

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

“Estudio de geopolímeros basados en zeolitas naturales del
Ecuador: Aplicaciones a eficiencia energética en construcciones
en climas tropicales”

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

María José Bastidas Ronquillo

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2013

AGRADECIMIENTO

A mis tutores de tesis Ing. Javier Bermúdez, Dr. Haci Baykara, Dr. Guillermo Soriano e Ing. Mauricio Cornejo por su apoyo, paciencia y conocimiento brindado para realizar la misma.

Al personal del LEMAT y Laboratorio de Termo-fluidos de la FIMCP y al personal del Laboratorio de Mecánica de Suelos y Rocas de la FICT quienes facilitaron el desarrollo de esta investigación.

A mi familia y amigos quienes me alentaron en todo momento.

DEDICATORIA

A mis padres

A mi hermano

A mis abuelitos

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

Dr. Kleber Barcia Villacreses, Ph. D.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE

Ing. Javier Bermúdez R.
DIRECTOR DE TESIS

Dr. Haci Baykara
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

María José Bastidas Ronquillo

RESUMEN

Los materiales que forman la envolvente de edificaciones constituyen un medio efectivo para lograr confort humano y disminuir el consumo de energía mediante su aplicación en sistemas pasivos de climatización. Este trabajo hace énfasis en el desarrollo de materiales para uso en envolventes que tengan las características descritas anteriormente, que puedan ser desarrollados con materias primas locales y cuya producción sea ambientalmente amigable.

La materia prima del sector de la construcción es el cemento Portland Tipo GU, cuya producción se conoce que aporta en grandes cantidades en la emisión de CO₂. Por lo tanto, se busca el uso de un nuevo material cuya fabricación tenga un menor impacto ambiental y sea de fácil producción.

Un material que puede brindar características similares al cemento Portland es el Geopolímero, cuyo origen data desde el año 1930 y se obtiene mediante la síntesis de aluminosilicatos utilizando activadores alcalinos.

En Ecuador se han encontrado grandes yacimientos de materiales aluminosilicatos, también conocidos como puzolanas las que incluyen derivados de rocas volcánicas, zeolitas y diatomeas. Estudios con zeolitas y rocas volcánicas se han elaborado anteriormente para caracterización, ubicación de yacimientos y aplicaciones en diferentes áreas como agropecuaria, control ambiental, minería, transferencia de calor y metalurgia.

El objetivo principal de esta tesis es verificar si este nuevo producto puede ser usado como aislante térmico a través de un experimento controlado en el cual se mide la temperatura en dos modelos a escala de viviendas y en diferentes locaciones de éstos (parte superior e inferior de los techos y en el interior de las viviendas a escala). Se usará un control construido con cemento Portland y los prototipos con geopolímero, sujetos a condiciones de laboratorio que simulan las condiciones climáticas diarias por siete horas durante tres días consecutivos para cada modelo. Además, se realizará la caracterización mineralógica del geopolímero empleado en la investigación para que sirva de base a futuras investigaciones a mayor escala.

Entre las técnicas instrumentales para caracterización están el ensayo de compresión hasta la ruptura donde el cubo con 40% de KOH presentó la mayor resistencia y a partir de este resultado se formaron los techos de

