formados como su mismo nombre lo indica por dos o tres componentes. En este caso, dos o tres tipos de materia prima con el fin de contribuir a la reducción de las emisiones de CO<sub>2</sub>, diversificar el material y mejorar las propiedades mecánicas de los mismos. La ASTM C 595 establece cinco cementos mezclados o compuestos como se ve en la **Tabla 6**:

**Tabla 6 Cementos compuestos [17].**

<b>Cemento</b>	<b>Descripción</b>
Tipo IS	Cemento Portland Alto Horno
Tipo IP y tipo P	Cemento Portland Puzolánico
Tipo I (PM)	Cemento Portland modificado con puzolana
Tipo S	Cemento de Escoria o siderúrgico
Tipo I (SM)	Cemento Portland modificado con Escoria

El uso de grandes volúmenes de materiales cementantes suplementarios en los sistemas de cemento se considera estratégica con respecto a los temas de desarrollo sustentable. La disminución de la tasa de hidratación, sin embargo, sigue siendo una desventaja [18]. Estudios de mezclas binarias, ternarias y cuaternarias base cemento Portland combinados con ceniza volante, humo de sílice, escoria granulada, *filler* calizo y puzolanas volcánicas naturales, entre otros, muestran que dichos sistemas cementantes mezclados pueden ser

optimizados para minimizar los defectos de cada componente, resultando en sistemas cementosos sinérgicos [19].

Para este estudio, se emplearán mezclas binarias, las cuales son los sistemas cemento Portland más otro compuesto. Para fines de este trabajo serán: cemento Portland ordinario (CPO), más ceniza volante (CV), y más la ceniza de biomasa de Agave (CBA).

### **2.3 Pasta de Cemento**

Se le denomina pasta de cemento a la mezcla entre cemento y agua. Esta mezcla está sujeta a endurecimiento de la misma mezcla. Los tiempos de fraguado de la pasta de cemento o del mortero (cemento, agua y arena) son determinados y se caracterizan por el fraguado inicial y final [20]. En el estado inicial de fraguado es cuando es trabajable y se puede colocar el cemento sin esfuerzo mayoritario de energía en cierto lapso, además de exhibir una pérdida del revenimiento en el transcurso de los minutos; en cambio dentro del periodo de fraguado final comienza a endurecer la mezcla [21]. Para el periodo de fraguado inicial de la pasta de cemento, empezará la hidratación de la fase C3S. Esto se puede observar por la cristalización de la etringita como factor inicial de este comportamiento inicial. El estado de fraguado final generalmente ocurre justo antes de que la pasta de cemento muestre una velocidad máxima del calor de hidratación antes del final del tercer periodo dentro de la conducción calorimétrica [20, 21].

La microestructura de la pasta de cemento se puede determinar a partir de la naturaleza química y estructura cristalina. La microestructura es el conjunto del cuerpo sólido y una porción del cuerpo no sólido; la estructura de poros [22, 23]. Algunos factores que dependen de la microestructura son las propiedades físicas y químicas del tipo de cemento, el tipo y cantidad de aditivos agregados, la temperatura y el periodo de hidratación y la relación agua/cementante. Para el estudio de la fase sólida se pueden incluir técnicas de caracterización para observar su morfología (tipo y tamaño), enlace de superficies, área superficial y densidad [22]. Por otro lado, para el estudio de la porción no sólida están los análisis enfocados a la porosidad, tipo de poro y distribución del tamaño de poro. Esto permitirá relacionar las propiedades microestructurales con pruebas físico-mecánicas de la pasta de cemento. La microestructura de las partículas de gel C-S-H ha sido dividida en cuatro tipos por Diamond et al. [23]:

Tipo I C-S-H, formación de partículas elongadas o fibrosas, a edades tempranas. Descritas también como espinas, en forma de barras, prismáticas entre otras. De tamaño de pocos micrómetros de largo.

Tipo II C-S-H, descrito como una retícula o estructura en forma de panel formada en conjunto con el Tipo I. Esto es muy raro que ocurra dentro de las fases de  $C_3S$  o  $C_2S$  y mucho menos ocurre en presencia de aditivos minerales o químicos.

En pastas de cemento endurecidas, la microestructura puede ser indefinida y consiste en partículas equidimensionales y planas (a bajo de los 1000 Å en mayor dimensión); esto es descrito como el Tipo III.

Tipo IV C-S-H, producto de hidratación tardío, es compacto y tiene apariencia de hoyuelos, y se cree que se forma dentro de los espacios que originalmente ocuparon los granos de cemento. Este hecho se encuentra dentro de la pasta  $C_3S$  [23].

## **2.4 Materiales Cementantes Suplementarios (SCM)**

El consumo global en la producción del cemento produce el 7% ( $2.1 \times 10^9$  toneladas) emisiones de dióxido de carbono ( $CO_2$ ) antropogénico anualmente, resultado de la producción del Clinker del cemento, el cual es el ligante activador del concreto [24, 25, 26]. El uso de cementos, en la cual parte del Clinker fue reemplazada por otros materiales, activos químicamente dentro del sistema de hidratación del cemento Portland, son llamados materiales cementantes suplementarios (SCM) y por distintos materiales de relleno son ampliamente aceptados [27, 28, 29]. La ASTM, los clasifica en adiciones minerales [30]. En la literatura, también se describen como materiales cementantes suplementarios, materiales de sustitución de cemento o materiales compuestos [27]. La influencia de SCM, ha ayudado a reducir el impacto ambiental y son en algunos casos buenos reemplazos y/o sustitutos del cemento Portland como materiales cementantes. La inclusión de estos SMC, muestra considerable influencia en la trabajabilidad del concreto, mejora la resistencia mecánica y acelera la hidratación del cemento Portland a edades tempranas [28]. Además, los SMC afectan de gran manera las propiedades del concreto en su estado fresco. Un ejemplo de esto es en el endurecido a través de las interacciones físico-químicas, cuya naturaleza puede contener propiedades puzolánicas e hidráulicas latentes y que reemplazan y/o sustituyen al cemento Portland en diferentes porcentajes y mejoran el desempeño de las

propiedades y la durabilidad del concreto según el tipo de proyecto al que se asigne. Así como el ahorro de energía durante la producción del cemento Portland y ayudan a conservar el entorno natural, como podría ser la explotación de cerros calizos. Diferentes actividades se han llevado a cabo para minimizar las emisiones de CO<sub>2</sub>, consumo de energía y las materias primas que se introducen.

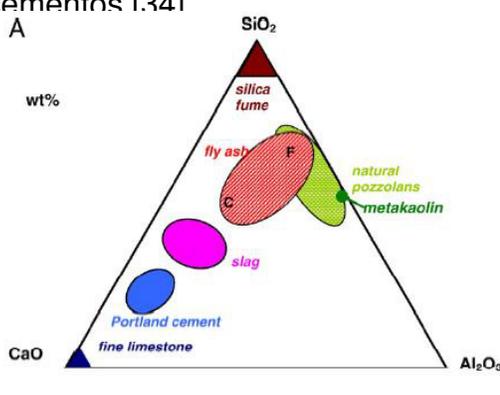
Por otra parte, la composición típica de un SCM dentro del cemento no excede usualmente el 35% de la masa del ligante [28]. Por otro lado, al ayudar a mitigar el impacto ambiental, se ha despertado el interés de incrementar la cantidad de reemplazo de SCM (más de 50%) por lo que se hay varios reportes de investigación sobre optimización de la composición de tales mezclas [28]. El reemplazo entonces, recae en dos grupos: los materiales puzolánicos como ceniza cascarilla de arroz, ceniza volcánica, humo de sílice; y materiales hidráulicos latentes, como escoria granulada de alto horno. En ambos grupos los materiales de reemplazo participan en reacciones hidráulicas, contribuyendo significativamente a la composición y microestructura del producto de hidratación [31]. Así, surge un tercer grupo que puede distinguirse como ligantes sin cemento hecho hasta con un 100% de SCM, los cuales endurecen por la influencia de una solución con alto pH (geo polímeros) o también conocidos como “cementos alcalinos híbridos” [32].

Específicamente, materiales ricos en calcio y sílice ( $\text{SiO}_2 + \text{CaO} > 70\%$ ) como la escoria granulada de alto horno, son explorados con la intención de desarrollar una nueva generación de cementantes con la tecnología de la activación alcalina [33, 34]. La interacción química entre materiales ricos en calcio/silicio y soluciones alcalinas desencadena una serie de mecanismos de reacción (disolución, nucleación, condensación y precipitación) y en una última instancia la formación de productos cementicios. Estos productos de silicato de calcio hidratados son similares al gel obtenido durante la hidratación del cemento Portland [33]. La utilización de los materiales de desecho en la producción de concreto proporciona una solución satisfactoria concerniente al entorno medioambiental y sus problemas asociados con el manejo de los residuos. Los residuos de la agroindustria como la ceniza de la cáscara de arroz, la ceniza de paja de trigo, la cáscara de nuez de avellana y las cenizas del bagazo de la caña de azúcar son usados como materiales puzolánicos para el desarrollo de cementos mezclados [35]. Es bien conocido que la hidratación del cemento Portland resulta en la formación de silicatos de calcio hidratados C-S-H, hidróxido de calcio CH, aluminatos de calcio hidratados y sulfoaluminatos de calcio hidratados (AFm, AFt) [28]. La cinética de reacción de dichos materiales en el medio ambiente de la hidratación del cemento depende de su

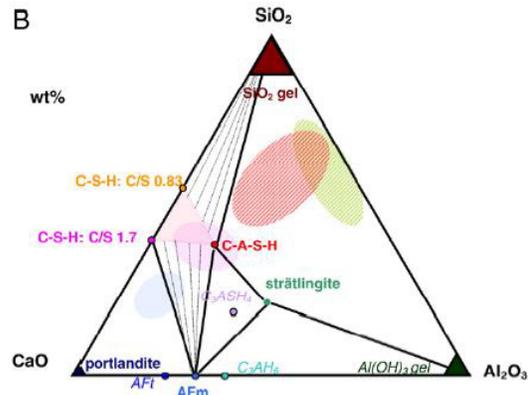
composición química, la cantidad de fases reactivas (por ejemplo; sílice amorfa), finura, pH, temperatura, entre otros por mencionar los más estudiados [28].

La cantidad de material como reemplazo de cemento en concretos depende en gran medida de la composición química y de fase de SCM [28]. Los SCM contienen compuestos cálcicos en su composición, lo cual origina propiedades hidráulicas o hidráulica-puzolánica. En los materiales con solo actividad puzolánica, es necesaria la presencia de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  para la reacción y formar productos de hidratación como el CSH y aluminatos de calcio hidratados [28]. El  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  puede surgir durante la hidratación y en caso de ser la cantidad de cemento insuficiente, se debe introducir  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  adicionalmente al sistema. Por ejemplo, hay estudios que mencionan el uso de ceniza volante clase F o escorias en cantidades del 70% de reemplazo del cemento [28].

Los principales métodos para investigar el efecto de los materiales suplementarios y otras adiciones en la hidratación del cemento incluyen DRX, SEM, RMN, espectroscopia Mössbauer, IR y análisis térmico [15]. Los productos son pobres en cristales, ya que se forman en estos materiales y son investigados ventajosamente por TG, DTG, DTA, DSC y la calorimetría de conducción. Los métodos térmicos también se han sugerido para la caracterización de los suplementos y otros materiales [36]. La química de los SMC se caracterizan generalmente (con la notable excepción de la piedra caliza fina) por un menor contenido de calcio de cemento Portland (**Figura 1**). Así, se tienen diferencias en los hidratos formados durante la hidratación, que influyen en la resistencia y la durabilidad. En la **Figura 2**, se muestran esquemáticamente las fases de hidratos formados en el sistema  $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Una característica notable de este diagrama es el gran campo de las composiciones de la fase C-S-H, que es la fase más importante en los cementos [34]



**Figura 1** Esquema de  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  ternaria de materiales cementantes [28, 34]



**Figura 2.** Fases de hidratos en el sistema  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  teniendo en cuenta que en ausencia de carbonato o sulfato,  $\text{C}_3\text{AH}_6$  será más estable que las fases AFm [28, 34]

Debido a diferentes niveles de reactividad de cada uno de los distintos SCM para alcanzar suficientes tasas de resistencia, los niveles de reemplazo son diferentes. Por ejemplo al mezclar cemento Portland ordinario (CPO) con 75% y 90% de escoria granulada de alto horno (BFS) y 75% de ceniza de combustible pulverizada (PFA) en sustitución de cemento, la escoria se presenta como latente hidráulica y la ceniza de combustible pulverizada es puzolánica y se ven los resultados en características totalmente diferentes. Dentro del cemento-PFA se forma hidróxido de calcio inicialmente, pero es posible que no ocurra reacción alguna posteriormente. También es posible que resulte en alguna cantidad sea convertida en  $\text{CaCO}_3$  a través de la atmósfera de carbonatación, cuando las muestras son curadas a paso de aire. En el cemento BFS (puzolánico) los granos de escoria se hidratan ellos mismos para formar CSH durante la hidratación de la alita en el CPO y el  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  actúa como activador alcalino para formar este gel de CSH [31].

Por otro lado, las velocidades de reacción de escorias puzolánicas o hidráulicas son típicamente sensibles a la temperatura; reaccionan más lentamente que el cemento Portland a temperaturas por debajo de  $15^\circ\text{C}$  y por ende a temperaturas más elevadas, esta reacción se ve acelerada a partir de  $27^\circ\text{C}$ . Esta sensibilidad a la temperatura, con frecuencia limita la práctica de reemplazar cemento con SCM en climas fríos, pero permite niveles más altos de sustitución en climas cálidos [28]. A. P. Luz y V. C. Pandolfelli en el año de 2011, adicionaron 14% en peso del cemento de  $\text{CaCO}_3$  a un cemento de aluminato de calcio (CAC). La hidratación del CAC comprende la disolución de la fase anhidra, la cual es seguida de la precipitación de los hidratos. Después de estas transformaciones químicas, los hidratos inducen a un efecto de interconexión y forman nuevos enlaces y estos cristales proveen al incremento de la resistencia mecánica del cemento. Mencionan que el  $\text{AH}_3$  ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) son fases estables en CAC a  $37^\circ\text{C}$ . Entonces, la resistencia mecánica puede ser afectada por el  $\text{CAH}_{10}$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ó  $2\text{Al}(\text{OH})_3$ ) ( $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) y  $\text{C}_2\text{AH}_8$  ( $2\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) reacciones de conversión con el tiempo de curado y la temperatura. Esto relacionado con el incremento de la porosidad del cemento (hidratos con muy baja densidad) resultando en un decremento parcial de las propiedades mecánicas [37]. Por otro lado, la adición de  $\text{CaCO}_3$  en CAC, tiene un proceso de conversión por la formación de láminas de hidrato de  $\text{C}_3\text{A}\cdot\text{CaCO}_3\cdot 11\text{H}$  conocido como monocarbonato o carboaluminato de calcio ( $\text{C}_4\text{ACH}_{11}$ ). Esta estructura de cristal está basada en la distorsión de  $[\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6]^+$ . El aspecto importante de la formación del monocarbonato es el

incremento de la velocidad de hidratación, resultando en un material de fraguado a corto tiempo [18, 37, 38].

## **2.5 Materiales con Carácter Puzolánico**

Según la norma ASTM C 125 , en la definición para establecer lo que es una puzolana está: “Es un material silíceo o material silicio y aluminoso, el cual en sí mismo pose poco o ningún valor cementicio, sino que, en forma finamente dividida y en presencia de humedad, reacciona químicamente con el hidróxido de calcio a temperaturas ordinarias para formar compuestos que poseen propiedades cementicias” [39]. Se pueden dar dos tipos de clasificación: (1) como puzolanas naturales [40]: materia de origen volcánico, materias sedimentarias de origen animal o vegetal; así como también, (2) puzolanas artificiales [41]: materias con tratamientos, subproductos de fabricación industrial, cenizas volantes, humo de sílice, arcillas naturales, ceniza de cascarilla de arroz, etcétera. En otras palabras, la actividad puzolánica se refiere a la cantidad máxima de hidróxido de calcio con la que la puzolana puede combinar y reaccionar. Un material puzolánico es aquel capaz de reaccionar con el hidróxido de calcio formando un material cementoso [24]. Los productos de hidratación que se pueden generar a partir de la puzolana son: el silicato de calcio hidratado (CSH), aluminato de calcio hidratado (CAH) y una combinación de silicatos y aluminatos dando un silicoaluminato de calcio hidratado (CASH) [13, 17].

La actividad puzolánica se refiere a la cantidad máxima de hidróxido de calcio con la que la puzolana puede combinar y con la cual ésta reaccione. La actividad puzolana depende de su carácter químico [42]:

- Silícico-alumínicas, alumínico-silícicas o bien silícico-férrica-alumínicas.
- Dependerá la naturaleza y/o origen de obtención.
- De fases activas.
- Composición mineralógica.
- Relación cal/puzolana.
- La finura.
- Temperatura de reacción.

Las propiedades a evaluar en una puzolana son las siguientes [43]:

- 1.- Composición química (la cantidad de óxidos totales presentes en el material).
- 2.- Propiedades físicas (finura, gravedad específica).

- 3.- Estudio de su microestructura (mediante técnica analítica de SEM/EDS Microscopía Electrónica de Barrido y Energía Dispersa de Rayos X).
- 4.- Espectroscopia mediante Espectroscopia de Infrarrojo (IR) y Difracción de Rayos X (DRX), (para ver grupos funcionales y la cristalinidad).
- 5.- Actividad puzolánica.
- 6.- Demanda de agua.
- 7.- Efecto de contracción por secado.
- 8.- Efecto de las propiedades finales en combinación con cemento ya sea en pastas y morteros (hidratación, calor de hidratación y resistencias mecánicas).
- 9.- Ensayos de durabilidad (ataques químicos).
- 10.- Proporción óptima de mezclado.
- 11.- Especificación del producto final y recomendaciones finales.

## 2.6 Materiales de Carácter Hidráulico

La hidráulidad es la aptitud de un material pulverizado de fraguar y endurecer en presencia de agua y de formar compuestos estables [44]. En este caso, el mismo cemento portland tiene el principio de potencial hidráulico, ya que bajo el agua puede fraguar y endurecer. Entre los SCM con carácter hidráulico se encuentra la escoria de alto horno. Como se puede observar en la **Tabla 7**, los diferentes tipos de comportamiento hidráulico más importantes en algunos materiales de construcción son:

**Tabla 7 Materiales hidráulicos [44]**

Término	Descripción
Ligante	Material usado para mantener unidas partículas sólidas junto con la masa
Ligante hidráulico	Ligante que fragua y endurece por la interacción química con el agua y es capaz de hacerlo bajo el agua
Ligante hidráulico activo	Actúa sin la adición de un activador como la cal
Ligante hidráulico latente	Actúa por la adición de un activador, usualmente cal y agua
Ligante hidráulico mezclado	Mezcla de ligante hidráulico activo y latente
Clinker	Material sólido formado por un proceso de alta temperatura por fusión total o parcial
Cemento hidráulico	Ligante hidráulico activo formado por la molienda de Clinker
Clinker cemento Portland	Clinker formado desde una mezcla predeterminada y homogénea de materiales como cal, sílice y pequeñas proporciones de alúmina y generalmente se adiciona óxido de hierro
Cemento Portland	Ligante hidráulico activo basado en la molienda de Clinker de cemento Portland

Existe una continua generación de subproductos que poseen características hidráulicas y puzolánicas latentes; que crean no solo contaminación ambiental, sino que se necesita utilizar en otros mercados por su gran volumen generado cada año. El mercado que mejor absorbe este tipo de subproductos es la construcción, ya que absorbe la mayoría de productos generados por otras industrias (agroindustria, acero) y son incorporados como ligantes hidráulicos utilizados como materiales cementantes suplementarios (SCM). El empleo de estos residuos no solo trae consigo beneficios económicos y ecológicos, sino que también genera mejoras en la tecnología del producto final. El término "ceniza volante" (CV) se utiliza a menudo para la descripción de cualquier material fino precipitado de los gases provenientes de las chimeneas de los hornos industriales que utilizan combustibles sólidos[45].

Las características y propiedades de las diversas cenizas volantes dependen de la naturaleza de combustión y el tamaño del horno utilizado [46]. La similitud de las cenizas con las puzolanas naturales de origen volcánico ha fomentado el uso de las cenizas volantes en combinación con el cemento Portland para la fabricación de concreto [46]. Aunque, no todas las cenizas son adecuadas para tal uso, ya que, algunas reacciones químicas inestables pueden tener efectos adversos en tanto el proceso de hidratación como en la estabilidad del producto final. Generalmente las cenizas volantes caen en dos categorías: en función de su origen y composición mineralógica[46]. La combustión de antracita o carbón bituminoso produce generalmente cenizas bajas en calcio; las cenizas altas en calcio son el resultado de la quema de lignito o carbón semi bituminoso [47]. Ambos tipos de ceniza contienen predominancia vitrificación amorfa [47]. Las cenizas volantes son generadas por la combustión de carbón para la producción energía, es un subproducto industrial el cual está reconocido como un contaminante para el medioambiente. La utilización de cenizas volantes en la construcción, como un bajo costo adsorbente para la eliminación de compuestos orgánicos, gases de combustión y los metales, agregado ligero, de relleno, como capa de sub-base en autopistas, y la síntesis de zeolitas, así como la adsorción de NO<sub>x</sub>, SO<sub>x</sub>, compuestos orgánicos, y mercurio en el aire, colorantes y otros compuestos orgánicos en las aguas, así como en sustitución de cemento Portland [46]. La producción actual de ceniza de carbón en todo el mundo se estima en unos 600 millones de toneladas, en la cual la ceniza volante constituye entre 75-80% lo que indica que cerca de 500 millones de toneladas de ceniza son producidas [46, 47, 48].

### 2.6.1 Características de Las Cenizas Volantes, Aplicaciones en Cementos y Concretos

La ceniza volante es el material puzolánico mayormente utilizado como sustituto o adición del cemento Portland en concreto [49]. Los mayores componentes químicos de la ceniza volante son  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  los cuales reaccionan con el  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  para formar silicato de calcio hidratado (CSH) y aluminato de calcio hidratado (CAH) [50]. La cantidad de CaO es limitada, pero muy variable dependiendo del origen de la ceniza volante [27, 46, 47]. Las cenizas volantes también contienen diferentes elementos esenciales, incluyendo tanto macronutrientes (P, K, Ca, Mg) como micronutrientes (Zn, Fe, Cu, Mn, B, y Mo)[46]. Una ceniza volante con alto contenido de calcio (15 a 40%) puede considerarse como potencialmente hidráulico. El rol de estas cenizas es bien conocido: granos en forma de esfera actúan como agentes para mejorar las propiedades reológicas de las mezclas en el estado fresco [47]. Por otro lado, la ceniza volante reacciona con el  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  y los productos de esta reacción llenan los vacíos y contribuyen a la creación de una estructura más compacta dando por resultado resistencias más altas del material compuesto cemento-ceniza volante[47]. Las partículas de ceniza volante que no han reaccionado o no reaccionan actúan como micro partículas. La disolución de la CV ocurre en la reacción con las soluciones diluidas de álcalis (pH 13-14), con una baja energía de activación ( $E_a$  6.5-9.2 kJ/mol) [51]. Afectan la cinética de hidratación del cemento, ya que en los primeros períodos de hidratación, pequeñas o moderadas cantidades de ceniza volante aceleran la hidratación del cemento, actuando como centros de nucleación de los granos para los granos de ceniza volante que no han reaccionado y sirven como micro fillers [28].

Existen dos tipos de ceniza volante, en la bibliografía existe un amplio cuerpo de información sobre las diferencias de los dos tipos de cenizas volantes, con respecto a sus propiedades fisicoquímicas, reactividad y el comportamiento durante la hidratación [27, 45, 46, 47]. Los dos tipos químicos de cenizas volantes para sus aplicaciones industriales son Clase F y Clase C [48,49]. La gravedad específica de las cenizas volantes por lo general oscila de 2,1 hasta 3,0, mientras que su área de superficie específica puede variar de 170 a 1000m<sup>2</sup>/kg. Los principales constituyentes cristalinos en ceniza volante clase F (bajo contenido de calcio) son el cuarzo y la mullita [46, 47]. Mientras que la ceniza volante clase C de alto contenido de calcio se compone de cuarzo,  $\text{C}_3\text{A}$ , CS y  $\text{C}_4\text{AS}$ . La utilización de la ceniza volante dentro de la industria del cemento parece ser factible y hay tres esenciales aplicaciones: 1) en sustitución de cemento; 2) como material puzolánico dentro de la producción de cementos; y 3) como adición con cemento para retardar el fraguado como reemplazo del

yeso[27]. La mezcla de CP y CV (sobre todo en la clase F) resulta en la reducción de la cantidad total de portlandita dentro de la mezcla hidratada; esto debido a que la reactividad de las cenizas volantes es muy limitada y el CaO en la CV es fuente adicional de calcio[27]. La ceniza volante clase F contiene entre 15 y 35% de alúmina [27], por lo que la mezcla con CP resulta en altas cantidades de fases ricas en Al. Generalmente la ceniza volante retarda la reacción de la fase de alita a edades tempranas y acelera el proceso medio del proceso de reacción. Esta aceleración de reacción es atribuida a la existencia de sitio de nucleación sobre las partículas de ceniza volante [47]. Las fases que se hidratan más rápidamente en presencia de la ceniza volante son la ferrita y el aluminato. Se ha encontrado también que la ceniza volante en morteros contiene un pH de 13.5 [15]. Para las cenizas volantes, se ha demostrado que a pesar de su tasa relativamente lenta de reacción, se mejora la trabajabilidad, resistencias altas a edades tempranas y alta resistencia a medios agresivos, cuando se usa como aditivo en el cemento o concreto [45].

## **2.7 Sustentabilidad en La Industria del Cemento y del Concreto**

El uso de materiales cementantes suplementarios (SCM) como reemplazo parcial del cemento Portland ordinario (CPO) en un sistema concreto es ampliamente conocido y una contribución muy práctica para el desarrollo sustentable [27] en la industria del cemento. Una de las principales desventajas del concreto que contienen altos volúmenes de SCM y tienen un desarrollo lento de la resistencia temprana, así como del tiempo de hidratación[27, 52]. Esto es fundamental, sobre todo para un programa de construcción estrecho en una industria competitiva. El uso del suelo de piedra caliza ( $\text{CaCO}_3$ ) en sustitución de una parte determinada de CPO en el sistema concreto se ha estudiado intensamente con el fin de ahorrar energía y recursos naturales[52]. La Asociación Canadiense de Estándares (CSA) y la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM) permiten un máximo de 5% de adición de piedra caliza para cemento Portland [52]. En Europa, la norma británica / europea, BS EN 197-1 especifica que el "cemento Portland piedra caliza" contiene de 6% a 35% de la piedra caliza molida [53]. El uso de  $\text{CaCO}_3$  se inició por primera vez como una simple sustitución de un material más valioso CPO por un material menos valioso  $\text{CaCO}_3$  [18].

# Capítulo 3. Antecedentes

## 3.1 La Agro-industria

La agro-industria es un sector que atiende principalmente las necesidades del suministro de alimento [54]. Recientemente se ha observado que existe un gran potencial para que algunas industrias, como la industria azucarera, dirijan parte de sus cosechas a la producción de bioenergéticos [55]. A raíz de esto, se han realizado numerosos estudios sobre cómo llevar a cabo la transformación de estas plantas en productos industriales y energéticos. Estos materiales una vez procesados dejan un residuo que podría ser aprovechado por la industria de la construcción. Otra definición de agroindustria dice que: "es una actividad que integra la producción primaria agrícola, pecuaria o forestal, el proceso de beneficio o transformación, así como la comercialización del producto, sin dejar de lado los aspectos de administración, mercadotecnia y financiamiento" [56]. Por ello, se puede entonces mencionar que los residuos agroindustriales son materiales en estado sólido o líquido que se generan a partir del consumo directo de productos primarios o de su industrialización y que ya no son de utilidad para el proceso que los generó; pero sí son aptos para su aprovechamiento, transformación o generación de otros productos con valor económico y/o social. La problemática de los residuos industriales es el mal manejo de su destino o disposición final. Para comprender un poco de esto primeramente es necesario definir un subproducto, el cual es un residuo y desecho que comúnmente se comete el error de situarlos como sinónimos entre ellos. Un subproducto, es un producto secundario, bien conocido, generalmente útil, comercializable y por lo tanto con valor agregado, que resulta de un proceso industrial [56]. El término residuo, se aplica a aquellos que pueden tener o no un valor comercial, porque son poco comunes o porque se generan en bajas cantidades [56]. Sin embargo, algunos de sus constituyentes aún en baja proporción, le pueden conferir algún interés para su utilización. Desde este punto de vista, los términos subproducto y residuo podrían utilizarse como sinónimos, no así el término desecho, que está referido a aquellos materiales que no tienen algún valor comercial, ni poseen atributos de interés para ser utilizados en algún proceso, por lo que se consideran como basura y se les debe dar una disposición [56].

Este trabajo de investigación se enfocará a la caracterización de la quema del bagazo de la industria del Mezcal (AS) y su potencial uso como material suplementario cementante dentro de la industria de la construcción. Actualmente la mayor parte del Agave cultivado está destinado a la producción de Tequila y Mezcal [57], que son bebidas alcohólicas producidas principalmente en México. La producción nacional de Mezcal y Tequila en el año del 2008 fue cerca de 181 millones de litros [58]. Esta producción implica la generación de una gran cantidad de bagazo de agave en las destilerías, siendo los agroresiduos un problema medioambiental. De acuerdo con la producción nacional de Tequila y Mezcal del 2008 la cantidad de bagazo seco se incrementó a 350,000 toneladas [58]. Para 1 L de mezcal se necesitan cerca de 24 kg, y durante el proceso 9.6 kg de bagazo son generados de los cuales se producen 1.5 kg de ceniza. Por lo tanto por cada litro de mezcal, 1.5 kg de ceniza son generados [59]. Algunos estudios apuntan que la planta de Agave tiene un gran poder energético y resulta atractivo para su manejo y transformación en biocombustible debido a sus altas fracciones de masa de agua dentro de procesos de los procesos de fase acuosa (hidrolisis) [60] y hay que hacer notar que esta planta puede crecer en zonas áridas y semiáridas y en nuestro país tiene alto porcentaje de este tipo de zonas y no son aprovechadas pudiendo cubrir vastos territorios y esto confiere un gran potencial de producción energético futuro.

### **3.2 Bio Residuos**

Hoy en día, entre la problemática medioambiental en el mundo, se encuentra la reducción o eliminación o disposición final de los residuos, sobre todo en los países industrializados; y esto, es ahora una prioridad para las mismas empresas: reusar sus propios residuos [56]. Debido a la escasez de combustibles fósiles y los problemas medioambientales graves que estos producen han llamado la atención las energías limpias y renovables. La biomasa es uno de los recursos más prometedores de fuente energética y puede ser una alternativa parcial a los combustibles fósiles. El uso de la biomasa puede reducir la dependencia de los combustibles fósiles y entre sus ventajas está la reducción de las emisiones netas de CO<sub>2</sub>. La biomasa abarca materiales naturales y derivados, tales como, especies leñosas y herbáceas, desechos de madera, cultivos energéticos, residuos agrícolas e industriales, residuos de papel, residuos sólidos urbanos, residuos de la elaboración de alimentos, desechos animales, plantas acuáticas, etcétera. Entonces, la generación de estos residuos va en aumento cada año y no se ha encontrado ninguna aplicación notable y se les da un valor negativo en el mercado [61]. En

la agroindustria, existen procesos que generan subproductos, los cuales al no ser reciclados o reusados, generan problemas medioambientales. Sin embargo, estos materiales son una fuente viable y atractiva de recursos, gracias a su contenido químico (óxidos de calcio, magnesio, silíceo, aluminio, así como también etanol, lignina celulosa, etc.) y pueden llegar a ser útiles totalmente cuando se les transforma mediante tratamientos físicos, químicos y térmicos. La utilización de este tipo de subproductos, como los residuos agroindustriales puede traer grandes beneficios en la reducción de costos para la mayoría de las industria del mundo, como la alimenticia (humana o animal), biotecnología, la industria del papel, entre otros tipos de utilización.

### **3.3 Utilización de Residuos Agro Industriales**

Los principales ejemplos de uso conocidos a partir de los residuos agroindustriales son los enfocados hacia la producción de energía verde; esto cuenta la producción de bioetanol, biodiesel, biohidrogeno y biogás [56]. Los residuos agrícolas como la cáscara de arroz, el bagazo, la cáscara de maní, las mazorcas de maíz, el bagazo de agave, entre muchos otros, tienen un inmenso potencial para ser utilizados como sustitutos de combustibles [62, 63]. Tal vez la crítica más importante que se le da a estos agro residuos es que a partir de ellos se produce combustible y el conflicto recae contra la producción de alimentos, en este caso es excepcional debido a que la planta AS no está comprometida en la producción mundial de alimentos.

Los residuos agrícolas con alto contenido de lignina se pueden utilizar como combustible, mientras otros se utilizan como forrajes. Los residuos agrícolas se pueden utilizar de manera más eficiente como sustratos para la digestión anaeróbica para producir energía y fertilizantes. La utilización de residuos agroindustriales puede ser muy variada, en México, se ha reportado el uso como carbón activado para remover contaminantes del agua, esto a partir de los subproductos de la industria del tequila [64]. Cesar Nieto y Jose Rangel, demuestran el efecto de la temperatura, tiempo y de la concentración de agente de activación, siendo este último el factor que afecta principalmente ambas respuestas de la dureza y la superficies de los carbones activados, basados en  $H_3PO_4$  y  $ZnCl_2$ . Según la superficie química de los carbones activados producidos, se sugiere que a partir de bagazo de agave, los carbones activados son materiales ácidos que podrían ser empleados para eliminar los cationes de los sistemas acuosos [64].

Entre otras aplicaciones de los bio-residuos, L. Chávez en el año del 2010 reporta el uso de bioresiduos como una fuente de energía limpia. Esto al considerar un combustible sólido a partir de la biomasa del bagazo de agave.

Con ello logra un mayor calor de combustión, lo que permite su uso como combustible renovable, gracias a la pirolización del bagazo de agave; ya que, en el proceso de producción de mezcal, el bagazo se ve impregnado por varios compuestos, lo que ayuda a tener un mejor desempeño cuando se usa como combustible sólido [63]. La biomasa es la forma más abundante y versátil de las energías renovables en el mundo [65]., por lo cual en un futuro podría ser, el centro de atención para la producción de biocombustibles. Se estima que 75,73 millones de toneladas de materia seca se generan a partir de 20 cultivos en México [66].

### **3.4 La Biomasa**

La energía es parte integral de la sociedad, al jugar un papel importante en el desarrollo socio-económico. La demanda de energía incrementa el crecimiento económico; por lo que la búsqueda de fuentes renovables y la suplantación de combustibles fósiles han puesto la mirada en la biomasa. La biomasa en sí, es una materia orgánica derivada de organismos biológicos; y la energía obtenida a través de esto, se denomina bioenergía [62, 67]. Queda estrechamente aceptado que la combustión de biocombustibles no contribuye al efecto invernadero debido a la conversión natural del CO<sub>2</sub> gracias a la renovabilidad de la biomasa [55]. Recientemente el crecimiento de la biomasa está estimado entre 112 y 220 mil millones de toneladas por año, siendo 3 mil millones de toneladas residuos forestales; entre 1.1 y 3.1 mil millones toneladas para residuos agrícolas; y cerca de 1.1 mil millones de residuos sólidos municipales, cuyas cantidades tienen aplicación de potencial energético [55].

En años recientes se ha incrementado el interés por la combustión de combustibles de biomasa para reducir las emisiones de CO<sub>2</sub>. Sin embargo, especies inorgánicas existen dentro de los combustibles de biomasa como sales y óxidos alcalinos que podrían aglomerarse en gran cantidad y puede causar problemas ambientales, de deposición y corrosión en superficies de las calderas. Por ello la biomasa al ser quemada deja cenizas las cuales al ser comparadas con las cenizas de la combustión de carbón tienen marcadas diferencias en la composición elemental química. Por ejemplo, la mayoría de biomasa contiene Potasio, azufre, cloro y sílice. Mayormente el Potasio se presenta en la mayoría de los enlaces químicos de las biomásas el cual al evaporizarse durante la quema se descompone para formar óxidos, hidróxidos, cloruros y sulfatos [68]. Por ello, se debe tener una buena caracterización de las cenizas provenientes de la combustión de biomasa, por un lado no se tienen normativas que promuevan el uso de dichas cenizas en el cemento, como las

norma ASTM C 618 que prohíbe su uso [69]. Sencillamente, lo demuestra, al no tener clasificación para dichas cenizas de biomasa (CB), por lo que quedará abierta a futuras investigaciones respecto a la clasificación de las CB.

Generalmente existen muchos estudios acerca de las CB de origen azucarero, como por ejemplo, de fuentes como; la cascarilla del arroz, caña de azúcar, cascara de maní, cascara de nuez que en están compuestas principalmente por sílice y con un promedio de tamaño de partícula entre 15 a 30  $\mu\text{m}$  [70, 71]. Tradicionalmente, las cenizas volantes de biomasa se usan en la agricultura como fertilizante mineral, gracias a su contenido de nutrientes como Ca, K y P lo que ayuda a mejorar el suelo de las cosechas [72, 73]. Esto se obtiene mediante combustión, la cual es un factor determinante para la composición química de las CB, dentro del proceso de combustión “Ashing process” [74] del cual se desprenden dos tipos de Cenizas de Biomasa: 1) Cenizas Volantes de Biomasa; de la descarga de calderas de ceniza seca o escoria de la descarga de la fundición de los calderas y 2) Cenizas de Fondo; de los sistemas de descarga del fluido de gas. Seguido de ello se da una clasificación a las CB que pueden ser Primaria, Secundaria y Terciaria [1,75]. La Primaria constituye los minerales de carbón originales o fases que no han sufrido transformación durante la combustión como: los silicatos (cuarzo, arcillas minerales, mica, feldspatos, zircón), óxidos (hematita, ilmenita, cromita, rutilo, corindón), sulfatos (sulfato de hierro, barita), fosfatos (apatita, monacita), carbonatos (calcita, dolomita) y otros (vidrio volcánico, selenita, grafito). La Secundaria incluye nuevas fases formadas durante la combustión del carbón entre los mas comunes están: silicatos (cuarzo, cristobalita, metcaolinita, mulita, anortita, wollastonita, larnita, pyroxeno), óxidos (magnetita, hematita, cal, periclasa, ilmenita, óxidos de bario, cerio cromo, cobre, manganeso, zinc, zirconia), sulfatos (pirrotita), y otros (vidrio, carbón). La Terciaria constituye nuevos minerales o fases formadas durante la transportación y almacenamiento (portlandita, brucita, yeso, sulfato de hierro, calcita, dolomita, hidróxidos de hierro y aluminio y material amorfo) [76]. Con esto, hay muchas opciones para la generación de energía provenientes de la combustión de biomasa, ya que como hemos visto la biomasa al ser un residuo sólido y tener una mezcla heterogénea de constituyentes facilita los métodos para su uso en la producción de energía y suplir el uso del petróleo [77].

### **3.4.1 Producción de Bioenergía**

La mayoría de los países en desarrollo requieren un enorme nivel de consumo de energía [61, 62, 65]. El uso de energía renovable (RE) para

complementar o simplemente reemplazar a los combustibles fósiles ofrece muchos beneficios a los países en desarrollo. Dado que el desarrollo económico depende de los sistemas de energía de un país, existe una justificación moral y social para mejorar los recursos energéticos de todos los países, por una parte, la necesidad de aumentar el nivel de la cantidad de suministro de energía y por otro lado reducir las emisiones de CO<sup>2</sup>. Por un lado están los países en desarrollo: en ellos existe una necesidad de aumentar el nivel en la cantidad de suministro de energía. Mientras que por otro lado, existe el interés mundial en la reducción de emisiones de carbono [65]. Para evitar conflictos con la producción de alimentos existentes y para minimizar el uso del agua y otros recursos, la producción efectiva de biocombustibles dependerá de una diversidad de especies de bioenergía, incluyendo materias primas que pueden ser tanto productiva y sustentable en las tierras semiáridas, proporcionando así beneficios tanto económicos como ambientales sin afectar la producción de alimentos [78].

Por otro lado, la bioenergía es generada por la reacción del material de carbón orgánico con oxígeno. Dicho material orgánico deriva de las plantas y animales que también es conocido como biomasa. La biomasa es una materia prima flexible, capaz de la conversión en combustibles sólidos, líquidos y gaseosos por procesos químicos y biológicos. Estos biocombustibles intermedios (como el gas metano, etanol, carbón) pueden sustituir a los combustibles fósiles [61,62,63,67]. El total del consumo mundial de energía primaria es de 11.400 millones de toneladas equivalentes de petróleo en 2005 [79]. Los combustibles fósiles son la principal fuente de energía con el petróleo, el carbón y el gas natural y representa el 80% del total [79]. La región de Asia y el Pacífico fue la región con mayor consumo de energía de China, Japón, India y Corea del Sur como a los consumidores más importantes [79]. Debido a este nivel de utilización de energías, la relación actual de reservas / producción mundial de petróleo es de 41,6 años, mientras que las proporciones de gas natural y el carbón son 60.3 y 133 años, respectivamente [66]. La perspectiva actual en la generación de energía a partir de bio-residuos ha logrado obtener buenos resultados. Como ejemplo, la producción de etanol a partir del bagazo de caña de azúcar puede contribuir a mitigar las emisiones de GHG [55]. Aproximadamente, 100 países alrededor del mundo cultivan caña de azúcar y la producción total de caña de azúcar en el año del 2011 fue de  $1.8 \times 10^9$  toneladas [55].

El caso más práctico, es el de los Estados Unidos de América, donde se posee una industria de biocombustibles altamente activa por el uso desfavorable que se presenta en ese país del petróleo [55]. Casos semejantes

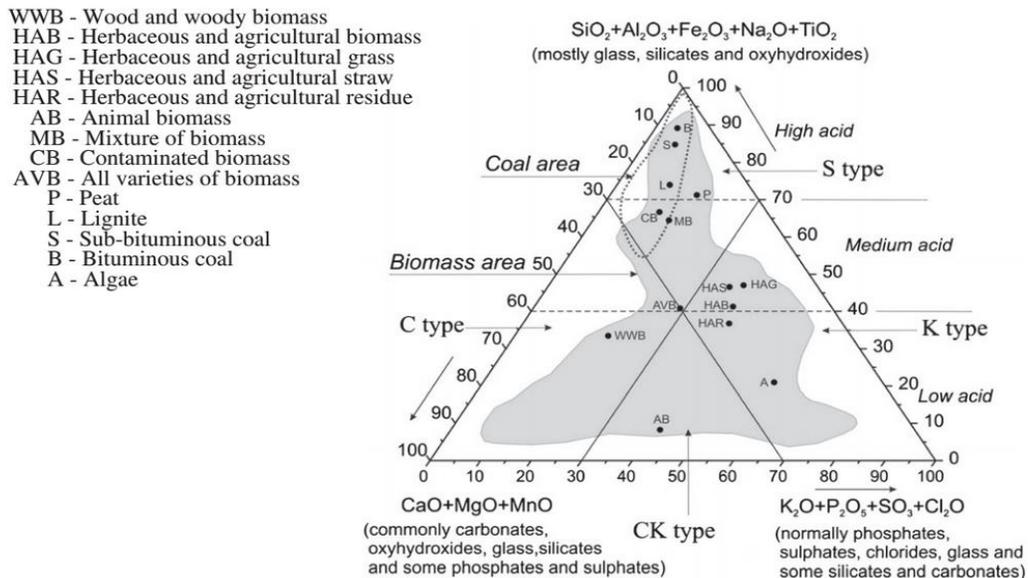
se presentan en Europa y Asia, donde la expectativa posible para la reducción de la vulnerabilidad económica, conlleva la disminución de emisiones de gases tipo invernadero [55]. El conflicto de utilizar el bagazo de caña de azúcar, es que entra en conflicto con el sector alimenticio, ya que parte de sus cosechas son destinadas a la producción de energía. Las materias primas de biomasa que crecen en tierras áridas y semiáridas podrían ser la respuesta al incremento en la demanda de combustibles renovables que no entran en conflicto con la producción de alimentos y los alimentos mismos [80]. Así, las plantas que utilizan el Metabolismo Ácido Crasuláceas (CAM), tienden a tener bajos requisitos de agua y crecen, como ya se mencionó, en zonas áridas; además de ser muy productivas en las regiones semiáridas.. Entre esta y muchas otras características especiales, las plantas CAM se han introducido recientemente como cultivos potenciales de bioenergía [78, 80, 81, 85]. Además, en las plantas CAM, ocurre la apertura de estomas y la absorción de CO<sub>2</sub> se producen principalmente en la noche cuando las temperaturas más bajas reducen en gran medida la pérdida de agua [81, 82, 83]. El género Agave se compone exclusivamente de este sistema de CAM. Su uso comercial principalmente es para fibras y bebidas [63, 80]. Su distribución como planta perteneciente a la familia Agavácea, en el continente Americano tiene su mayor biodiversidad en México con el 75% de 210 especies conocidas [81].

#### **3.4.2 Desechos de los Desechos: El Residuo de la Quema de la Biomasa una Alternativa de uso como Material de Construcción**

La ceniza de biomasa (CB) es un residuo que resulta de la combustión de biomasa. Una mezcla compleja de orgánicos e inorgánicos poli compuesto y de variada composición. La fase composición mineral de las cenizas de biomasa incluye mayormente materia inorgánica compuesta de constituyentes no-cristalinos (amorfos) y cristalinos o semi-cristalinos (mineral). La materia orgánica consiste en minerales orgánicos y carbón y por último la materia fluida o fluidos, asociado con la humedad y los gases desprendidos de la materia orgánica e inorgánica.

La composición química presente en las CB son comúnmente O>Ca>K>Si>Mg>Al>Fe>P>Na>S>Mn>Ti algunas con plus de Cl, C, H, N. Así como especies minerales y fases, algunas de ellas como los silicatos>óxidos e hidróxidos>sulfatos>fosfatos>carbonatos>cloruros>nitratos [84]. Las fases mayormente encontradas son calcita, cuarzo silvita, arcanita, anhidrita, carbón,

cal, hematita, portlandita, cristobalita, hidroxiapatita, larnita, albita, fosfatos de calcio, Carbonatos K, fedelpastos K y silicatos K-Ca, ver **Figura 3** [3, 84].



**Figura 3 Variedad de biomasa y combustibles fósiles sólidos dentro de un sistema de clasificación química de cenizas de biomasa [3, 84]**

Las asociaciones sistémicas identificadas en el sistema de CB a saber 1) Si-Al-Fe-Na-Ti (en su mayoría de cristal, silicatos y oxihidróxidos); 2) Ca-MgMn (comúnmente carbonatos, oxihidróxidos, vidrio, silicatos y algunos fosfatos y sulfatos); y 3) KPS-Cl (normalmente fosfatos, sulfatos, cloruros, vidrio y algunos silicatos y carbonatos); se aplicaron para la clasificación de las cenizas en cuatro tipos (S, CK y CK) y seis subtipos (S-Ha, S-MA, C-MA, C-LA, K-MA y K-LA). Esta clasificación se puede utilizar para este tipo de predicción de CB y subtipos asocian preferentemente con problemas de aplicación y ventajas definitivas [3, 84].

La producción de los materiales de construcción (en particular el cemento y el concreto) actualmente ofrece las mayores oportunidades de utilización de CB a pesar de algunas barreras técnicas, comerciales y ambientales.. La composición altamente inorgánica de las CB (en contraste con otras cenizas) ofrece un potencial significativo para la síntesis y producción de numerosos materiales valiosos y avanzados (diferentes cerámicas, filtros de membrana, vidrios, esmaltes, materiales, incombustible y refractario resistente al fuego, aislantes térmicos y ligeros síntesis de polímeros, fibras minerales, cuarzo-cristobalita, tridimita mulita, Na, silicato, wollastonita y zeolitas) con

oportunidades innovadoras para la composición programada preliminar y propiedades especialmente adaptados.

En los últimos años, el uso de los residuos sólidos derivados de la agroindustria, ha sido el foco de atención para nuevas investigaciones. Cuando se añaden materiales puzolánicos al cemento, la sílice ( $\text{SiO}_2$ ) presentes en estos materiales reacciona con la cal libre liberada durante la hidratación del cemento y forma silicato de calcio hidratado adicional (CSH) como nuevos productos de hidratación, que mejoran las propiedades mecánicas de la formulación del concreto [85]. En años recientes se ha reportado que los residuos de la industria del azúcar pueden ser productos con carácter puzolánico; y su aplicación puede ser muy diversa, sobre todo en la industria de la construcción [86]. En el año del 2009, la producción total de la caña de azúcar se estimó en aproximadamente 1661 millones de toneladas a nivel mundial, siendo Brasil el mayor productor de caña de azúcar [87]. La reactividad puzolánica de la ceniza producto de la cocción de los bioresiduos azucarados depende de ciertos parámetros [85, 88]. Así como también, al tener una alta concentración de sílice, la ceniza de bagazo, tiene infinidad de aplicaciones potenciales, por ejemplo, como un adsorbente, como catalizador, para columnas de cromatografía de embalaje, productos farmacéuticos, en pinturas y recubrimientos, y la lista sigue [89].

El efecto químico de las CB y su efecto químico esta asociado a la capacidad de proveer, en el caso del bagazo de caña de azúcar (CBCA), los compuestos silico/aluminosos que reaccionarán con el hidróxido de calcio en presencia de agua, esto capacidad puzolánica de dichas cenizas mejoran la resistencia del concreto [90] donde en estas cenizas no influye la temperatura de calcinación ( $800^\circ$  a  $1000^\circ$ ) ya que se presenta la misma reacción puzolánica [91]. Se ha demostrado la eficacia al reemplazar el 20% y 30% de las CBCA, reducen la permeabilidad del agua, desarrollan alta resistencia inicial y apreciable resistencia a la permeabilidad y difusión de cloruros [92, 93]. Por otra parte, este trabajo pretende dar un estudio general de las cenizas del bagazo del AS, que es un residuo de la industria del tequila, lo cual se demostrará si existe algún índice de reactividad puzolánico u otro tipo de reacción química, su composición físico-química así como su evaluación en pastas de cemento para su posterior discusión de resultados.

### 3.5 Agave Salmiana

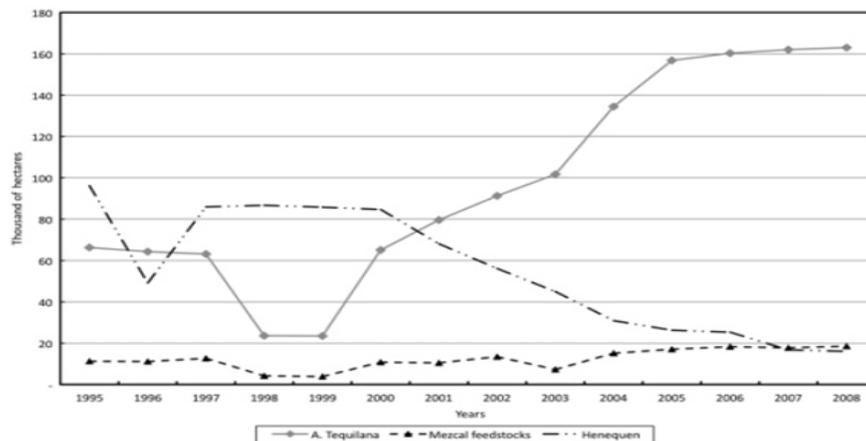
Uno de los retos más importantes para la sustentabilidad ecológica es el cambio climático global que está llevando a un inminente incremento de la temperatura y a ambientes más extremos en cuanto a disponibilidad de agua. Este cambio está relacionado con el exceso de utilización de la energía fósil, haciendo necesaria la búsqueda de sistemas alternativos para generar energía de manera eficiente, particularmente a través del diseño de sistemas agrícolas y forestales que permitan, tanto la producción de carbohidratos convertibles en alcohol, como la captación de altas cantidades de CO<sub>2</sub> atmosférico. Es importante recalcar también el propósito de desarrollar sistemas agrícolas que permitan la disminución del consumo de agua. Por ello, al ser plantas subtropicales, los agaves están adaptados a una amplia gama de condiciones climáticas extremas. El Maguey, presenta una muy buena eficiencia en el uso del agua y captación de CO<sub>2</sub> atmosférico [80, 94]. Desde tiempos antiguos, los Agaves o Magueyes han estado presentes entre las plantas más importantes y ampliamente utilizadas en México [95]. El Agave contiene una alta concentración de fructanos como sustancias de reserva y tiene un solo evento reproductivo [95, 96].

Los magueyes se reproducen principalmente por los hijuelos que se desarrollan en la base del tallo de la planta madre, o bien por las semillas que produce la floración; ésta ocurre solamente una vez en la vida de un maguey y es el irremediable anuncio de su muerte [95]. El Agave se utiliza en gran medida para la producción de fibras y bebidas alcohólicas Norteamérica. Existen por lo menos 200 especies en todo el mundo; de las cuales más de 150 se pueden encontrar en México. Las tres clases dominantes de Agave que se cultivan son: (1) Agave tequilana Weber variedad Azul; (2) para la producción de mezcal se encuentra el Agave, que incluye especies como agave angustifolia Haw, Agave esperrima, Agave weberi, Agave potatorum y Agave Salmiana; y (3) para la producción de Henequén está el Agave fourcroydes [95, 97]. Por lo tanto, la industria del tequila en México genera residuos, los cuales no son atendidos con el sumo cuidado de almacenamiento ni reutilización. El tequila es una bebida alcohólica originaria de México, cuya materia prima es el Agave tequilana Weber y durante su proceso de fabricación, se obtiene como residuo el bagazo del Agave después de la extracción del jugo. Este residuo es aproximadamente 0.78 kg de bagazo por litro de tequila. En un análisis realizado se indicó un contenido de celulosa de 43%, lignina 15%, hemicelulosas 19%, materia nitrogenada total 3%, pectinas 1%, grasas y aceites 1%, azúcares reductores totales 5%, cenizas [96].

### 3.5.1 Producción de AS en México

En la **Figura 4** se muestran las superficies cultivadas en virtud de las tres especies predominantes en México Período 1995-2008 [98]. Al final del siglo XX, el henequén ocupaba más tierras agrícolas. Sin embargo a partir del año 2003, el área plantada para el Agave Tequilana ha crecido a tasas elevadas [99].

En la **Figura 5** se observan las tierras aprovechadas para el cultivo de las tres principales plantas de Agave, esto solo puede ser explotado para bebidas alcohólicas. De acuerdo con el Estatuto Geográfica Protegida para Tequila (Denominación de Origen Tequila, DOT) el Tequila 100% Agave debe producirse a partir de Agave Tequilana Weber Azul solamente en los estados de Jalisco y algunas municipalidades de los estados de Guanajuato, Nayarit, Michoacán y Tamaulipas [99]. El Agave Tequilana generalmente se planta en colinas y suelos ligeros caracterizados por un alto contenido de óxidos y potasio, buen drenaje y alta exposición a luz solar [99]. Se denomina un cultivo perenne que tiene por lo menos un ciclo de vida de 6 años antes de la cosecha; además del tiempo necesario para la propagación de plantas que podría llevar un año completo [97]. Las plantas se cosechan individualmente y cuando la piña alcanza un tamaño óptimo y contenido de azúcar es apto, un campo de Agave tequilana puede cosecharse progresivamente durante un período de hasta 2 años [97].



**Figura 4. Área plantada de Agave tequilana, plantíos de mezcal y henequen en miles de hectáreas [98, 99]**

## ECONOMIC ASSESSMENT AND OPPORTUNITIES OF AGAVE

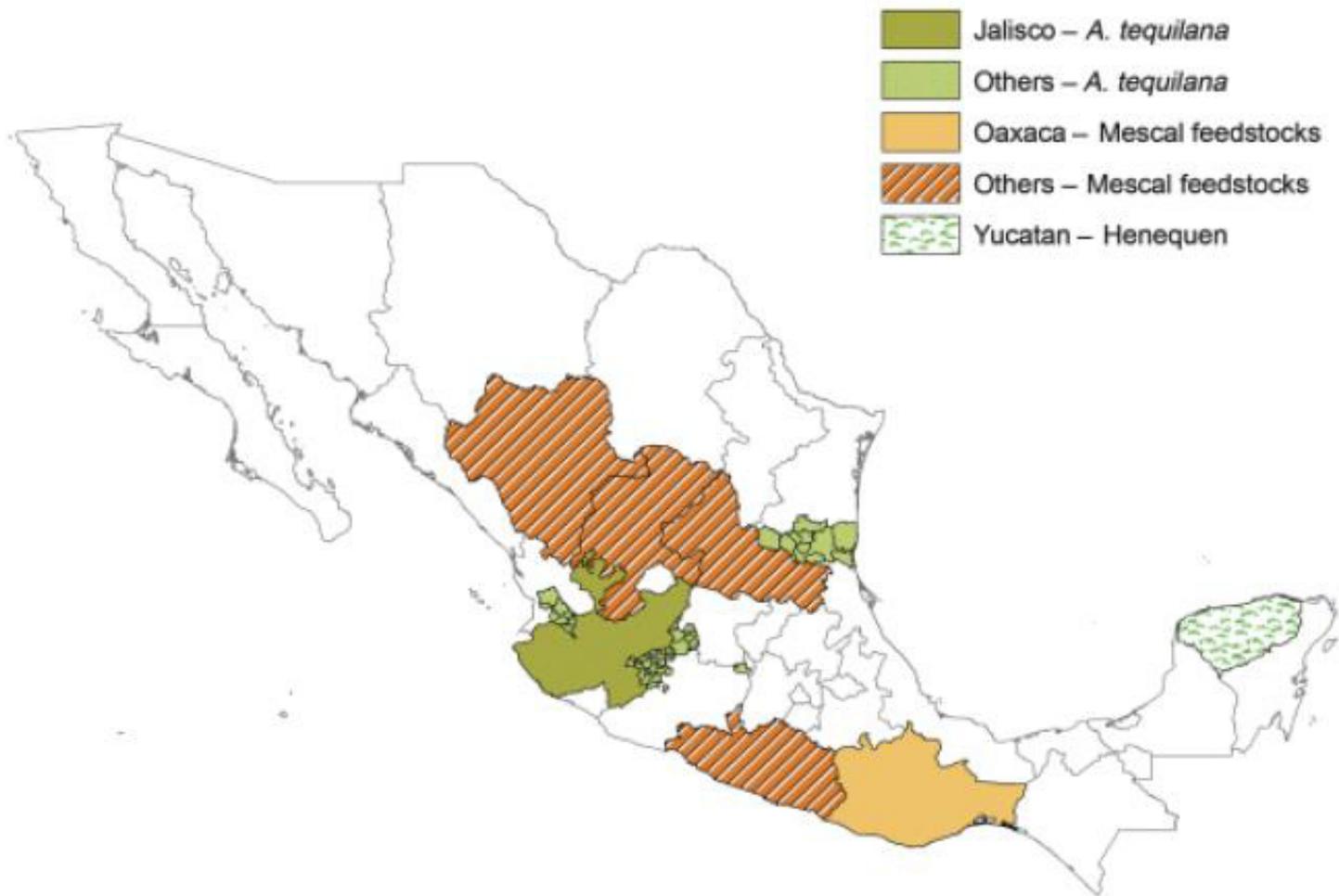


Figura 5. Regiones de producción de Agave en México [99]

### **3.5.2 El Bagazo de Agave y su Residuo, Aplicaciones y Tendencias Futuras**

El cemento Portland ordinario es reconocido como el material de construcción más utilizado en el planeta. La utilización de los materiales de desecho en la producción de concreto proporciona una solución satisfactoria para lo que concierne al entorno medioambiental y sus problemas asociados con el manejo de los residuos. Los residuos de la agroindustria como la ceniza de la cáscara de arroz, la ceniza de paja de trigo, la cáscara de nuez de avellana y las cenizas del bagazo de la caña de azúcar son usados como materiales puzolánicos para el desarrollo de cementos mezclados [35]. Esta investigación centró especial atención en la caracterización y evaluación del bagazo de agave, (AS), sustraído del municipio de Villa de Santiago, Nuevo León, México, del ejido conocido como El Manzano. Dentro de los diferentes tipos de bagazo de la agro-industria se encuentra el ya estudiado bagazo de la caña de azúcar; el cual, al ser sometido a calcinación (sin temperatura controlada), indica en sus análisis de DRX y termo gravimétricos la presencia en una concentración muy alta de óxidos de sílice, aluminio, hierro, álcalis y de óxidos de tierras alcalinas en cantidades más pequeñas [100]. Por consiguiente, este estudio se concentrará en las temperaturas controladas para la calcinación del bagazo de agave, en lo cual se pretende encontrar algún porcentaje similar al del bagazo de caña de azúcar, con la probabilidad de obtener carbonato de calcio y por ende hidróxido de calcio como se ha reportado en otras investigaciones [59, 88].

Por ello, en los siguientes apartados se contempla la mención de algunos trabajos sobre estos materiales y en su caso la aplicación dentro de la industria de la construcción, siendo viable su estudio en MB y MT en conjunto con el cemento Portland para su estudio. En primera instancia, se hablará de los materiales cementantes suplementarios, que pueden contener propiedades hidráulicas y/o puzolánicas, pudiendo sustituir en grandes cantidades al cemento. Además, se mencionan algunos trabajos donde se explora acerca del efecto sinérgico entre los materiales, donde las debilidades de un material se complementan con las fortalezas de otro material, dando como resultado el mejoramiento de características que posee cada material por separado. También, se mencionarán las cenizas de biomasa aplicadas a la construcción, así como la caracterización de las mismas, ya que por ser un residuo complejo se habla de la caracterización principal como su composición química y su composición mineralógica así como las fases presentes, en donde la mayoría

de la biomasa proveniente de estas plantas se componen principalmente de carbonatos, óxidos, fosfatos y sulfatos predominantemente.

Los SCM desarrollan dos principales mecanismos que contribuyen a la densificación de las mezclas cementantes: a) desarrollando procesos que incrementen la tasa reactiva en la hidratación de la mezcla o reacción puzolánica; y b) como mecanismo de densificación de matrices cementantes mediante efecto de relleno (efecto filler) [101] y se tiene reportado que la termodinámica y cinética de estos mecanismos dependerá, del nivel de reemplazo, la solubilidad y temperatura, entre otros [102]. Lo que caracteriza a estos sistemas de SCM dentro de las pastas de cementos es que pueden formar fases hidratadas dentro del sistema ternario de  $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ , como C-S-H, C-A-S-H incorporando óxido de aluminio; C-S-H con alta y/o baja relación Ca/Si; formación de portlandita; geles de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; o etringita principalmente [27]. Debido a que gran parte de estos mecanismos están limitados a su espontaneidad, es común realizar reemplazos con más de un tipo de material suplementario. Esto da pie al uso de sistemas binarios y ternarios, los cuales pueden exhibir algunas dificultades al incluir subproductos y/o en función de su naturaleza, hidráulica y/o puzolánica, además de la composición mineralógica; física y química que se traduce en sus diferentes propiedades. Sin embargo, siempre acompañada de la debida justificación, la compenetración de estos materiales seguirá creciendo. Entre los mecanismos más estudiados para incrementar el consumo de SCM están: el uso de aditivos químicos para reducir la relación agua/cementante y los métodos mecánicos. En otra instancia, se ha comenzado a poner atención al efecto de promover los mecanismos de reacción mediante la adición de agentes que promueven la nucleación y/o el uso de partículas reactivas y últimamente mecanismos basados en la molienda de partículas reactivas o semireactivas, todo ello en Procedimiento de Activación Mecánica, Activación Térmica y Activación Química [103]

Entre los SCM más abundantes están las CV cuyas características y propiedades dependen de la naturaleza de combustión y tipo de carbón. La similitud de las CV con las puzolanas naturales de origen volcánico ha fomentado el uso de las cenizas volantes en combinación con el cemento Portland para la fabricación de concreto. Sin embargo, no todas las cenizas son adecuadas para tal uso, ya que, algunas reacciones químicas inestables pueden tener efectos adversos tanto en el proceso de hidratación, como en la estabilidad del producto final. Entre los diferentes SMC puede existir una interacción denominada el efecto sinérgico, el cual consiste en mejorar las

debilidades de un material agregando las fortalezas de otro material para complementarse. Otra de las interacciones importantes de dos o más materiales cementantes suplementarios es que en la mayoría de los casos, al incluir materiales en la mezcla, da como resultado una matriz más densa. Esto se relaciona con una alta durabilidad, además de reducir los poros, lo cual resulta benéfico al ataque de agentes agresivos como sulfatos, iones, cloruro, entre otros de acuerdo a M. Sharfuddin Ahmed et al. [104].

Las cenizas de biomasa (CB) recientemente se han estudiado como SCM debido al incremento en la quema de biomasa y su consecuente acumulación. Las CB son similares a las cenizas resultantes de la quema de combustibles fósiles sólidos, contienen una mezcla heterogénea de materia orgánica e inorgánica, contienen varias fases sólidas y fluidos con diferentes contenidos y origen. Las fases de la biomasa se originan a partir de procesos naturales y antropogénicos, siendo sus principales componentes estructurales la celulosa, hemicelulosa y lignina. Las CB industriales consisten en: a) las cenizas de fondo (son de la descarga de calderas) o escoria (de la descarga de fundición de calderas); y b) las cenizas volantes (de los sistemas de salida de humos), producidas en instalaciones de combustión y gasificación industriales a temperaturas normalmente entre 800 y 1600°C [84]. El término biomasa comprende el residuo inorgánico con o sin cierta cantidad de materia orgánica quemada. Varios tipos de biomasa producen cenizas que tienen actividad puzolánica similar a las CV, entre éstas se incluyen la cáscara de arroz, bagazo de trigo, bagazo de la caña de azúcar y madera. Sin embargo, la ASTM C 618 prohíbe el uso de estas cenizas en concretos porque se cree que contienen altos niveles de álcalis (Na y K) y menos  $Al_2O_3$  que las cenizas volantes de carbón clasificadas como cenizas volantes clase C y F, según esta normativa, que se constituyen de alto y bajo calcio respectivamente [30]. Sin embargo, una serie de trabajos se han realizado recientemente para conocer mejor las posibles aplicaciones de estos residuos a partir de una rigurosa caracterización química, mineralógica y morfológica [3, 69,84].

### **3.6 Uso de Materiales Cementantes Suplementarios**

El uso de materiales cementantes suplementarios (SCM) se ha venido revolucionando gracias a las investigaciones que se llevan a cabo dentro de este tema y por no contener Clínter para su reacción. Por sus diferentes clasificaciones mencionadas anteriormente tanto morfológica, física y química se mencionan trabajos que combinan dos o más SCM base cemento Portland y se logra un efecto sinérgico.

Un primer caso de muchos trabajos de investigación desarrollados en cuanto al uso del efecto sinérgico en un sistema binarios y ternario base cemento Portland se desarrolló en el año del 2007 por S.K. Antiohos et al. Ellos mezclaron dos tipos de ceniza volante para evaluar el efecto sinérgico entre ellas en conjunto con el cemento Portland. Ambas cenizas volantes eran de alto y bajo contenido de calcio. El estudio fue dirigido a evaluar cómo una ceniza volante compensa las debilidades de la otra ceniza volante. Concluyen que en sistemas binarios (combinación de cemento Portland con una de las dos cenizas) tienden a tener menor mejora del sistema cementante en comparación con el sistema ternario (combinación de cemento Portland con ambas cenizas a la vez) donde se demostró el efecto sinérgico ya que se mejoran y superan las características de los sistemas binarios [105]. Por lo que hoy en día y desde mediados de los años noventa, hubo un incremento significativo de cementos compuestos ya sea un sistema binario, o la adición mineral de dos materiales más al cemento Portland, un sistema ternario, o bien incluso tres materiales minerales y cemento formando así un sistema cuaternario con materiales cementantes suplementarios. Las ventajas de tener dos materiales y cemento Portland en conjunto (sistema ternario) comparado con solo la adición de un material cementante suplementario motivo considerablemente el estudio en este campo de cementos compuestos

Tahir y Önder Kirca en 2007, mencionan que se pueden mejorar los beneficios del concreto con solo la adición de humo de sílice en comparación con combinaciones ternarios incluyendo ceniza volante clase F y C o bien escoria granulada de alto horno. Concluyen que los sistemas ternarios en la mayoría de los casos se alcanzan mejores resistencias que los sistemas binarios y se observa la mejora en 7 a 28 días que en tres días que es donde el sistema binario es más adecuado [106]. Otra de las importantes interacciones de dos o más materiales cementantes suplementarios es la de incluir cierta durabilidad que la del concreto convencional, en la mayoría de los casos, al incluir materiales a la mezcla da por resultado una matriz más densa lo que va ligada a una alta durabilidad y se reducen los poros lo cual es benéfico al ataque de agentes agresivos como sulfatos, iones cloruro entre otros.

M. Sharfuddin Ahmed et al. llevaron a cabo una prueba rápida de permeabilidad de cloruros utilizando sistemas binarios o ternarios utilizando como sustituto del cemento ceniza volante y escoria granulada de alto horno, los niveles de sustitución que estudiaron fueron a reemplazos del 25, 50% y 70%. Adicionaron a los sistemas el 10% de humo de sílice en reemplazo de cemento. Concluyen que los sistemas ternarios con escoria granulada de alto

horno y humo de sílice muestran las cargas más bajas comparadas con todas las mezclas binarias. Se demuestra de nueva cuenta el efecto sinérgico entre estos materiales que compensan las debilidades de uno y otro material [104]. Mateuz Radlinski y Jan Olek estudiaron el efecto sinérgico en sistemas cementantes ternarios conteniendo estas cemento Portland, ceniza volante clase C y humo de sílice. Observaron el efecto sinérgico en la mezcla ternaria de 20% CV y 5% humo de sílice, donde a los 7 días se pudo constatar un aumento en la resistencia a la compresión y a cloruros con respecto a las mezclas binarias de cada material con el cemento Portland. La sinergia atribuible a los efectos físicos y químicos. El efecto químico se observó en la generación de mayor cantidad de producto hidratado; y el efecto físico se logró mediante la densidad de empaquetamiento. Entonces, concluyen que las deficiencias del humo de sílice son compensadas con la ceniza volante y viceversa, y acuñan el término sinergia, que lo describen como: interacción de dos o más agentes o fuerzas que al combinar sus efectos estos son mejores que la suma de sus efectos en forma individual [107].

### **3.7 Uso, Aplicaciones y Antecedentes de la Ceniza Volante**

Shuangzhe Wang en el año 2014, estudió la cantidad de cinética de las reacciones puzolánicas clase C y clase F y cenizas volantes de biomasa en combustión con el  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  bajo diferentes condiciones de carbonatación. La velocidad en el proceso de hidratación dependió primeramente del área superficial de la CV en edades tempranas, después las reacciones químicas se hicieron cargo [51].

M. García-Mate et al. en 2013, estudiaron la hidratación y las propiedades de pastas de cemento de sulfoaluminatos de calcio (CSA) mezclados con ceniza volante. Usaron Clinker de sulfoaluminato de calcio (CS10), este cemento fue preparado con mezcla de clinker en 25% en peso. La temprana hidratación de los CSA reacciona como etringita también conocida como AFt ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ ) y monosulfato (AFm;  $\text{C}_4\text{ASH}_{12}$ ) y depende principalmente de la disponibilidad de sulfato. Concluyen que todas las pastas con CV muestran baja viscosidad y baja demanda de agua. El C4A3S (yemilita) y el yeso fueron completamente disueltos en los primeros 3 días de hidratación donde precipitaron cristales de etringita. La porosidad disminuyó con el tiempo por la disminución de la demanda del contenido de agua y con la adición de CV debido al efecto filler, afectando las resistencias mecánicas [108]. Alberto Sepulcre et al. en 2013, analizaron la microestructura de pastas de cemento con adiciones de ceniza volante, Metacaolin y Sepiolita. Concluyen que el cemento Portland con ceniza volante y cal muestran una porosidad altamente

cerrada y una alta expansión. El Metacaolin produce una red de vacíos con paredes bien definidas y cerradas en comparación de la Sepiolita [109].

Shiho Kawashima et. al en el año del 2012, estudiaron el efecto de partículas coloidales de nanoSiO<sub>2</sub> adicionados sobre pastas de cemento-cenizas volantes obteniendo una hidratación acelerada a edades tempranas [110]. En el año del 2013, Chung-Ho Huang et al. mezclaron cemento portland con niveles de sustitución de hasta 80% de ceniza volante obteniendo buenos resultados. Utilizaron dos tipos de ceniza volantes clase F con 4.6% y 7.8% de LOI, estudiaron propiedades en su estado fresco y endurecido, se demostraron las mejoras a edades posteriores de 91 y 365 días. El concreto con ceniza volante clase F y bajo LOI exhibió superiores propiedades mecánicas que las mezclas con cenizas volantes de alto LOI. Con los resultados demostrados en su investigación se confirman las sustituciones de hasta el 80% de CV como reemplazo de cemento Portland [111].

Faiz U.A Shaikh y Steve W.M. Supit en el año 2014 evaluaron concretos con sustituciones del 40% y 60% de ceniza volante. Además adicionaron 1% y el 4% del nano partículas de CaCO<sub>3</sub>. Demostraron que la adición del 1% de CaCO<sub>3</sub> exhibe alta resistencia a la compresión a edades tempranas. Las nano partículas de CaCO<sub>3</sub> permiten densificar la matriz cementante mejorando la microestructura [112].

G. Kakali y colaboradores en el año 2000, describen en su trabajo los efectos del carbonato de calcio sobre los productos de hidratación del C3A, C3S y el cemento. Fabricaron sistemas de pastas con contenidos de C3A y C3S del 0%, 10%, 20% y 35% por peso con CaCO<sub>3</sub> de grado reactivo. Dichos sistemas se estudiaron a 1, 2, 7 y 28 días. Mediante técnicas de difracción para polvos identificaron el efecto del CaCO<sub>3</sub> sobre la hidratación y concluyen que dentro de las pastas que contienen CaCO<sub>3</sub>, la transformación de etringita a monosulfato es retrasada, mientras que el mono carbonato aluminato de calcio se forma preferentemente del monosulfato a edades tempranas. Además se aceleró la hidratación del C3S y observaron la formación de algunos carbo-silicatos. Se atribuye a esto el efecto filler que el CaCO<sub>3</sub> hace dentro del sistema debido a la fineza de sus partículas y con ello incrementa la tasa de hidratación y la formación de carboaluminatos y la modificación de la microestructura. Se dice que la cantidad máxima que puede reaccionar de CaCO<sub>3</sub> está entre el 2 - 3% con la mayoría de los cementos, aun así, han aparecido valores arriba del 5.8% [113].

T. Sato and J. J. Beaudoin en el año del 2007 estudiaron la adición de nano-CaCO<sub>3</sub> en cemento Portland que contiene altos reemplazos de escoria y

cenizas volantes. Esta adición acelera la hidratación del cemento Portland que comúnmente conteniendo altos volúmenes de escorias y cenizas volantes retrasan la hidratación. En su estudio de calorimetría por conducción observaron que evidentemente hay una significativa aceleración de la hidratación a edad temprana por la adición de nano- $\text{CaCO}_3$  y por la alta adición de  $\text{CaCO}_3$ . Se mejoró remarcablemente la micro dureza y el módulo de elasticidad a edades tempranas, esto debido a la participación de las partículas de nano- $\text{CaCO}_3$  como puntos de nucleación del C-S-H resultando en un desarrollo de resistencia notable. Por tanto, el  $\text{CaCO}_3$  podría haber reaccionado con el aluminato tricálcico (C3A) para formar carboaluminatos de calcio con o sin presencia de yeso [18].

K. De Weerdt y colaboradores en el año del 2011 estudiaron el efecto sinérgico entre  $\text{CaCO}_3$  y cenizas volantes dentro de sistemas de cemento Portland. El polvo de caliza ( $\text{CaCO}_3$ ) interactúa con las fases de hidratación de AFm y AFt, que permite formación de carboaluminatos a expensas del monosulfato y estabilización de la etringita. El efecto del  $\text{CaCO}_3$  puede ser restringido por la cantidad limitada de hidratos de aluminato formados por la hidratación del CPO. Los aluminatos de calcio hidratados formados durante la reacción puzolánica reaccionaron con los carbonatos de calcio de los polvos de caliza para formar carboaluminatos hidratados. Concluyen en su estudio por termo gravimetría la distinción de dos mecanismos: el primero, el efecto filler relacionado con el incremento de la cantidad de enlaces de agua y el hidróxido de calcio; y segundo, el efecto de dilución causado por la reducción de la cantidad de componentes reactivos dentro del sistema. Además, concluyen que la presencia de  $\text{CaCO}_3$  permite la formación de mono o hemicarboaluminatos hidratados lo que permite el incremento del volumen de estos hidratos y subsecuentemente disminuye la porosidad e incrementa la resistencia [7].

K. De Weerdt y colaboradores en el año 2011, evaluaron el efecto sinérgico entre el carbonato de calcio y su interacción con las fases hidratadas de AFm y AFt, que permitió la formación de carboaluminatos a expensas del monosulfato y la estabilización de la etringita. El efecto del polvo de caliza sobre el cemento Portland ordinario puede estar restringido a la cantidad limitada de hidratos formados por la hidratación del CPO. El reemplazo del CPO por polvos de carbonato de calcio provee al CPO superficie adicional para la precipitación de productos hidratados promoviendo la hidratación a edad temprana del cemento Portland ordinario. Aunado al efecto filler, también se da un efecto químico; donde el carbonato de calcio puede interactuar con los aluminatos hidratados formados por la hidratación del CPO. El monosulfoaluminato hidratado es inestable en presencia del  $\text{CaCO}_3$  así el mono y hemi

carboaluminato hidratado se formarán permitiendo la estabilización de la etringita que resultará en el incremento del total del volumen de productos hidratados. Entonces destacan que los aluminatos de calcio hidratados formados durante la reacción puzolánica reaccionan con el carbonato de calcio del polvo de caliza para formar carboaluminatos de calcio hidratados. Concluyen que la cantidad de reemplazo de CPO así como de ceniza volante es del 5% en peso por carbonato de calcio finamente dividido dentro del sistema ternario cemento Portland ordinario más ceniza volante y polvo de caliza [114].

Los SCM ya han sido bien clasificados y estudiados, sin embargo en lo que respecta a las cenizas de biomasa son pocos los trabajos realizados dentro de la industria de la construcción, por ello se mencionará la utilización de dichas CB y como se han aplicado alrededor del mundo, en su mayoría provenientes de la producción de energía.

### **3.8 Biomasa, Aplicaciones y Derivados**

Para hacer independencia del petróleo han surgido fuentes con promesas de utilizar fuentes renovables como alternativas y sustentables fuentes de energía como la solar, el viento, el agua el calor geotérmico y la biomasa, siendo esta última la que podría ser utilizada en gran medida por la industria química como una alternativa en un futuro cercano. El uso de biomasa tiene un potencial prominente como fuente natural renovable, y a un costo económico considerándose como producción de manera comercial de bioetanol y como bioenergía. Con ello la biomasa será fuente de energía renovable, dando un concepto de bioenergía como la fuente de energía usada de manera natural para la producción de biocombustibles que incluye biocombustibles en estado sólido, líquido y en forma de gas entre los que destacan el biometanol, biosingas ( $\text{CO}+\text{H}_2$ ), biogasolina, biohidrógeno, combustible vegetal, biodiesel bioetanol por mencionar otros. La importancia del etanol es alta debido a varias razones como el cambio climático y el calentamiento global, por lo que la producción de etanol ha incrementado el interés de niveles regionales, nacionales e internacionales.

Anubhuti Gupta y Jay Prakash Verma en 2015 documentan un histórico de la producción de bioetanol se ha incrementado día a día. Done el material celuloso es la biomasa predominante en el mundo así como lo agro-residuos. Siendo el bioetanol proveniente de los agro residuos podrían promover una tecnología que involucre los cuatro procesos; pre tratamiento, enzimización, hidrólisis, fermentación y destilación, esto para tener la conversión de celulosa a etanol [115].

En años recientes, en Brasil se han estudiado los residuos agrícolas como el bagazo de caña de azúcar como material puzolánico altamente activo, Cordeiro et al., en 2009 investigaron las cenizas del bagazo de caña de azúcar, donde presentaron los resultados del procesamiento del bagazo bajo condiciones de combustión controladas con el fin de obtener una actividad puzolánica óptima. Las muestras de bagazo fueron incineradas con una velocidad de calentamiento de 10°C/min a 350°C por 3 horas y a diferentes temperaturas desde los 400°C hasta los 800°C por otras tres horas. Se determinó que la muestra a 400°C tiene alta pérdida por ignición de materia orgánica en comparación con las demás temperaturas y concluyeron que la temperatura de calcinación es un parámetro importante para que la producción de ceniza de bagazo de caña de azúcar contenga actividad puzolánica. Siendo la mejor temperatura de calcinación de 600°C ya que presenta bajo contenido de carbón y alta área superficial específica lo que desencadenó una considerable actividad puzolánica [116].

G.C. Cordeiro y colaboradores estudiaron en el año 2012 la influencia del bagazo de caña de azúcar (SCBA) y la cascara de arroz (RHA) dentro de concretos. Para ello molieron el bagazo SCBA y RHA en un molino vibratorio donde reemplazaron el 20% del bagazo por cemento Portland y los sistemas de mezclas los monitorearon a edades de 7 días, 28 días, 90 días y 180 días. Donde concluyen que el reemplazo parcial de cemento Portland por ambos bagazos incrementan ligeramente dentro del área del esfuerzo y reducen un poco la viscosidad plástica e incrementaron la resistencia de los concretos debido al alto contenido de partículas ultrafinas en comparación al sistema de referencia de solo cemento Portland. La RHA tiene un mejor efecto que el SCBA donde la primera incremento la resistencia a compresión obteniendo una alta actividad puzolánica esto en sustitución del 20% en masa del cemento Portland [6].

Manuel Cabrera y colaboradores en el año 2014 estudiaron las cenizas de fondo resultados de biomasa utilizada para generación de energía renovable, dicha fuente se ha incrementado el interés a nivel mundial. Sin embargo, es preocupante el incremento de estos residuos derivados de la combustión desde la biomasa. Por ello, en esta investigación de las cenizas de fondo evaluaron las características físicas, químicas y mecánicas. Donde determinaron que las cenizas de fondo son aceptables para usarse como material en la industria de la construcción, siendo su utilización como material de relleno. Concluyen que la ceniza de biomasa de fondo así como el residuo de oliva de la agricultura usada como relleno puede ser implementada en

caminos ya que se tienen una mayor facilidad de compactación, baja densidad y alta absorción [118].

Bonavetti et al. (2001) estudiaron la hidratación del  $C_3A$  con  $CaCO_3$  en presencia de solución de  $Ca(OH)_2$ . Donde dicho sistema produjo la formación de carboaluminatos de calcio que es la reacción entre el  $CaCO_3$  y el  $C_3A$ . Se puede dar por la adición de carbonato de calcio la formación de silicocarbonatos de calcio hidratados durante la hidratación del  $C_3S$  en presencia de este  $CaCO_3$  en cantidades abundantes. En Difracción de Rayos X observaron al mono y hemi carbonato de calcio en los ángulos  $10$  a  $13^\circ$  y  $21$  a  $24^\circ$   $2\theta$  respectivamente en las primeras 24 horas de hidratación del sistema. El mono carboaluminato fue detectado a 3 días de hidratación. Concluyen que el exceso de iones de carbonato en las pastas produce la transformación de monosulfoaluminato a mono carboaluminato. A edades tempranas se observó en el DRX la formación de mono carbonato de calcio ocurrida entre los iones del  $C_3A$  del cemento y carbonatos que ya se ha reportado por varios autores. Se observa que el CH es consumido para formar el hidróxido hemi carbonato de calcio durante los primeros 30 minutos cerca del 75% se consume. El mono carboaluminato es el producto hidratado final del  $C_3A$  en sistemas de caliza-cemento, el cual es un compuesto inestable dentro de ambiente de sulfatos y cloruros [119].