geopolímero; la difracción de rayos X se empleó para la identificación y la cuantificación de las cuatro fases cristalinas presentes en la muestra de zeolita y de los geopolímeros; la termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido se utilizó para conocer el comportamiento térmico de las muestras dentro de un ambiente inerte y un rango de temperatura controlado, donde se observó la descomposición del agua y dióxido de carbono; y, la espectroscopía infrarroja con Transformada de Fourier permitió identificar los enlaces químicos de las moléculas de cada muestra mediante las vibraciones provocados por la interacción con el infrarrojo. Finalmente, en la simulación térmica todos los techos a base de geopolímero analizados en el primer día registraron temperaturas inferiores a las del mortero de cemento, siendo S1 el techo que presentó mejor comportamiento estable, la mayor diferencia de temperaturas con respecto a las del mortero de cemento, y la mayor diferencia entre la temperatura del techo con la interna de la vivienda a escala.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	I
ÍNDICE GENERAL	IV
ABREVIATURAS	VI
SIMBOLOGÍA	VII
ÍNDICE DE FIGURAS	VIII
ÍNDICE DE TABLAS	X
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1	
1. INFORMACIÓN GENERAL.....	2
1.1. Planteamiento del problema	2
1.2. Objetivos.....	4
1.3. Metodología del proyecto.....	5
CAPÍTULO 2	
2. ESTADO DEL ARTE DE MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN	8
2.1. Materiales de construcción	8
2.2. Geopolímeros basados en zeolitas.....	15
2.3. Materiales de construcción y eficiencia energética.....	17
2.4. Uso de geopolímeros para aplicaciones de eficiencia energética....	20
CAPÍTULO 3	
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	21
3.1. Recolección de materia prima.....	21
3.2. Preparación de muestras y objetos de prueba	22

3.3. Equipos y accesorios	31
3.4. Caracterización y Pruebas experimentales de comportamiento térmico en aplicaciones a la construcción	33
CAPÍTULO 4	
4. PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS	47
CAPÍTULO 5	
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	66
APÉNDICES	
BIBLIOGRAFÍA	

ABREVIATURAS

ASHRAE	American Society of Heating, Refrigeration and Air Conditioning Engineers
ASTM	American Society for Testing and Materials
DSC	Differential Scanning Calorimetry
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
GPS	Global Positioning System
Heu-Cli	Zeolita tipo Heulandita - Clinoptilolita
IPCC	Intergovernmental Panel on Climate Change
NTE - INEN	Norma Técnica Ecuatoriana – Instituto Ecuatoriano de Normalización
OPC	Ordinary Portland Cement
PCM	Phase Change Materials
Temp. LA	Temperatura del líquido auxiliar del densímetro
TGA	Thermogravimetric Analysis
UTM	Universal Transverse Mercator coordinate system
XRD	X-ray Diffraction
ZEO 2	Zeolita Tipo 2 perteneciente a la Provincia de Santa Elena

SIMBOLOGÍA

cm	Centímetro
cm ³	Centímetros cúbicos
r ²	Coefficiente de correlación de Pearson
M	Concentración molar
°C	Grado Centígrado
g	Gramo
kN	Kilo Newton
MPa	Mega Pascal
µm	Micrómetro
mg	Miligramos
ml	Mililitro
mm	Milímetro
min	Minutos
%	Porcentaje
pH	Potencial de Hidrógeno
RPM	Revoluciones por minuto
t	Tonelada
W	Watt

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Metodología del proyecto	5
Figura 3.1. Recolección de materia prima.....	22
Figura 3.2. Dimensiones de los cuerpos modelo y techo (mm).....	24
Figure 3.3. Procedimiento para obtención de zeolita con tamaño de grano de 45 μm	26
Figura 3.4. Procedimiento para preparación de solución de hidróxido de potasio.....	27
Figura 3.5. Preparación de los cubos de geopolímeros.....	30
Figura 3.6. Preparación de las partes de mortero y geopolímeros.....	30
Figura 3.7. Equipos y accesorios para la fabricación de geopolímeros.....	31
Figura 3.8. Secuencia de ensamble de accesorios del equipo.....	33
Figura 3.9. Pasos para la medición de la densidad	34
Figura 3.10. Muestras ensayadas en compresión	36
Figura 3.11. Equipos y utensilios para ensayo TGA-DSC	38
Figura 3.12. Partes del equipo y ubicación de los crisoles.....	39
Figura 3.13. Accesorios para ensayo de difracción de Rayos X.....	41
Figura 3.14. Accesorios y muestra para ensayo FT-IR.....	43
Figura 3.15. Instrumentos empleados para la simulación.....	44
Figura 3.16. Simulación térmica con techos de mortero y geopolímero	45