Sato T. & Beaudoin J.J. en el año 2011, encontraron la partícula de  $CaCO_3$  con tamaños entre 5-20  $\mu m$  donde la nano  $CaCO_3$  fue de 50-120 nm. El resultado del BET nitrógeno en área superficial resulto para la micro  $CaCO_3$  en 0-35  $m^2/g$  y para la nano  $CaCO_3$  resulto en 20-50  $m^2/g$ . Se observó la disminución en la cantidad de  $CaCO_3$  en las primeras 10 horas debido al consumo de carbonato de calcio por la reacción química con el  $C_3A$  del cemento. Observaron mediante DRX una pequeña intensidad en los picos para los hidratos de carboaluminatos de calcio. Debido a la adición de nano  $CaCO_3$  se aceleró la hidratación del cemento Portland inclusive con altos volúmenes de materiales cementantes suplementarios [18].

Puerta-Falla Guillermo y colaboradores en el año 2015 estudiaron al metakaolin en morteros con cemento Portland donde observaron la mejora de la resistencia en estos sistemas comparados a los tradicionales de solo cemento Portland. Observaron que el mono carboaluminato de calcio hidratado predomina solamente cuando la caliza es agregada al sistema. Cuando el cemento Portland es reemplazado por metakaolin el hemi carboaluminato de calcio hidratado prevalece, es estable y es una fase dominante. La formación de las fases de  $CO_3$ -AFm (Hc/Mc) [119].

# Capítulo 4. Metodología Experimental

## 4.1 Introducción

El enfoque experimental está basado en el aprovechamiento de las cenizas de biomasa (CBA) como un material con características que podrían modificar el comportamiento de una matriz cementante. Las cenizas son provenientes de la combustión de biomasa del bagazo de AS, en una matriz de cemento Portland y ceniza volante originada por la quema de carbón para la producción de energía. Las mezclas son binarias y ternarias y una referencia de cemento Portland ordinario.

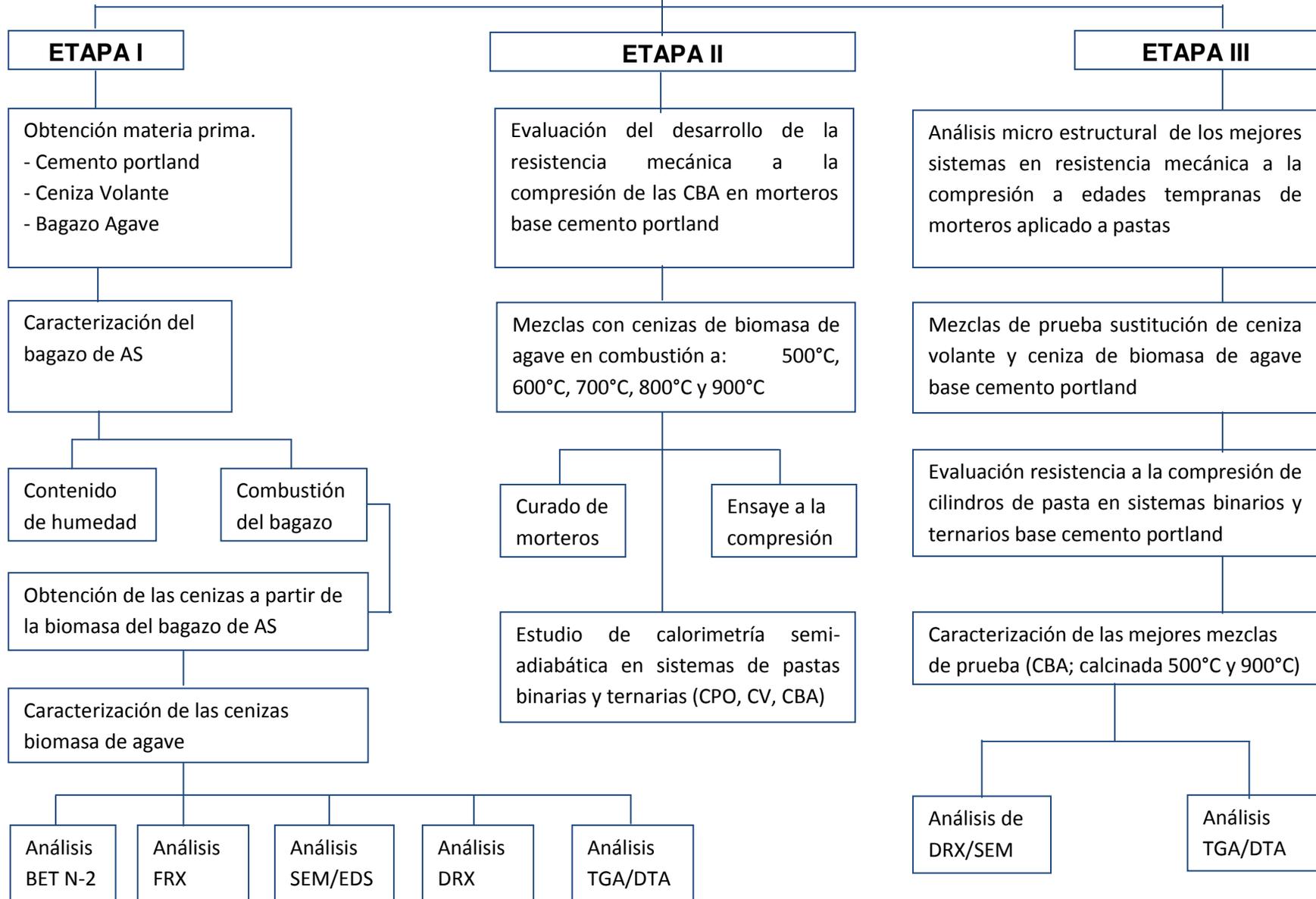
La metodología experimental se estructuró en tres Etapas: la primera de ellas, la caracterización de materiales, empleando técnicas como (SEM/EDS, TGA, XDR, XFR, BET N-2). Además, se determinó el efecto sobre la composición química, mineralógica y la morfología de las fases presentes a diferentes temperaturas de combustión; poniendo especial atención en simular las condiciones industriales de combustión para la generación de bioenergía a partir de biomasa, que incluye el monitoreo y control de un rango de temperaturas desde los 500°C a 900°C y su posterior obtención para la caracterización de las CBA.

En la Etapa dos, se evaluó el desempeño mecánico de morteros con sustitución del 5% en peso del cemento por CBA, sometiendo dichos morteros a pruebas de resistencia a la compresión a diferentes edades de curado. Así mismo, se eligieron dos mezclas de prueba de CBA con el mejor desempeño a edades tempranas y tardías. Aunado a esto, se sometieron los diferentes sistemas (pastas de cemento), a una prueba semi-adiabática, con el fin de registrar la temperatura de reacción de hidratación entre los materiales en laboratorio.

Por último la Etapa tres, constó de la realización de especímenes cilíndricos de pasta de cemento con la adición y/o sustitución de los materiales mencionados. Se fabricaron moldes de PVC de 1 pulgada de diámetro y 2 pulgadas de altura, esto es conforme a la literatura revisada y se siguieron metodologías similares a las aplicadas por las normativas reconocidas vigentes. Los especímenes cilíndricos se sometieron a un curado saturado con cal para su ensaye a compresión a 1, 14, 28 y 56 días. Posterior a esto, se caracterizaron los especímenes con los mejores desempeños mecánicos

utilizando las técnicas de caracterización (DRX, SEM/EDS, TGA/DTA) para evaluar fases formadas, el consumo de algunos compuestos formados por la reacción de hidratación e interacción entre los materiales mencionados así como el análisis micro estructural de los sistemas de pasta de cemento con y sin sustituciones.

# DESARROLLO EXPERIMENTAL



## 4.2 Etapa I. Caracterización de Materiales

Primeramente se describe el origen y la obtención de los materiales empleados en este trabajo de investigación, los cuales a excepción de las cenizas de biomasa de *Agave Salmiana* (*a. salmiana*), son materiales ampliamente documentados en la literatura y ensayados en trabajos de investigación. Además, se cuenta con normativa que describe el proceso de clasificación del material, pruebas que se pueden hacer a estos materiales así como parámetros que se pueden aplicar según el caso de estudio. Las CBA, por otro lado, no cuentan con el respaldo de normativas internacionales para su clasificación, identificación o pruebas que determinen algún tipo de comportamiento, por lo cual fue muy indispensable la revisión estricta de literatura existente acerca de este tipo de material para poder encaminar esta metodología experimental en su parte de caracterización de materiales. Cabe recalcar que este trabajo plantea la solución a un problema debido al incremento de producción de energía por medio de biomasa y de la propuesta del *a. salmiana* como una planta con altas propiedades en su aplicación.

La planta AS se seleccionó debido a las características reportadas en la literatura de ser una planta con potencial de desarrollo en regiones áridas y semi-áridas. Éstas se cortaron y posteriormente se calentaron en un horno de secado para conocer el contenido de agua y para tener un proceso rápido y eficiente de calcinación. Después de secar el material se colocó en un recipiente de acero inoxidable para calcinar y generar la mayor cantidad posible de ceniza de biomasa de agave (esta calcinación intentó simular las condiciones actuales en como ocurre la calcinación como desecho agrícola) y se sometió posteriormente a una combustión a temperaturas controladas de 500°C, 600°C, 700°C, 800°C y 900°C durante tres horas respectivamente dentro de una mufla con control ambiental. En el estudio inicial se acudió al municipio de Santiago, Nuevo León, México (Longitud; 100°11'00.89"W, Latitud 25°20'48.840"N, en coordenadas NAD27), donde se realizó la recolección de hojas en estado verde y como se mencionó, estimar la cantidad de cenizas que se producen de los residuos de la industria del Tequila y Mezcal que produce el bagazo y suponiendo que dicho bagazo se utilice como biomasa para generación de calor, vapor y energía según sea el caso.

La CV utilizada en este estudio se obtuvo de la generación de energía eléctrica dentro de la planta Carbó-eléctrica "José López Portillo", localizada en el municipio de Nava, Coahuila. El carbón al ser un material bituminoso produce generalmente cenizas bajas en calcio, con contenido predominantemente amorfo vitrificado. Al tener suficientes antecedentes de estudios previos sobre la aplicación y caracterización de las CV, solamente se realizó un análisis químico cuantitativo y cualitativo para confirmar la obtención de cenizas volantes tipo F bajas en calcio, debido al contenido de óxidos presentes y de acuerdo a la norma ASTM C 618.

El cemento Portland utilizado en este proyecto fue un cemento de una empresa mexicana marca Moctezuma. Esta materia prima fue obtenida a través del departamento de Tecnología del Concreto de la Facultad de Ingeniería Civil de la Universidad Autónoma de Nuevo León, cuyas especificaciones son estándar y las cuáles pertenecen a un cemento portland ordinario con resistencia de 40 MPa a 28 días de curado (CPO 40). Su caracterización fue a partir de propiedades esenciales y los demás datos se obtuvieron de trabajos previos o de literatura científica, así como de los proveedores.

Una adecuada caracterización de la materia prima utilizada en este proyecto fue necesaria para contribuir a la exactitud de los estudios desarrollados dentro del programa experimental. Aunado a esto, como se tienen pocos estudios sobre las cenizas de biomasa de AS, fue necesario emplear a fondo en esta parte, la caracterización de dicho material, empleando para ello técnicas como DRX, FRX, SEM/EDS, BET N-2, DTP, TGA/DSC, ya que no se cuenta actualmente con parámetros y/o alguna clasificación bien definida o normativa internacional que sugiera el tipo de partículas, morfología, composición química entre otras características. Para el resto del material (cenizas volantes y cemento portland) se adecuaron a ciertas técnicas para corroborar su composición química, morfológica entre otras, por lo que su caracterización fue de manera general.

Se comenzó la experimentación dando lugar a la obtención de pencas de maguey (AS) para determinar el contenido de agua dentro de este tipo de planta. Dicha prueba consistió en cortar pedazos representativos de la penca, para lo cual se decidió tener 40 muestras como se observa en la **Figura 6 y Figura 7**, los cuales se pesaron antes de ponerlas dentro de un horno de secado a una temperatura de 40°C y se midió su peso durante nueve días. Dichos pesajes se presentan en las tablas: **Tabla 8, Tabla 9**.



**Figura 6. Muestras de bagazo de AS**



**Figura 7. Horno eléctrico para determinar la humedad en la planta de AS**

**Tabla 8. Contenido de humedad de cada muestra en % respecto al peso original antes de ser sometido a secado**

Parrilla Superior Inicial		Parrilla Superior a 24 h		Parrilla Superior a 72 h		Parrilla Superior a 9 días		No Muestra	Humedad, (%)
No muestra	peso, (g)	No muestra	peso, (g)	No muestra	peso, (g)	No muestra	peso, (g)	1	90.00
1	14.2472	1	8.6866	1	4.7837	1	1.3753	2	89.00
2	15.2317	2	9.584	2	5.2667	2	1.6102	3	89.00
3	11.7711	3	6.8053	3	3.5700	3	1.2504	4	89.00
4	17.3988	4	10.6318	4	6.2814	4	1.9167	5	89.00
5	12.539	5	6.6123	5	3.9034	5	1.4019	6	49.00
6	14.7927	6	6.9827	6	3.9465	6	7.4809	7	89.00
7	15.2349	7	10.1191	7	5.8820	7	1.6525	8	91.00
8	15.2619	8	10.039	8	5.9942	8	1.4096	9	90.00
9	9.9297	9	6.5617	9	3.7010	9	1.0208	10	88.00
10	15.6836	10	11.1284	10	7.1719	10	1.8541	11	89.00
11	14.1725	11	9.1492	11	5.5361	11	1.5886	12	88.00
12	19.2661	12	12.0434	12	7.8434	12	2.2266	13	90.00
13	16.5606	13	11.6107	13	7.7010	13	1.7355	14	90.00
14	15.6268	14	10.9432	14	6.8195	14	1.5186	15	90.00
15	12.4831	15	8.1561	15	4.6903	15	1.2343	16	92.00
16	9.2218	16	5.2709	16	2.2397	16	0.7164	17	92.00
17	11.1224	17	6.3833	17	2.7042	17	0.9306	18	92.00
18	8.8493	18	3.9275	18	1.3423	18	0.7067	19	92.00
19	11.0368	19	6.0288	19	2.5646	19	0.8994	20	92.00
20	12.0898	20	7.0428	20	2.7570	20	0.9506	<b>Promedio</b>	<b>88.00</b>
Sumatoria	272.5198	Sumatoria	167.7068	Sumatoria	94.6989	Sumatoria	33.4797		

**Tabla 9 Contenido de humedad de cada muestra en % respecto al peso original antes de ser sometido a secado**

Parrilla Inferior		Parrilla Inferior a 24 h		Parrilla Inferior a 72 h		Parrilla Inferior a 9 días		No Muestra	% humedad
No muestra	peso, (g)	No muestra	peso, (g)	No muestra	peso	No muestra	peso	1	90.20
1	7.5425	1	2.7931	1	1.2327	1	0.7388	2	89.86
2	11.8783	2	6.8556	2	4.0096	2	1.2044	3	90.09
3	10.7259	3	5.4138	3	2.4666	3	1.0630	4	89.89
4	9.1144	4	3.6537	4	1.5699	4	0.9216	5	89.54
5	10.5443	5	4.8502	5	2.5378	5	1.1026	6	90.23
6	12.6128	6	7.9678	6	4.6500	6	1.2326	7	89.44
7	17.7782	7	12.5569	7	8.0335	7	1.8781	8	89.56
8	9.6432	8	5.4611	8	2.7028	8	1.0069	9	89.45
9	8.5339	9	4.0756	9	1.9344	9	0.9005	10	90.16
10	12.7822	10	7.1597	10	4.0469	10	1.2584	11	90.35
11	7.6781	11	4.5014	11	1.8139	11	0.7407	12	88.67
12	16.4602	12	11.8718	12	7.4810	12	1.8642	13	89.90
13	12.0629	13	8.0549	13	4.6266	13	1.2186	14	89.61
14	11.4752	14	7.3478	14	4.0932	14	1.1926	15	89.44
15	9.9915	15	6.0434	15	3.2401	15	1.0554	16	91.30
16	6.9520	16	3.4955	16	1.2327	16	0.6051	17	91.61
17	4.7907	17	2.3166	17	0.6931	17	0.4018	18	91.18
18	6.2157	18	3.0850	18	1.0598	18	0.5480	19	91.55
19	6.5795	19	3.1989	19	1.0900	19	0.5561	20	91.95
20	6.0107	20	2.7480	20	0.7878	20	0.4838	<b>Promedio</b>	<b>90.20</b>
Sumatoria	199.3722	Sumatoria	113.451	Sumatoria	59.3024	Sumatoria	19.9732		

El porcentaje de humedad se determinó para cada una de las muestras, obteniendo un promedio total de 89.10% de humedad, pudiendo ser hasta el 94% del contenido de agua ya que aún presentaba pérdidas en peso las muestras a días posteriores de los ensayados. El porcentaje de humedad se obtuvo mediante la ecuación 4.1:

Determinación del contenido de humedad, (%):

$$\text{Humedad, \%} = \frac{\text{peso húmedo inicial} - \text{peso seco final}}{\text{peso húmedo inicial}} \times 100$$

Ecuación 4

Después de haber secado y determinado el contenido de humedad de la hoja de AS a una temperatura de 100°C, las cenizas fueron quemadas para reducir el volumen de la materia prima en una combustión preliminar del bagazo de Maguey. El material resultante fue colocado en una mufla para observar la generación de cenizas a diferentes temperaturas. Estas cenizas son las de la quema previa de material y para el procedimiento se colocaron dentro de crisoles de porcelana, como se puede observar en la **Figura 8 y Figura 9**. Esta combustión tiene como finalidad eliminar la mayor cantidad de materia orgánica y permitir diferenciar minerales, fases y partículas provenientes de la biomasa de bagazo, en su mayoría óxidos y sulfatos principalmente.

Previo a la combustión controlada y a manera de reducir el volumen del material se optó por quemar el AS mediante un proceso de quema al aire libre para tener un mejor manejo y almacenamiento del residuo. Dicha quema del bagazo de agave se realizó mediante un soplete portátil y dentro de una olla de acero inoxidable como se observa en la **Figura 10 y Figura 11** donde también se pusieron a secar bajo sol para facilitar la combustión. El proceso de combustión controlado, abarcó un rango de temperaturas que van desde los 500°C hasta los 900°C, con una duración de tres horas para cada temperatura utilizando una mufla para su mayor monitoreo de la calcinación como se observa en la **Figura 12**. Esta parte de la experimentación se llevó a cabo dentro de las instalaciones del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT) de la Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL).



**Figura 8 Bagazo seco de AS**



**Figura 9 Ceniza producto del proceso de combustión de la biomasa del bagazo de AS**



**Figura 10 Reducción en volumen de biomasa para su mejor manipulación y almacenamiento, así como facilitar el ashing process**

Al finalizar se almacenó la ceniza y se etiquetó (**Figura 13**) para su estudio mediante técnicas de caracterización, como XRD, XRF y SEM/EDS, TGA/DSC y BET N-2. Para la caracterización del cemento Portland y de la ceniza volante se siguieron los procedimientos descritos a continuación.



**Figura 11 Hoja de Maguey secada a temperatura ambiente**



**Figura 12 Combustión controlada, ashing process**



**Figura 13 Inspección visual de las CBA**

La necesidad de tener un análisis más exacto, se debe tener una buena preparación de las muestras para su estudio. Para estudiar las muestras mediante microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y espectroscopia de energía dispersa (EDS, por sus siglas en inglés) es necesario que las muestras sean conductoras y se pueden analizar. En este caso, las cenizas de biomasa de agave (CBA), están constituidas por materia orgánica e inorgánica, por lo que es necesario realizar un recubrimiento conductor sobre las CBA para una sencilla observación durante su análisis dentro del dispositivo SEM/EDS, de lo contrario el equipo trabajará de una manera ineficiente. Es por ello, que una vez etiquetadas las muestras, el siguiente paso fue prepararlas para su caracterización.

Para el estudio de la composición química elemental, así como para identificar el tamaño y morfología de las partículas. Se acudió a las instalaciones del Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (CIIIA) de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME) de la UANL, en la preparación de las muestras, se utilizaron las instalaciones de Laboratorio de Materiales de Construcción de la Facultad de Ingeniería Civil en el Instituto de Ingeniería Civil de la UANL. Posteriormente se colocaron las muestras dentro de un ultrasonido con la intención de romper aglomeraciones y poder tener una mejor visualización de las partículas mediante microscopía electrónica de barrido. Como dispersante de partículas se utilizó acetona dentro de un equipo de ultrasonido como se observa en la **Figura 14**, durante un tiempo de 15 minutos a temperatura de 25°C. El equipo de ultrasonido utilizado es un ULTRASONIC CLEANER marca KENDAL modelo: SI-1730QTD, frecuencia a 40 KHz.



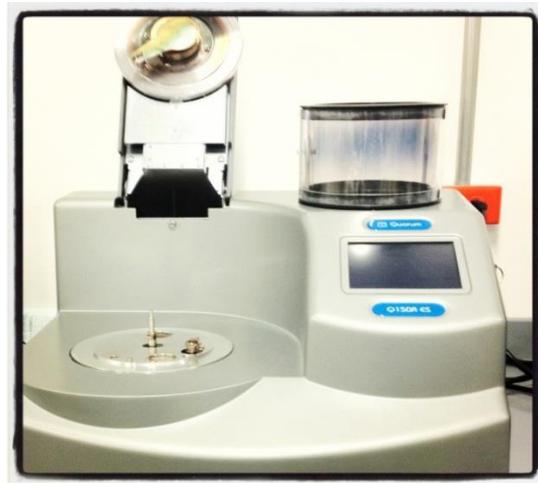
**Figura 14** Equipo de ultrasonido para romper la aglomeración de partículas

Enseguida se depositó cuidadosamente la muestra en pines metálicos con cinta de cobre tratando de no contaminarla, como se muestra en las **Figura 15**.

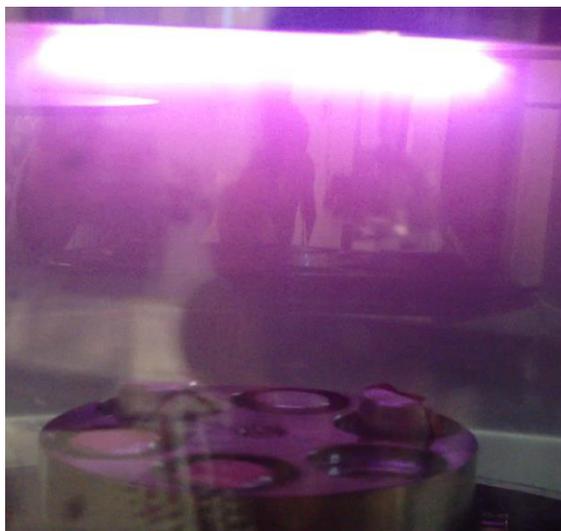


**Figura 15** Preparación de las muestras en pines metálicos

Se etiquetaron cuidadosamente cada una de las muestras y se recubrieron con oro mediante una evaporadora que se observa en la **Figura 16**, para tener una mayor conducción en la muestra y obtener imágenes de alta calidad. El equipo primero hace un vacío y posteriormente emite un haz de partículas de oro como el que se observa en la **Figura 17** sobre el pin que contiene la muestra. Después de cubrir con oro la muestra, se da por terminada la preparación para observar su morfología y ver la composición química elemental mediante SEM/EDS.



**Figura 16 Equipo de recubrimiento de muestras**



**Figura 17 Haz de partículas de oro sobre las muestras de material orgánico (CBA)**

Para poder investigar las interacciones de los componentes minerales y el cemento Portland, se hace necesaria la implementación de técnicas como la microscopía electrónica de barrido (SEM; Scanning Electron Microscope) y el analizador de energías de dispersión (EDS; por sus siglas en inglés), que forman en conjunto un

dispositivo que revela detalles de un objeto de forma más fina y detallada. La calidad del estudio depende en gran medida de su resolución y la capacidad de proporcionar una imagen nítida de buena calidad para poder distinguir lo que se va estudiar. Para su ejecución, se hace incidir un haz de electrones sobre una muestra, en donde dichos electrones son rebotados en su superficie siendo captados por un detector o sensor, el cual procesa la señal recibida y finalmente transforma la señal y la codifica para poder observarse a través de un monitor.

En esta técnica se necesita contar con cierta preparación para las muestras, a fin de obtener resultados aceptables. Esto se logra obteniendo una fina capa o película metálica que será conductora, esto se logra mediante un tratamiento superficial, con el fin de aumentar la captación de electrones rebotados lo cual se verá en la imagen final con mayor resolución y definición. La técnica de SEM, se usará para mapear la superficie de los materiales con el fin de caracterizar su morfología y con el EDS se hará un análisis de la composición química elemental de cada muestra e áreas específicas. Estos resultados se complementan con la técnica de XRD.

En este trabajo de investigación, la preparación de las muestras se llevó a cabo mediante un equipo que dio ultrasonido a las muestras por 15 minutos para cada una y se sometieron a una temperatura de 25°C, posteriormente se les coloca una cinta de cobre y/o grafito y se colocan en un equipo de vacío que recubre a su vez con oro la superficie de cada muestra para tener una mayor conductividad y generar resultados aceptables así como una buena imagen con alta resolución.

La técnica de Difracción de Rayos X (DRX) sirve para la evaluación y el análisis de los materiales que se vayan desarrollando y hasta se pueden ir perfeccionando gracias a la información obtenida del análisis Rayos X, debido a que cada material se encuentra caracterizado por un patrón único e intrínseco. La técnica consiste en hacer incidir un haz de Rayos X de longitud de onda definida sobre la muestra. Se va rotando la muestra y dicho rayo incide sobre la muestra y resulta en difracciones (las reflexiones de los Rayos X sobre los planos cristalográficos contenidos en la muestra), estas a su vez son recogidas por un detector para ser reflejadas en un gráfico (ángulo de giro/intensidad de haces difractados). Según el ángulo de incidencia e intensidades, es como varían las reflexiones, de tal forma que el gráfico obtenido es característico para cada material. La técnica de difracción de Rayos X, es un análisis cualitativo y cualquier sustancia cristalina produce un patrón de difracción característico, es relativamente fácil de utilizar y es accesible identificar fases presentes en la muestra, no importando que sea una mezcla de varios materiales. Por otro lado, su desventaja primeramente está en no poder analizar muestras amorfas y si una fase presente está por debajo del 5% no es detectable. Para tener un análisis cuantitativo, llega ser muy difícil obtenerlo,

primero, porque se debe tener una alta pureza de una muestra estándar y segundo, el empleo de un modelo matemático para su cálculo.

En la utilización de cenizas provenientes de biomasa o de la combustión de carbón para la sustitución o adición al cemento, es con frecuencia necesario entender el comportamiento de cada sustitución de materiales dentro de los sistemas de hidratación. Para el estudio de estos comportamientos, resulta viable utilizar la técnica de difracción de rayos X (XRD), ya que se conoce que las cenizas podrían contener material vítreo y es indispensable cuantificarlo. La caracterización mediante XRD se llevó a cabo en las instalaciones del Instituto de Ingeniería Civil (IIC), en el departamento de Ecomateriales y Energía. El análisis de XRD fue realizado a polvos, mediante un equipo utilizado es un Bruker D8 Advance con detector Vantec, con una fuente de Rayos X; Cu K $\alpha$ , rango de corrida en 2 theta; 10° - 70° y un tamaño de paso de 0.05. Por lo que se requirió un total de 5 gramos por cada muestra para su estudio. La preparación para el equipo de XRD consiste en llevar la muestra en polvo que este finamente molido o en su caso hacer la preparación de una pastilla que consiste básicamente en moler la muestra y posteriormente utilizar un equipo de carga vertical para confinarla y sea más preciso el análisis de difracción de Rayos X. Tan pronto se obtuvo del proceso de calcinación, (para las cenizas de AS) la muestra se sometió al análisis al día siguiente para que no se contaminen con la humedad del ambiente. Para la ceniza volante solamente se llevó tal cual viene de la empresa carboeléctrica no se le dio tratamiento alguno con la intención de aprovechar su estudio de este material tal cual se dispone en la empresa carboeléctrica.

El Análisis Termo Gravimétrico (TGA) es una técnica en la cual se mide el peso de una muestra frente al tiempo o a la temperatura todo esto mediante atmosfera específica controlada. La atmosfera puede ser estática o dinámica, siendo también el isoterma en calentamiento a velocidad constante o también puede ser por enfriamiento o una combinación de ambos. Lo más común es que se tenga pérdida de peso pero también cabe la posibilidad de una ganancia de peso. Los gases más utilizados para un atmosfera son de N<sub>2</sub>, aire, Ar, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub> o SO<sub>2</sub>. El análisis permite solo detectar procesos en los que existe una variación de peso tales como; descomposiciones, sublimaciones, reducción, desorción, absorción, por citar algunos mientras que no es posible estudiar procesos como fusiones, transiciones de fase, etcétera.

En las investigaciones se tienen una serie de análisis que se complementan unos a otros, y en el caso de la termo gravimetría sucede lo mismo. Los métodos térmicos más utilizados de manera simultánea con la TG son el análisis térmico diferencial (DTA) y la calorimetría diferencial de barrido (DSC) dando lugar a las técnicas TG, esto da lugar a las técnicas llamadas TG-DTA y TG-DSC. La TG permite estudiar procesos que llevan asociada una variación en el peso de la muestra, por otro lado, el DTA o DSC

son más versátiles, ya que pueden detectar cualquier proceso que se produce con un cambio de energía.

Se quemó la ceniza desde 25°C hasta 950°C durante dos horas continuas con el fin de expulsar agua, CO<sub>2</sub> y compuestos volátiles que estén presentes en el material. Después, la muestra fue cargada con agua desionizada y fue puesta en agitación por dos horas a 2°C. Se secó la muestra a 100°C por 5 horas para eliminar la humedad. El bagazo (4 mg) fue analizado en un Analizador Termo gravimétrico (TGA), Thermo Cahn modelo Versatherm, en un rango de temperaturas de 25°C a 1000°C, calentando a una velocidad de 10°C min<sup>-1</sup> dentro de una atmosfera de N<sub>2</sub>.

El análisis BET es una técnica utilizada para conocer la superficie específica de un compuesto y consiste en la adsorción de un gas inerte a baja temperatura sobre una superficie sólida que permite evaluar la superficie de la muestra. Para este caso de investigación se utilizó como atmosfera de trabajo gas nitrógeno y con ellos se da a conocer el tamaño de las áreas superficiales y el tamaño de las partículas.

Esta técnica de BET N-2, fue utilizada para el estudio del tamaño de partículas provenientes de la combustión de biomasa de bagazo de AS. Ya que el parámetro de la temperatura influyó en las características físicas de las cenizas, también fue indispensable conocer el área superficial que contienen las partículas y conocer dependiendo del tamaño, su probable reactividad en caso de tener áreas superficiales altas. Al disminuir el tamaño de partícula, más reactiva se volverá ésta. Por lo que esta técnica de BET N-2, permitió conocer el tamaño de partícula aparente debido al tipo de material orgánico-inorgánico, existe una tendencia de aglomeración de partículas, así como el área superficial para cada una de las cenizas calcinadas a diferentes temperaturas. Además, esta técnica se complementó con un estudio de SEM/EDS donde se corroboró la tendencia a la aglomeración de partículas. El equipo utilizado es un BET BELSORP minill marca BEL Japan, y se usó nitrógeno como gas de adsorción realizando una isoterma completa y también se usó nitrógeno líquido para mantener la temperatura del baño.

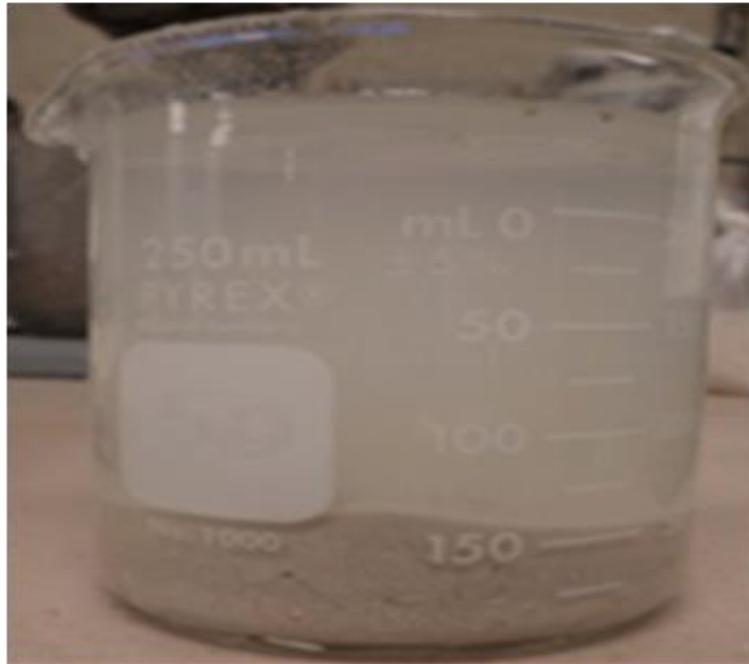
En este trabajo de investigación, además de las técnicas ya mencionadas, también se utilizó esta técnica de Fluorescencia de Rayos X (FRX, por sus siglas en inglés), como complemento de los estudios anteriores con el fin de determinar la cantidad exacta elemental reportada como óxidos presentes en los materiales y así contribuir a una mejor discusión de los fenómenos que se presentan en esta tesis.

### **4.3 Etapa II. Evaluación del Potencial Desarrollo de Resistencia Mecánica**

Se llevó a cabo la prueba para una comparación de desarrollo de resistencia entre el mortero de referencia y los morteros de prueba. El procedimiento se realizó con algunas recomendaciones y aplicaciones de la norma ASTM 311 “Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly Ash or Natural Pozzolans for Use in Portland-Cement Concrete”. Se pretendió evaluar un material que no está documentado ni especificado para su uso en la industria de la construcción, por ello se procedió de una manera similar a la norma ASTM 311 con el fin de adaptar un procedimiento probado. Para la fabricación de los morteros, se tomó como referencia la norma ASTM C 109/C 109 “Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in or [50-mm] Cube Specimens). Los materiales empleados fueron: Cemento Portland Ordinario resistencia 40 MPa, ceniza de biomasa AS a 500°C, 600°C, 700°C, 800°C y 900°C de calcinación, además de arena Ottawa 20/40. Se realizaron dos mezclas: una de referencia solamente con CPO 40 y una mezcla de prueba, con cenizas de AS. Para fines de la investigación se sustituyó el 5% en peso del cemento Portland con el fin de estudiar la mezcla de prueba.

#### **4.3.1 Procedimiento de Mezclado en Morteros**

Primero se lavaron y secaron la pala, olla y batidora de mezclado. Antes de hacer los siguientes pasos, se sometió a ultrasonido la ceniza de AS con el fin de romper aglomeraciones, esto fue dentro del agua de mezcla como se observa en la **Figura 18**. Se colocó en ultrasonido durante 15 minutos como se aprecia en la **Figura 19**, esto para cada una de las cenizas obtenidas de la calcinación controlada.



**Figura 18 CBA con agua de mezcla para preparación de morteros**



**Figura 19 Equipo de ultrasonido con agua de mezcla más CBA**

Se colocó toda el agua de mezcla dentro de la olla, así como todo el cemento, y materiales cementantes suplementarios (ceniza volante y ceniza de AS). Se empezó a cronometrar el proceso, aquí se comenzó de cero segundos y se mezcló a velocidad baja (velocidad 1 en la batidora utilizada) durante 30 segundos. Al segundo treinta se

vació lentamente la arena Ottawa 20/40. En el minuto se hizo el cambio a una velocidad media (velocidad número dos en la batidora utilizada) durante treinta segundos. Estando sobre el minuto con treinta segundos se detuvo la batidora y se retiró el mortero que quedó sobre las paredes de la olla, esta actividad se realizó en quince segundos. Al minuto con cuarenta y cinco segundos se procedió a tapar con un trapo húmedo y se dejó reposar la mezcla durante un minuto y quince segundos. Al comenzar el minuto tres se mezcló durante un minuto más, a velocidad media. Se retiró el mortero de las paredes y finalizó el proceso de mezclado. Con ello se pasó al siguiente paso para llenado de morteros.

#### 4.3.2 Llenado de Morteros Base Cemento Portland con Ceniza de AS

Este procedimiento se adaptó de la norma ASTM C 109 “Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or 50 mm Cube Specimens)”. En la siguiente **Tabla 10** se muestran cada una de las mezclas utilizadas para la fabricación de morteros. Previo a esto, se obtuvieron moldes en forma de cubo con medidas de 50 mm por 50 mm como se observa en la **Figura 20**, los cuales se aceitan para tener un desmolde de los morteros de manera más fácil.



**Figura 20 Moldes de 50 x 50 mm para morteros**

Después del mezclado en la batidora, se tomó material de mortero y se llenaron los morteros por separado en dos capas. Se le dio la compactación a cada capa en cuatro rondas, contando 8 compactaciones por lado con una barra de neopreno. Cada capa se compactó en un lapso de diez segundos. Se enrazó el material sobrante y se le dio pequeños golpes con un martillo de neopreno para evitar vacíos en los morteros. Al llenar el molde se puso una bolsa de plástico durante 24 horas, con el fin de tapar los

morteros fabricados y que no tomaran humedad del ambiente. Se etiquetaron los moldes para tener un buen control de identificación, ver **Figura 21**.



**Figura 21 Identificación de morteros**

Al pasar las 24 horas, se procedió a desmoldar con cuidado para no dañar las aristas de los cubos de mortero, ya que a la hora de someter estos especímenes a la prueba de resistencia por compresión podría tener repercusiones notorias en cuanto a su capacidad portante a la hora del ensayo. En esta ocasión se colocaron los morteros en un gabinete de agua saturada con cal en una relación de 3g/L de agua y teniendo por encima de 1 cm de la altura de los morteros. Se ensayaron los morteros a los 7 días, 14 días y 28 días respectivamente después de fabricados. Además se revisó fluidez ya que con la arena Ottawa 20/40 se suponía un cambio en la fluidez del mortero de referencia. Después de mezclado en la batidora se procedió a medir la fluidez de cada una de las mezclas. Para la medición de fluidez se siguieron los pasos descritos a continuación.

Se limpió y secó la base de la mesa de fluidez. Se centró el molde y se empezó a llenar la mitad con una capa y dando 20 compactaciones. La otra mitad se llenó con mortero y se le dio 20 compactaciones y se enrazó. Se limpió alrededor del molde todo el material que cayó durante el llenado y se secó. Se levantó el molde y se hizo girar la manivela que hace golpear la placa cada ciclo de 360°. Se realizaron 25 golpes en 15 segundos y con un calibrador se midieron cuatro diámetros y se sumaron. La sumatoria total es igual a la fluidez en %. Como se utilizó este material para fabricación de morteros, se devolvió a la olla y se mezcló durante quince segundos y se repitió el proceso de llenado de los moldes para mortero.

### 4.3.3 Ensaye a La Compresión de Morteros Base Cemento Portland con Cenizas de AS

La resistencia a la compresión es la capacidad de un material o estructura para soportar cargas y la resistencia a la compresión ultima de un material que está en el valor de un esfuerzo uniaxial de compresión alcanzado hasta cuando el material falla completamente. Esta resistencia a compresión normalmente se obtiene experimentalmente por medio de un ensayo de compresión donde se aplica una carga uniaxial la cual se aplica hasta la falla del material. Para realizar esta prueba se dejaron los morteros en curado sumergidos bajo agua saturada con cal. Un día antes de cada día programado del ensaye a compresión a 7 días, 14 días y 28 días, se retiraron los morteros para secarse a temperatura ambiente. En la **Tabla 10** se muestra el proporcionamiento utilizado para realizar la comparativa de desarrollo mecánico a la compresión en morteros:

**Tabla 10 Proporcionamiento de mezclas para morteros**

Muestra	CPO, (g)	CBA, (g)	Arena, (g)	Agua, (mL)	Rel. a/c
Referencia	500	-	1375	242	0.484
Mezcla de prueba, 900°C	475	25	1375	242	0.484
Mezcla de prueba, 800°C	475	25	1375	242	0.484
Mezcla de prueba, 700°C	475	25	1375	242	0.484
Mezcla de prueba, 600°C	475	25	1375	242	0.484
Mezcla de prueba, 500°C	475	25	1375	242	0.484

La carga se aplicó sobre una de las caras que estuvieron en contacto con el molde como se observa en la **Figura 22**. La norma ASTM C 109, en su apartado 10.6.3, indica una velocidad de carga en un rango que va de las 200 a las 400 lbs/s [900 a 1800 N/s], para este caso se tomó el promedio de velocidad de carga la cual se sitúa en los 1350 N/s [300 lbs/s].



**Figura 22 Vista de cara en morteros que no estuvieron en contacto con el molde**

Los valores de cada ensaye a la compresión se grabaron en el software de la máquina de ensaye Instron 600 DX como se observa en la **Figura 23**, donde se configuró para detener la aplicación de carga una vez se presentara la falla en los morteros, yendo hasta la última capacidad (carga total máxima) portante. Para determinar la resistencia a la compresión de estos morteros se utilizó la siguiente fórmula:

$$F_m = P/A \quad \text{Ecuación 4.1}$$

Donde:

$F_m$  = resistencia a la compresión en psi o MPa,

$P$  = carga total máxima en lbf o N,

$A$  = área de la superficie cargada en  $\text{in}^2$  o  $\text{mm}^2$ .



**Figura 23 Máquina Instron, ensaye a la compresión de morteros**

Los ensayos se llevaron a cabo con éxito, ya que la falla en forma de "X" en el mortero, como se muestra en la **Figura 24**, se debe a una carga completamente distribuida sobre la superficie de una de las caras del espécimen, y la buena colocación al centro del espécimen de ensayo dentro de la máquina de ensaye. Así como también se realizó la comparativa del desempeño mecánico de los morteros de prueba en comparación con el mortero de referencia, por lo cual se utilizó la ecuación 4.2:

$$Fr = (A/B) * 100$$

Ecuación 4.2

donde:

Fr = Resistencia a la compresión, (MPa),

A = promedio de la resistencia a la compresión de los morteros de prueba (MPa o psi),

B = promedio de la resistencia a la compresión de los morteros de referencia (MPa o psi).



**Figura 24** Falla en forma de "X", se procede a un buen ensaye

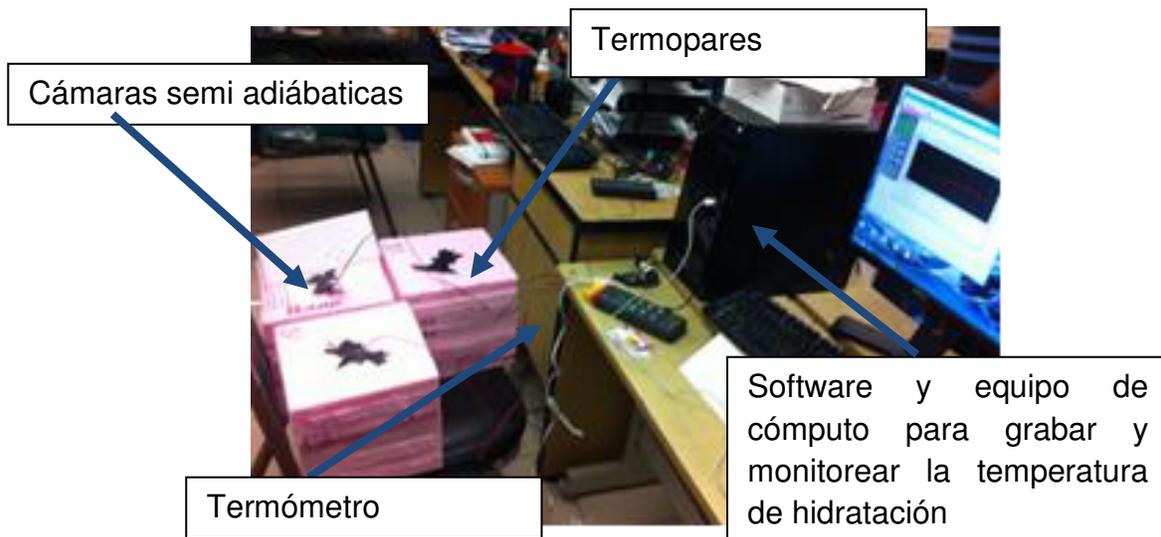
#### **4.4 Etapa III. Evaluación del Desempeño Mecánico y Análisis Microestructural del Desarrollo Experimental en Pastas Base Cemento Portland con Sustitución de CV y CBA**

Para la prueba de resistencia a la compresión en pastas de cemento, se tomó como referencia la norma ASTM C39. Para esta evaluación, se realizaron sistemas binarios y ternarios con las CBA, CV y el cemento portland, además de incluir 2 g de aditivo superplastificante sobre cada kg de cemento para tener una buena trabajabilidad en todos los sistemas y facilitar la realización de mezclado y colado de los sistemas. En dicha prueba, fue necesario analizar a uno, 14 , 28 y 56 días de curado, con el propósito de dar un seguimiento en la evolución de la resistencia mecánica. El tiempo de curado se hizo en todas las edades a una temperatura que osciló entre 20 y 25°C. El

curado fue sumergiendo los especímenes en un recipiente de plástico saturado de hidróxido de calcio para evitar el proceso de lixiviación de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  de los sistemas mezclados y garantizar un contenido de humedad del 100%. Posteriormente, se eligieron los dos mejores sistemas a edades tempranas y tardías para reducción de variables y a estos se les aplicó la caracterización mediante técnicas como TGA/DTA, SEM/EDS y DRX donde cada una de ellas se complementa una de otra para la discusión de resultados.

#### 4.4.1 Calorimetría Semi-adiabática en Pastas con Sistemas Binarios y Ternarios Base Cemento Portland

Con esta prueba se identificó el sistema en el cual la adición de residuos produce una mayor cantidad de calor debido a la hidratación de cada uno de los sistemas, permitiendo determinar la temperatura alcanzada y poder establecer en cuánto tiempo se llegó al punto máximo y hacer una comparación entre los mismos. Para ello fue necesario adaptar tres moldes fabricados con poliuretano de alta densidad creando 3 cámaras para las pastas. Estos a su vez se perforaron para poder introducir en ellos termopares para la medición de la temperatura, así como un equipo de medición DATALOGGING THERMOMETER, marca SPER SCIENTIFIC conectado a un computador personal mediante conexión RS-232, como se observa en la **Figura 25**.



**Figura 25** Equipo para grabación de la temperatura de hidratación, prueba semi-adiabática

Las mezclas se realizaron una detrás de la otra con 5 minutos entre cada una y se dejó prendido el computador; tanto el software como el equipo termómetro grabaron la temperatura dentro de las cámaras que contenían pastas, cada 10 segundos. Dichas pastas se prepararon sustituyendo en peso del cemento Portland (CPO) por ceniza volante (CV) y adicionando cenizas de biomasa de AS (CBA) en peso del cementante

para los diferentes, así como los distintos sistemas binarios y ternarios que se observan en la **Tabla 11**:

**Tabla 11 Proporcionamiento de mezclas en Pastas para prueba semi adiabática**

Muestra	CPO 40, (g)	CV, (g)	CBA 500°C, (g)	CBA 900°C, (g)	Aditivo super plastificante, (g)	Agua, (mL)	Rel. a/c
1	1700	-	-	-	2	595	0.35
151	1683	-	17	-	2	595	0.35
155	1615	-	85	-	2	595	0.35
191	1683	-	-	17	2	595	0.35
195	1615	-	-	85	2	595	0.35
2	1190	510	-	-	2	595	0.35
251	1173	510	17	-	2	595	0.35
255	1105	510	85	-	2	595	0.35
291	1173	510	-	17	2	595	0.35
295	1105	510	-	85	2	595	0.35
3	680	1020	-	-	2	595	0.35
351	663	1020	17	-	2	595	0.35
355	595	1020	85	-	2	595	0.35
391	663	1020	-	17	2	595	0.35
395	595	1020	-	85	2	595	0.35

#### 4.4.2 Evaluación de La Resistencia a La Compresión en Sistemas Binarios y ternarios Base Cemento Portland

El uso de pastas de cemento con relaciones agua – material cementante bajas (0.25 – 0.41), permite el estudio y análisis de la microestructura de la matriz cementante. La microestructura de un material puede influenciar fuertemente las propiedades físicas como la resistencia, ductilidad, dureza, resistencia a la corrosión entre otras. Por esta razón se estudió el efecto de las pastas de cemento en cuánto a la formación de la microestructura y cómo interactúan entre sí los materiales de este estudio de investigación. Para ello se sustituyó ceniza volante al 30 y 60% del material cementante total, así como el uso de ceniza de biomasa de AS al 1 y 5% en peso del total del material cementante, utilizando una relación agua/cementante fija de 0.35. Se sabe, que al agregar más agua de mezcla se tiene mejor trabajabilidad; sin embargo, se incrementa la porosidad del concreto, resultando en pérdida de resistencia, se reduce la impermeabilidad de la estructura y su durabilidad. Por ello, generalmente se les conoce a ciertos químicos como "reductores de agua" o "adiciones dispersantes" que hacen

tener un comportamiento neutral las cargas superficiales de las partículas de cemento sin necesidad de agregar más agua.

Hoy en día surgen también, los aditivos conocidos como superplastificantes o reductores de agua de alto rango, que tienen una mayor neutralización de las cargas superficiales de las partículas de cemento que sus antecesores. El uso de un superplastificante es posible para crear una baja relación agua/cementante en concretos, en un rango que va de 0.20 a 0.35. A través del uso de reductores de agua de alto rango, se necesita la mínima cantidad de agua para hidratar completamente todas las partículas de cemento. Esto da como resultado que las resistencias a la compresión se incrementen. Por ello se utilizó la adición de 2 g de aditivo superplastificante a todas las mezclas de prueba, agregado al agua de mezcla para mejorar la dispersión y mejorar la trabajabilidad de las pastas. Así se facilitó la colocación de las pastas en los moldes acondicionados previamente. Además, se determinó el sistema con el mejor desarrollo mecánico y efecto sinérgico así como el comportamiento más eficiente a las primeras edades bajo condiciones de curado saturado con cal de las muestras.

Para el estudio de la microestructura así como del desarrollo de la resistencia mecánica a diferentes edades se fabricaron moldes con tubos de PVC con dimensiones de 1 pulgada de diámetro y 2 pulgadas de altura empotrados sobre una base de madera de 30 por 30 cm. Dichos moldes se recubrieron con aceite por dentro para facilitar el desmolde antes de la realización de los diferentes sistemas de pastas de cemento. Se siguieron los siguientes sistemas de sustitución en peso del total del material cementante como se identifican en la **Tabla 12**, con el fin de estudiar la microestructura.

**Tabla 12. Identificación de sistemas de pastas y proporción de los cementantes utilizados**

IDENTIFICACIÓN	DESCRIPCIÓN
1	CP
1.5.1	CP + CBA 1% (500°C)
1.5.5	CP + CBA 5% (500°C)
1.9.1	CP + CBA 1% (900°C)
1.9.5	CP + CBA 5% (900°C)
IDENTIFICACIÓN	DESCRIPCIÓN
2	CP + CV 30%
2.5.1	CP + CV 30% + CBA 1% (500°C)
2.5.5	CP + CV 30% + CBA 5% (500°C)
2.9.1	CP + CV 30% + CBA 1% (900°C)
2.9.5	CP + CV 30% + CBA 5% (900°C)
IDENTIFICACIÓN	DESCRIPCIÓN
3	CP + CV 60%
3.5.1	CP + CV 60% + CBA 1% (500°C)
3.5.5	CP + CV 60% + CBA 5% (500°C)
3.9.1	CP + CV 60% + CBA 1% (900°C)
3.9.5	CP + CV 60% + CBA 5% (900°C)

Primero se mezcló la ceniza de biomasa de AS con el agua de mezcla por 15 minutos en agitación constante en una plancha como se observa en la **Figura 26**. Al minuto trece se adicionaron 2 mL de aditivo superfluidificante Éter de Policarboxilato para tener una buena trabajabilidad en las pastas de cemento y facilitar su colocación en los moldes de PVC previamente acondicionados. Por lo cual, para el sistema de referencia de sólo cemento Portland, la agitación del agua de mezcla también fue de 15 minutos y al minuto trece se adicionaron 2 g de aditivo.



**Figura 26 a) agua de mezcla con aditivo superfluidificante en agitación, b) agua de mezcla con CBA de 500°C y c) agua de mezcla con CBA de 900°C**

Después de dar agitación al agua de mezcla se realizaron los diferentes sistemas de pasta de cemento, para ello se siguió un procedimiento adaptado para la mezcla, colocación y curado de las pastas de cemento.

Para la mezcla de pastas de cemento, primeramente se descontaminó el equipo con acetona y se limpió pala y olla de la batidora para posteriormente colocar toda el agua de la mezcla ya agitada. Enseguida se colocó todo el material cementante dentro de la olla y al hacer contacto con el agua se contaron treinta segundos para la absorción. Se puso la batidora en velocidad baja durante treinta segundos, posteriormente se dio un receso de quince segundos para quitar posible material quedado en la parte superior de la olla y se colocó la batidora en una velocidad media durante un minuto y posteriormente se llenaron los moldes. A cada uno de los sistemas se le aplicó una fuerza de vibrado para omitir el aire dentro de los especímenes de pasta, para lo cual se le dieron 10 segundos para asegurar la eliminación de burbujas de aire, utilizando una mesa vibratorio acondicionada con un motor para vibrado de concreto como el que se observa en la **Figura 27** que cuenta con un poder de 0.37 HP, frecuencia de 60 Hz y alcanzando una velocidad de 2850 RPM. Una vez hecha la lechada se identificó cada uno de los sistemas, y se protegieron durante 24 horas con un aditamento de plástico para que no tomaran humedad del ambiente (ver **Figura 28**).



**Figura 27 Motor para concreto, utilizado en una mesa vibratoria**



**Figura 28 Especímenes de pasta de cemento**

Los sistemas se sometieron a un curado en condiciones saturadas con cal, para lo cual se adicionó cal 3 g/L al agua y se dejó un 1 cm por encima del nivel de agua de los especímenes de pasta como se aprecia en la **Figura 29**.



**Figura 29. Curado saturado con cal**

Para el estudio del desempeño mecánico a edades tempranas y el análisis micro estructural a diferentes edades, los cilindros de pasta primero se sometieron a la resistencia a compresión, con la intención de dar una aproximación real de los mejores sistemas, los cuales se complementaron con técnicas de caracterización como TGA, SEM/EDS y DRX. El ensaye a compresión fue realizado mediante la aplicación de carga, como se ve en la **Figura 30**. Para ello se usó la máquina de ensaye INSTRON.

Las edades de ensaye a la compresión fueron de 1, 7, 28 y 56 días, en las cuales se ensayaron 6 especímenes por edad para la reproducibilidad de datos.



**Figura 30 Carga uniaxial a compresión de cilindros de pasta de cemento**

#### **4.4.3 Caracterización de Pastas de Cemento Binarias y ternarias**

A continuación se muestran los resultados obtenidos mediante pruebas analíticas para caracterizar los diferentes Sistemas de Pasta base cemento Portland que consisten en tres tipos: (1) Sistema base CPO más la sustitución en peso del 1% y 5% de CBA, (2) Sistema CPO mas CV al 30% de sustitución y el 1% y 5% de CBA y (3) Sistema CPO mas CV al 60% de sustitución en peso más el 1% y 5% de CBA.

El cemento, el Clinker, las pastas hidratadas, los morteros y concretos, son sistemas heterogéneos multicompuestos los cuales varían su microestructura dentro de escalas nano a micro métricas. Por lo que es indispensable caracterizar estos sistemas con el objetivo de aportar conocimiento sobre los comportamientos de estos sistemas, para la fabricación y posible aplicación de los materiales que se dispongan a estudiar en conjunto con el cemento Portland. Además, también es necesario estudiar el análisis de fractura que va relacionada con sus propiedades físico-mecánicas. El DRX confiere

una identificación de fases dentro de los sistemas multicompuestos, analiza las fases y determina su cristalinidad, así como la identificación de los productos de reacción o productos hidratados. El análisis de fases para las pastas de cemento con adiciones se realizó en un equipo Bruker D8 Advance con detector Vantec, con una fuente de Rayos X; Cu K $\alpha$ , rango de corrida en 2 theta; 10° - 70° y un tamaño de paso de 0.05, en esta ocasión se llevó a cabo la fabricación de pastillas para su análisis como se puede observar en la **Figura 31**, donde primeramente se sometió a una molienda y después a un confinamiento mediante equipo mecánico con carga de 15 toneladas sometiendo la aplicación de la carga por espacio de un minuto.



**Figura 31 Molienda manual de las CBA**

Para el Análisis Termo-Gravimétrico y Análisis Térmico Diferencial, se utilizó un equipo SDT Q600 TA INSTRUMENTS. El análisis térmico simultáneo de las muestras fue efectuado bajo las siguientes condiciones: una rampa de calentamiento de 10°C/min de 100 °C hasta 1000 °C, utilizando una atmósfera de aire y se utilizaron aproximadamente 15.0 mg de muestra en los análisis dentro de crisoles de alúmina. Los polvos antes del análisis TGA/DSC, se sometieron a molienda para una mayor exactitud del análisis.

Usualmente se utiliza una escaneo de electrones retrodispersados para la observación y estudio de la microestructura de las pastas de cemento y concreto mediante SEM. Los electrones retrodispersados no solamente son un método de observación, sino que por sí mismo da una completa caracterización de la microestructura de las pastas de cemento al permitir una visualización limpia de la arquitectura interna de los sistemas hidratados. En principio, se usaban los electrones

secundarios, que proporcionan imágenes con buenas resoluciones, sin embargo, para los productos hidratados de cemento no es muy conveniente, ya que al usar buena resolución, daban mucha luz y brillo en las imágenes y se da poca información del sistema hidratado. En contraste, con los electrones retrodispersados, por las bajas densidades de electrones, como la mayoría de los productos hidratados del cemento lo tienen, esto se traduce en tener bajos coeficientes de electrones para los retrodispersados y provocando poca luz reflejada en las imágenes permitiendo buenas imágenes y usualmente son imágenes topográficas de la muestra. A todo esto, se suma la preparación de la muestra para su examinación, que puede ser por un pulido fino y/o recubrimiento conductivo. Por otro lado, los productos de hidratación que se encuentran en pastas de cemento endurecidas primeramente consisten en gel de C-S-H e hidróxido de calcio acompañados por pequeñas trazas de etringita y monosulfato.

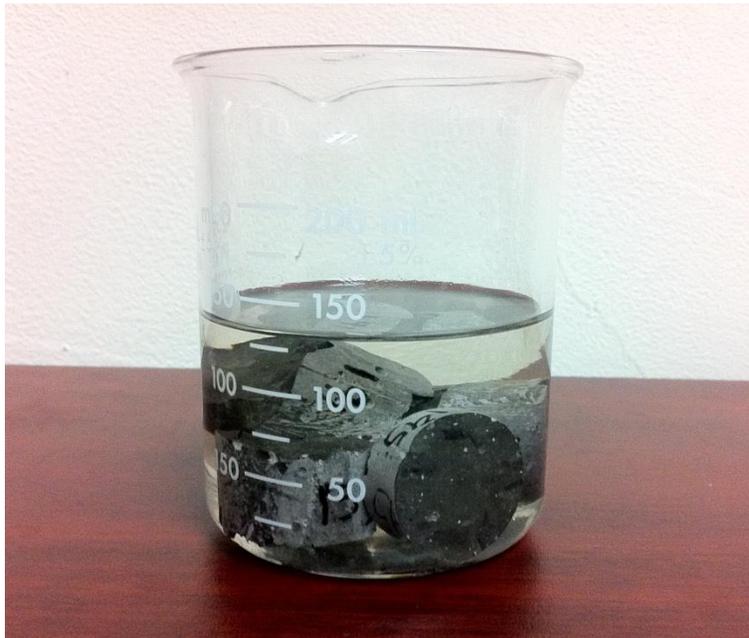
En esta Etapa de caracterización de pastas de cemento endurecidas con adiciones de CBA y CV, fue necesaria la recolección de especímenes a edades de curado en las primeras 24 horas así como a los 56 días para su examinación y estudio de su microestructura. Es por ello que el espécimen se retiró del gabinete de curado saturado cumplido un día y 56 días y se pasó a extraer una muestra de la parte central del espécimen cilíndrico como podemos observar en la **Figura 32**.



**Figura 32 Obtención del centro del espécimen por medio de corte manual**

Aunado a ello, se sumergieron en alcohol isopropílico para detener la fase de hidratación de un día y 56 días de los cortes de los especímenes como se observa en la **Figura 33**. Posteriormente, se colocaron a secado para eliminar el exceso de alcohol

isopropílico mediante horno eléctrico a una temperatura de trabajo de 40°C durante 30 minutos. Al concluir el tiempo de espera, las muestras se sometieron a vacío para eliminar la humedad y conservarla en cámaras especiales que contienen silica gel que ayuda a mantener intactas las muestras sin alteraciones significativas. Realizado esto, se permitió dar paso a su preparación para su análisis de SEM/EDS. Dicha preparación incluye; el pulido de una de las caras de la muestra mediante equipo de metalografía y sus respectivas lijas teniendo como disolvente de limpieza acetona y/o alcohol isopropílico. Terminada la Etapa de pulido, se etiquetaron y se sometieron a un recubrimiento de oro bajo vacío y posteriormente se analizaron dentro del equipo SEM/EDS.



**Figura 33 Muestras sumergidas en alcohol isopropilico para detener las fases de hidratación a 1 día y 28 días**

El siguiente capítulo muestra los resultados obtenidos de la experimentación realizada, posteriormente se llega al capítulo de discusión de resultados.

# Capítulo 5. Discusión de resultados

## 5.1 Introducción

Se presentan los resultados arrojados de la caracterización de materiales utilizados como son las CV, CBA y el CPO. Como se mencionó anteriormente se dio más profundidad a la caracterización de las CBA por ser un material no muy explorado en la industria de la construcción. Después se discuten los resultados de la prueba comparativa del desarrollo mecánico entre mortero de referencia de solo cemento Portland y las mezclas de prueba. Enseguida se discute la prueba semi adiabática de pastas de cemento. Esta prueba complementa con la caracterización de los diferentes sistemas de pastas elegidos por su mejor desempeño a edades tempranas y tardías. Por último se observan los resultados de las pastas de cemento en cuanto a su resistencia a la compresión en diferentes edades de curado y su posterior caracterización.

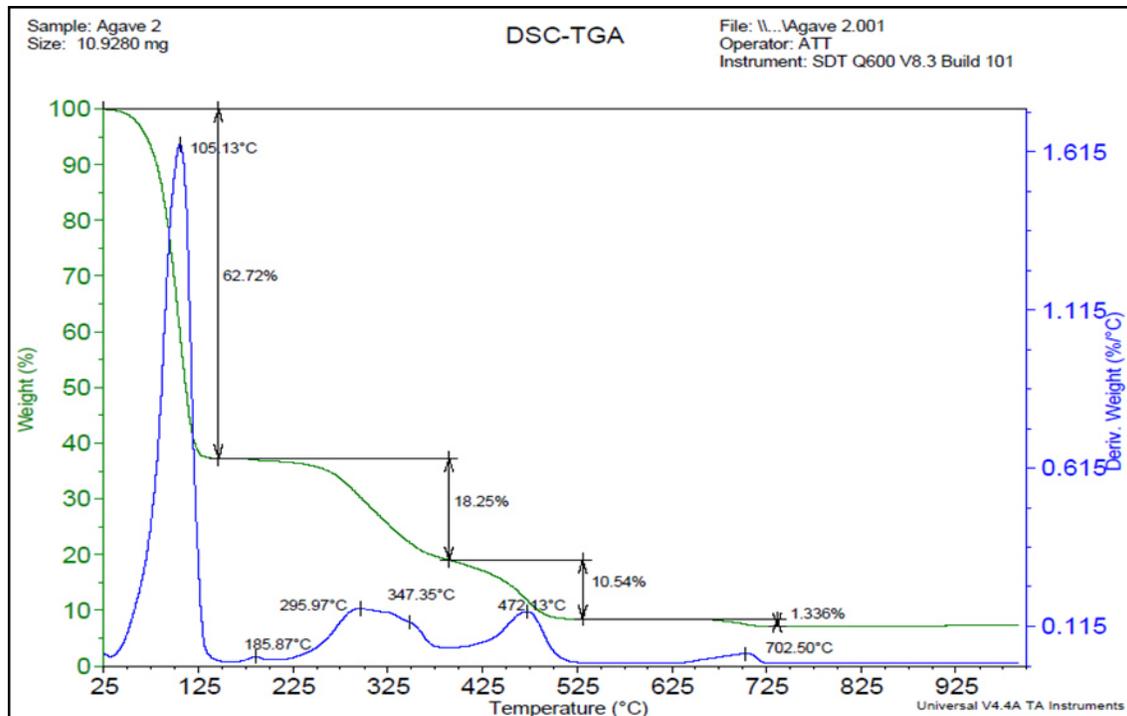
## 5.2 Caracterización de Materiales

Se profundiza la caracterización de las cenizas de bagazo de Agave (CBA) por ser un material exploratorio a nivel mundial dentro de la industria de la construcción y al no tener reglamentos o normativas para este tipo de ceniza de biomasa se recurre a normativas establecidas para clasificación de cenizas de otra naturaleza tratando de adaptarlas según se pueda aplicar. Por otra parte, con las cenizas volantes (CV) y el cemento Portland ordinario (CPO) se realizó una caracterización básica que comprende análisis de XRF y XRD solo para comprobar la composición química de estos materiales ya que se cuentan con gran acervo de datos de estos materiales.

## 5.3 Etapa I. Caracterización de AS

En esta primera Etapa se evaluaron las pérdidas de masa de la planta Agave en estado verde y así determinar el rendimiento de las cenizas que se pueden obtener durante un proceso de combustión controlada. Para ello, dicha planta se sometió a un análisis termo gravimétrico mediante la utilización de un equipo acoplado con DSC para medir las pérdidas por masa a cierta temperatura. La grafica TGA representa en la **Figura 34**, muestra la deshidratación de la planta a temperatura superior a los 100°C, considerando la pérdida del 63% en materia volátil; y cercano a 200°C, la eliminación

de humedad y alcohol. La segunda caída se produjo aproximadamente a los 310°C, lo que representa la liberación de compuestos orgánicos como grasas y ceras. La última caída se relaciona en los 400°C, causada por la descomposición de lignina, hemicelulosa y celulosa. Después de estas temperaturas lo que queda son residuos de compuestos orgánicos en forma de óxidos y carbonatos ( $\text{CaCO}_3$ ), de acuerdo a información reportada en la literatura.



**Figura 34 TGA de la planta de AS**

La fase preliminar implica la deshidratación (hasta 105°C) con la liberación de líquidos y volátiles. El calentamiento de la fibra natural da como resultado una reacción lenta y endotérmica. Por encima de 105°C, los componentes de la fibra comienzan a descomponerse junto con los productos gaseosos liberados en el rango de 150 a 200°C. Existe también un proceso activo de descomposición en el intervalo de temperatura de 260 a 450°C. La Etapa final de pérdidas de masa incluye la combustión de los orgánicos y la formación de cenizas de la materia restante que se produce por encima de los 500°C. La descomposición de los mayores constituyentes de la fibra se podría describir como lignina, que empieza a descomponer dentro del rango de temperaturas de 160 a 400°C. La hemicelulosa y la descomposición de estos polisacáridos de bajo peso molecular comienzan en 180°. Los gases liberados por lo general contienen un 70% de  $\text{CO}_2$  incombustible y alrededor de 30% de  $\text{CO}$  combustible. Entre 200 y 260°C comienzan las reacciones exotérmicas y son

caracterizadas por el incremento de emisión de los productos gaseosos de descomposición. La celulosa se descompone dentro del intervalo de temperaturas de 260 a 350°C, produciéndose gases flamables e inflamables, volátiles flamables y alquitranes. La degradación térmica de la celulosa puede ser catalizada en presencia de agua, ácidos y oxígeno.

La discusión de resultados está conformada por tres Etapas experimentales. En la gráfica de TGA representada en la Figura 34 presenta un cambio de peso significativo entre los 500-700°C, el cual se puede atribuir a la descomposición de materia orgánica. En base a estos resultados se decidió calcinar el material en un rango de 500 a 700°C durante 3 horas para transformar el carbonato de calcio a óxido de calcio y analizar la mejor temperatura de calcinación y por tanto pretender que estas sean mejoren su reactividad para ser usado como activador en mezclas binarias y ternarios base cemento Portland.

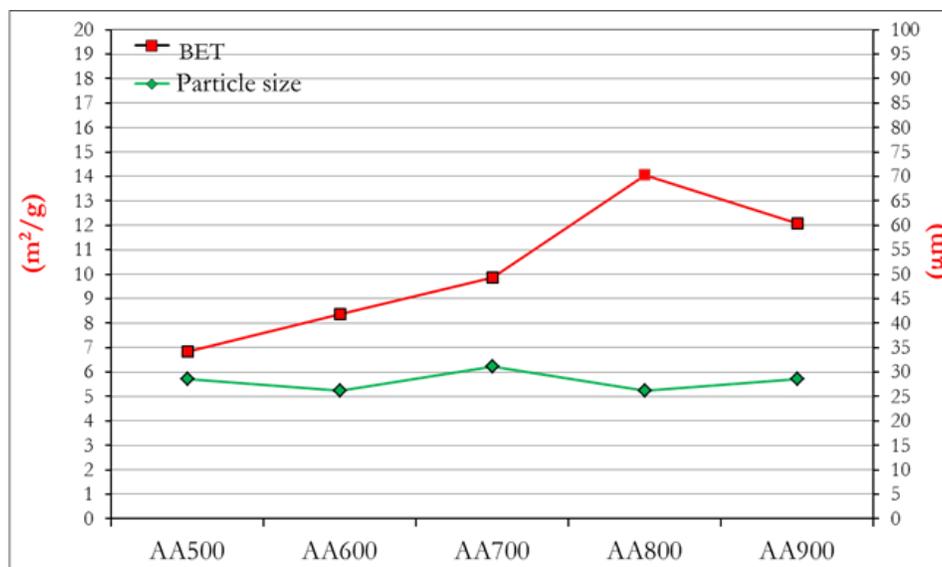
Por otro lado, la calcinación del bagazo se llevó a cabo a diferentes temperaturas controladas: 500°C, 600°C, 700°C, 800°C y 900°C, respectivamente durante tres horas continuas. Los productos del ashing process tienden a tener un color grisáceo oscuro a temperatura de 500°C y conforme se incrementa cambia la tonalidad hasta alcanzar un color blanco totalmente (**Figura 35**), producto de la descomposición de materia orgánica y del residuo carbonoso presente así como de las transformaciones de fase presentes.



**Figura 35 Análisis físico, cambio de color al aumentar la temperatura de calcinación**

Después del tratamiento térmico de la biomasa de Agave se sometió a BET N-2, que ayudó a determinar el área superficial de las partículas de las diferentes temperaturas empleadas durante tres horas respectivamente. Como se puede observar

en la Figura 36, el tamaño aparente de las cenizas de biomasa de AS (CBA) oscila entre 25 y 30  $\mu\text{m}$  y se hace notar el crecimiento en el área superficial de la partícula conforme se incrementa la temperatura de calcinación controlada que va desde 6.8  $\text{m}^2/\text{g}$  a 14.06  $\text{m}^2/\text{g}$  (ver Tabla 13). Este tamaño de área superficial ayudará a activar un sistema binario y ver el efecto sinérgico en un sistema ternario, debido a que se podría incrementar el número de sitios de nucleación para los productos de hidratación para su depósito y crecimiento. Semejante a lo reportado por Sato T. & Beaudoin J.J. en el año 2011, encontraron la partícula de  $\text{CaCO}_3$  con tamaños entre 5-20  $\mu\text{m}$  donde la nano  $\text{CaCO}_3$  fue de 50-120 nm. El resultado del BET nitrógeno en área superficial resulto para la micro  $\text{CaCO}_3$  en 0-35  $\text{m}^2/\text{g}$  y para la nano  $\text{CaCO}_3$  resulto en 20-50  $\text{m}^2/\text{g}$  [18].



**Figura 36 Tamaño de partícula y su área superficial**

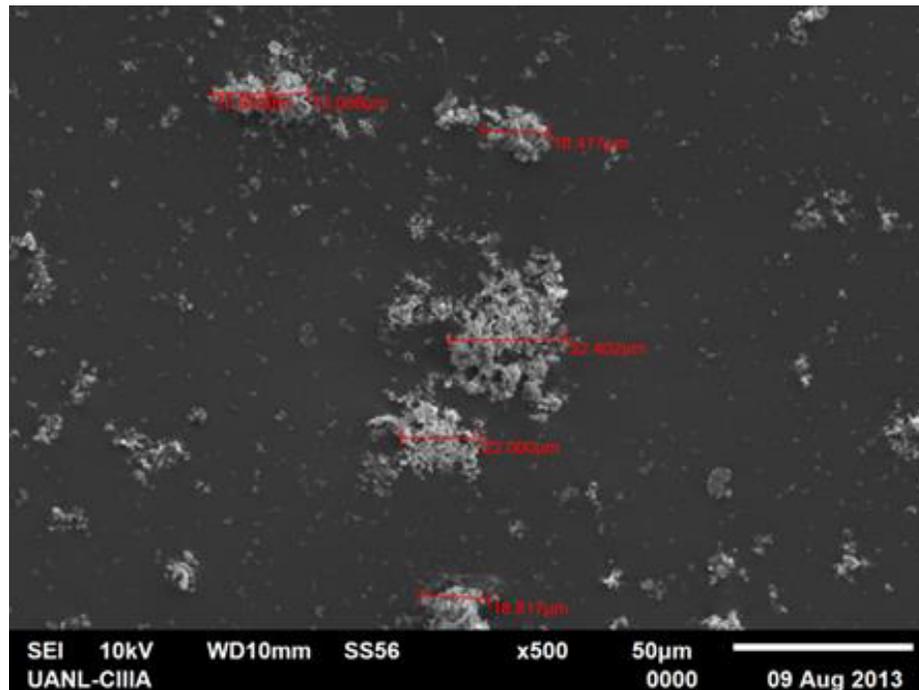
**Tabla 13 Resultados de las CBA mediante BET N-2**

Identificación	Tamaño promedio	BET, ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
AA500	28.53	6.82
AA600	26.16	8.37
AA700	31.11	9.86
AA800	26.16	14.06
AA900	28.53	12.09

Posteriormente, se caracterizaron las cenizas producto de la calcinación controlada del bagazo, utilizando primeramente la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y la Espectroscopia de Energía Dispersa (EDS), para determinar la

morfología de las partículas así como conocer la composición química elemental que contienen las cenizas del bagazo AS y conocer su distribución ya que sometió a ultrasonido las muestras, también se determinará su tamaño promedio de ser posible medirse.

En las microscopias (**Figura 37** se pueden observar aglomeraciones de partículas más pequeñas que las reportadas por la técnica DTP y conforme se aumentó la magnificación fue posible medir las partículas que van desde los 300 nm (**Figura 38**). La reducción del tamaño (**Figura 39**) de partículas se debe a las altas temperaturas que causan descomposición de los componentes de las cenizas. Estos componentes tienen que ver con la descomposición de materia orgánica, prevaleciendo familias como los carbonatos y óxidos a altas temperaturas.



**Figura 37** Partículas de CBA

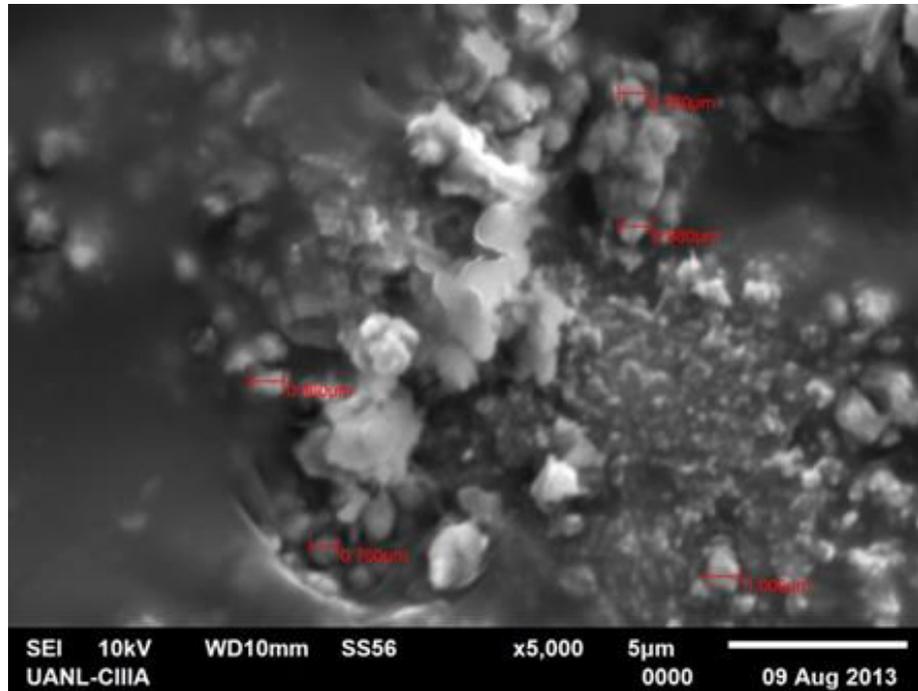


Figura 38 Aglomeraciones de partículas, CBA calcinada a 600°C

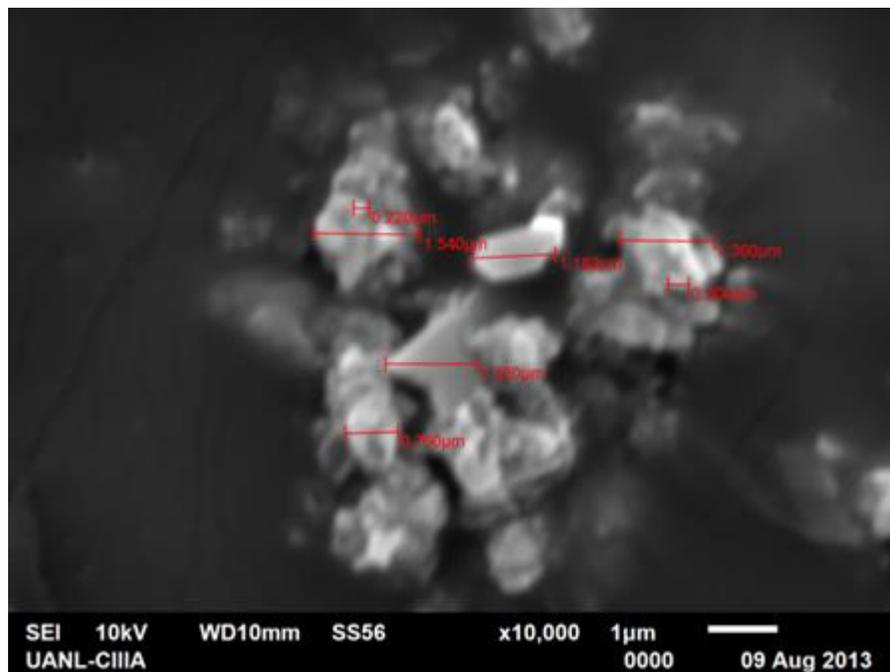


Figura 39 Partículas de CBA observada a 1000 aumentos de su tamaño real

Se realizó bajo condiciones de Laboratorio controladas un análisis que determina los Óxidos totales en peso, este análisis se denomina Fluorescencia de Rayos X (FRX), evitando la contaminación de dichas muestras, la cual consistió en analizar una pequeña muestra homogénea de las CBA resultante de la combustión (durante 3 horas cada una) a las temperaturas de 500°C, 600°C, 700°C, 800°C y 900°C respectivamente. Los óxidos totales reportados se encuentran en la **Tabla 14**. Principalmente se componen de óxido de Calcio (CaO) en más del 64% en peso para todas las muestras, esta composición es porque este tipo de plantas AS está compuesta por oxalatos y carbonatos principalmente. Posteriormente los elementos encontrados en menor cantidad están los óxidos de Magnesio (MgO) y Óxidos de Potasio (K<sub>2</sub>O). El MgO es afectado por el incremento de temperatura de combustión utilizado, ya que a 900°C desaparece debido a su descomposición, sin embargo el K<sub>2</sub>O es aproximadamente constante en toda la gama de combustión. Elementos asociados normalmente con las condiciones de crecimiento de las plantas y su naturaleza alcalina. Por tanto, el sistema es encontrado como CaO + MgO + K<sub>2</sub>O.

**Tabla 14 Composición química de las CBA en términos de la temperatura de calcinación**

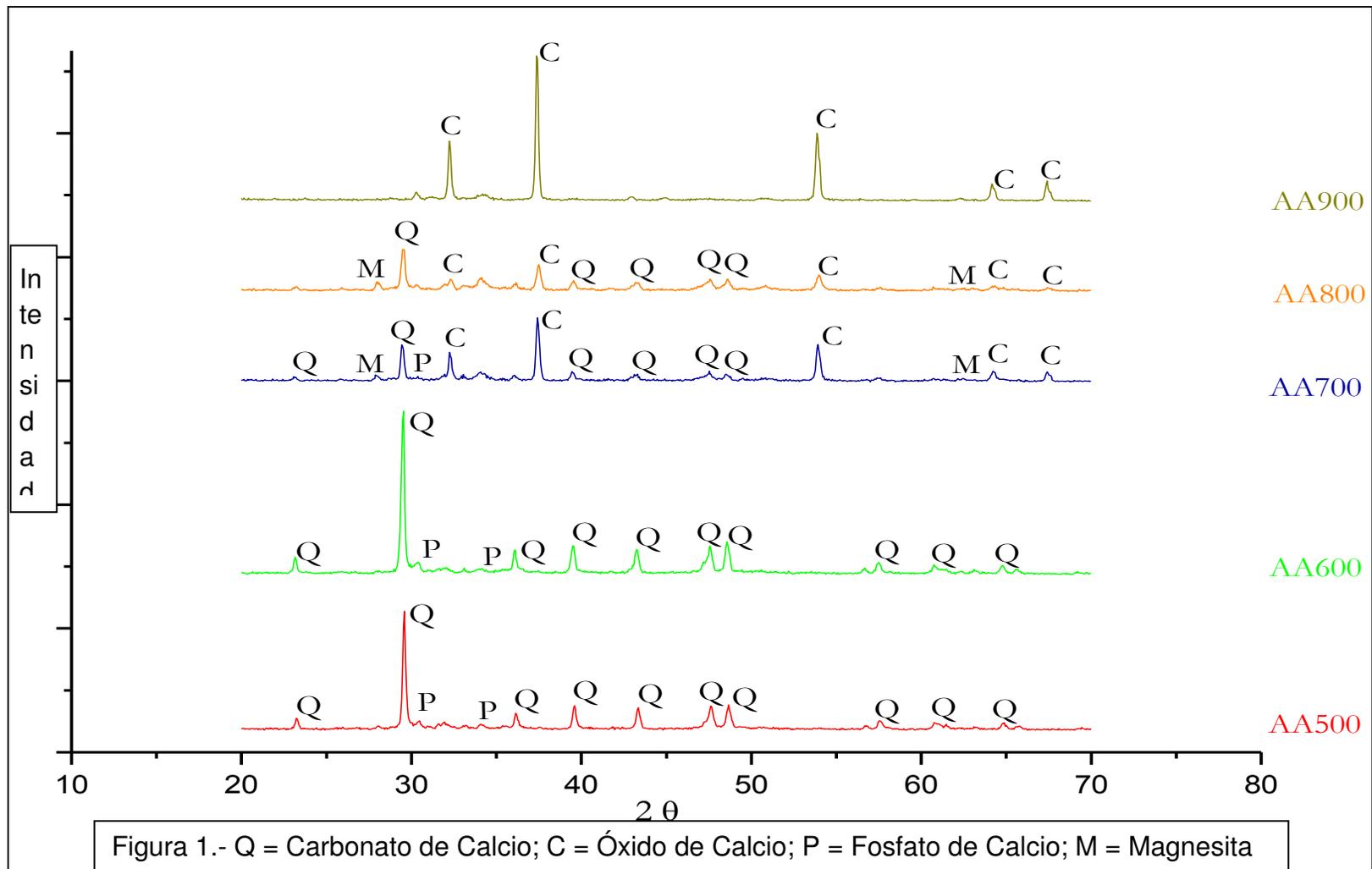
% Peso					
	CBA500	CBA600	CBA700	CBA800	CBA900
<b>MgO</b>	16.133	16.182	7.945	6.401	-
<b>SiO<sub>2</sub></b>	1.452	1.451	1.416	1.468	1.341
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	3.674	3.452	2.558	1.845	-
<b>SO<sub>3</sub></b>	0.762	0.777	0.721	0.702	-
<b>K<sub>2</sub>O</b>	12.664	12.680	13.452	12.477	15.046
<b>CaO</b>	64.639	64.601	71.708	76.861	82.113
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0.239	0.198	0.157	0.541	0.845
<b>SrO</b>	0.111	0.110	1.153	0.143	0.167

Además se realizó el análisis de FRX al cemento Portland Ordinario y la Ceniza Volante. En la **Tabla 15** podemos observar que la Ceniza Volante pertenece a la Clase F, donde su principal característica es su bajo contenido de calcio, por otro lado tenemos el CPO 40R de la región Norte de México y su composición química típica de este material.