Figura 4.1. Curvas del esfuerzo a la compresión en función del alargamiento de las muestras	50
Figura 4.2. Superposición de las curvas de TG de la materia prima y geopolímeros.....	53
Figura 4.3. Superposición de las curvas del flujo de calor de la materia prima y los geopolímeros.....	54
Figura 4.4. Patrones de XRD de la zeolita recolectada y los geopolímeros	56
Figura 4.5. Espectrogramas de FT-IR de la zeolita y geopolímeros.....	57
Figura 4.6. Techos S1, S2 y S3 (a) al salir del horno y (b) tercer día en agua destilada	60
Figura 4.7. Grietas de los techos de geopolímeros	60
Figura 4.8. Techo S2' con 40% KOH - 12M	61
Figura 4.9. Simulación térmica techos de mortero y geopolímero S1 primer día (A= área superior del techo, D= área inferior del techo)	62
Figura 4.10. Simulación térmica techos de mortero y geopolímero S2' primer día (A= área superior del techo, D= área inferior del techo).....	63
Figura 4.11. Simulación térmica techos de mortero y geopolímeros S1 y S2' primer día	65

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Materiales minerales para fabricación de aislantes térmicos y productos aplicados a la construcción.....	19
Tabla 3.1. Dimensiones de las secciones de mortero (mm).....	24
Tabla 3.2. Materia prima para fabricación de 5 cubos de geopolímero (50 mm).....	25
Tabla 3.3. Materia prima para fabricación de 3 techos de geopolímero (250x200x15 mm).....	25
Tabla 3.4. Lista de equipos y accesorios.....	32
Tabla 4.1. Densidad de la materia prima y geopolímeros.....	48
Tabla 4.2. Dimensiones de los geopolímeros y su resistencia a la compresión.....	49
Tabla 4.3. Pérdidas de masa en porcentajes (%) de la zeolita no activada y los geopolímeros.....	52
Tabla 4.4. Porcentajes según Rietveld-XRD	55
Tabla 4.5. Resultados de los ensayos de FT-IR de los geopolímeros y materia prima	58

INTRODUCCIÓN

Esta tesis de grado trata del “Estudio de geopolímeros basados en zeolitas naturales del Ecuador: Aplicaciones a eficiencia energética en construcciones en climas tropicales”, en la cual se realiza la caracterización de la zeolita natural de la Formación Cayo y de los geopolímeros sintetizados con diferentes concentraciones de hidróxido de potasio, y además se evalúa el comportamiento térmico de dichos geopolímeros para comprobar si son capaces de actuar como aislante térmico para una vivienda a escala.

En el Capítulo 1 se detalla el planteamiento del problema, los objetivos y la metodología empleada para el desarrollo de este trabajo. El estado del arte sobre los materiales de construcción se resume en el Capítulo 2. El procedimiento experimental se describe en el Capítulo 3 donde se especifica la recolección de la zeolita natural ecuatoriana, la preparación de los elementos de mortero de cemento y geopolímeros, la caracterización de las muestras de geopolímeros y finalmente las pruebas experimentales de comportamiento térmico del geopolímero y del mortero de cemento. En el Capítulo 4 se presentan los resultados obtenidos con su respectivo análisis para finalmente en el Capítulo 5 exponer las conclusiones y recomendaciones de esta investigación.

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL

1.1. Planteamiento del problema

El cambio climático es un fenómeno ampliamente descrito y demostrado en la literatura científica y técnica. La organización que evalúa este fenómeno es la IPCC, Intergovernmental Panel on Climate Change, por sus siglas en inglés (1). Entre las consecuencias del cambio climático se encuentra el incremento en la demanda de energía para obtener condiciones de confort en el interior de las edificaciones, especialmente en las regiones con clima cálido. Una estrategia para disminuir el incremento en la demanda de energía es el desarrollo de nuevos materiales con menor índice de ganancia térmica (2).

En la rama ambiental se tiene en cuenta que la producción de cemento implica grandes impactos en nuestro planeta; entre estos, las extracciones de materia prima dañando muchas zonas montañosas, y las grandes emisiones de CO_2 como resultado del proceso de producción por la calcinación de la piedra caliza (3). Para disminuir estos impactos se han realizado estudios con un nuevo tipo de cemento conocido como Geopolímero. Éste también es un producto fabricado por el hombre y posee excelentes propiedades mecánicas, químicas y térmicas por las cuales su área de aplicación es extensa (4).

El presente trabajo tiene como fin sintetizar un geopolímero con zeolita natural ecuatoriana utilizando hidróxido de potasio y comparar su desempeño térmico con un mortero a base de cemento portland. El experimento consiste en la medición de temperaturas en tres puntos de tres viviendas a escala, y en tres puntos de una vivienda “control” construida utilizando cemento comercial, para luego comparar dichos valores entre sí, y comprobar si el geopolímero registra menores temperaturas que el mortero.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo General

- Evaluar el geopolímero basado en la zeolita natural de la Formación Cayo activada con hidróxido de potasio, como aislante térmico y sus propiedades mecánicas.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Caracterizar la zeolita natural de la Formación Cayo y los geopolímeros por difracción de rayos X (XRD), termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido (TGA-DSC), y espectroscopía infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).
- Realizar ensayos de compresión a los geopolímeros.
- Identificar la proporción óptima de activador alcalino usado con zeolita natural para sintetizar geopolímeros cuya diferencia de temperaturas entre la vivienda control y el geopolímero sea significativa.

1.3. Metodología del proyecto

Para llevar a cabo la experimentación, el presente trabajo se realizó de la siguiente manera:

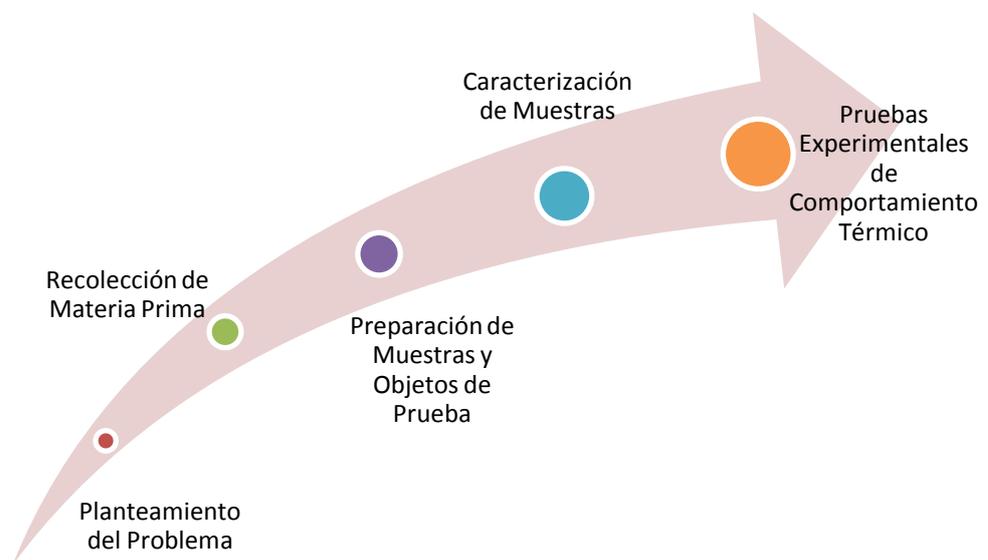


Figura 1.1. Metodología del proyecto.