**Tabla 15 Composición química de la CV utilizada y el CPO 40R de la región**

<b>Ceniza Volante</b>		<b>CPO 40R</b>	
<b>% Peso</b>		<b>% Peso</b>	
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	3.315	<b>SiO<sub>2</sub></b>	17.922
<b>MgO</b>	1.804	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	4.085
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	33.028	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	3.275
<b>SiO<sub>2</sub></b>	56.545	<b>CaO</b>	64.011
<b>SO<sub>3</sub></b>	0.233	<b>MgO</b>	1.136
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0.532	<b>SO<sub>3</sub></b>	3.510
<b>CaO</b>	0.696	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0.237
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0.352	<b>K<sub>2</sub>O</b>	0.923
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	1.494	<b>TiO<sub>2</sub></b>	0.231
-	-	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0.093
-	-	<b>MnO</b>	0.133

Mediante Difracción de Rayos X (DRX), se puede ver en la **Figura 40**, se cuenta con la presencia mayoritaria de CaCO<sub>3</sub> a temperaturas de 500°C y 600°C y superior a estas temperaturas la fase que predomina es el CaO, y se cuenta con pequeñas cantidades de MgCO<sub>3</sub> (magnesita), KPO<sub>3</sub>.



**Figura 40 Análisis de las CBA mediante DRX**

## 5.4 Etapa II. Comparativa del Desarrollo Mecánico en Morteros

En este estudio las recomendaciones de la norma ASTM C-311 fueron utilizadas para determinar la pérdida por ignición (LOI). La resistencia a la compresión es un parámetro ideal para analizar cualquier adición de este tipo de residuos dentro de una matriz cementante. Experiencias previas con el uso de otras cenizas de bagazo han sido un reemplazo fiable dentro de la adición y/o reemplazo con las matrices cementantes, así que se usó una metodología similar que ayudó a investigar esta posibilidad. Así que, en este trabajo de investigación se evaluó el efecto de la resistencia a la compresión de la adición de cenizas calcinadas a diferentes temperaturas para determinar cuál temperatura de calcinación es la más convincente a altas temperaturas que van desde los 500°C, 600°C, 700°C, 800°C y 900°C.

Los procedimientos para fabricar los especímenes y evaluar la adición de las CBA dentro de morteros basados en la normas ASTM C-311, la cual indica los requerimiento para evaluar las cenizas volantes y puzolanas naturales que podrían ser usadas dentro de concretos de cemento portland. Estrictamente hablando las cenizas de biomasa no están clasificadas acorde a la norma ASTM C-618 la cual excluye este tipo de cenizas debido a su composición química. Las pruebas de resistencia a la compresión en morteros fueron cuidadosamente realizadas acorde a la norma ASTM C-109 y los proporcionamientos utilizados se muestran en la **Tabla 16**, las cuales fueron diseñadas para evaluar el reemplazo de cemento por CBA para cada temperatura de calcinación y para la mezcla de referencia hecha de solamente cemento portland. Las densidades son reportadas para cada temperatura de calcinación acorde con ASTM C-188. Después de 28 días de curado, las muestras fueron secadas a 60°C a peso constante, entonces fueron inmersos en agua a peso constante y fueron medidas acorde a ASTM C-642 para determinar la absorción de agua. Se observó que el efecto de la adición de CBA no es muy significativo y los valores son muy similares al mortero de referencia. La absorción de agua es relacionada a la durabilidad, de estos resultados se podría decir que el efecto de la absorción de capilaridad será similar a todas las mezclas de prueba. La cantidad de reemplazo fue del 5% en peso, en cambio del 20% recomendado por la ASTM C-618, porque la consistencia medida por la ASTM C-147 remarca una disminución como se muestra en la **Tabla 16**, la reducción de la consistencia es relacionada al tamaño de las partículas de las CBA y a su composición química y mineralógica. El cemento utilizado fue un cemento portland ordinario acorde a ASTM C-150, así como arena silica acorde a ASTM C-778, la relación arena cementantes fue 1:2.75 y relación agua/cementante de 0.484.

Los resultados de las adiciones de CBA dentro de la matriz de CPO se muestran en la **Tabla 16**. De la composición química de las CBA se puede determinar que el potencial de la reacción puzolánica es bajo porque el contenido de compuestos formados de gel de CSH no es muy significativo (bajo contenido de  $\text{SiO}_2$ ). Entonces el comportamiento reportado en este estudio en las cuales las cenizas que contienen  $\text{SiO}_2$  y la reacción puzolánica no es esperada. Sin embargo, otro tipo de mecanismo puede desarrollarse de los compuestos de las CBA; ya que la calcita es usualmente usada como relleno dentro de los cementos compositos. Algunos investigadores han observado que la adición de calcita en bajos porcentajes puede promover la reacción a edades tempranas del compuesto del  $\text{C}_3\text{A}$  del cemento portland y acelerar la hidratación del  $\text{C}_3\text{S}$ . Esta reactividad de las adiciones depende del tamaño de partícula. Cuando se preparen las mezclas, la demanda de agua deberá ser considerada dentro de la cantidad a ser empleada, porque el área superficial de estas adiciones es muy grande y puede complicar la trabajabilidad de las muestras.

El efecto de la adición de las CBA dentro de la matriz de CPO es muy notable a edades tempranas cuando la resistencia a la compresión a 7 días fue alta y mayor al 90% de las CBA calcinadas a  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  y  $700^\circ\text{C}$  que el mortero de referencia de solo CPO, como se muestra en la **Figura 17**. La CBA calcinada a  $800^\circ\text{C}$  desarrolló una resistencia a 7 días 10% abajo que el mortero de referencia. Esto puede ser atribuible a la descomposición de los carbonatos y álcalis presentes dentro de las CBA. A  $900^\circ\text{C}$  el comportamiento fue similar a las temperaturas entre  $500^\circ\text{C}$  y  $700^\circ\text{C}$ , donde dentro de ciertos compuestos de las CBA de  $900^\circ\text{C}$  como el  $\text{CaCO}_3$  el cual actúa como sitios de nucleación debido a su tamaño de partícula o como fuente de portlandita. Otra posibilidad es que es debido al tamaño de partícula muy fina de las CBA de  $900^\circ\text{C}$  y la alta reactividad del  $\text{CaO}$  que componen esta ceniza, esto se puede carbonatar fácilmente y esto es porque el comportamiento es similar a las reportadas en las cenizas calcinadas a temperaturas bajas que la de  $900^\circ\text{C}$ .

Para las mezclas de prueba, el desarrollo de la resistencia a 28 días fue 10% más alto, alrededor de 55 MPa a 28 días en comparación a la edad de 7 días, donde la mezcla de referencia excedió los 60 MPa a la misma edad. de estos resultados, se puede determinar que las muestras calcinadas a altas temperaturas tienen un comportamiento similar a las muestras calcinadas a bajas temperaturas tienen un comportamiento similar a las muestras calcinadas a altas temperaturas. Entonces, a  $500^\circ\text{C}/900^\circ\text{C}$  se puede usar como una temperatura ideal para tratar este residuo cuando se adicione en una matriz cementante.

**Tabla 16 Morteros de prueba y referencia**

Mezcla	CPO, (g)	CBA, (g)	Arena, (g)	H <sub>2</sub> O, (ml)	Rel. a/c	Consistencia Mortero, (mm)	Absorción Mortero, H <sub>2</sub> O	Densidad CBA
Referencia	500	0	1375	2.42	0.484	195	2.07	-
Mezcla 500°C	475	25	1375	2.42	0.484	168	2.31	2.64
Mezcla 600°C	475	25	1375	2.42	0.484	172	1.96	2.7
Mezcla 700°C	475	25	1375	2.42	0.484	166	2.31	2.65
Mezcla 800°C	475	25	1375	2.42	0.484	162	2.05	2.65
Mezcla 900°C	475	25	1375	2.42	0.484	156	1.82	2.67

Se puede observar en la **Tabla 17** que se tiene un mejor desarrollo de resistencia a la compresión a edades tempranas de los morteros M-900, M-700, M-600 y M-500. Sin embargo, para reducir las variables, se optó por tomar los extremos para su análisis, los cuales son M-900 y M-500, que al fin de 28 días resultaron mejores que los demás morteros y determinar los mecanismos bajo los cuales estos compuestos afectan las matrices cementantes.

**Tabla 17 Resistencia a la compresión en morteros**

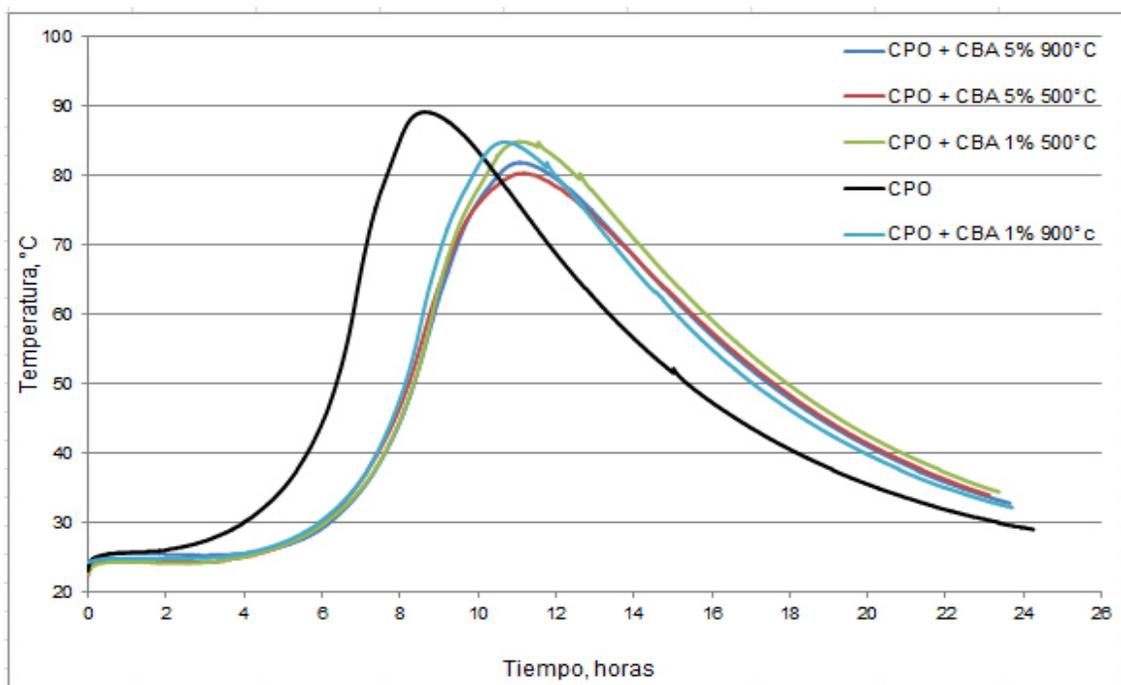
Mezcla	7 días, MPa	14 días, MPa	28 días, MPa
CPO	28.55	50.33	61.25
M-900	51.91	54.9	55.8
M-800	24.96	41.9	51.68
M-700	53.96	52.92	55.31
M-600	50.4	51.61	54.55
M-500	46.89	50.61	55.81

El efecto sobre la trabajabilidad del mortero con sustitución de las CBA se muestra en la **Tabla 16**. La adición de las CBA redujeron la trabajabilidad de los morteros y esto se incrementó en las CBA tratadas a altas temperaturas como se

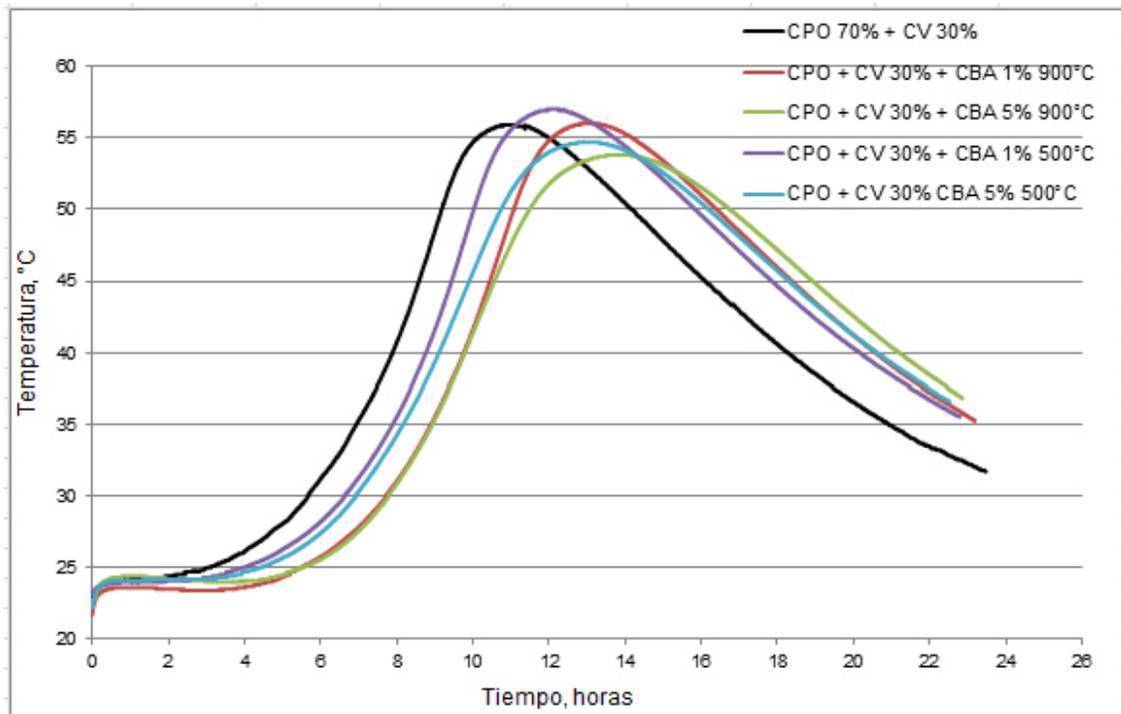
muestra con el mortero Mezcla 900°C donde la trabajabilidad disminuyó considerablemente. Esto puede explicarse por la alta área superficial y el extremadamente pequeño tamaño de partícula de las CBA que en su mayoría contienen  $\text{CaCO}_3$ .

Los efectos de las partículas de  $\text{CaCO}_3$  derivadas de las cenizas de bagazo de Agave se muestran en la **Tabla 17** donde se observa que las CBA tratadas térmicamente a 600°C, 700°C y 900°C muestran un desarrollo de la resistencia a compresión alta aproximadamente el 80% más alta a edades tempranas que la mezcla de referencia de solos CPO. Sin embargo, las mejores mezclas a 28 días fueron las CBA de 900°C y 500°C respectivamente.

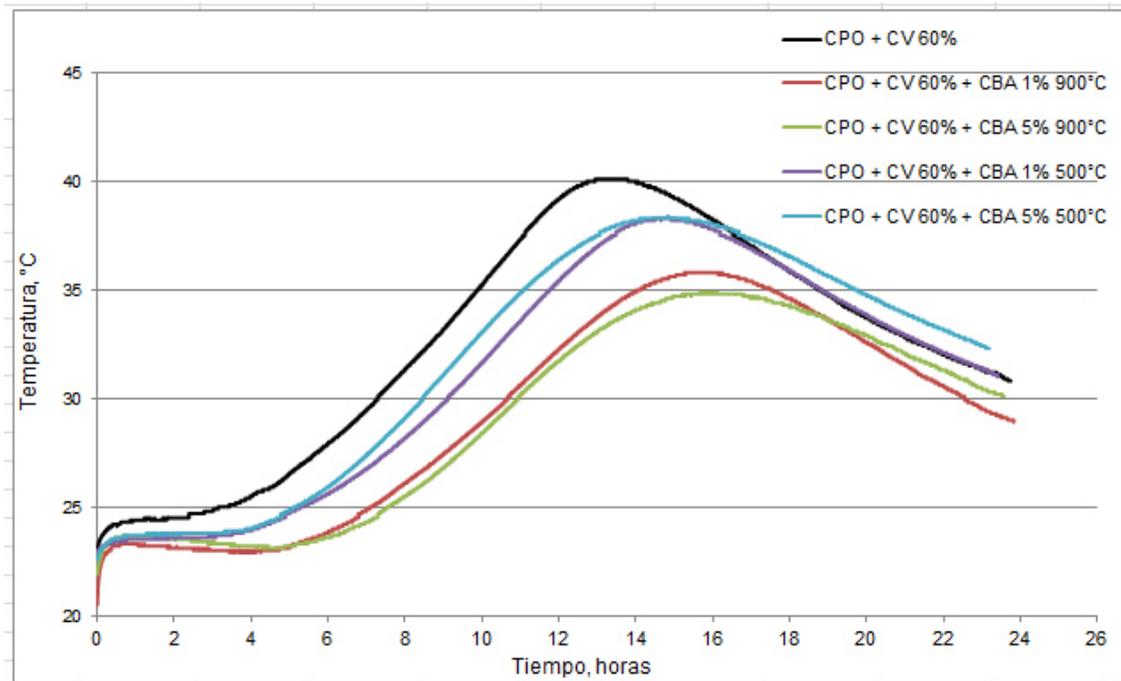
A continuación se realizó una prueba semi-adiabática, donde se incluyeron los siguientes sistemas binarios y ternarios (CPO + CV + CBA), (**Figuras 41, 42 y 43**) para su estudio para apreciar la temperatura debido al calor de hidratación entre el contacto agua- $\text{C}_3\text{A}$  y agua- $\text{C}_3\text{S}$ .



**Figura 41 Sistema binario, CPO + CBA**



**Figura 42 Sistema ternario, CPO + CV30% + CBA de 500°C y 900°C**



**Figura 43 Sistema ternario, CPO + CV60% + CBA de 500°C y 900°C**

La hidratación del cemento portland en este tipo de prueba, se caracteriza por un pico máximo de liberación de temperatura debido a la hidratación del  $C_3A$  (Aluminato Tricálcico) y con ello da lugar a la disolución del aluminato y reacciona después con los iones  $Ca^{+2}$  y  $SO_4$  presentes en la fase líquida para dar lugar a la formación de etringita (AFt).

La hidratación de las CV difiere de la hidratación del cemento Portland en términos de velocidad en las fases del Clinker, así como el hidróxido de calcio formado y productos hidratados. Generalmente se sabe que las CV retrasan la reacción de la alita a edades tempranas y se acelera a edades medias, dicha aceleración se debe a sitios de nucleación sobre las partículas de CV, por lo que las fases de aluminato y ferrita se hidratan más rápidamente en presencia de CV. Adicionar las CV disminuye la formación de hidróxido de calcio dentro de los productos de hidratación.

El cemento con adición de cenizas volantes exhibió picos más agudos en tiempos anteriores a las 11-12 horas, en comparación con el cemento de referencia. Estos picos se agudizan cuando el área de superficie de las cenizas volantes aumenta. Los efectos máximos se asocian con la hidratación del  $C_3A$  después del agotamiento de yeso en el sistema. El efecto exotérmico inicial, debido a la hidratación alita, es retardado por las cenizas volantes, aunque con la adición de  $CaCO_3$  se compensa las debilidades de las CV bajas en calcio, ya que el carbonato reacciona con el  $C_3A$  para formar los primeros productos hidratados denominados Mc y Hc carboaluminatos hidratados, lo cual desencadena posibles sitios de nucleación, que se relacionaría con el rápido desarrollo de resistencia mecánica a edades tempranas.

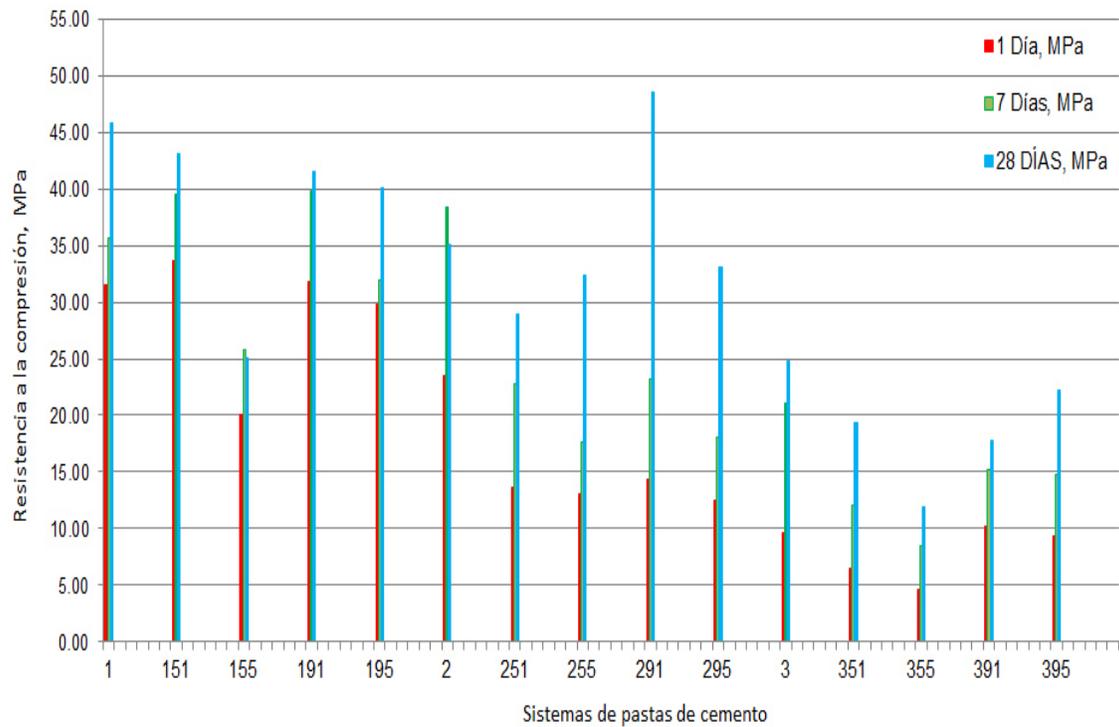
### **5.5 Etapa III. Caracterización de Pastas de Cemento**

Primeramente se desarrollaron sistemas, los cuales se pueden apreciar en la **Tabla 18**. Estos se sometieron a un período de prueba a 1, 7, 28 días para su prueba de resistencia a compresión, asimismo se aplicaron técnicas de caracterización termo gravimétricas, de DRX y también SEM/EDS, para determinar el efecto sinérgico de los materiales cementantes.

**Tabla 18 Proporcionamiento utilizado en sistemas de pasta base cemento Portland**

Muestra	CPO 40, (g)	CV, (g)	CBA 500°C, (g)	CBA 900°C, (g)	Aditivo súper plastificante, (g)	Agua, (mL)	Rel. a/c
1	1700	-	-	-	2	595	0.35
151	1683	-	17	-	2	595	0.35
155	1615	-	85	-	2	595	0.35
191	1683	-	-	17	2	595	0.35
195	1615	-	-	85	2	595	0.35
2	1190	510	-	-	2	595	0.35
251	1173	510	17	-	2	595	0.35
255	1105	510	85	-	2	595	0.35
291	1173	510	-	17	2	595	0.35
295	1105	510	-	85	2	595	0.35
3	680	1020	-	-	2	595	0.35
351	663	1020	17	-	2	595	0.35
355	595	1020	85	-	2	595	0.35
391	663	1020	-	17	2	595	0.35
395	595	1020	-	85	2	595	0.35

A continuación se observan los resultados en prueba de resistencia mecánica a la compresión en la **Figura 44 y en la Tabla 19:**



**Figura 44 Resultados prueba resistencia mecánica a la compresión de pastas**

**Tabla 19 Resultados de resistencia a la compresión de pastas base cemento Portland**

IDENTIFICACIÓN	1 DÍA, MPa	71 DÍAS, MPa	28 DÍAS MPa
1	32	36	46
151	34	40	43
155	20	26	25
191	32	40	42
195	30	32	40
2	24	38	35
251	14	23	29
255	13	18	32
291	14	23	49
295	13	18	33
3	10	21	25
351	7	12	19
355	5	9	12
391	10	15	18
395	9	15	22

Para cada día y cada sistema se contempló el ensaye de 3 especímenes para reproducibilidad de datos. En los sistemas de cemento portland con adición de CBA, se demuestra el efecto de la adición del 1% de  $\text{CaCO}_3$ , el cual acelera la hidratación del  $\text{C}_3\text{A}$  y promueve la velocidad de hidratación del  $\text{C}_3\text{S}$ , que genera un rápido desarrollo de resistencia a edades tempranas incluso por encima de la del sistema de referencia de cemento Portland sin adición alguna. Algunos autores reportan que el  $\text{CaCO}_3$  reacciona con el  $\text{C}_3\text{A}$  para formar productos hidratados denominados carboaluminatos de calcio hidratados [121].

En los sistemas de pastas de cemento se demostró que en el sistema 1 en la prueba de resistencia a la compresión, la adición del 1% de CBA calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  y  $900^\circ\text{C}$  están por encima de la mezcla de referencia de solo cemento Portland. Esta tendencia siguió para los 7 días de curado, donde el sistema 151 y 191 siguen por encima de la mezcla de referencia 1. Al alcanzar los 28 días se mostró un incremento en el sistema 195 pero aún por debajo de los sistemas 151, 191 y 1. Lo que arrojó que el mejor desempeño fue en el sistema 151 en el sistema adicionado con CBA.

En el sistema 2, la mezcla de referencia de CV + CPO tuvo un desempeño mejor a edades tempranas, sin embargo a 28 días se demostró que el sistema 291 se comportó con una mejor resistencia a la compresión que la mezcla de referencia 2.

Para el sistema tres se observó un mejoramiento de desempeño a edades tempranas en el sistema 391 que el resto de las mezclas, esta tendencia se comportó de la misma manera hasta los 28 días donde la mezcla 395 desempeño mejor resistencia mecánica que le sistema 391 y quedando por debajo de la mezcla de referencia número 3 de CV + CPO.

### **5.5.1 Pastas de Cemento con sustitución de CBA y análisis de Difracción de Rayos X**

A continuación se muestra los análisis mediante Difracción de Rayos X (DRX) de las pastas de cemento con los mejores sistemas binarios y ternarios (combinación de cemento Portland, ceniza volante y ceniza de biomasa de a. salmiana). Dichos análisis se obtuvieron de muestras con un día cumplido de curado y 28 días de curado para observar el desarrollo de ciertas propiedades y características de los sistemas.

Primeramente se observan los resultados de los especímenes de pastas de cemento a un día de curado. Donde se divide en tres grupos;

1.- Se indica como la mezcla binaria de cemento portland (CPO) y cenizas de biomasa de agave (CBA) calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  y  $900^\circ\text{C}$ .

2.- El grupo consta de una mezcla ternaria CPO y la sustitución del 30% de ceniza volante (CV) y el 1% y 5% de CBA.

3.- Por último el sistema tres, con sustitución de CPO por 60% de CV y el 1% y 5% de CBA respectivamente, como ya anteriormente se ha descrito en capítulos anteriores.

Donde: Hc; Hemi carboaluminato de calcio, y Mc; Mono carboaluminato de calcio. En el grupo uno (**Figura 45**), se observó como la adición del 1% de CBA a temperaturas de calcinación de 500°C y 900°C mejoró la formación de geles hidratados, se observó mayor cantidad de geles hidratados, en el cual en un ángulo de 26° a 34° 2 theta se tiene una cantidad menor de silicatos de calcio (SC) en el Sistema 151 que la mezcla de referencia de cemento Portland. Esto es atribuible a la reactividad, al tamaño de partículas y la alta área superficial de las mismas (predominantemente partículas de CaCO<sub>3</sub> y CaO, a 500°C) presentes en las CBA. Por ello, se atribuye que una mayor consumo de CH y por ende se consume los SC (entre el ángulo 30 a 35° 2 theta) para dar pie a la formación de geles de CSH. El consumo de la cantidad de CaCO<sub>3</sub> es mucho mayor y se tiene bajas cantidades registradas en el análisis de DRX ya que se atribuye que este reaccionó con los compuestos del cemento portland para precipitar geles de CSH. Además de que el CaCO<sub>3</sub> reaccionó químicamente con los compuestos del cemento Portland para formar carboaluminatos (entre 10 a 12° muy poco visible y 20° a 24° 2 theta en los sistemas 151 y 191 respectivamente) lo cual le ayuda a tener una matriz cementante más densificada y se observa el consumo evidente de la Portlandita y la reacción con el C<sub>3</sub>A del cemento Portland.

En el sistema dos (**Figura 46**) de pastas de cemento se observó que la mezcla 2 y 291 consumió más CH que la muestra 2 (mezcla de referencia), así como la formación de mas CSH debido a la nucleación de partículas de CBA sobre las partículas de cemento, esto también demostró que las CV tienen el efecto de retardar la formación de geles hidratados, sin embargo se observó que al adicionar partículas de CaCO<sub>3</sub> se aceleró el consumo de CH debido a la reacción del CaCO<sub>3</sub> con el C<sub>3</sub>A, además de la reacción puzolánica de las CV. La adición del 1% de CBA de 500°C ayudó a tener más sitios de nucleación y así desarrollar más geles hidratados a edades tempranas.

Siguiendo con el sistema tres (**Figura 47**), se observó que la mezcla número 351 consumió más silicatos de calcio en el ángulo 25° – 34° 2 theta que se ha relacionado con la resistencia a la compresión a edades tempranas.

Además, en las **Figuras 45, 46 y 47** se puede observar que dentro del ángulo 10 a 25 2-theta se encuentra que debido a la reactividad por el tamaño de partículas y el contenido de aluminio del CPO es posible la reacción entre el  $\text{CaCO}_3$  y aluminio para formar estos compuestos Hc y Mc. Al incluir ceniza volante se tiene una porción extra de aluminio la cual ayuda a la reacción entre  $\text{CaCO}_3$ , y el  $\text{C}_3\text{A}$  del CPO para desarrollar rápidamente geles de hemi y mono carboaluminatos de calcio debido también a la reacción puzolanica de la ceniza volante la cual ayuda al consumo acelerado del hidróxido de calcio y así formar un volumen mayor de geles CSH y  $\text{CO}_3\text{-AFm}$  (hemi y/o monocarboaluminato) a edades tempranas. La intensidad en los picos de difracción de Rayos X de los compuestos Hc y Mc es muy tenue, sin embargo se ha reportado que en sistemas puros de solamente  $\text{CaCO}_3$  y  $\text{C}_3\text{A}$  es notorio esta reacción [8, 73, 75]. El sistema que desarrollo a edad temprana los Hc y Mn es el sistema 351, 355 y 395, es poco apreciable.

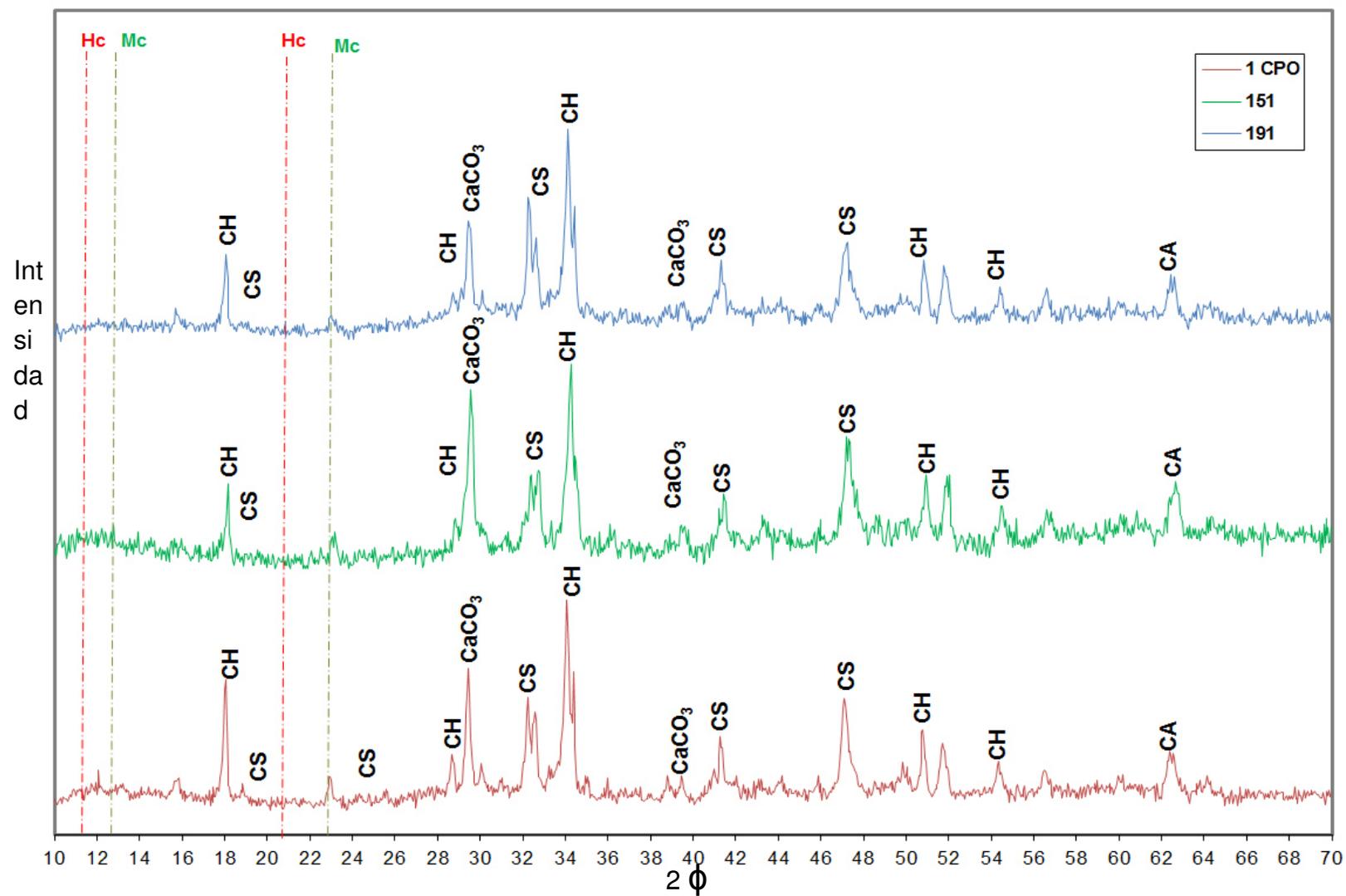


Figura 45 Sistema número 1, pastas base CPO

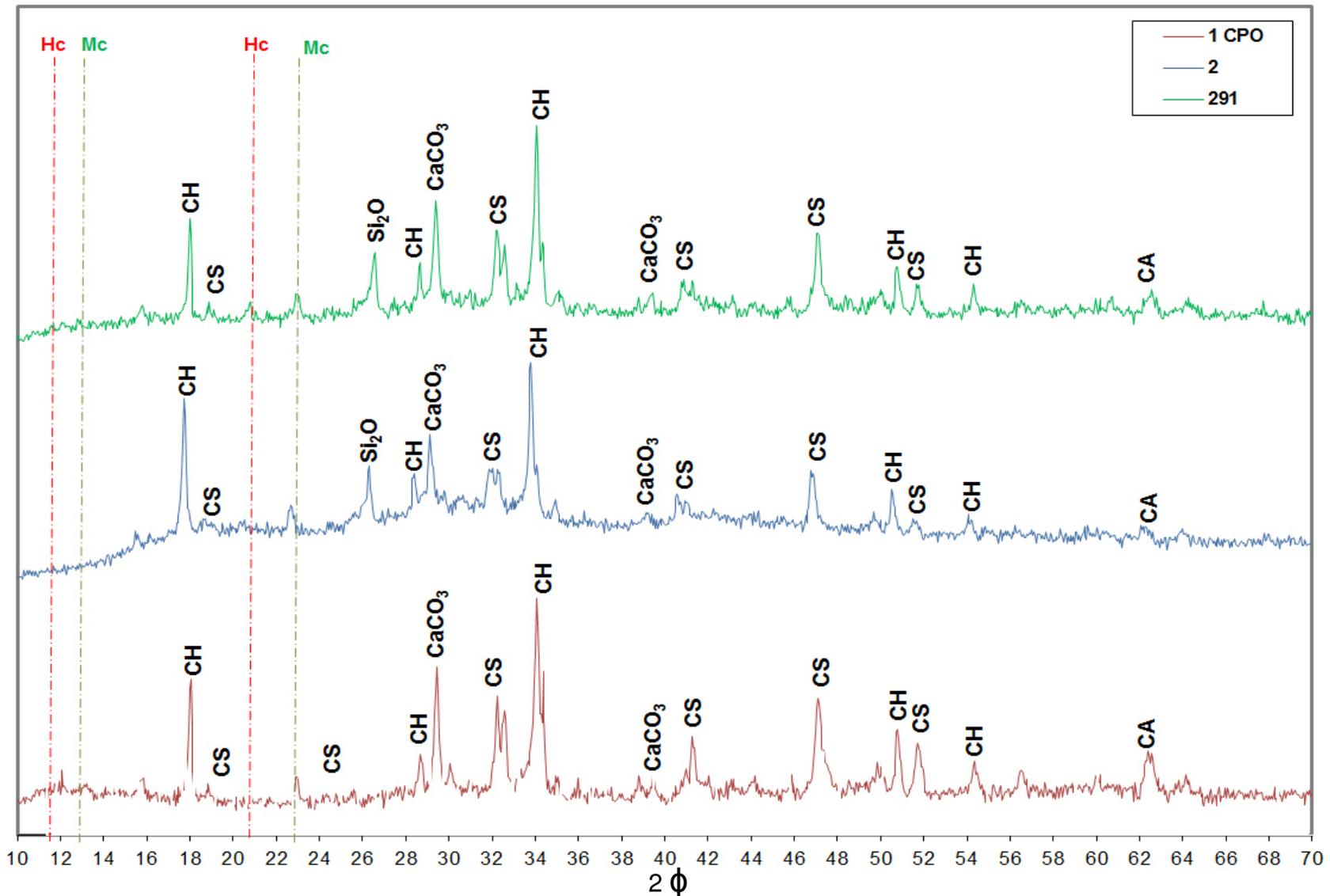


Figura 46 Sistema 2, pastas base CPO

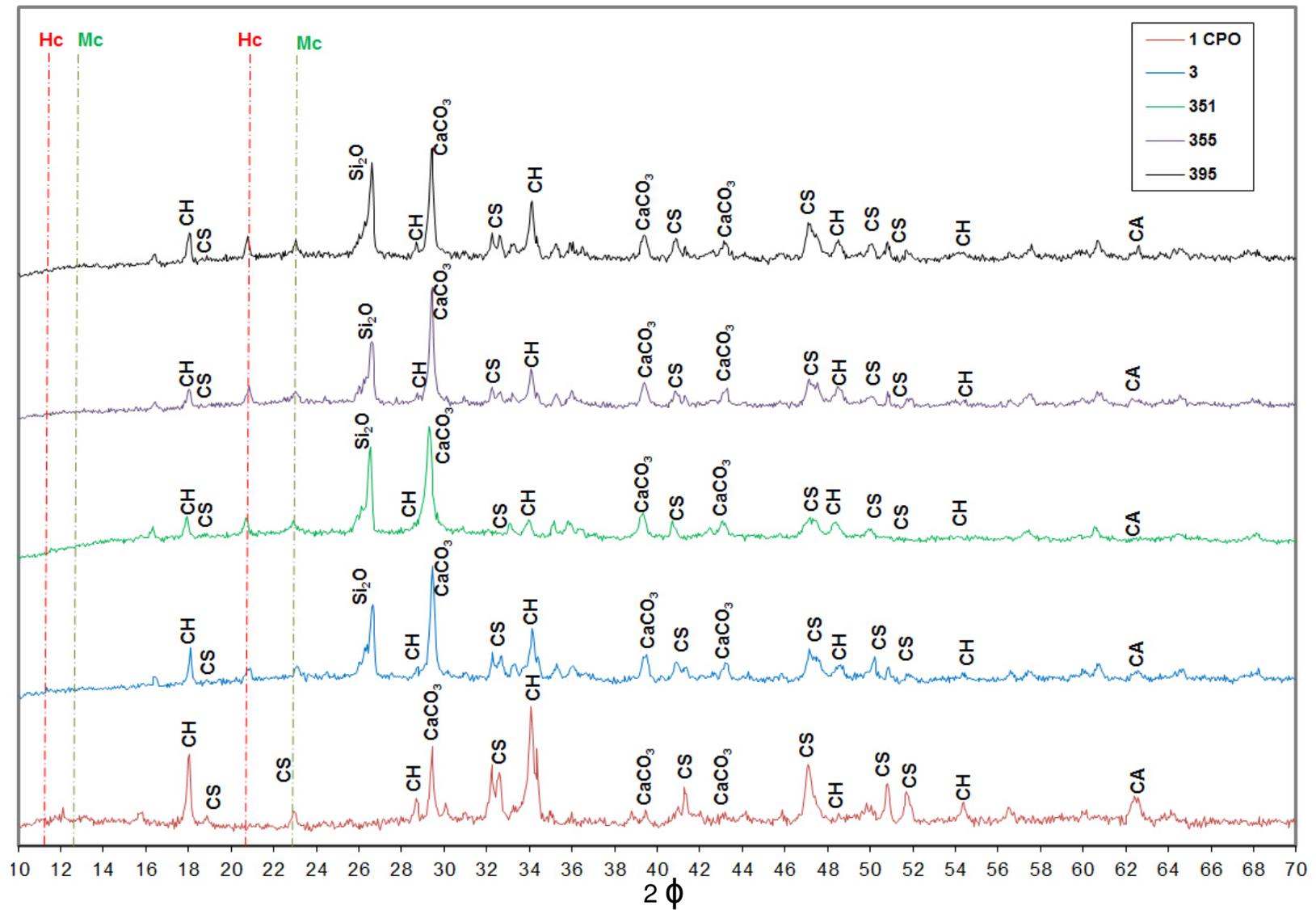


Figura 47 Sistema 3, pastas base CPO

Enseguida se tienen la DRX de pastas de cemento con adición de ceniza volante y ceniza de biomasa de agave a 28 días de curado.