Planteamiento del Problema.- se establece lo que se desea comprobar mediante la experimentación luego de la revisión de la

información sobre la zeolita de la Formación Cayo, el activador alcalino empleado (KOH) y la eficiencia térmica en edificaciones.

Recolección de Materia Prima.- se recoge la zeolita natural de la Formación Cayo cuyas coordenadas fueron fijadas con la ayuda de un GPS y se adquiere el hidróxido de potasio a Merck con 85% de pureza.

Preparación de Muestras y Objetos de Prueba.- se realiza consecutivamente la trituración, molienda y tamizado de la zeolita. Luego, la preparación de la solución del hidróxido de potasio, la elaboración, moldeo y curado del geopolímero.

Caracterización de Muestras.- se emplean las técnicas instrumentales de ensayo de compresión hasta la ruptura, difracción de rayos X (XRD), termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido (TGA-DSC), y espectroscopía infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).

Pruebas Experimentales de Comportamiento Térmico.- se miden las temperaturas en tres puntos del control y de cada vivienda a escala, para luego calcular la diferencia de temperaturas, compararlas y definir aquel modelo que presente mejores condiciones de confort en relación a las del control.

CAPÍTULO 2

2. ESTADO DEL ARTE DE MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN

2.1. Materiales de construcción

2.1.1. Cemento Portland Ordinario

El Cemento Portland Ordinario (OPC, por sus siglas en inglés) es el material de construcción con mayor aplicación en el mundo por ser el principal elemento para la fabricación de concreto. En el pasado sólo se empleaba pasta de OPC y agregados, pero en la actualidad el concreto se compone de otros materiales cementantes que actúan como reemplazos parciales del OPC. Una desventaja de la fabricación de OPC

son las elevadas cantidades de emisiones de dióxido de carbono producto de la quema de combustible y la descomposición de la piedra caliza, donde se ha calculado que por cada tonelada de OPC fabricada se tiene cerca de una tonelada de CO₂. Las fábricas de cemento reportan una emisión de 1,5 billones de toneladas de CO₂ en la atmósfera anualmente. Por lo tanto, la conservación del medio ambiente se ha convertido en la fuerza impulsora para la búsqueda de nuevos materiales sustentables para reemplazar el concreto convencional basado en OPC (3).

2.1.2. Cemento Hidráulico Tipo GU

El cemento es el producto de la mezcla de clinker, yeso y otros aditivos, donde el OPC es utilizado como aglutinante (5). El cemento Tipo GU (Uso General) es uno de ellos, el cual se aplica para la elaboración de concretos y morteros de uso general que no demanden alta resistencia inicial, concretos de uso masivo, con requerimientos de alta resistencia a los sulfatos, o al agua de mar y de bajo calor de hidratación (6,7).

En Apéndices se encuentra un certificado de producto del cemento Tipo GU el cual será usado para la manufactura de las estructuras de las viviendas y uno de los techos.

2.1.3. Cementos Activados Alcalinamente

Caijun Shi et al. (8) indica que el primer uso de un álcali como componente de materiales cementantes data de 1930 cuando Kuhl, de Alemania, estudió el comportamiento de escorias en presencia de potasa cáustica. En 1937, Chassevent midió la reactividad de las escorias usando hidróxido de potasio y solución de soda. Purdon (1940, Bélgica) investigó sobre cementos libres de clinker constituidos por escorias y álcalis cáusticos producidos por una base y una sal alcalina. Luego, en 1957, Glukhovsy (URSS) sintetizó aglutinantes utilizando aluminosilicatos anhidros e hidratados (rocas vidriosas, arcillas, escorias metalúrgicas, etc.) y álcalis, además propuso el sistema de cementación $\text{Me}_2\text{O}-\text{MeO}-\text{Me}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$, y llamó al aglutinante "soil-cement". Y, en 1981, Davidovits (Francia) combinó álcalis con una mezcla quemada de caolinita, piedra

de cal y dolomita. Llamó a los aglutinantes "geopolímeros", ya que tienen una estructura polimérica.