En el sistema 1 curado a 28 días (**Figura 48**), se observó un aumento en la cantidad de CH en las mezclas con la adición de  $\text{CaCO}_3$  en los sistemas de cemento Portland. Sin embargo, el consumo de los silicatos de calcio (CS) se ha reducido para los sistemas 151 y 191. Esto puede deberse a la reactividad del  $\text{CaCO}_3$  proveniente de las CBA. La adición del 1% de  $\text{CaCO}_3$  permitió una reducción del consumo de CS y esto explica la diferencia en la resistencia a la compresión entre la mezcla de prueba y la de referencia. Los TGA/DTA (como se observan más adelante) también confirman que los resultados de DRX muestran la reactividad de la adición del 1% de las partículas de  $\text{CaCO}_3$  reduciendo el contenido de CS. Cabe resaltar que dentro del ángulo  $28^\circ$  a  $30^\circ$  2theta se aprecia un consumo considerable de  $\text{CaCO}_3$  relacionado a la reactividad para formar compuestos como los hemi y mono carboaluminatos de calcio hidratado dentro de un ángulo  $12^\circ$  a  $14^\circ$  y  $22^\circ$  a  $24^\circ$  2theta para el Mc así como entre  $10^\circ$  a  $12^\circ$  y  $20^\circ$  a  $22^\circ$  2theta para el Hc, donde se aprecia que la adición del 1% de CBA a  $500^\circ\text{C}$  y  $900^\circ\text{C}$  se da esta formación de productos hidratados.

Sistema 2 (**Figura 49**), En el sistema dos se observó un mayor consumo de CS a 28 días así como también en la pasta 291 se observa una curva amplia (entre  $12^\circ$  a  $17^\circ$  2theta) que se relaciona con formación de material amorfo esto pudiera ser por el tamaño de partículas de las CBA reaccionadas con la CV y de pie a una alta resistencia mecánica. Se observó que en un ángulo de  $26^\circ$  a  $35^\circ$  2 theta el consumo de silicatos de calcio fue mayor que la mezcla de referencia 1 de solo cemento Portland. En los sistemas 291 es observable la reacción puzolánica muy notoria ya que el consumo de CH fue mayor y que en el sistema 1 de solo CPO no fue así sino otro tipo de reacción.

Se observó en el sistema 3 (**Figura 50**), a 28 días se observó una disminución del CH en el sistema 351, 355 y 395, atribuible a la reacción de todo el carbonato de calcio con los silicatos del cemento portland y que precipitaron los geles de CSH y donde el consumo de CH fue mayormente absorbido por la reacción de las partículas de  $\text{CaCO}_3$  y la reacción puzolánica de estos sistemas.

La sustitución con residuos provenientes de la combustión de biomasa activa las reacciones de los sistemas binarios y ternarios teniendo como base al cemento Portland. Por lo que en el sistema 1, 2 y 3 se desarrolló una resistencia mecánica a edades tempranas comparada con la mezcla de referencia a bajas relaciones agua/cementante.

Al adicionar dichos residuos en el sistema 1, así como en los sistemas con cenizas volantes (sistema 2 y 3) el  $\text{CaCO}_3$  actuó como superficie de nucleación para la precipitación del CH y los geles de CSH. En los sistemas con cenizas volantes debido a su alta área superficial por su tamaño de partículas reacciona químicamente con el  $\text{C}_3\text{A}$ , el potencial de estas cenizas de biomasa de agave de ser usadas como material en la industria de la construcción es muy viable gracias a el desarrollo de resistencia a edades tempranas y mantener dicho comportamiento a los 28 días donde es similar y en algunos casos se mejora estas propiedades mecánicas en comparación con la mezcla de referencia. La mejor combinación y/o sustitución CPO/CBA y CPO/CBA/CV fue la de 1% de las CBA en peso del cementante.

El  $\text{CaCO}_3$  en combinación con las cenizas volantes y su contenido de silicatos y aluminatos reaccionan con el carbonato de calcio para producir hidratos en el sistema, ya que actúa como superficie de nucleación en los tres sistemas de pasta de cemento (acelera la reacción de hidratación de las partículas de cemento Portland en el sistema 1 y en los sistemas 2 y 3 acelera la reacción puzolánica). Al adicionar  $\text{CaCO}_3$  disminuye el CS (silicato de calcio), esta reducción en la cantidad de CS es una indicación clara de la formación de productos hidratados en el sistema (CSH) esto se puede observar en los análisis de DRX. Sin embargo por la diferente reacción en los sistemas 2 y 3 es apreciable un mayor consumo de CH atribuible a la reacción puzolánica.

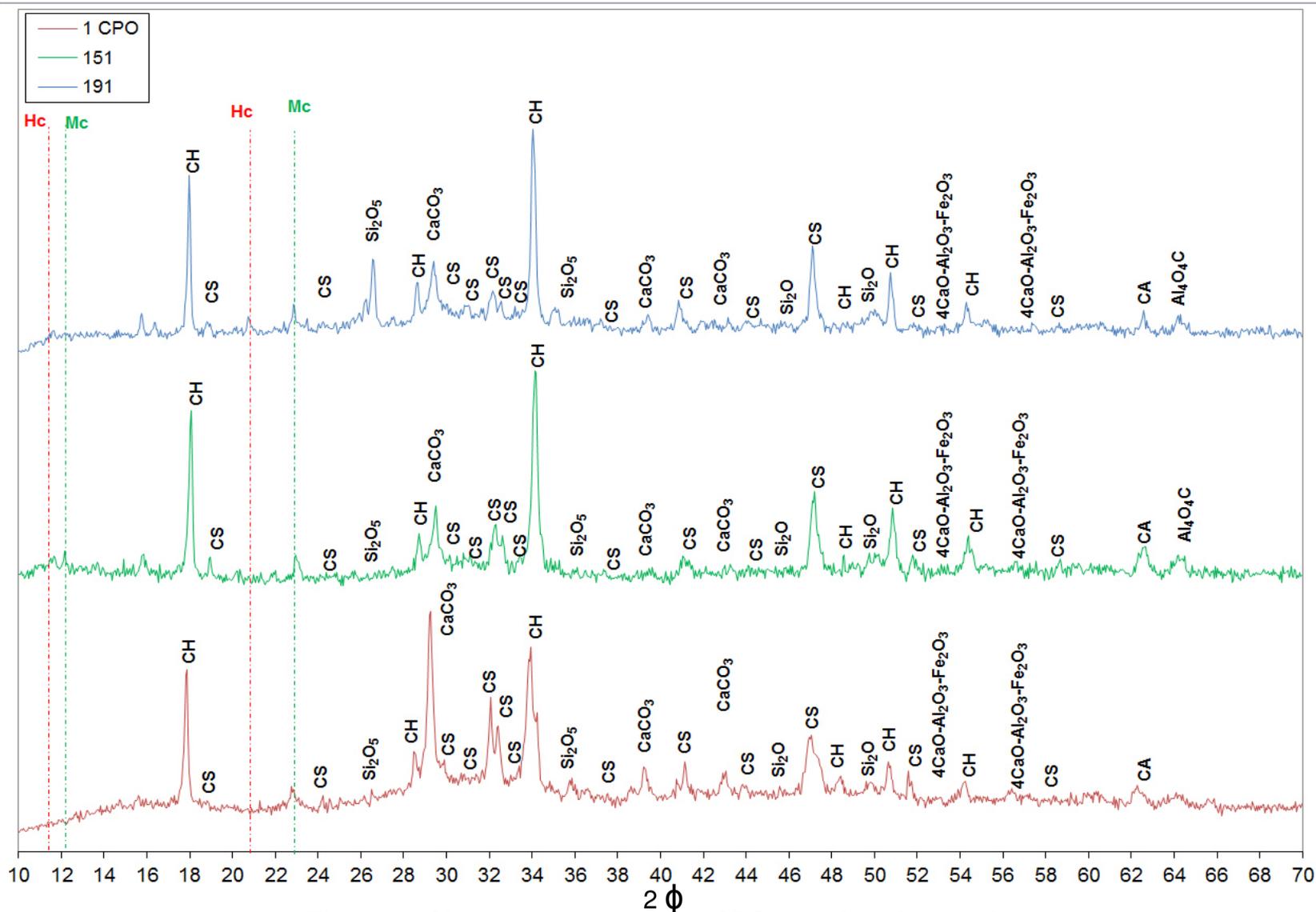


Figura 48 Sistema 1, pastas base CPO a 28 días de curado



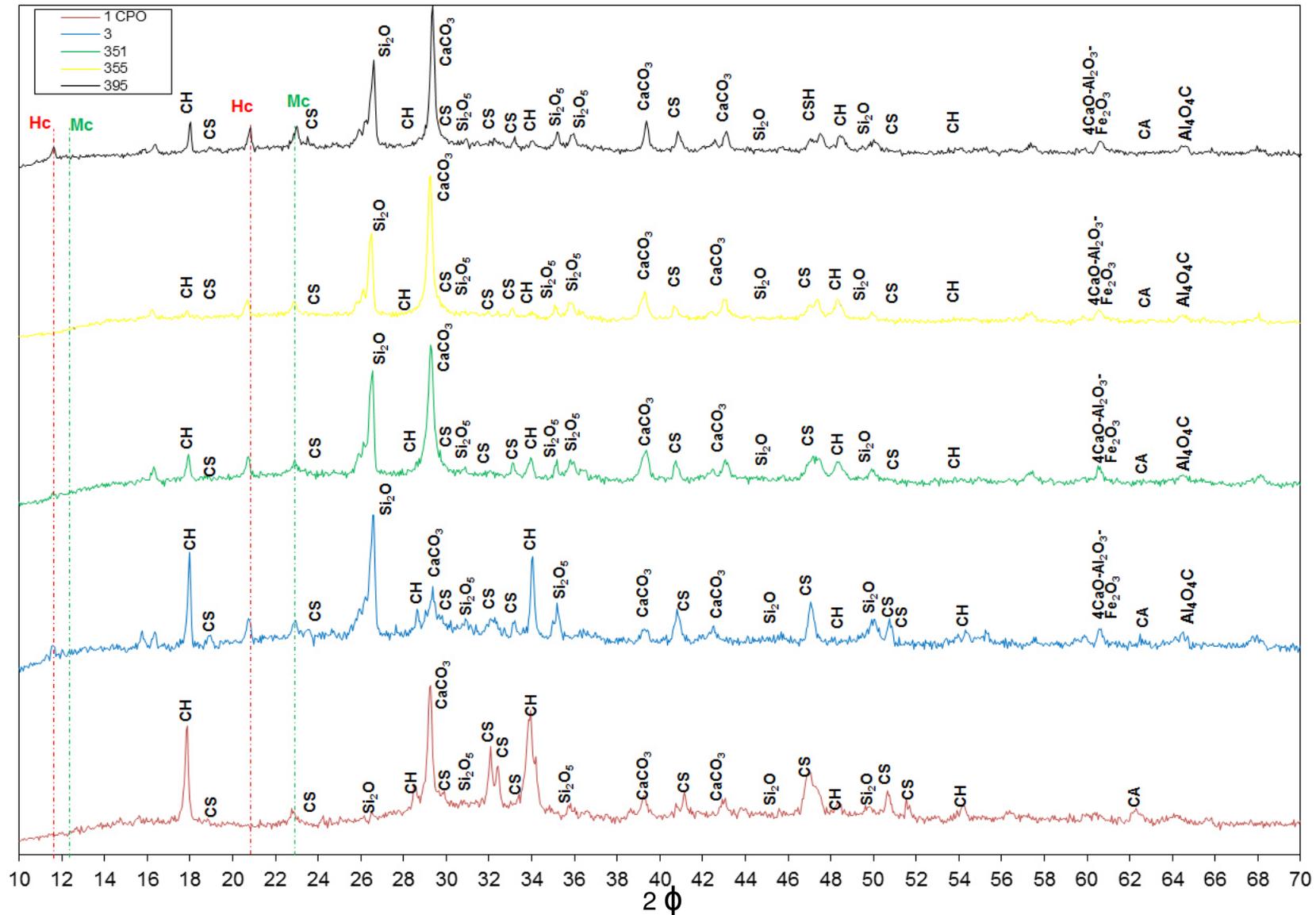


Figura 50 Sistema 3, pastas base CPO a 28 días de curado

### 5.5.2 Pastas de Cemento con sustitución de CBA y análisis Termo Gravimétrico

A continuación se muestran los resultados obtenidos mediante análisis termo gravimétrico (TGA), de los diferentes sistemas de pastas de cemento con adición de ceniza de biomasa de AS.

En las **Tabla 20** se muestra las pérdidas de masa respecto a la formación de geles hidratados en la pasta (a un día de hidratación) los cuales en análisis termo gravimétrico se pierden entre 100°C a 350°C que representa el agua de la deshidratación de CSH y el producto hidratado. Tomando como punto de partida en el sistema uno, hay un incremento mayor en la pérdida de agua de gel de CSH al adicionar el 1% de ceniza de biomasa de AS (Sistemas 151 y 191, **Figura 51**) con respecto a la mezcla de referencia (Sistema 1). Por lo que confirma la aceleración de la hidratación del sistema con la presencia de las partículas de  $\text{CaCO}_3$ , las cuales ayudan al crecimiento de cristales de productos hidratados. Esto se observa en la **Figura 52 y Figura 53** donde al adicionar ya sea el 1% y 5% de CBA hay una mayor pérdida de masa de productos hidratados.

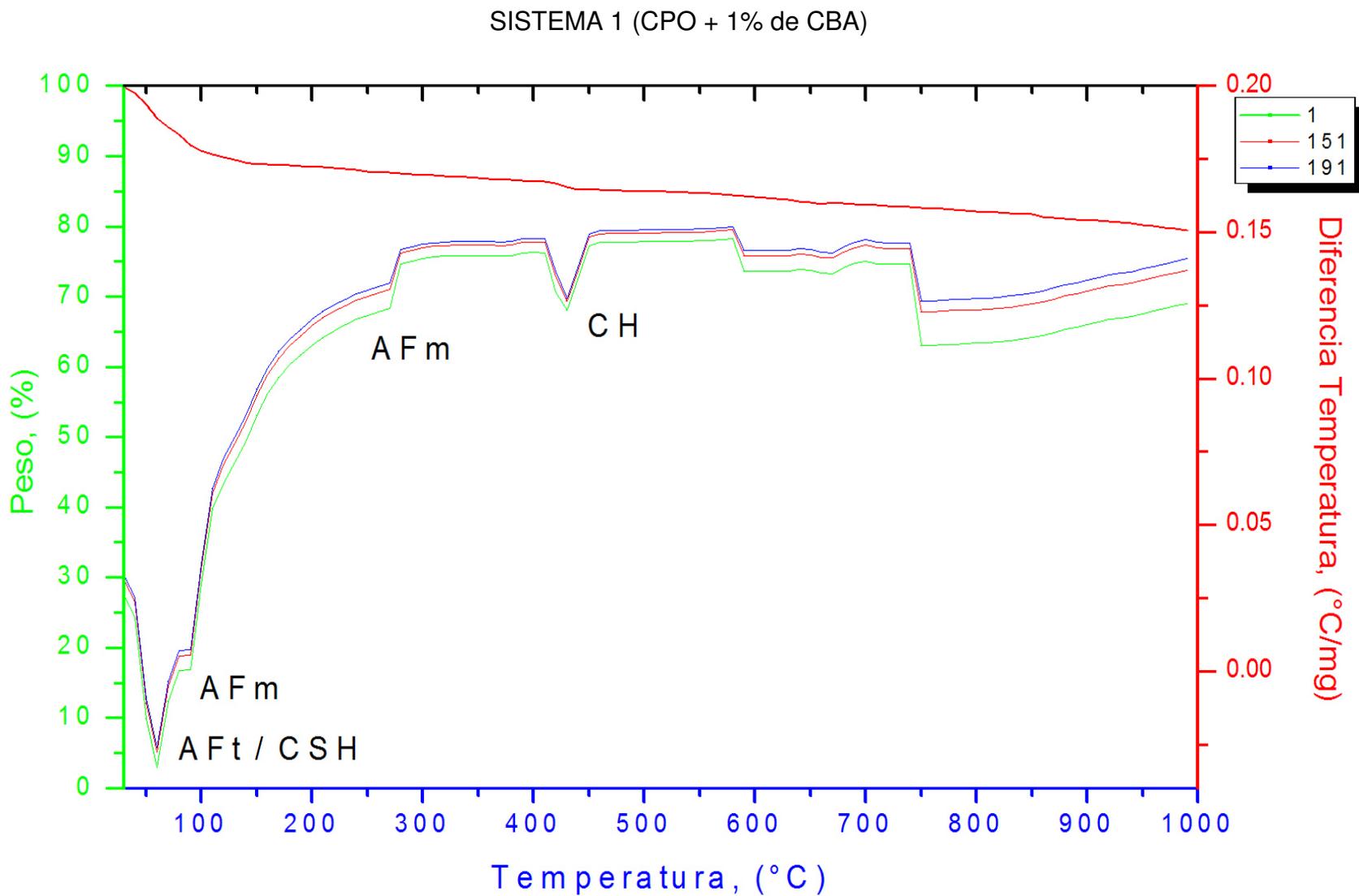


Figura 51 TGA/DTA de los mejores sistemas de pasta, basados en la resistencia a la compresión

SISTEMA 2 (CPO + 30% CV + 1% CBA)

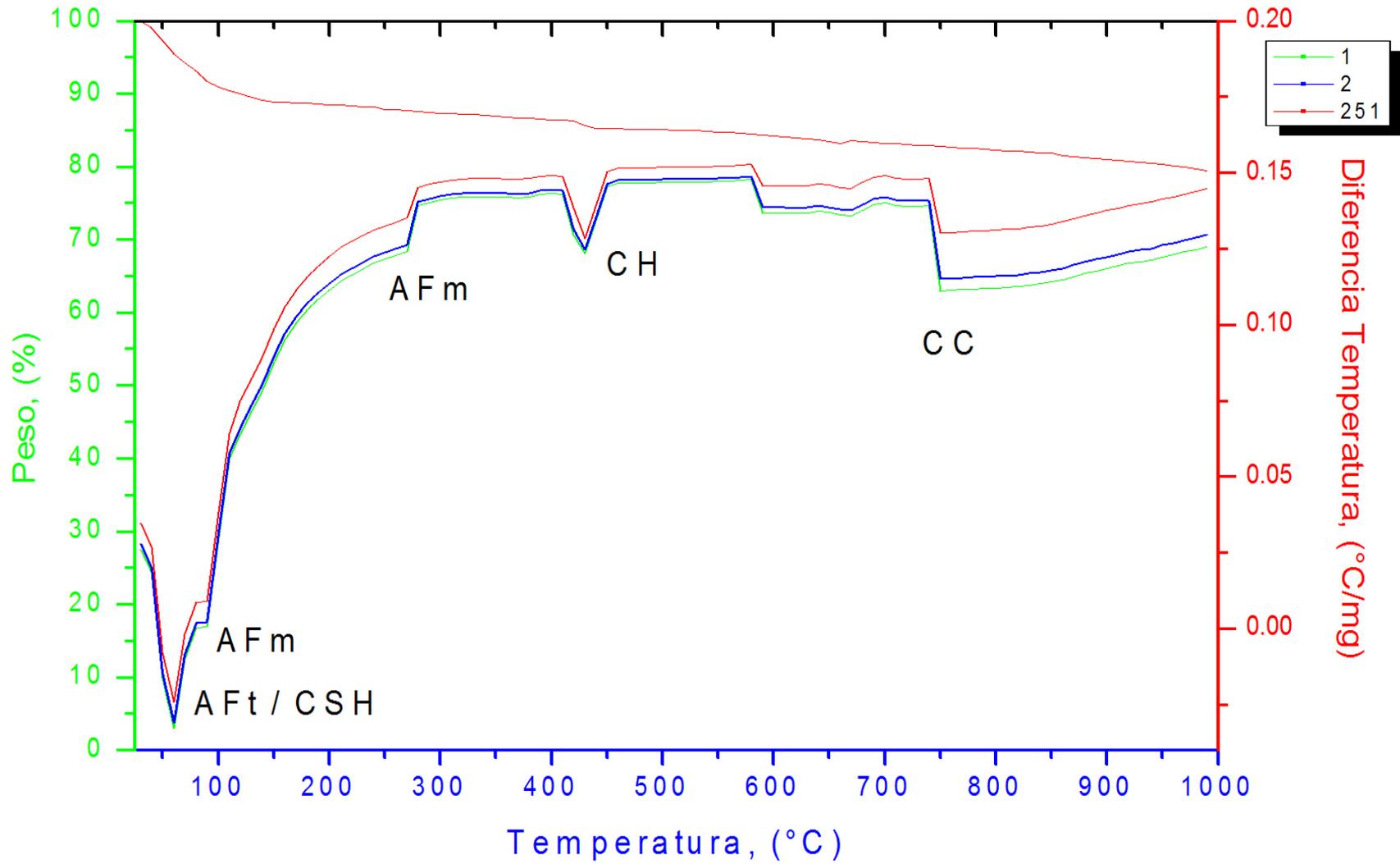


Figura 52 Sistema 2, pastas a 1 día de curado

SISTEMA 3 (CPO + 60% CV + 5% CBA)

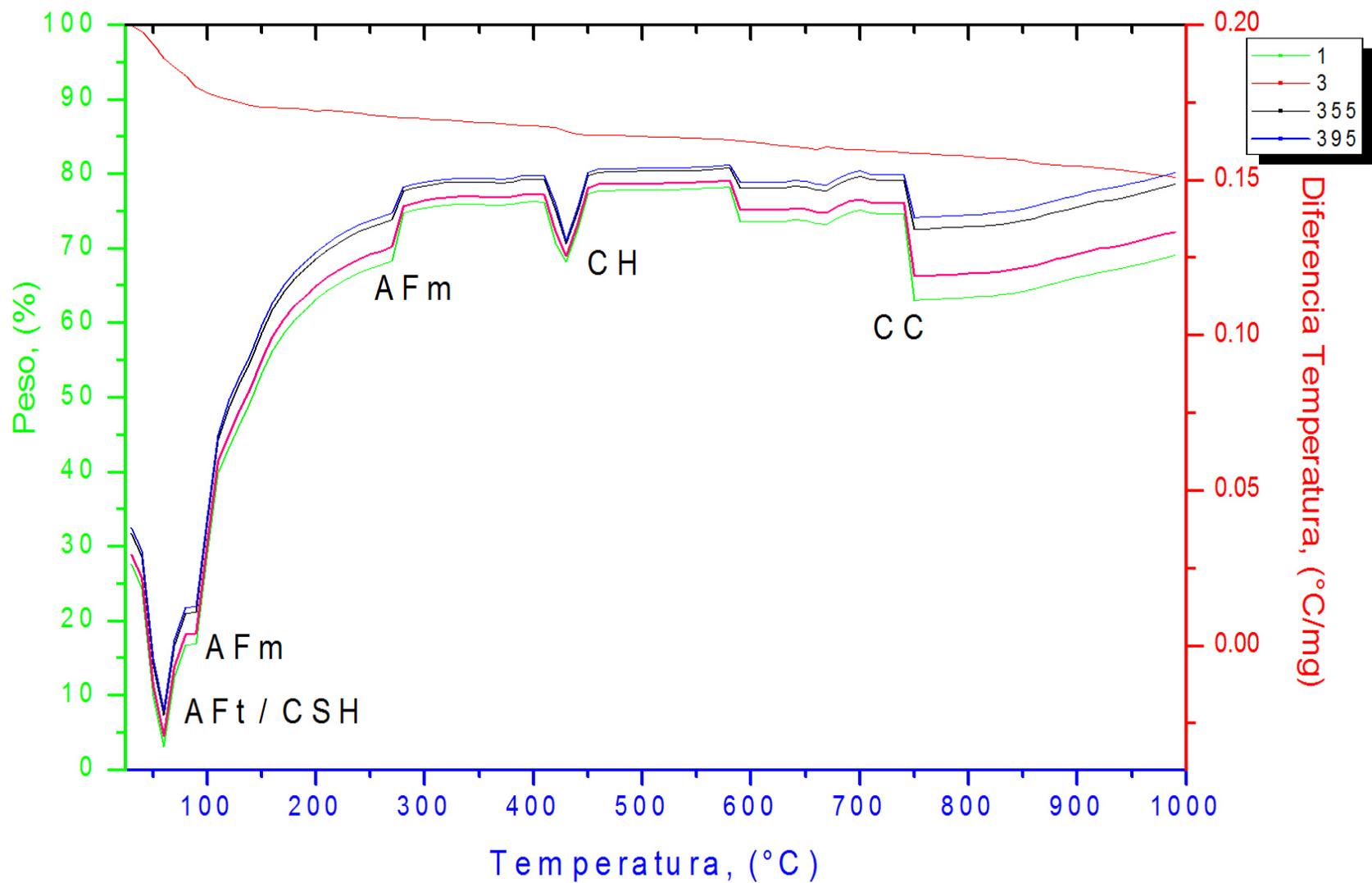
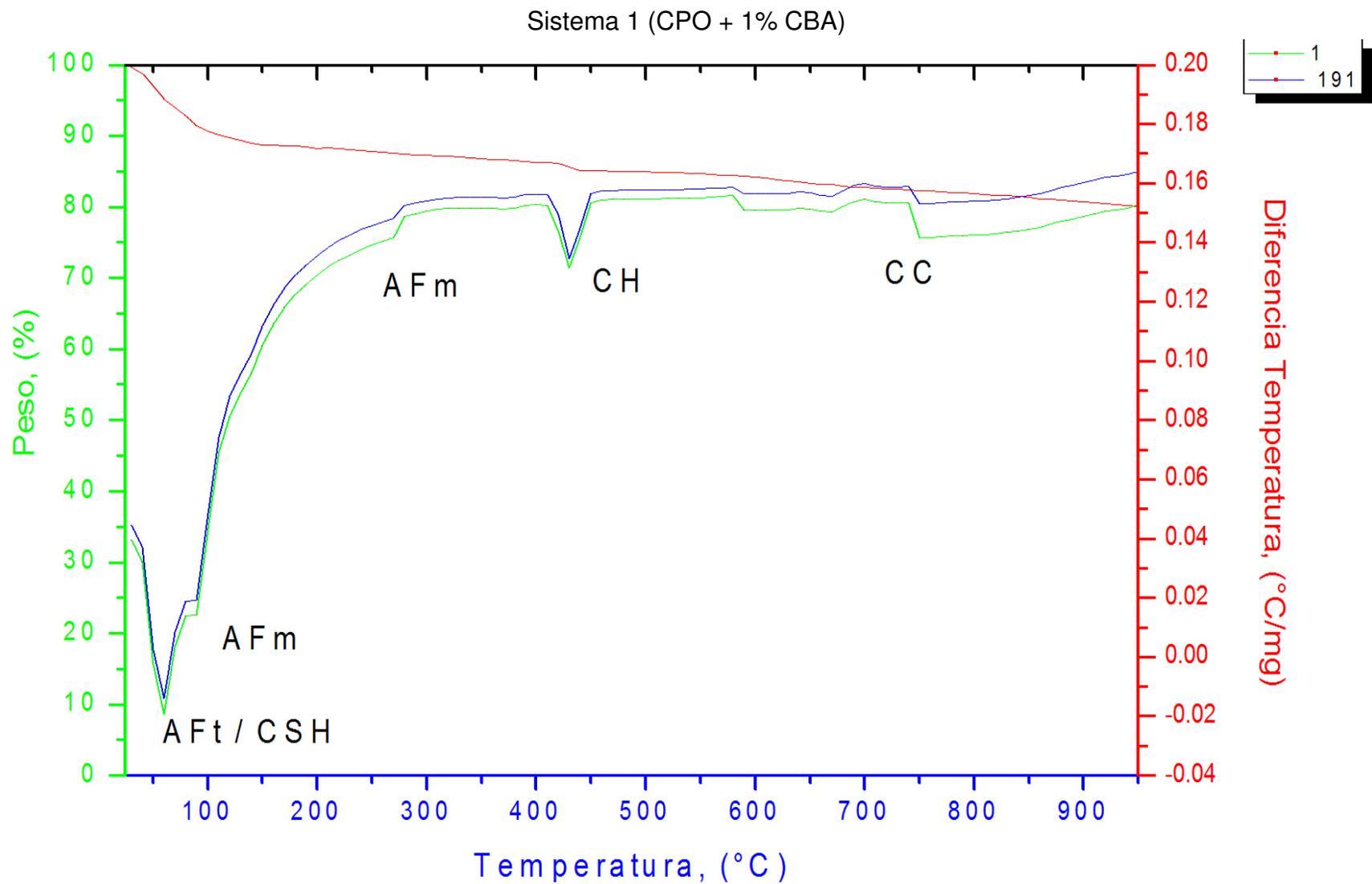


Figura 53 Sistema 3, análisis a un día de curado de pastas de CPO mediante TGA/DTA

**Tabla 20 Pérdida de masa a un día de hidratación**

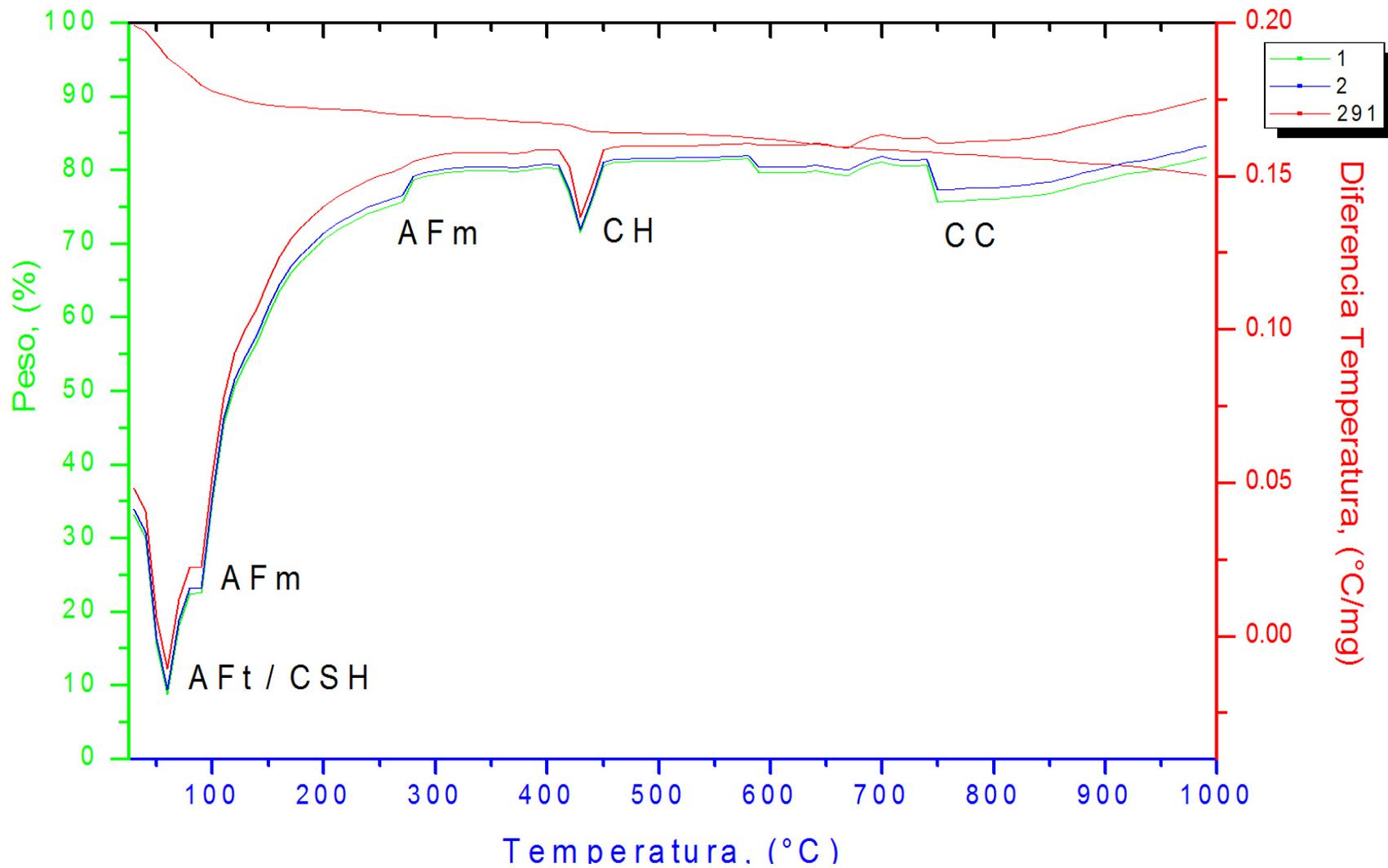
<b>PÉRDIDA DE MASA</b>		
<b>SISTEMA</b>	<b>GEL C-S-H</b>	<b>PORTLANDITA</b>
	<b>100°C A 350°C</b>	<b>350°C A 490°C</b>
<b>1</b>	4.00	1.70
<b>151</b>	3.93	1.72
<b>191</b>	3.92	1.72
<b>2</b>	3.95	1.72
<b>251</b>	3.90	1.72
<b>3</b>	3.94	1.72
<b>355</b>	3.89	1.72
<b>395</b>	3.88	1.72

En seguida se muestran los resultados obtenidos en los sistemas de pasta de cemento con adición de CBA a los 28 días de curado. En la **Tabla 21** se muestran las pérdidas de masa respecto a la formación de geles hidratados en la pasta (a 28 días de hidratación) los cuales en análisis termo gravimétrico se pierden entre 100°C a 350°C que representa el agua de la deshidratación de CSH y el producto hidratado. En la **Figura 54** se observó que el sistema 191 tiene mayor cantidad de productos hidratados, de igual manera en el sistema 2 (**Figura 55**) la adición del 1% de CBA pierda más masa atribuible a geles hidratados y en la **Figura 56** del sistema 3, se observó que al aumentar la cantidad de CV al 60% y el 5% de las CBA se aumentó el consumo de CH comparado con el con los sistemas No. 2, debido a una mayor reacción puzolánica.



**Figura 54 Sistema 1, pastas a 28 días de curado**

Sistema 2 (CPO + 30% CV + 1% CBA)



**Figura 55 Sistema 2, análisis de pasta a 28 días de curado**

Sistema 3 (CPO + 60% CV + 1% y 5% CBA)

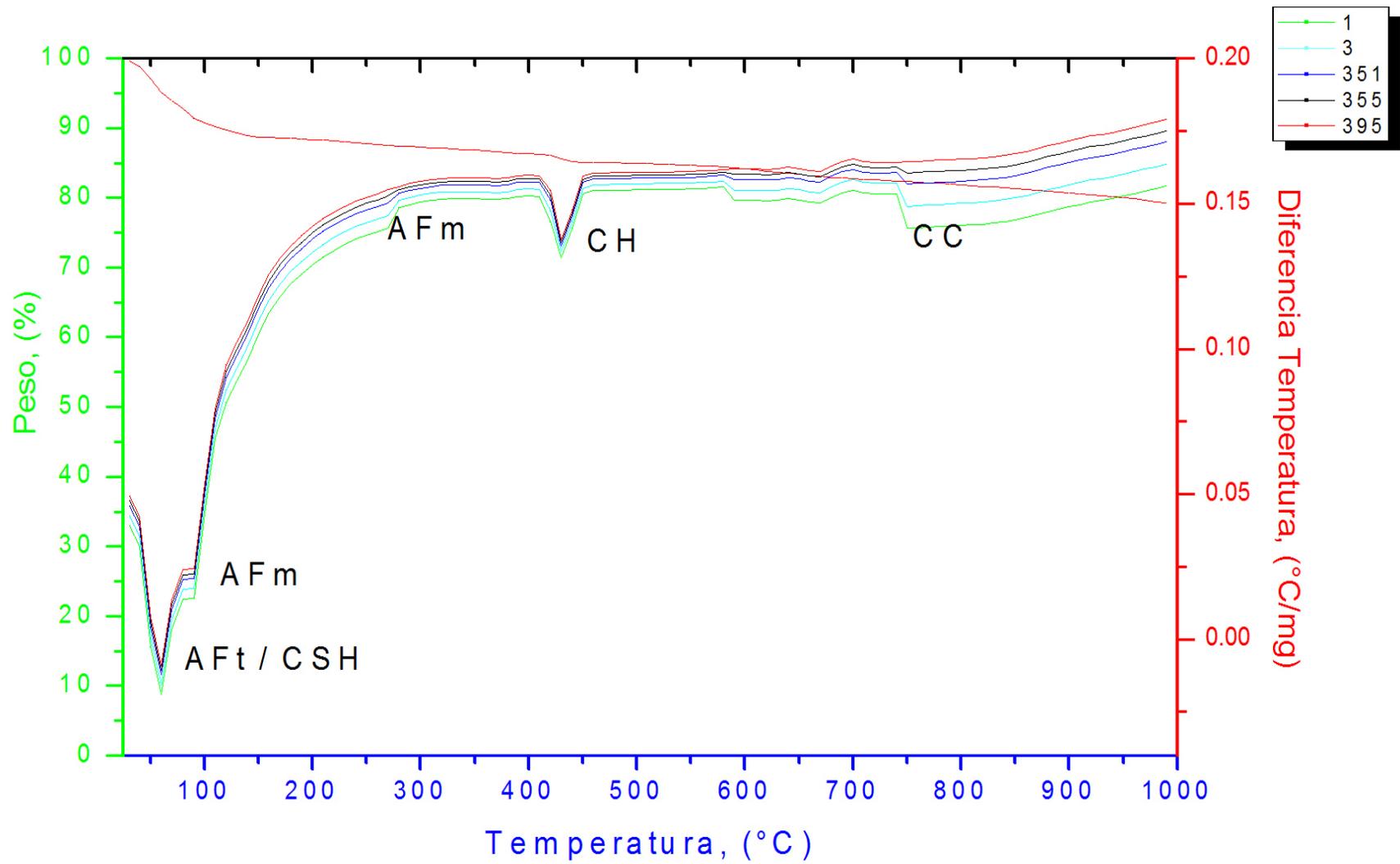


Figura 56 Sistema 3, pastas base CPO a 28 días de curado

**Tabla 21 Pérdida de masa a 28 días de hidratación**

<b>PÉRDIDA DE MASA</b>		
<b>SISTEMA</b>	<b>GEL C-S-H</b>	<b>PORTLANDITA</b>
	<b>100°C A 350°C</b>	<b>350°C A 490°C</b>
<b>1</b>	3.87	1.72
<b>191</b>	3.84	1.72
<b>2</b>	3.86	1.72
<b>291</b>	3.83	1.72
<b>3</b>	3.85	1.72
<b>351</b>	3.82	1.72
<b>355</b>	3.81	1.72
<b>395</b>	3.80	1.72

Un aspecto importante a tomar en cuenta es la descomposición de la calcita a cal libre, la cual ocurre generalmente a temperaturas de 600 a 850 °C. La cal libre producida por la descarbonatación, como la deshidratación de la portlandita. En altas temperaturas, puede ocurrir la sinterización de las fases de silicato y provocar cambios mayores dentro de una muestra en la densidad, dimensión y componentes cristalinos. En pastas de cemento con CV es conocido que el cuarzo tiene cierta expansión a 573°C y se transforma de bajo sigma a cuarzo alto tipo beta.

Generalmente al utilizar CV tipo F como reemplazo del cemento se reduce la cantidad de Ca dentro de la pasta y por ende la cantidad de portlandita y calcita presente. Algún CH libre carbonatará o tan pronto sea encerrado dentro de geles tipo CSH o CASH por la reacción puzolánica de la portlandita con las fases vitrias de la CV. Esto ayuda a mejorar la resistencia a la degradación a altas temperaturas.

Se revela significativamente la cantidad de agua absorbida/cristalina de los geles y la pérdida de AFm/AFt de las pastas durante el calentamiento arriba de los 200°C. Dentro de un rango de temperaturas entre 200°C a 600°C el evento termodinámico toma lugar en la pasta de cemento y es claramente la dehidroxilación de la portlandita. En un rango de 350°C a 430°C se observa la combustión de trazas residuales e materia orgánica presente. Se presenta el inicio de la descarbonatación del CaCO<sub>3</sub> alrededor de 540°C. Inicialmente la cantidad de portlandita comparada con cemento Portland se incrementa significativamente, como la hidratación del clinker es acelerada debido al efecto filler que produce más portlandita. Por esto la reacción de la CV es lenta y es una razón que la hidratación del CPO-CV y el sistema de solo CPO inicialmente son idénticos.

Se sabe que las CV con sus granos tipo esféricos mejoran las propiedades reológicas y las propiedades del concreto fresco. Además de reaccionar con el CH y los productos de esta reacción llenan los vacíos contribuyendo a una matriz más densa y estructura compacta para obtener altas resistencias. Otro punto es que los granos sin reaccionar actúan como micro-fillers. A edades tempranas de la hidratación del CPO, pequeñas cantidades de CV aceleran la hidratación del cemento actuando como centros de nucleación para precipitar los productos de cemento hidratados.

Los efectos del polvo de  $\text{CaCO}_3$  sobre la hidratación del CPO y CPO + CV parecen ser muy similares a un día de reacción, donde los hidratos formados son similares en todas las mezclas de prueba; C-S-H, portlandita y etringita, pero después de más de un día, por ejemplo a los 28 días, cuando la reacción del Clinker continúa mientras el yeso es empobrecido y el tipo y cantidad de fases AFm y AFt comienzan a diferir entre el contenido de cal y cal libre + CPO y CPO + CV. En ausencia de cal, la etringita descompone a monosulfato. La estabilización de la etringita, cuando la cal está presente, permite incrementar el volumen de los productos de hidratación, esto se deduce al disminuir la porosidad e incrementa la resistencia a compresión.