Los cementos y concretos activados alcalinamente son reconocidos en todo el mundo debido a sus ventajas como bajo coste energético, alta resistencia mecánica y buena durabilidad frente a los cementos Portland. Por ejemplo, se han obtenido valores iniciales muy altos de resistencia a la compresión, alrededor de los 27 MPa, y altas resistencias a la rotura después de 28 días, alrededor de los 175 MPa. Además, estos productos obtienen valores altos de pH entre 13 y 14, y para su fabricación requieren bajo contenido de agua (ratio agua/sólidos de 0,2 – 0,3) y minerales ricos en silicatos y aluminio con tamaño de grano muy fino como las arcillas, cenizas, escorias y rocas que son de fácil adquisición. Tal es el caso de Rusia que en la década de 1960 se aprovechaban las cenizas o escorias, productos de la industria, para fabricar cementos empleados en la fabricación de tubos de hormigón, revestimientos de túneles, muros, cubiertas y vigas estructurales y pilotes (8,9).

A pesar de ser considerados como reemplazo de los cementos comunes, éstos poseen también desventajas como su carbonatación muy lenta en condiciones húmedas; sin embargo, se agrietan y carbonatan muy rápidamente bajo las condiciones de secado. La contracción de las pastas y concretos de estos cementos activados usualmente aumenta a medida que el contenido de cal disminuye en el sistema. Además, la mayoría de los aditivos químicos en el mercado son principalmente para concretos basados en cemento Portland, por lo tanto no trabajan bien con éstos. Y, con respecto a la materia prima utilizada, sus características químicas y físicas pueden variar de una fuente a otra, generando dificultad en su control y calidad (8).

2.1.3.1. Activadores alcalinos

Por lo general, las sales de álcalis cáusticos o sales alcalinas se utilizan como activadores alcalinos para los concretos de cementos activados alcalinamente. Los activadores tienen la función de acelerar la solubilización de la fuente de aluminosilicato, favorecer la formación de hidratos estables de baja solubilidad y promover la

formación de una estructura compacta con estos hidratos (10). El uso de álcalis como el hidróxido de sodio y potasio se registra desde 1930 en la prueba de adición de ceniza en el cemento portland (9).

Los activadores NaOH , Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ y Na_2SO_4 , son los productos químicos más económicos y ampliamente disponibles, lo contrario ocurre con algunos compuestos de Potasio cuyas propiedades son muy similares a los del sodio pero su adquisición y costes dificultan su empleo (8).

2.1.3.2. Puzolanas

De acuerdo con la norma ASTM C 618 (2003), una puzolana se define como "un material silíceo ó silíceo-aluminoso, el cual por si solo tiene muy poco o ningún valor cementante, pero con cavidades finamente divididas y en presencia de humedad, reaccionará químicamente con hidróxido de calcio a temperaturas

ordinarias para formar compuestos que poseen propiedades cementantes" (11).

Existen distintas clasificaciones para las puzolanas, la más común las dividen en dos grupos: las naturales y las artificiales. Ejemplos típicos de las naturales son los vidrios volcánicos, tobas, cenizas volantes y diatomeas. Se estima que alrededor del 5% de la superficie sólida de la Tierra está cubierta por rocas volcánicas. Por otra parte, al segundo grupo pertenecen un gran número de sub-productos industriales y materiales con reactividad puzolánica como la arcilla cocida, esquisto quemado, arroz quemado, cenizas volantes, escoria, humo de sílice, entre otras (8,12).

Independientemente de la fuente o de la naturaleza, las puzolanas consisten principalmente de SiO_2 y Al_2O_3 . El contenido total de SiO_2 y Al_2O_3 está usualmente por encima del 70%. Entre los otros óxidos que constituyen las puzolanas están el Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O , etc. El contenido total de Na_2O y K_2O puede ser más del

10% en algunas zeolitas, que es la materia prima en este trabajo (8).

2.2. Geopolímeros basados en zeolitas

Los geopolímeros son productos fabricados por el hombre. Son polímeros inorgánicos sintetizados a base de aluminosilicatos y activadores altamente alcalinos. El procesamiento típico de los geopolímeros implica la adición de un activador alcalino (hidróxido de sodio o de potasio) a un aluminosilicato, tal como cenizas volantes, zeolita o metacaolín, y su posterior mezcla y curado a una temperatura moderada (3,4,13).

Los geopolímeros tienen diferentes aplicaciones como inmovilizar los materiales tóxicos y radiactivos, presentar resistencia al fuego como los cerámicos, proteger diferentes superficies, inclusive en metales, usándolos como revestimiento debido a su alta resistencia mecánica, térmica y química, y también se los puede aplicar para reparaciones por su resistencia superior a la abrasión pues han demostrado tener

mejor fuerza de unión de los enlaces que los concretos hechos de OPC (3,4).

Los geopolímeros han surgido recientemente como un material aglutinante en ingeniería, con propiedades ambientalmente sustentables, siendo una ventaja que la producción de sus materias primas no requiere un alto nivel de consumo de energía, el cual se calcula es aproximadamente 60% menor que la requerida por el OPC. Adicionalmente, se ha calculado que se reduce la emisión de contaminantes en un 80% debido a que no existe calcinación en su fabricación (3,13).

2.2.1. Zeolita

Las zeolitas son aluminosilicatos hidratados con tetraedros de alúmina y sílice apiladas simétricamente que resultan en una estructura tridimensional abierta y estable en forma de panal con canales de interconexión de diámetros iguales. Estos canales permiten el fácil movimiento de los iones residentes y moléculas dentro y fuera de la estructura. El diámetro de estos

canales abiertos es lo que diferencia a cada especie de zeolita natural y explica sus propiedades únicas (8).

Pocos son los trabajos que han empleado zeolitas sin sintetizar. Se ha utilizado ceniza volante ó metacaolín como material de partida principal, y la zeolita o bentonita como material complementario, y como activador se ha utilizado NaOH y CaO juntos (14). A las zeolitas naturales se las conoce por sus aplicaciones en purificación y separación de gases, procesos de absorción especialmente para tratamientos de aguas residuales, así como en intercambiadores de calor y sistemas de enfriamiento pasivo, siendo utilizadas en su mayoría las zeolitas sintetizadas (15,16).

2.3. Materiales de construcción y eficiencia energética

En climas tropicales, la envolvente de los edificios a base de cemento presentan características térmicas pobres que inducen altas temperaturas interiores afectando directamente el confort térmico de las personas, y como consecuencia, provocando un uso excesivo de

los sistemas mecánicos de refrigeración activa (17,18). El confort térmico según ASHRAE es aquella condición de la mente que expresa satisfacción con el ambiente térmico (19). Se relaciona con lo caliente o frío que la persona siente y está relacionado con el entorno que la persona ocupa. Según estudios se ha recomendado que la temperatura en lugares cerrados en climas tropicales esté en el rango de 20°C y 25°C con una humedad relativa superior al 50%. Cabe recalcar que la temperatura y la humedad relativa no son los únicos factores que influyen en el confort térmico de la persona (2,17,20).

En la búsqueda del aumento de la eficiencia energética, varios materiales han sido evaluados dentro del área de construcción, en especial para aislamiento térmico de edificaciones. Entre ellos están los minerales, aerogels, desecantes, materiales higrotérmicos y materiales de cambio de fase (PCM, por sus siglas en inglés). Una de las características importantes de los materiales aislantes es que aquellos que tienen mayor cantidad de aire atrapado en su interior son los que presentan mejores propiedades como aislante térmico. Estos materiales pueden dividirse en dos grupos dependiendo de su estructura, los naturales y los sintéticos. Algunos ejemplos se observan en la siguiente tabla (17):

Tabla 2.1. Materiales minerales para fabricación de aislantes térmicos y productos aplicados a la construcción.