El contenido de CH normalmente disminuye con el incremento de la CV. Como la CV reacciona, aluminatos son liberados por disolución de la CV, entonces disminuirá la relación aluminato/sulfato. Por lo que más etringita se descompondrá y reaccionará con los aluminatos adicionales para formar monosulfato de calcio hidratado. La presencia de  $\text{CaCO}_3$  entonces tendrá un gran impacto como lo será estabilizar la etringita por la reacción con los aluminatos adicionales proporcionados por la CV para formar carboaluminatos de calcio hidratados. Los resultados indican que el consumo de CH y CS en conjunto con la formación de etringita contribuye al desarrollo de resistencia de las pastas con  $\text{CaCO}_3$  y  $\text{CaCO}_3$  más Cenizas Volantes.

En los sistemas de pastas de cemento utilizados, se observó una pérdida rápida de peso seguida por un rápido aumento en el peso bajo un proceso endotérmico. Se observaron dos picos endotérmicos mayores uno a  $75^\circ\text{C}$  y otro  $445^\circ\text{C}$  correspondiente a los geles de CSH así como de CH respectivamente. Un pico de CH en un rango de temperaturas de  $419$  a  $456^\circ\text{C}$  se observó en todas las pastas indicando un consumo de CH en todas las pastas. Se observó también el aumento de geles de CSH en un rango de temperaturas de  $70^\circ\text{C}$  a  $149^\circ\text{C}$ .

El DRX mostró que el reemplazo de las partículas de  $\text{CaCO}_3$  por cemento es efectivo, se redujo el CH y los CS además promovió geles adicionales de CSH. Los resultados de TGA confirman dichos resultados de DRX mostrando la reactividad al sustituir el 1% y 5% de  $\text{CaCO}_3$  por cemento. La pérdida de peso de CH en los sistemas disminuyó a 7 días de curado indicando que el CH se transformó en CSH, la misma

tendencia se observó en los sistemas a 28 días de curado. La presencia de las partículas de  $\text{CaCO}_3$  reduce el contenido de CH en las mezclas.

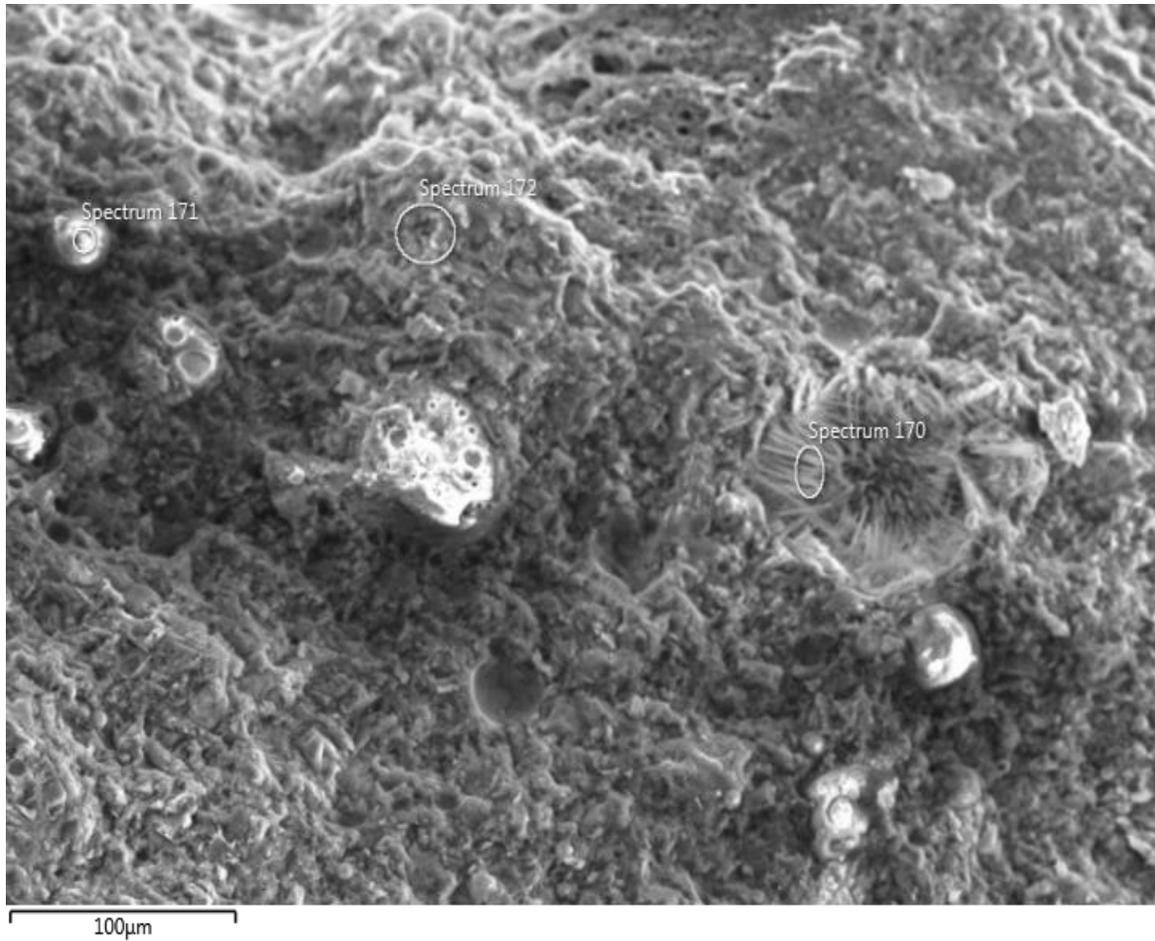
### 5.5.3 Pastas de Cemento Hidratadas a 28 días, evidencia mediante SEM/EDS

La superficie de cada una de las muestras sometidas al análisis SEM/EDS fueron cuidadosamente observadas de manera general, posteriormente se tomaron imágenes que pudiesen representar cada espacio diferente que se observó en el rastreo general. Con ello se logró seleccionar zonas específicas para observar la morfología de los productos de reacción. Durante la precipitación de un compuesto cristalino desde una disolución, la presión ejercida sobre sus alrededores- la denominada presión de cristalización- requiere las siguientes condiciones termodinámicas siguientes:

- La fase que precipita debe encontrarse bajo presión
- El producto de las actividades de la fase que precipita debe ser mayor en la disolución que en una disolución saturada (supersaturación)

En la **Figura 57**, no se observan tendencias de agrietamiento alrededor de los poros rellenos de etringita, se propagarían las grietas radialmente desde el poro o cerca de las partículas de etringita. En este sistema 291 se observa esferas de CV reaccionadas y cubiertas de geles de CSH así como etringita que puede reaccionar ya que se ve envuelta por gel CSH y tiene espacio suficiente para cristalizar. La formación de etringita mas el consumo de CH y CS observados en los análisis de TGA/DTA y DRX confirman porque se dio una alta resistencia mecánica a edades tempranas. En la **Tabla 22** se observa el análisis químico elemental que confirma geles hidratados CSH. En la **Figura 58** se observó como las agujas de etringita rellenan un poro dentro de la matriz cementante, magnificación de 650 aumentos del tamaño real.

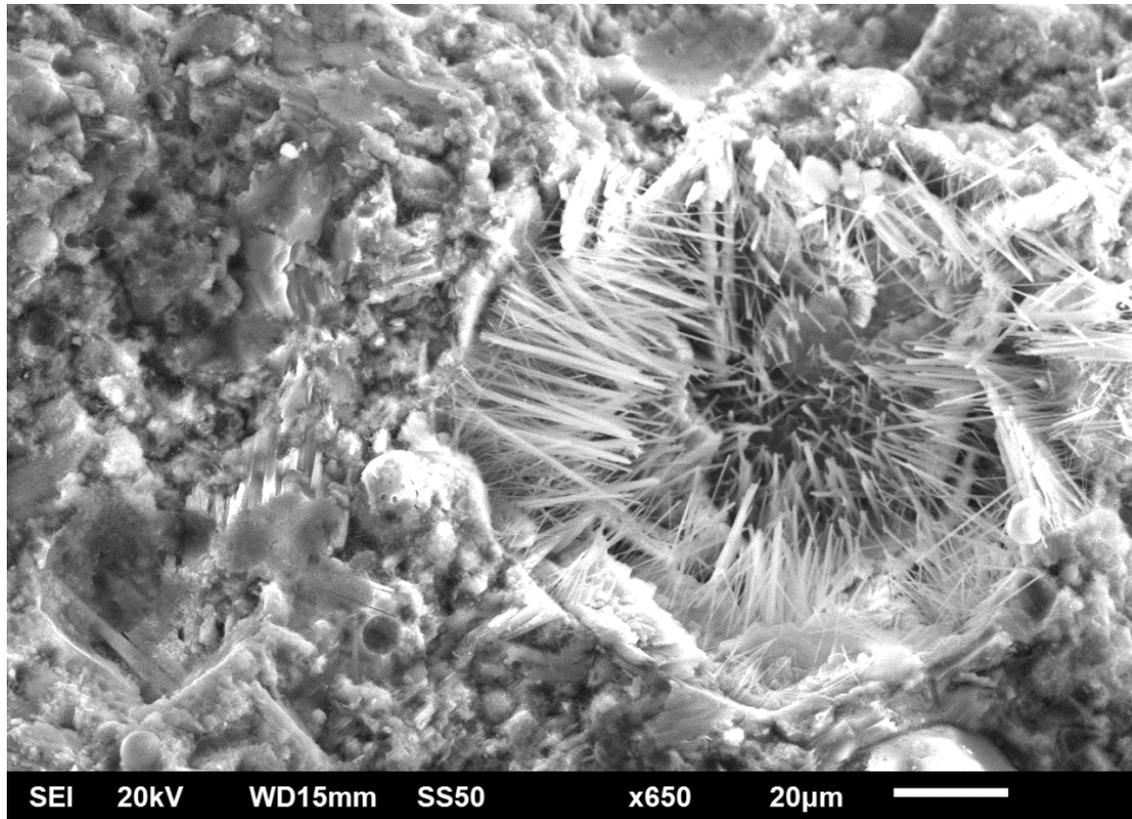
En la **Figura 59** se observan cristales de portlandita ( $\text{CaCO}_3$ ), geles de CSH y CASH. El crecimiento cristalino del  $\text{CaCO}_3$  es característico por desarrollar cristales con superficies lisas y grandes en forma hexagonal y en buena cantidad. **La Tabla 23** se observa las composición química elemental de la portlandita (espectro179 y 181).



**Figura 57 Sistema 291 a 28 días, se observan agujas de etringita (espectro 170) así como productos hidratados (espectro 171 esfera de CV cubierta en geles) gel C-S-H (espectro 172)**

**Tabla 22 Espectros del análisis EDS, Sistema 291**

Espectro 170			Espectro 171			Espectro 172		
	Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$
<b>O</b>	62.00	0.80	<b>O</b>	56.60	0.70	<b>O</b>	56.10	0.80
<b>Ca</b>	28.20	0.60	<b>Si</b>	32.00	0.50	<b>Ca</b>	31.40	0.60
<b>S</b>	4.40	0.20	<b>Al</b>	7.60	0.30	<b>Si</b>	7.90	0.30
<b>Al</b>	4.10	0.20	<b>Fe</b>	1.90	0.30	<b>Al</b>	1.90	0.20
<b>Si</b>	1.40	0.10	<b>Ca</b>	1.00	0.10	<b>Fe</b>	1.10	0.20
-	-	-	<b>Mg</b>	0.50	0.10	<b>S</b>	0.90	0.10
-	-	-	<b>K</b>	0.40	0.10	<b>Mg</b>	0.70	0.10



**Figura 58 Sistema 291 a 28 días, formación de etringita rodeada de geles hidratados con espacio para precipitar y no provocar fisuras por presión de cristalización**

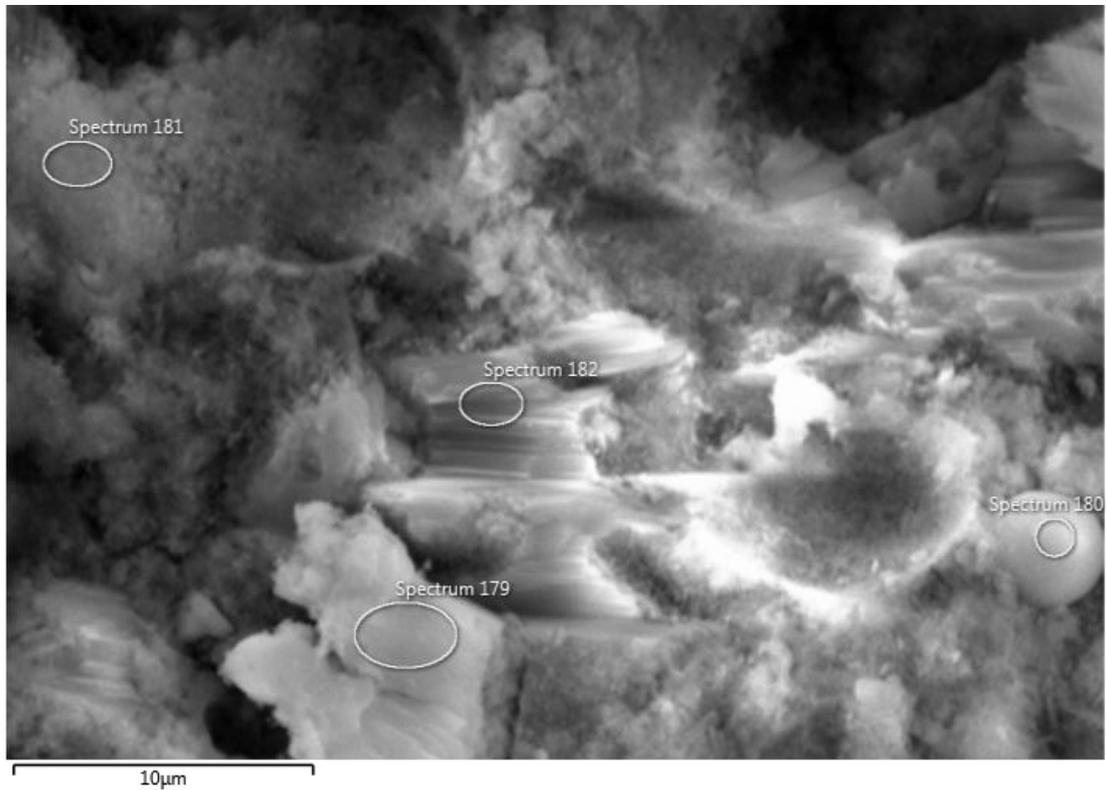
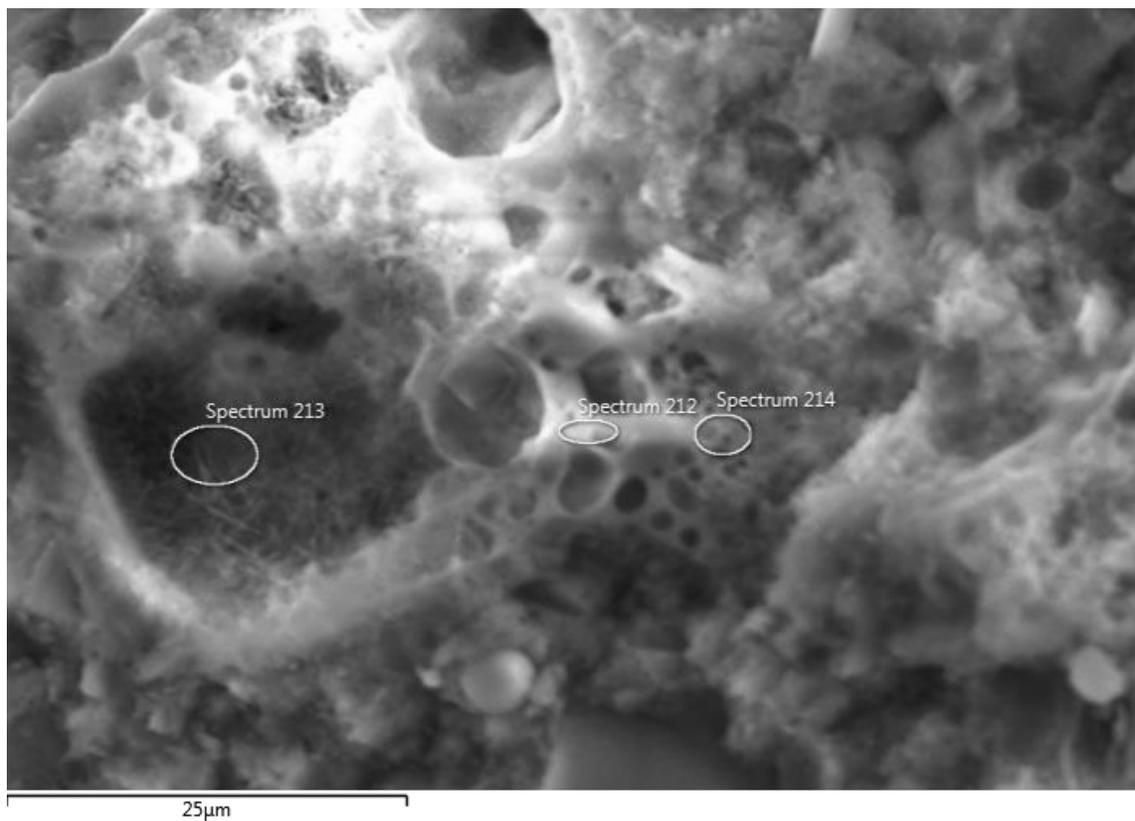


Figura 59 Sistema 291 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita

Tabla 23 Espectros de análisis EDS en Sistema 291

Espectro 179			Espectro 180			Espectro 181			Espectro 182		
	Peso%	$\sigma$									
<b>O</b>	60.80	0.60	<b>O</b>	57.10	0.60	<b>O</b>	57.50	0.80	<b>O</b>	52.00	0.90
<b>Ca</b>	32.60	0.60	<b>Si</b>	22.80	0.40	<b>Ca</b>	31.60	0.60	<b>Ca</b>	41.20	0.80
<b>Si</b>	5.20	0.20	<b>Al</b>	12.50	0.30	<b>Si</b>	8.00	0.30	<b>Si</b>	5.20	0.20
<b>Al</b>	0.90	0.10	<b>Ca</b>	2.60	0.20	<b>Al</b>	1.40	0.20	<b>Al</b>	1.60	0.20
<b>S</b>	0.50	0.10	<b>Fe</b>	1.80	0.20	<b>S</b>	0.80	0.10	-	-	-
-	-	-	<b>Na</b>	1.10	0.20	<b>Mg</b>	0.70	0.20	-	-	-
-	-	-	<b>Mg</b>	0.90	0.10	-	-	-	-	-	-
-	-	-	<b>K</b>	0.70	0.10	-	-	-	-	-	-
-	-	-	<b>Ti</b>	0.60	0.10	-	-	-	-	-	-

En la **Figura 60** se observa la reacción puzolánica, en la zona de los espectros 212 y 214 se aprecia la reacción de un material vitreo (esferas vitreas de ceniza volante baja en calcio) en presencia de cal, ya que la composición de la ceniza volante contiene aluminosilicatos con una estructura desordenada reacciona con una solución de cal presente en este sistema. Esta disolución de las partículas de ceniza volante con presencia de cal hace una estructura porosa, que bien es llenada por la aparición de etringita que va tapando dichos poros como se aprecia en la zona del espectro 213, agujas de etringita dentro de poros en la matriz cementante. La **Tabla 24** confirma la composición química elemental de la matriz cementante CPO + CV + CBA1%.



**Figura 60 Sistema 291 a 28 días, se observan productos hidratados como los geles de CSH y portlandita, una matriz bien densificada**

**Tabla 24 Espectros de análisis EDS en sistema 291**

<b>Espectro 212</b>			<b>Espectro 213</b>			<b>Espectro 214</b>		
	<b>Peso%</b>	$\sigma$		<b>Peso%</b>	$\sigma$		<b>Peso%</b>	$\sigma$
<b>O</b>	52.60	0.50	<b>O</b>	57.10	1.60	<b>O</b>	50.80	0.60
<b>Si</b>	22.40	0.30	<b>Si</b>	22.80	0.80	<b>Si</b>	23.70	0.40
<b>Al</b>	17.10	0.20	<b>Ca</b>	12.50	0.70	<b>Al</b>	21.60	0.40
<b>C</b>	3.60	0.70	<b>Al</b>	2.60	0.60	<b>Ca</b>	2.00	0.20
<b>Fe</b>	2.20	0.10	<b>C</b>	1.80	2.40	<b>Fe</b>	0.90	0.20
<b>Ca</b>	1.00	0.1	<b>S</b>	1.10	0.20	<b>Na</b>	0.50	0.10
<b>Mg</b>	0.50	0.1	<b>K</b>	0.90	0.20	<b>K</b>	0.50	0.10
<b>Na</b>	0.40	0.1	-	-	-	-	-	-
<b>K</b>	0.20	0	-	-	-	-	-	-

A continuación se integran a la investigación imágenes del sistema 2 (CPO + CV), donde en la **Figura 61** observamos una matriz muy densificada y algunas cenosferas de ceniza volante rodeada de geles hidratado. En el espectro 185 se observa una esfera sin reaccionar y se confirman en la **Tabla 25** su composición química que contiene bajos valores de calcio.

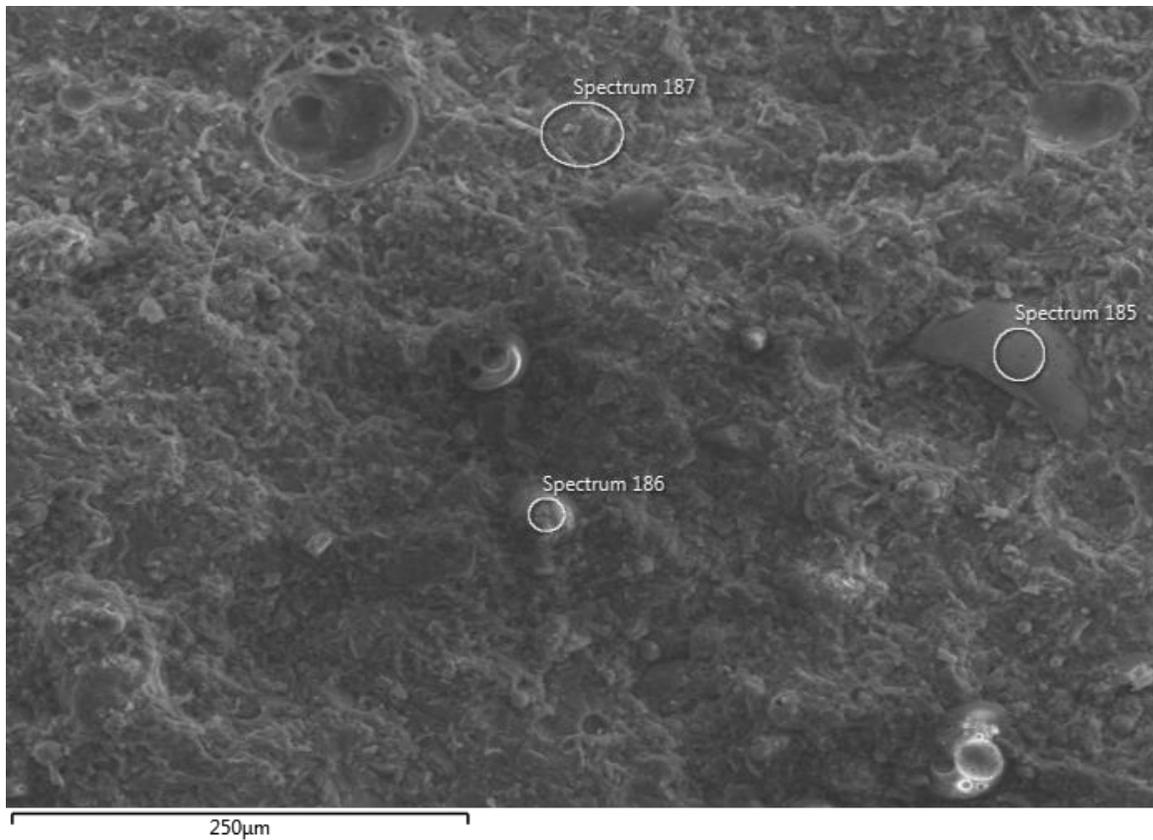
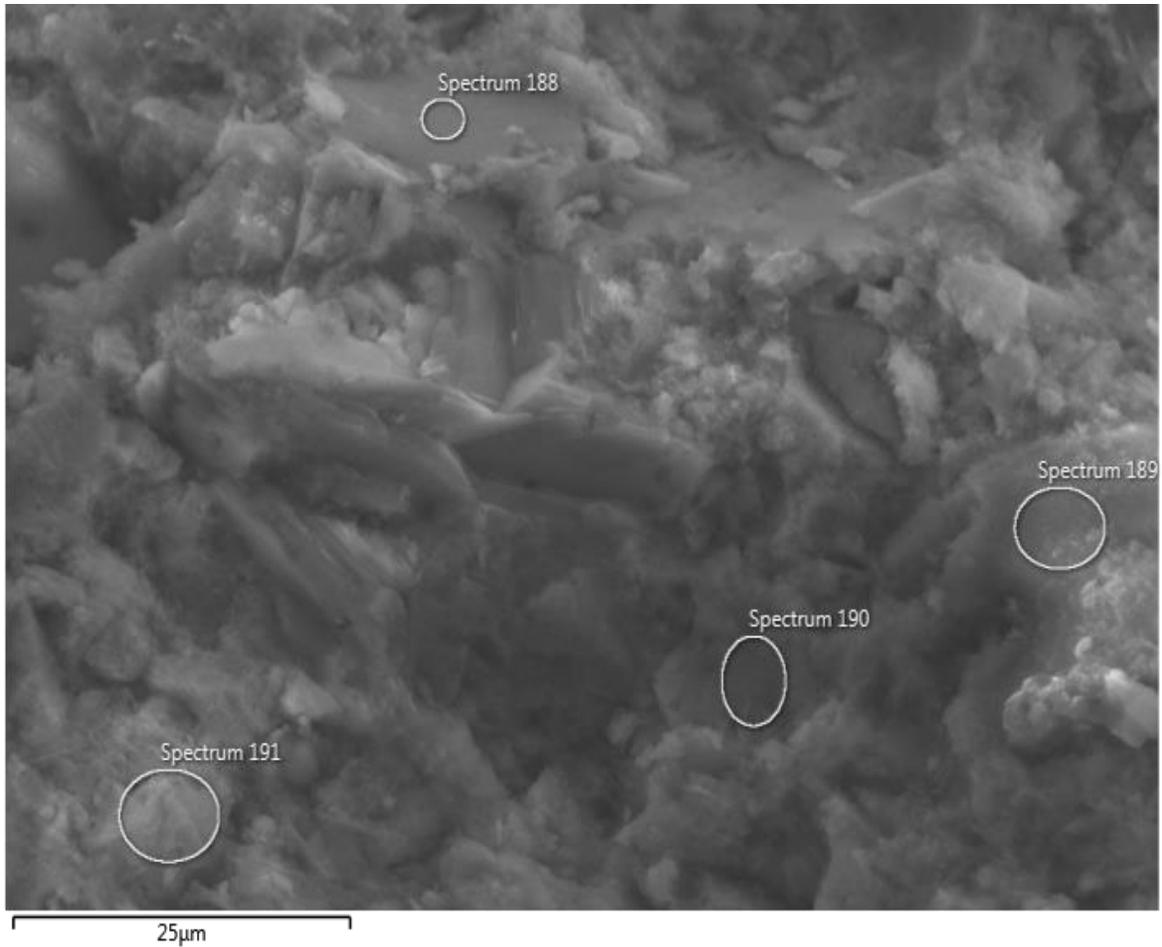


Figura 61 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita con esferas aún sin romper de CV

Tabla 25 Espectros análisis EDS en Sistema 2

Espectro 185			Espectro 186			Espectro 187		
	Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$
<b>O</b>	53.40	0.70	<b>O</b>	55.40	0.70	<b>O</b>	55.60	0.90
<b>Si</b>	26.10	0.50	<b>Si</b>	22.00	0.50	<b>Ca</b>	30.90	0.70
<b>Al</b>	10.10	0.30	<b>Al</b>	13.20	0.40	<b>Si</b>	8.50	0.30
<b>Na</b>	7.20	0.30	<b>Ca</b>	6.30	0.30	<b>Al</b>	1.80	0.20
<b>Fe</b>	1.70	0.30	<b>Fe</b>	1.60	0.30	<b>Fe</b>	1.60	0.30
<b>K</b>	0.80	0.1	<b>Mg</b>	0.60	0.20	<b>S</b>	1.10	0.10
<b>Ca</b>	0.70	0.1	<b>K</b>	0.50	0.10	<b>Mg</b>	0.70	0.20
			<b>Ti</b>	0.50	0.20	-	-	-
			-	-	-	-	-	-

En la siguiente **Figura 62** se observa cristales de portlandita bien definidos cubiertos de geles de CHS y CASH, posteriormente en la **Figura 63** se observa una matriz porosa característica de los sistemas cemento Portland con Ceniza Volante, conforme se va dando la reacción puzolánica a lo largo de meses y años se van rellenando estos poros. Las **Tablas 26** y **27** respectivamente se observan sus composiciones químicas elementales que confirman dichos productos hidratados.



**Figura 62 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita**

Tabla 26 Espectros de análisis EDS en sistema 2

Espectro 188			Espectro 189			Espectro 190			Espectro 191		
	Peso%	$\sigma$									
<b>O</b>	65.30	0.60	<b>O</b>	56.50	0.80	<b>O</b>	56.60	0.90	<b>O</b>	59.60	0.90
<b>Ca</b>	21.90	0.40	<b>Si</b>	23.60	0.60	<b>Ca</b>	28.20	0.70	<b>Ca</b>	21.70	0.60
<b>Si</b>	9.90	0.30	<b>Al</b>	15.20	0.40	<b>Si</b>	10.00	0.40	<b>Si</b>	9.50	0.40
<b>Al</b>	1.30	0.10	<b>Ca</b>	1.50	0.20	<b>Al</b>	2.70	0.20	<b>Al</b>	5.20	0.30
<b>S</b>	0.80	0.10	<b>Fe</b>	1.00	0.30	<b>S</b>	1.10	0.20	<b>Fe</b>	1.90	0.30
<b>Mg</b>	0.70	0.10	<b>Na</b>	0.90	0.20	<b>Mg</b>	1.00	0.20	<b>S</b>	1.10	0.20
-	-	-	<b>K</b>	0.70	0.20	<b>K</b>	0.50	0.10	<b>Mg</b>	0.90	0.20
-	-	-	<b>Mg</b>	0.60	0.20	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-



Figura 63 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita

**Tabla 27 Espectros de análisis EDS en Sistema 2**

<b>Espectro 198</b>			<b>Espectro 199</b>			<b>Espectro 200</b>		
	<b>Peso%</b>	$\sigma$		<b>Peso%</b>	$\sigma$		<b>Peso%</b>	$\sigma$
<b>Ca</b>	52.00	1.30	<b>O</b>	53.30	0.60	<b>O</b>	53.60	0.60
<b>O</b>	44.70	1.40	<b>Si</b>	28.00	0.50	<b>Si</b>	24.20	0.40
<b>Si</b>	2.70	0.20	<b>Al</b>	11.10	0.30	<b>Al</b>	13.30	0.30
<b>K</b>	0.50	0.20	<b>Ca</b>	3.20	0.20	<b>K</b>	2.80	0.20
-	-	-	<b>K</b>	1.60	0.10	<b>Ca</b>	2.20	0.20
-	-	-	<b>Fe</b>	1.20	0.20	<b>Fe</b>	1.80	0.20
-	-	-	<b>Na</b>	0.90	0.20	<b>Na</b>	1.00	0.20
-	-	-	<b>Mg</b>	0.60	0.10	<b>Ti</b>	0.60	0.20
-	-	-	-	-	-	<b>Mg</b>	0.60	0.10

Por último se tiene la evidencia de las reacciones al adicionar cemento Portland + ceniza volante + el 5% de las cenizas de biomasa de Agave. Nuevamente se observa una matriz porosa (**Figura 64**); sin embargo, se tiene una buena cantidad de etringita y como el consumo de CH y CS anteriormente demostrado en los análisis de TGA/DTA y DRX se aprecia la tendencia en gran cantidad de productos hidratados desarrollados en el sistema y por desarrollar aún a los 28 días de curado (**Figura 65**). En las **Tablas 28 y 29** confirman las reacciones en el sistema.

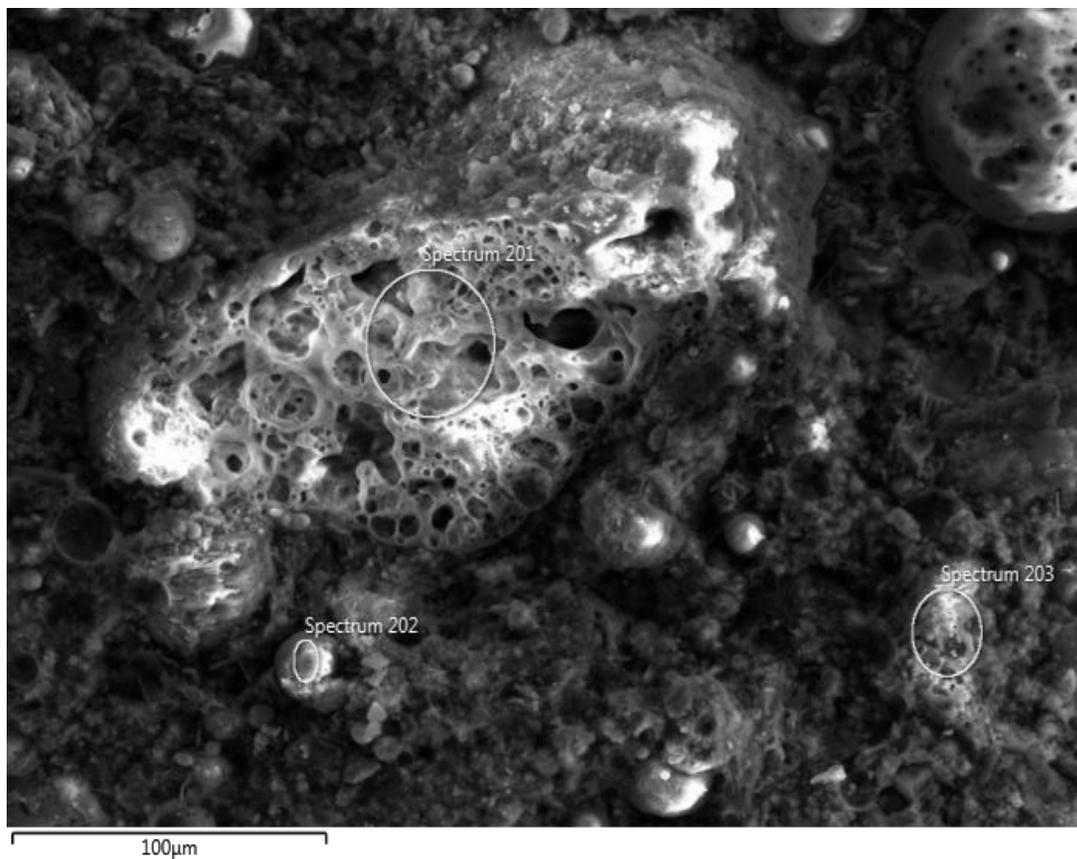


Figura 64 Sistema 395 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita

Tabla 28 Espectros de análisis EDS en Sistema 395

Espectro 201			Espectro 202			Espectro 203		
	Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$
<b>O</b>	49.80	1.40	<b>O</b>	51.90	1.10	<b>O</b>	54.80	0.90
<b>Si</b>	25.40	1.00	<b>Si</b>	28.40	0.80	<b>Si</b>	23.30	0.60
<b>Al</b>	22.10	0.90	<b>Al</b>	8.60	0.40	<b>Al</b>	13.50	0.50
<b>Ca</b>	1.60	0.40	<b>Ca</b>	5.10	0.40	<b>Ca</b>	8.30	0.40
<b>K</b>	1.00	0.30	<b>Fe</b>	3.20	0.50	-	-	-
-	-	-	<b>K</b>	1.80	0.30	-	-	-
-	-	-	<b>Mg</b>	1.10	0.20	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-

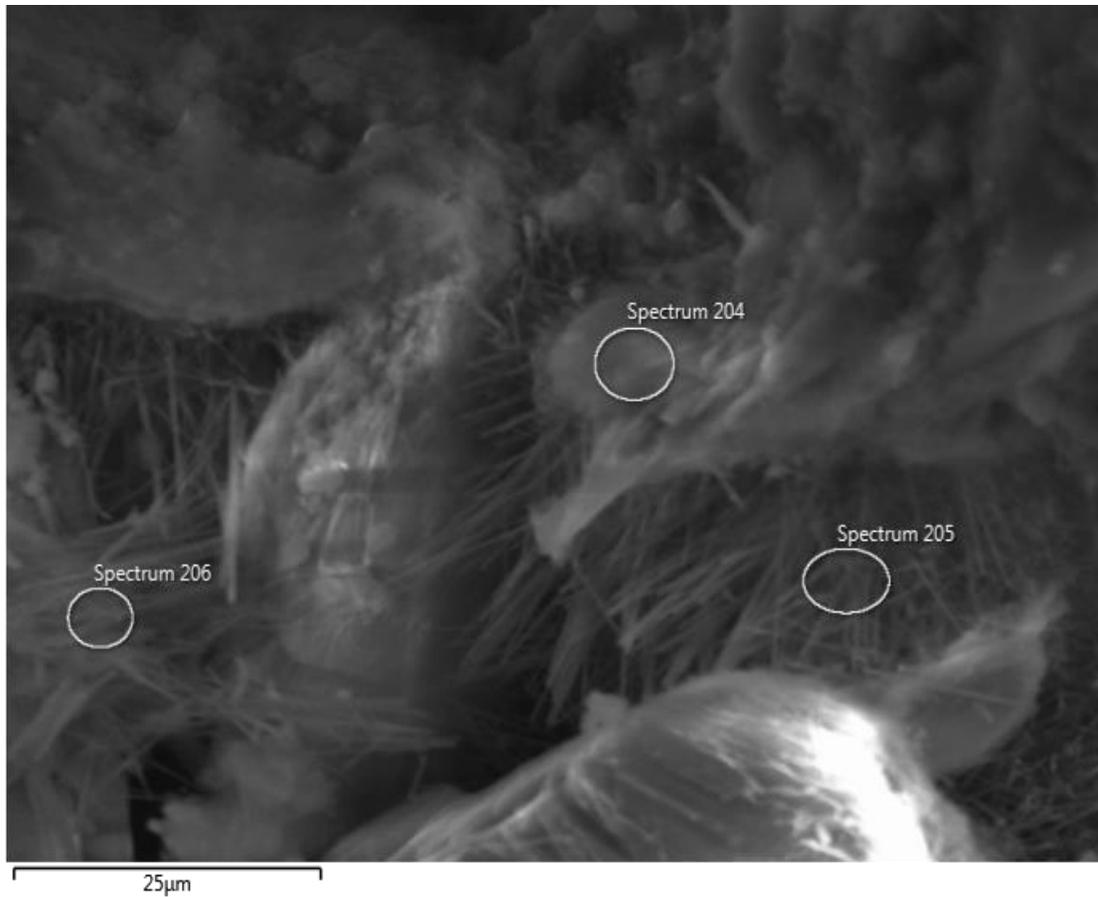


Figura 65 Sistema 395 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita

Tabla 29 Espectros de análisis EDS en Sistema 395

Espectro 204			Espectro 205			Espectro 206		
	Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$		Peso%	$\sigma$
<b>O</b>	62.80	0.80	<b>Ca</b>	52.60	2.00	<b>O</b>	57.80	1.00
<b>Ca</b>	21.30	0.50	<b>O</b>	41.20	2.20	<b>Ca</b>	31.20	0.80
<b>Si</b>	10.80	0.40	<b>S</b>	3.00	0.30	<b>Si</b>	4.80	0.30
<b>Al</b>	2.00	0.20	<b>Al</b>	1.70	0.30	<b>Al</b>	3.30	0.20
<b>Mg</b>	1.40	0.20	<b>Si</b>	1.40	0.30	<b>S</b>	2.90	0.20
<b>Fe</b>	1.10	0.20	-	-	-	-	-	-
<b>S</b>	0.60	0.10	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-

# Capítulo 6. Conclusiones y recomendaciones

## 6.1 Conclusión general

La adición 1 o 5% de cenizas de bagazo de agave a una matriz de CPO acelera la reacción de hidratación. La reacción de hidratación del  $C_3A$  genera un rápido desarrollo de resistencia a edades tempranas incluso por encima de la del sistema de referencia de cemento Portland sin adición alguna. Los efectos de las partículas de CBA afectaron la trabajabilidad de los sistemas de morteros. Se pudo observar una disminución de la trabajabilidad cuando se incrementó el porcentaje de adición de las CBA. La sustitución del 1% fue la que presentó mejores resultados debido muy probablemente a los efectos de la segregación y aglomeración que implicó adiciones del 5%. Este mismo efecto se observó en los sistemas de CPO+CV+CBA, en donde la adición del 1% de CBA calcinada a  $900^{\circ}C$  mejoró las propiedades mecánicas de la mezcla de prueba y estos efectos fueron mayores a edades de 28d. La cantidad de  $Ca(OH)_2$  es similar para los sistemas cuando se analizaron estos mediante TGA, sin embargo, en los DRX se encontró un incremento en las fases de reacción, tanto como fase amorfa, así como MC y HC. Además, que se evidenció mediante SEM la estabilización de la etringita lo que incrementó la densificación de la matriz y esto contribuye al desarrollo de resistencia.

## 6.2 Conclusiones Etapa I. Determinar el efecto sobre la composición química, estructura y morfología de la temperatura de quemado en la descomposición de residuos de AS.

El proceso de calcinación para el acondicionamiento de las CBA generó alrededor del 7% de CBA respecto al peso seco de la planta. La pérdida por ignición en este tipo de ceniza de bagazo debería ser cuidadosamente interpretada, porque el alto contenido de carbonatos, sulfatos y fosfatos podría contribuir al LOI. Sin embargo, se podría asegurar que esta cantidad de material orgánico carbonoso es bajo. La temperatura de calcinación afecta los compuestos de las cenizas, teniendo predominantemente  $CaCO_3$  a temperaturas por debajo de  $800^{\circ}C$  y  $CaO$  a temperaturas por encima de este valor, seguido de compuestos de  $Mg(CO_3)$  y  $KPO_3$ . De acuerdo a la composición de las CBA, esta es semi-reactiva y podría tener posibles aplicaciones cementantes dentro de materiales de construcción. Es importante notar que las partículas de  $CaO$  son altamente reactivas y tienden a transformarse a  $CaCO_3$ , por lo tanto los efectos de adicionar CBA calcinadas a  $900^{\circ}C$ , serían muy similares al adicionar un compuesto de  $CaCO_3$ .

El tamaño aparente de las partículas en promedio osciló entre 25 y 32  $\mu\text{m}$  para todas las temperaturas de las cenizas. Sin embargo, cuando se observó en el microscopio electrónico de barrido, las aglomeraciones son formadas por partículas tan pequeñas como 300 nm y la desintegración de una larga cantidad de estas partículas depende de la temperatura. Debido a esto, el área específica se incrementó de 6.82  $\text{m}^2/\text{g}$  a 14.00  $\text{m}^2/\text{g}$ , cuando las cenizas se calcinaron de 500°C a 800°C.

### **6.3 Conclusiones Etapa II. Determinar el potencial de reacción de las cenizas de agave previamente calcinadas en sistemas binarios (Índice de la Actividad en la Resistencia) y ternarios mediante Calorimetría semiadiabática.**

Se observó que la adición de CBA provenientes de biomasa de bagazo de AS calcinada a temperaturas controladas que van desde los 500°C a 900°C, desarrolló el 75% o más de resistencia a la compresión que la mezcla de referencia de cemento Portland (CPO 40) en morteros, siendo las mejores temperaturas 500°C y 900°C con un índice de actividad de resistencia (SAI) de 55.80 MPa y 55.81 MPa respectivamente con respecto al mortero de referencia 61.25 MPa a los 28 días. La adición de CBA entre 1% y 5% produjo una baja trabajabilidad. El efecto de adicionar CBA contribuyó a la rapidez de la reacción química a edades tempranas a partir de las temperaturas registradas en una prueba semiadiabática.

### **6.4 Conclusiones Etapa III. Determinar la mejor combinación en desempeño mecánico de los sistemas binarios y ternarios en base a la temperatura de quemado, composición química, mineralógica y morfológica. Evaluar la microestructura desarrollada en pastas base cemento Portland en sistemas binarios y ternarios mediante técnicas de DRX, SEM/EDS y TGA/DTA.**

Se observó que a edades tempranas para los sistemas 1 (CPO+CBA), el mejor desarrollo de resistencia inicial son los especímenes identificados como 1.5.1 y 1.9.1, con 34 MPa y 32 MPa respectivamente en comparación con el sistema de referencia 1 con 32 MPa a un día. A 28 días de hidratación esta tendencia continua ya que las mezclas 151 y 191 fueron altas siendo un 92% de la resistencia a 28 días de la mezcla de referencia. Entonces, el mejor porcentaje de adición es de 1% debido los problemas que se pueden tener al agregar un 5% en la uniformidad de la mezcla.

En el sistemas 2 (CPO+30%CV+CBA) con adiciones del 1% y 5% de CBA. A edades tempranas todos los sistemas se comportaron de manera similar (13 y 14 MPa). Sin embargo a 28 días de hidratación sobresale el sistema 291 (CPO + 30%CV +

1%CBA a 900°C) con 49 MPa en comparación con la mezcla referencia (CPO + 30%CV) con 35 MPa. Este resultado es similar al de el sistema CPO+CBA, en donde el 1% de adición dió resultados más homogéneos. Sin embargo, esto resaltó mas cuando las CBA fueron calcinadas a 900°C. En los sistemas 3 (CPO+60%CV+CBA) con adiciones del 1% y 5% de CBA la mezcla 391 (CPO+ 60%CV+1%CBA a 900°C) fue la mejor a edades tempranas y a 28 días el sistema sobresaliente fue el 395 (CPO + 60%CV + 5%CBA a 900°C), sin embargo, los valores de resistencia son bajos debido a que la cantidad de cemento utilizada se redujo.

En los análisis de DRX en las muestras con mayor resistencia, sistema 291, se encontró una mayor cantidad de fase amorfa a bajos ángulos, además de que se encontró estable la AFt y AFm (HC y MC). En la literatura esta discutido como las adiciones de CaCO<sub>3</sub> estabilizan a la AFt y esto genera una mayor densificación de l matriz, lo que se traduce en una mayor resistencia. En el TGA se observó resultados dispersos, en algunos casos se apreció una mayor cantidad de fases hidratadas, AFt y AFt, sin embargo, en el caso de la Portlandita,, la diferencia es mínima entre las diferentes mezclas. En la observación en el SEM, se mostró que en las muestras con mayor resistencia a la compresión existe una gran cantidad de AFt entre la microestructura de la matriz e incluso rellenos los huecos de porosidad, esto se relaciona directamente con el desarrollo de resistencia.

## 6.5 Recomendaciones

Se recomienda hacer pruebas de durabilidad y así evaluar el efecto de los álcalis contenidos en las diferentes temperaturas en donde se observó mejor comportamiento a la resistencia a la compresión, 500 y 900°C, para complementar la utilización de estas cenizas de AS en aplicaciones de la industria de la construcción, por ejemplo al tener una matriz muy densa se podrá utilizar en plantas industriales y varios escenarios con agentes químicos agresivos.

Mejorar el mecanismo de dispersión de las partículas de CBA y esto tendrá sus ventajas como poder obsérvalas con técnicas analíticas como DRX, SEM/EDS. Además, se supone que tendrá un mejoramiento en cuanto a las resistencias a la compresión a edades tempranas.

Para observar la reacción entre partículas de CBA es recomendable sustituir una gran cantidad de este material con fines de ver los productos hidratados comunes en estos sistemas de CPO y CV mediante técnicas analíticas como SEM/EDS para observar su morfología o mediante DRX y poder ver con una mayor intensidad estos productos hidratados.

## Bibliografía

1. Demirbaş, A. (2001). *Biomass resource facilities and biomass conversion processing for fuels and chemicals*. *Energy Conversion and Management*, 42(11), 1357–1378. doi:10.1016/S0196-8904(00)00137-0
2. Werther, J., Saenger, M., Hartge, E. U., Ogada, T., & Siagi, Z. (2000). *Combustion of agricultural residues*. *Progress in Energy and Combustion Science*, 26(1), 1–27. doi:10.1016/S0360-1285(99)00005-2
3. Vassilev, S. V., Baxter, D., Andersen, L. K., & Vassileva, C. G. (2013). *An overview of the composition and application of biomass ash . Part 1 . Phase – mineral and chemical composition and classification*. *Fuel*, 105, 40–76. doi:10.1016/j.fuel.2012.09.041
4. Chusilp, N., Jaturapitakkul, C., & Kiattikomol, K. (2009). *Utilization of bagasse ash as a pozzolanic material in concrete*. *Construction and Building Materials*, 23(11), 3352–3358. doi:10.1016/j.conbuildmat.2009.06.030
5. Sales, A., & Lima, S. A. (2010). *Use of Brazilian sugarcane bagasse ash in concrete as sand replacement*. *Waste Management*, 30(6), 1114–1122. doi:10.1016/j.wasman.2010.01.026
6. Cordeiro, G. C., Filho, R. D. T., Tavares, L. M., & Fairbairn, E. M. R. (2012). *Experimental characterization of binary and ternary blended-cement concretes containing ultrafine residual rice husk and sugar cane bagasse ashes*. *Construction and Building Materials*, 29, 641–646. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.08.095
7. Blissett, R. S., & Rowson, N. A. (2012). *Review article A review of the multi-component utilisation of coal fly ash*. *Fuel*, 97, 1–23. doi:10.1016/j.fuel.2012.03.024
8. Schepper, M. De, Snellings, R., Buysser, K. De, Driessche, I. Van, & Belie, N. De. (2014). *The hydration of cement regenerated from Completely Recyclable Concrete*. *Construction and Building Materials*, 60, 33–41. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.02.067
9. Binders for Durable and Sustainable Concrete (Modern Concrete Technology) by Pierre-Claude Aïtcin
10. Gagg, C. R. (2014). *Cement and concrete as an engineering material : An historic appraisal and case study analysis*. *ENGINEERING FAILURE ANALYSIS*, 40, 114–140. doi:10.1016/j.engfailanal.2014.02.004
11. Campeche, R. B., & Gillot, C. (2014). *The use of pozzolanic materials in Maya mortars: new evidence from*. *Journal of Archaeological Science*, 47, 1–9. doi:10.1016/j.jas.2014.03.037
12. Specification, *ASTM C-150*. Standard Specification for, 1–8.
13. Hewlett, P.C. (2001), “*Lea’s Chemistry of Cement and Concrete* (fourth edition)”, Ed. Butterworth-Heinemann, Oxford-England
14. Oss, B. H. G. Van. (2010). *2007 Minerals Yearbook*, (May).

15. Ramachandran, V. S., Paroli, R. M., Beaudoin, J. J., Delgado, A. H., & York, N. (n.d.). *Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials*. ISBN: 978-0-8155-1487-9
16. Cemento Hidráulico, (NMX-C-414-ONNCCE-2004) "Industria de la Construcción - Cementos Hidráulicos - Especificaciones y Métodos de Prueba"
17. Specification, S. (ASTM) C 595/C595M Standard Specification for Blended Hydraulic Cements
18. Sato, T., & Beaudoin, J. J. (2007). *The Effect of Nano-sized CaCO<sub>3</sub> Addition on the Hydration of Cement Paste Containing High Volumes of Fly Ash*. *12th International Congress on the Chemistry of Cement.*, (613), 1–12.
19. Boháč, Martin; Palou, Martin; Novotný, Radoslav; Másilko, Jiří; Všianský, Dalibor et al. (2014). *Investigation on early hydration of ternary Portland cement-blast-furnace slag–metakaolin blends*. *Construction and Building Materials* vol. 64p. 333-341
20. Bullard, J. W., Jennings, H. M., Livingston, R. A., Nonat, A., Scherer, G. W., Schweitzer, J. S., ... Thomas, J. J. (2011). *Cement and Concrete Research Mechanisms of cement hydration*. *Cement and Concrete Research*, 41(12), 1208–1223. doi:10.1016/j.cemconres.2010.09.011
21. Scrivener, K. L., & Nonat, A. (2011). *Cement and Concrete Research Hydration of cementitious materials , present and future*. *Cement and Concrete Research*, 41(7), 651–665. doi:10.1016/j.cemconres.2011.03.026
22. Scrivener, K. L. (2004). *Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: Understanding and quantification*. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), 935–945. doi:10.1016/j.cemconcomp.2004.02.029
23. Diamond, S., *Cement Paste Microstructure – an overview at several levels. Hydraulic cement pastes: their structure and properties*, Slough: Cement and Concrete Association.1976.
24. Celik, K., Jackson, M. D., Mancio, M., Meral, C., Emwas, A.-H., Mehta, P. K., & Monteiro, P. J. M. (2014). *High-volume natural volcanic pozzolan and limestone powder as partial replacements for portland cement in self-compacting and sustainable concrete*. *Cement and Concrete Composites*, 45, 136–147. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.09.003
25. Fry, M. (2013). *Cement, carbon dioxide, and the “necessity” narrative: A case study of Mexico*. *Geoforum*, 49, 127–138. doi:10.1016/j.geoforum.2013.06.003
26. Petek Gursel, a., Masanet, E., Horvath, A., & Stadel, A. (2014). *Life-cycle inventory analysis of concrete production: A critical review*. *Cement and Concrete Composites*, 51, 38–48. doi:10.1016/j.cemconcomp.2014.03.005
27. Lothenbach, B., Scrivener, K., & Hooton, R. D. (2011). *Supplementary cementitious materials*. *Cement and Concrete Research*, 41(12), 1244–1256. doi:10.1016/j.cemconres.2010.12.001
28. Pacewska, B., & Wilińska, I. (2013). *Hydration of Cement Composites Containing Large Amount of Waste Materials*. *Procedia Engineering*, 57, 53–62. doi:10.1016/j.proeng.2013.04.009
29. Dongxu, L., Xuequan, W., Jinlin, S., & Yujiang, W. (2000). *The influence of compound admixtures on the properties of high-content slag cement*. *Cement and Concrete Research*, 30(1), 45–50. doi:10.1016/S0008-8846(99)00210-0

30. ASTM C 618. (2010). Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use. *Annual Book of ASTM Standards*, 3–6. doi:10.1520/C0618
31. Hill, J., & Sharp, J. H. (2002). *The mineralogy and microstructure of three composite cements with high replacement levels*. *Cement and Concrete Composites*, 24(2), 191–199. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465(01)00041-5
32. Donatello, S., Kuenzel, C., Palomo, A., & Fernández-Jiménez, A. (2014). *High temperature resistance of a very high volume fly ash cement paste*. *Cement and Concrete Composites*, 45, 234–242. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.09.010
33. Arbi, K., Palomo, A., & Fernández-Jiménez, A. (2013). *Alkali-activated blends of calcium aluminate cement and slag/diatomite*. *Ceramics International*, 39(8), 9237–9245. doi:10.1016/j.ceramint.2013.05.031
34. Shi, C., Jiménez, A. F., & Palomo, A. (2011). *New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement*. *Cement and Concrete Research*, 41(7), 750–763. doi:10.1016/j.cemconres.2011.03.016
35. Ganesan, K., Rajagopal, K., & Thangavel, K. (2007). *Evaluation of bagasse ash as supplementary cementitious material*. *Cement and Concrete Composites*, 29(6), 515–524. doi:10.1016/j.cemconcomp.2007.03.001
36. V.S. Ramachandran, J.J. Beaudoin, . (2013). *Handbook of Analytical Techniques in concrete Science and Technology*. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53, 1689–1699. doi:10.1017/CBO9781107415324.004
37. Luz, a. P., & Pandolfelli, V. C. (2012). *CaCO<sub>3</sub> addition effect on the hydration and mechanical strength evolution of calcium aluminate cement for endodontic applications*. *Ceramics International*, 38(2), 1417–1425. doi:10.1016/j.ceramint.2011.09.021
38. Liu, X., Chen, L., Liu, A., & Wang, X. (2012). *Effect of Nano-CaCO<sub>3</sub> on Properties of Cement Paste*. *Energy Procedia*, 16, 991–996. doi:10.1016/j.egypro.2012.01.158
39. ASTM C 125 – 03 Method, M., & Definitions, T. (n.d.). Standard Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregates
40. Sánchez de Rojas Gómez, M. I., & Frías Rojas, M. (2013). *Natural pozzolans in eco-efficient concrete*. *Eco-Efficient Concrete*, (1991), 83–104. doi:10.1533/9780857098993.2.83
41. Sánchez de Rojas Gómez, M. I., & Frías Rojas, M. (2013). *Artificial pozzolans in eco-efficient concrete*. *Eco-Efficient Concrete*, 83–104. doi:10.1533/9780857098993.2.83
42. Taylor, H. F. W.: “*La química de los cementos*”, vol. II., cap. 14. Ediciones Urmo, C/ Espartero, 10, Bilbao, España, 1971
43. Askarinejad, Azadeh; Pourkhorshidi, Ali Reza; Parhizkar, Tayebbeh (2012). *Evaluation the pozzolanic reactivity of sonochemically fabricated nano natural pozzolan*. *Ultrasonics Sonochemistry* vol. 19(1) p. 119-124
44. ASTM C 219. Standard Specification for Nonloadbearing Concrete Masonry Units
45. Antiohos, S., Maganari, K., & Tsimas, S. (2005). *Evaluation of blends of high and low calcium fly ashes for use as supplementary cementing materials*. *Cement and Concrete Composites*, 27(3), 349–356. doi:10.1016/j.cemconcomp.2004.05.001

46. Ahmaruzzaman, M. (2010). *A review on the utilization of fly ash. Progress in Energy and Combustion Science*, 36(3), 327–363. doi:10.1016/j.pecs.2009.11.003
47. I. Wesche, K. *Fly ash in concrete: Properties and Performance*. Report of Technical Committee 67-FAB Use Fly Ash in Building RILEM doi:10.1007/s13398-014-0173-7.2
48. Acar, I., & Atalay, M. U. (2013). *Characterization of sintered class F fly ashes. Fuel*, 106, 195–203. doi:10.1016/j.fuel.2012.10.057
49. Chancey, R. T., Stutzman, P., Juenger, M. C. G., & Fowler, D. W. (2010). *Comprehensive phase characterization of crystalline and amorphous phases of a Class F fly ash. Cement and Concrete Research*, 40(1), 146–156. doi:10.1016/j.cemconres.2009.08.029
50. Amnadnua, K., Tangchirapat, W., & Jaturapitakkul, C. (2013). *Strength, water permeability, and heat evolution of high strength concrete made from the mixture of calcium carbide residue and fly ash. Materials and Design*, 51, 894–901. doi:10.1016/j.matdes.2013.04.099
51. Wang, S. (2014). *Quantitative kinetics of pozzolanic reactions in coal/cofired biomass fly ashes and calcium hydroxide (CH) mortars. Construction and Building Materials*, 51, 364–371. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.10.057
52. Hooton, R. D., & Thomas, M. D. a. (2002). *The Use of Limestone in Portland Cements : Effect on Thaumassite Form of Sulfate Attack*, (2658), 1–10.
53. *BS EN 197-1:2000 - Cement. Composition, specifications and conformity criteria for common cements*
54. <http://www.fao.org/docrep/w5800s/w5800s12.htm> - *La Agroindustria y El Desarrollo Economico, Parte III*
55. Sun, X.-Z., Fujimoto, S., & Minowa, T. (2013). *A comparison of power generation and ethanol production using sugarcane bagasse from the perspective of mitigating GHG emissions. Energy Policy*, 57, 624–629. doi:10.1016/j.enpol.2013.02.020
56. Saval, S. (2012). *Aprovechamiento de Residuos Agroindustriales: Pasado , Presente y Futuro. BioTecnología*, 16(2), 14–46.
57. DAVIS, S. C., DOHLEMAN, F. G., & LONG, S. P. (2011). *The global potential for Agave as a biofuel feedstock. GCB Bioenergy*, 3(1), 68–78. doi:10.1111/j.1757-1707.2010.01077.x
58. Nieto-Delgado, C., Terrones, M., & Rangel-Mendez, J. R. (2011). *Development of highly microporous activated carbon from the alcoholic beverage industry organic by-products. Biomass and Bioenergy*, 35(1), 103–112. doi:10.1016/j.biombioe.2010.08.025
59. Chávez-Guerrero, L., Flores, J., & Kharissov, B. I. (2010). *Recycling of ash from mezcal industry: a renewable source of lime. Chemosphere*, 81, 633–8. doi:10.1016/j.chemosphere.2010.08.042
60. Yang, L., Lu, M., Carl, S., Mayer, J. a., Cushman, J. C., Tian, E., & Lin, H. (2015). *Biomass characterization of Agave and Opuntia as potential biofuel feedstocks. Biomass and Bioenergy*, 76, 43–53. doi:10.1016/j.biombioe.2015.03.004
61. Mythili, R., Venkatachalam, P., Subramanian, P., & Uma, D. (2013). *Characterization of bioresidues for biooil production through pyrolysis. Bioresource Technology*, 138, 71–78. doi:10.1016/j.biortech.2013.03.161

62. Ramachandra, T. V., Kamakshi, G., & Shruthi, B. V. (2004). *Bioresource status in Karnataka. Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 8, 1–47. doi:10.1016/j.rser.2003.09.001
63. Chávez-Guerrero, L., & Hinojosa, M. (2010). *Bagasse from the mezcal industry as an alternative renewable energy produced in arid lands. Fuel*, 89(12), 4049–4052. doi:10.1016/j.fuel.2010.07.026
64. Nieto-Delgado, C., & Rangel-Mendez, J. R. (2011). *Production of activated carbon from organic by-products from the alcoholic beverage industry: Surface area and hardness optimization by using the response surface methodology. Industrial Crops and Products*, 34(3), 1528–1537. doi:10.1016/j.indcrop.2011.05.014
65. Suberu, M. Y., Mustafa, M. W., Bashir, N., Muhamad, N. A., & Mokhtar, A. S. (2013). *Power sector renewable energy integration for expanding access to electricity in sub-Saharan Africa. Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 25, 630–642. doi:10.1016/j.rser.2013.04.033
66. Valdez-Vazquez, I., Acevedo-Benítez, J. A., & Hernández-Santiago, C. (2010). *Distribution and potential of bioenergy resources from agricultural activities in Mexico. Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 14(7), 2147–2153. doi:10.1016/j.rser.2010.03.034
67. *Guidebook on biogas development*, UN Publication, 1980.
68. Tortosa Masiá, a. a., Buhre, B. J. P., Gupta, R. P., & Wall, T. F. (2007). *Characterising ash of biomass and waste. Fuel Processing Technology*, 88(11–12), 1071–1081. doi:10.1016/j.fuproc.2007.06.011
69. Wang, S., & Baxter, L. (2007). *Comprehensive study of biomass fly ash in concrete: Strength, microscopy, kinetics and durability. Fuel Processing Technology*, 88, 1165–1170. doi:10.1016/j.fuproc.2007.06.016
70. Umamaheswaran, K., & Batra, V. S. (2008). *Physico-chemical characterisation of Indian biomass ashes. Fuel*, 87(6), 628–638. doi:10.1016/j.fuel.2007.05.045
71. Esteves, T. C., Rajamma, R., Soares, D., Silva, a. S., Ferreira, V. M., & Labrincha, J. a. (2012). *Use of biomass fly ash for mitigation of alkali-silica reaction of cement mortars. Construction and Building Materials*, 26(1), 687–693. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.06.075
72. Cuenca, J., Rodríguez, J., Martín-Morales, M., Sánchez-Roldán, Z., & Zamorano, M. (2013). *Effects of olive residue biomass fly ash as filler in self-compacting concrete. Construction and Building Materials*, 40, 702–709. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.09.101
73. Basu, M., Pande, M., Bhadoria, P. B. S., & Mahapatra, S. C. (2009). *Potential fly-ash utilization in agriculture: A global review. Progress in Natural Science*, 19(10), 1173–1186. doi:10.1016/j.pnsc.2008.12.006
74. Niu, Y., Du, W., Tan, H., Xu, W., Liu, Y., Xiong, Y., & Hui, S. (2013). *Further study on biomass ash characteristics at elevated ashing temperatures: the evolution of K, Cl, S and the ash fusion characteristics. Bioresource Technology*, 129, 642–5. doi:10.1016/j.biortech.2012.12.065
75. Hinojosa, M. J. R., Galvín, A. P., Agrela, F., Perianes, M., & Barbudo, A. (2014). *Potential use of biomass bottom ash as alternative construction material: Conflictive chemical parameters according to technical regulations. Fuel*, 128, 248–259. doi:10.1016/j.fuel.2014.03.017

76. Vassilev, S. V., & Vassileva, C. G. (2005). *Methods for Characterization of Composition of Fly Ashes from Coal-Fired Power Stations: A Critical Overview. Energy & Fuels*, 19(3), 1084–1098. doi:10.1021/ef049694d
77. Uihlein A. Schebek L (2009) - *Environmental impacts of a lignocellulose feedstock biorefinery system: An assessment. Biomass energy* 33(5):793-802
78. Lewis, S. M., Gross, S., Visel, A., Kelly, M., & Morrow, W. (2014). *Fuzzy GIS-based multi-criteria evaluation for US Agave production as a bioenergy feedstock. GCB Bioenergy*, 84–99. doi:10.1111/gcbb.12116
79. Beyond Petroleum (BP). *BP Statistical Review of World Energy June 2008*. BP Statistical Review of World Energy. BP p.l.c. London, UK.
80. Borland AM, Griffiths H, Hartwell J, Smith JAC (2009) *Exploiting the potential of plants with crassulacean acid metabolism for bioenergy production on marginal lands. Journal of Experimental Botany*, 60, 2879–2896
81. Suárez-González, E. M., López, M. G., Délano-Frier, J. P., & Gómez-Leyva, J. F. (2014). *Expression of the 1-SST and 1-FFT genes and consequent fructan accumulation in Agave tequilana and A. inaequidens is differentially induced by diverse (a)biotic-stress related elicitors. Journal of Plant Physiology*, 171(3-4), 359–372. doi:10.1016/j.jplph.2013.08.002
82. Garcia-Moya, E., Romero-Manzanares, A., & Nobel, P. S. (2011). *Highlights for Agave Productivity. GCB Bioenergy*, 3(1), 4–14. doi:10.1111/j.1757-1707.2010.01078.x
83. Praznik, W., Löppert, R., Rubio, J. M., Zangger, K., & Huber, A. (2013). *Structure of fructo-oligosaccharides from leaves and stem of Agave tequilana Weber, var. azul. Carbohydrate Research*, 381, 64–73. doi:10.1016/j.carres.2013.08.025
84. Vassilev, S. V., Baxter, D., Andersen, L. K., & Vassileva, C. G. (2013). *An overview of the composition and application of biomass ash. Fuel*, 105, 19–39. doi:10.1016/j.fuel.2012.10.001
85. Martirena Hernández, J. ., Middendorf, B., Gehrke, M., & Budelmann, H. (1998). *Use of wastes of the sugar industry as pozzolana in lime-pozzolana binders: study of the reaction. Cement and Concrete Research*, 28(11), 1525–1536. doi:10.1016/S0008-8846(98)00130-6
86. Loh, Y. R., Sujana, D., Rahman, M. E., & Das, C. A. (2013). *Resources , Conservation and Recycling Sugarcane bagasse — The future composite material : A literature review. "Resources, Conservation & Recycling,"* 75, 14–22. doi:10.1016/j.resconrec.2013.03.002
87. Rattapon Somna, Chai Jaturapitakkul, Pokpong Rattanachu, Wichian Chalee (2012). *Effect of ground bagasse ash on mechanical and durability properties of recycled aggregate concrete. Materials and Design*
88. E. V. Morales, E. Villar-Cociña, M. Frías, S. F. Santos, H. Savastano (2009). *Effects of calcining conditions on the microstructure of sugar cane waste ashes (SCWA) Influence in the pozzolanic activation. Cement and Concrete Composites* DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2008.10.004.
89. Affandi, S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., & Balgis, R. (2009). *A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash. Advanced Powder Technology*, 20(5), 468–472. doi:10.1016/j.apt.2009.03.008
90. Cordeiro, G. C., Toledo Filho, R. D., Tavares, L. M., & Fairbairn, E. M. R. (2008). *Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement*

- and lime mortars. *Cement and Concrete Composites*, 30(5), 410–418. doi:10.1016/j.cemconcomp.2008.01.001
91. Moisés Frías, E. Villar-Cociñab, E. Valencia-Moralesb (2007). *Characterisation of sugar cane straw waste as pozzolanic material for construction Calcining temperature and kinect parameters*. Waste Management. doi:10.1016/j.wasman.2006.02.017
  92. Biricik H, Akoz F, Berkday I, Tulgar AN. *Study of pozzolanic properties of wheat straw ash*. *Cement Concrete Res* 1999;29:637–43.
  93. Rukzon, S., & Chindaprasirt, P. (2012). *Utilization of bagasse ash in high-strength concrete*. *Materials and Design*, 34, 45–50. doi:10.1016/j.matdes.2011.07.045
  94. Valenzuela, A. (2011). *A new agenda for blue agave landraces: food, energy and tequila*. *GCB Bioenergy*, 3, 15–24. doi:10.1111/j.1757-1707.2010.01082.x
  95. Colunga-Marín, P. (2007). En lo ancestral hay futuro: del tequila, los mezcales y otros agaves. *Revista de la Universidad Autónoma de Yucatán*. Retrieved from <http://orton.catie.ac.cr/cgi-bin/wxis.exe/?IisScript=CICY.xis&method=post&formato=2&cantidad=1&expresion=mfn=005761>
  96. Lappe-Oliveras, P., Moreno-Terrazas, R., Arrizón-Gaviño, J., Herrera-Suárez, T., García-Mendoza, A., & Gschaedler-Mathis, A. (2008). *Yeasts associated with the production of Mexican alcoholic nondistilled and distilled Agave beverages*. *FEMS Yeast Research*, 8, 1037–1052. doi:10.1111/j.1567-1364.2008.00430.x
  97. Rendon-Salcido LA, Colunga-GarciaMarin P, Barahona-Perez LF, Pimienta-Barrios E, Magdub-Mendez A, Larque-Saavedra A (2009) *Sugars and alcoholic byproducts from henequen (agave fourcroydes) as influenced by plant age and climate*. *Revista*
  98. *Fitotecnia Mexicana*, 39, 39–44 Consejo-Regulador-del-Tequila, 2010; SIAP-SAGARPA
  99. NÚÑEZ, H. M., RODRÍGUEZ, L. F., & KHANNA, M. (2011). *Agave for tequila and biofuels: an economic assessment and potential opportunities*. *GCB Bioenergy*, 3(1), 43–57. doi:10.1111/j.1757-1707.2010.01084.x
  100. Souza AE, Teixeira SR, Santos GT, Costa FB, Longo E (2011). *Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials*. *Journal of Environmental Management*. doi:10.1016/j.jenvman.2011.06.020
  101. W.A. Gutteridge, J.A. Dalziel, *Filler cement: the effect of the secondary component on the hydration of Portland cement: part I. A fine non-hydraulic filler*, *Cement and Concrete Research* 20 (5) (1990) 778–782
  102. B. Lothenbach, *Thermodynamics and hydration of blended cement*, 2010, CONMOD 2010. Lausanne
  103. Sajedi, F. (2012). *Mechanical activation of cement–slag mortars*. *Construction and Building Materials*, 26(1), 41–48. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.05.001
  104. Sharfuddin Ahmed, M., Kayali, O., & Anderson, W. (2008). *Chloride penetration in binary and ternary blended cement concretes as measured by two different rapid methods*. *Cement and Concrete Composites*, 30(7), 576–582. doi:10.1016/j.cemconcomp.2008.02.005
  105. Antiohos, S. K., Papadakis, V. G., Chaniotakis, E., & Tsimas, S. (2007). *Improving the performance of ternary blended cements by mixing different types*

- of fly ashes. *Cement and Concrete Research*, 37(6), 877–885. doi:10.1016/j.cemconres.2007.02.017
106. Erdem, T. K., & Kirca, Ö. (2008). *Use of binary and ternary blends in high strength concrete. Construction and Building Materials*, 22(7), 1477–1483. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.03.026
107. Radlinski, M., & Olek, J. (2012). *Investigation into the synergistic effects in ternary cementitious systems containing portland cement, fly ash and silica fume. Cement and Concrete Composites*, 34(4), 451–459. doi:10.1016/j.cemconcomp.2011.11.014
108. García-Maté, M., De La Torre, a. G., León-Reina, L., Aranda, M. a G., & Santacruz, I. (2013). *Hydration studies of calcium sulfoaluminate cements blended with fly ash. Cement and Concrete Research*, 54, 12–20. doi:10.1016/j.cemconres.2013.07.010
109. Sepulcre Aguilar, A., Pinilla Melo, J., & Hernández Olivares, F. (2013). *Microstructural analysis of aerated cement pastes with fly ash, Metakaolin and Sepiolite additions. Construction and Building Materials*, 47, 282–292. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.082
110. Kawashima, S., Hou, P., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2013). *Modification of cement-based materials with nanoparticles. Cement and Concrete Composites*, 36, 8–15. doi:10.1016/j.cemconcomp.2012.06.012
111. Huang, C. H., Lin, S. K., Chang, C. S., & Chen, H. J. (2013). *Mix proportions and mechanical properties of concrete containing very high-volume of Class F fly ash. Construction and Building Materials*, 46, 71–78. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.04.016
112. Shaikh, F. U. A., & Supit, S. W. M. (2014). *Mechanical and durability properties of high volume fly ash (HVFA) concrete containing calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>) nanoparticles. Construction and Building Materials*, 70, 309–321. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.07.099
113. Kakali, G., Tsvivilis, S., Aggeli, E., & Bati, M. (2000). *Hydration products of C3A, C3S and Portland cement in the presence of CaCO<sub>3</sub>. Cement and Concrete Research*, 30, 1073–1077. doi:10.1016/S0008-8846(00)00292-1
114. De Weerd, K., Kjellsen, K. O., Sellevold, E., & Justnes, H. (2011). *Synergy between fly ash and limestone powder in ternary cements. Cement and Concrete Composites*, 33(1), 30–38. doi:10.1016/j.cemconcomp.2010.09.006
115. Gupta, A., & Verma, J. P. (2015). *Sustainable bio-ethanol production from agro-residues: A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 41, 550–567. doi:10.1016/j.rser.2014.08.032
116. G.C. Cordeiro, R.D. Toledo Filho, E.M.R. Fairbairn, (2009). *Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. Construction and Building Materials* 23 3301-3303
117. González-López, J. R., Ramos-Lara, J. F., Zaldivar-Cadena, A., Chávez-Guerrero, L., Magallanes-Rivera, R. X., & Burciaga-Díaz, O. (2015). *Small addition effect of agave biomass ashes in cement mortars. Fuel Processing Technology*, 133, 35–42. doi:10.1016/j.fuproc.2014.12.041
118. Cabrera, M., Galvin, A. P., Agrela, F., Carvajal, M. D., & Ayuso, J. (2014). *Characterisation and technical feasibility of using biomass bottom ash for civil*

- infrastructures. Construction and Building Materials, 58, 234–244. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.01.087*
119. Bonavetti, V. L., Rahhal, V. F., & Irassar, E. F. (2001). *Studies on the carboaluminate formation in limestone filler-blended cements. Cement and Concrete Research, 31(6), 853–859. doi:10.1016/S0008-8846(01)00491-4*
120. Puerta-falla, G., Balonis, M., & Saout, G. Le. (2015). *The Influence of Metakaolin on Limestone Reactivity in Cementitious Materials*. Chapter Calcined Clays for Sustainable Concrete. Volume 10 of the series RILEM Bookseries pp 11-19 doi:10.1007/978-94-017-9939-3
121. Péra, J., Husson, S., & Guilhot, B. (1999). *Influence of finely ground limestone on cement hydration. Cement and Concrete Composites, 21(2), 99–105. doi:10.1016/S0958-9465(98)00020-1*

## Lista de Tablas

Tabla 1 Simbología que simplifican los compuestos del cemento Portland <sup>[15]</sup> ...	11
Tabla 2 Escritura simplificada de fases cristalinas más importantes dentro del cemento Portland <sup>[15]</sup> .....	11
Tabla 3 Tipos de cemento Portland <sup>[12]</sup> .....	12
Tabla 4 Denominación en cementos mexicanos <sup>[16]</sup> .....	12
Tabla 5 Características especiales de los cementos <sup>[16]</sup> .....	13
Tabla 6 Cementos compuestos <sup>[17]</sup> .....	13
Tabla 7 Materiales hidráulicos <sup>[44]</sup> . .....	20
Tabla 8 Contenido de humedad de cada muestra en % respecto al peso original antes de ser sometido a secado.....	52
Tabla 9 Contenido de humedad de cada muestra en % respecto al peso original antes de ser sometido a secado.....	53
Tabla 10 Proporcionamiento de mezclas para morteros .....	68
Tabla 11 Proporcionamiento de mezclas en Pastas para prueba semi adiabática	72
Tabla 12 Identificación de sistemas de pastas y proporción de los cementantes utilizados.....	74
Tabla 13 Resultados de las CBA mediante BET N-2 .....	84
Tabla 14 Composición química de las CBA en términos de la temperatura de calcinación.....	87
Tabla 15 Composición química de la CV utilizada y el CPO 40R de la región ..	88
Tabla 16 Morteros de prueba y referencia.....	92
Tabla 17 Resistencia a la compresión en morteros .....	92
Tabla 18 Proporcionamiento utilizado en sistemas de pasta base cemento Portland .....	96
Tabla 19 Resultados de resistencia a la compresión de pastas base cemento Portland .....	97
Tabla 20 Pérdida de masa a un día de hidratación .....	113
Tabla 21 Pérdida de masa a 28 días de hidratación .....	117
Tabla 22 Espectros del análisis EDS, Sistema 291 .....	120
Tabla 23 Espectros de análisis EDS en Sistema 291 .....	122
Tabla 24 Espectros de análisis EDS en sistema 291 .....	124
Tabla 25 Espectros análisis EDS en Sistema 2.....	125
Tabla 26 Espectros de análisis EDS en sistema 2 .....	127
Tabla 27 Espectros de análisis EDS en Sistema 2.....	128
Tabla 28 Espectros de análisis EDS en Sistema 395 .....	129
Tabla 29 Espectros de análisis EDS en Sistema 395.....	130

## Lista de Figuras

Figura 1 Esquema de $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ ternaria de materiales cementantes [28, 34]....	17
Figura 2. Fases de hidratos en el sistema $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ teniendo en cuenta que en ausencia de carbonato o sulfato, $\text{C}_3\text{AH}_6$ será más estable que las fases AFm [28, 34]	17
Figura 3 Variedad de biomasa y combustibles fósiles sólidos dentro de un sistema de clasificación química de cenizas de biomasa [3, 84] .....	31
Figura 4. Área plantada de Agave tequilana, plantíos de mezcal y henequen en miles de hectáreas [98, 99].....	34
Figura 5. Regiones de producción de Agave en México [99] .....	35
Figura 6. Muestras de bagazo de AS .....	51
Figura 7. Horno eléctrico para determinar la humedad en la planta de AS .....	51
Figura 8 Bagazo seco de AS.....	55
Figura 9 Ceniza producto del proceso de combustión de la biomasa del bagazo de AS .....	55
Figura 10 Reducción en volumen de biomasa para su mejor manipulación y almacenamiento, así como facilitar el ashing process.....	56
Figura 11 Hoja de Maguey secada a temperatura ambiente .....	57
Figura 12 Combustión controlada, ashing process.....	57
Figura 13 Inspección visual de las CBA .....	57
Figura 14 Equipo de ultrasonido para romper la aglomeración de partículas.....	59
Figura 15 Preparación de las muestras en pines metálicos .....	59
Figura 16 Equipo de recubrimiento de muestras .....	60
Figura 17 Haz de partículas de oro sobre las muestras de material orgánico (CBA) ....	60
Figura 18 CBA con agua de mezcla para preparación de morteros .....	65
Figura 19 Equipo de ultrasonido con agua de mezcla más CBA.....	65
Figura 20 Moldes de 50 x 50 mm para morteros .....	66
Figura 21 Identificación de morteros .....	67
Figura 22 Vista de cara en morteros que no estuvieron en contacto con el molde .....	69
Figura 23 Máquina Instron, ensaye a la compresión de morteros .....	69
Figura 24 Falla en forma de "X", se procede a un buen ensaye.....	70
Figura 25 Equipo para grabación de la temperatura de hidratación, prueba semi adiabática .....	71
Figura 26 a) agua de mezcla con aditivo superfluidificante en agitación, b) agua de mezcla con CBA de 500°C y c) agua de mezcla con CBA de 900°C .....	74
Figura 27 Motor para concreto, utilizado en una mesa vibratoria.....	75
Figura 28 Especímenes de pasta de cemento .....	76
Figura 29. Curado saturado con cal .....	76

Figura 30 Carga uniaxial a compresión de cilindros de pasta de cemento.....	77
Figura 31 Molienda manual de las CBA .....	78
Figura 32 Obtención del centro del espécimen por medio de corte manual.....	79
Figura 33 Muestras sumergidas en alcohol isopropilico para detener las fases de hidratación a 1 día y 28 días.....	80
Figura 34 TGA de la planta de AS.....	82
Figura 35 Análisis físico, cambio de color al aumentar la temperatura de calcinación ..	83
Figura 36 Tamaño de partícula y su área superficial.....	84
Figura 37 Partículas de CBA .....	85
Figura 38 Aglomeraciones de partículas, CBA calcinada a 600°C .....	86
Figura 39 Partículas de CBA observada a 1000 aumentos de su tamaño real .....	86
Figura 40 Análisis de las CBA mediante DRX.....	89
Figura 41 Sistema binario, CPO + CBA.....	93
Figura 42 Sistema ternario, CPO + CV30% + CBA de 500°C y 900°C .....	94
Figura 43 Sistema ternario, CPO + CV60% + CBA de 500°C y 900°C .....	94
Figura 44 Resultados prueba resistencia mecánica a la compresión de pastas .....	97
Figura 45 Sistema número 1, pastas base CPO .....	101
Figura 46 Sistema 2, pastas base CPO .....	102
Figura 47 Sistema 3, pastas base CPO .....	103
Figura 48 Sistema 1, pastas base CPO a 28 días de curado.....	106
Figura 49 Sistema 2, pastas base CPO a 28 días de curado.....	107
Figura 50 Sistema 3, pastas base CPO a 28 días de curado.....	108
Figura 51 TGA/DTA de los mejores sistemas de pasta, basados en la resistencia a la compresión .....	110
Figura 52 Sistema 2, pastas a 1 día de curado .....	111
Figura 53 Sistema 3, análisis a un día de curado de pastas de CPO mediante TGA/DTA .....	112
Figura 54 Sistema 1, pastas a 28 días de curado .....	114
Figura 55 Sistema 2, análisis de pasta a 28 días de curado .....	115
Figura 56 Sistema 3, pastas base CPO a 28 días de curado.....	116
Figura 57 Sistema 291 a 28 días, se observan agujas de etringita (espectro 170) así como productos hidratados (espectro 171 esfera de CV cubierta en geles) gel C-S-H (espectro 172) .....	120
Figura 58 Sistema 291 a 28 días, formación de etringita rodeada de geles hidratados con espacio para precipitar y no provocar fisuras por presión de cristalización .....	121
Figura 59 Sistema 291 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita .....	122
Figura 60 Sistema 291 a 28 días, se observan productos hidratados como los geles de CSH y portlandita, una matriz bien densificada.....	123
Figura 61 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita con esferas aún sin romper de CV.....	125
Figura 62 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita .....	126

Figura 63 Sistema 2 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita .....	127
Figura 64 Sistema 395 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita .....	129
Figura 65 Sistema 395 a 28 días, se observan cristales de CSH y portlandita .....	130