Materiales aislantes inorgánicos	
Naturales	Sintéticos
Perlita expandida	Lana mineral:
Vermiculita exfoliada /	• Lana de vidrio
Mica expandida	• Lana de roca
Arcilla expandida	Vidrio celular
Piedra pómez	Espuma de vidrio
Ladrillos aislantes de arcilla	Espuma de silicato de calcio
	Fibras cerámicas
	Aerogel
	Ácido silícico pirogénico / (paneles de aislamiento al vacío)
	Lana de escoria
	Espuma de yeso

Para aplicaciones de techos de viviendas, por lo general se emplean techos metálicos, láminas de gypsum, planchas de zinc y modificaciones como recubrimientos de poliuretano, ladrillos de arcilla, láminas de policarbonato alveolar, entre otros, según el clima de la región. En el presente trabajo se analizará un techo de mortero

contra tres a base de geopolímeros para determinar su comportamiento térmico.

2.4. Uso de geopolímeros para aplicaciones de eficiencia energética

Trabajos anteriores relacionados con geopolímeros a base de cenizas volantes o metacaolín han analizado y cuantificado sus propiedades mecánicas, químicas y térmicas; por ejemplo, se estudió el comportamiento del geopolímero a elevadas temperaturas concluyendo que estos materiales pueden ser aplicados como barreras térmicas en forma de paneles resistentes al fuego (3,21).

Por otra parte, se realizaron comparaciones entre pastas, morteros y concretos a elevadas temperaturas encontrando una óptima combinación de muestras (13). Sin embargo, estudios térmicos con zeolitas naturales ecuatorianas no se han publicado, en este trabajo se desea comprobar si este nuevo tipo de geopolímero es capaz de reducir la temperatura interna de un área cerrada más que un mortero por medio de una simulación con viviendas a escala.

CAPÍTULO 3

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Recolección de materia prima

Basándose en la información publicada en anteriores trabajos del Componente 6 del Programa VLIR-ESPOL, la zeolita con mejores características fue aquella recolectada en Manglaralto, en la provincia de Santa Elena, a lo largo del río Ayampe, a la cual se la denominó como ZEO 2 (12,15).

Las muestras ZEO 2 son rocas compactas de color verde y marrón con ciertas láminas de color verde oscuro. A continuación, se presentan imágenes del día de la recolección con sus respectivas coordenadas.

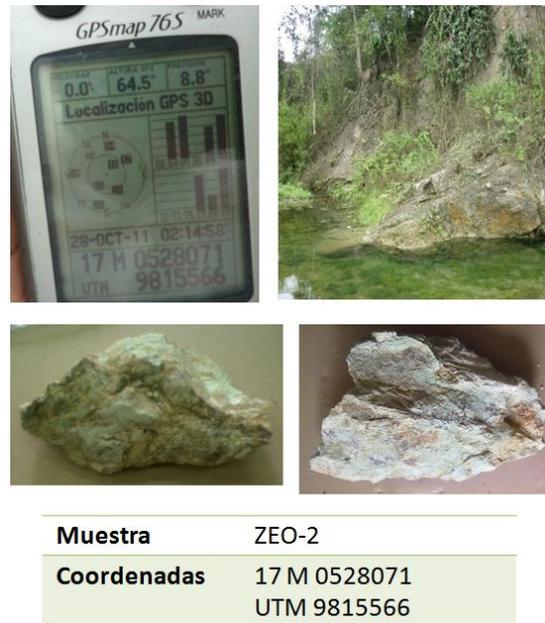


Figura 3.1. Recolección de materia prima.

3.2. Preparación de muestras y objetos de prueba

3.2.1. Elementos a base de mortero

Un techo y las estructuras de las viviendas a escala, fueron construidos para la simulación térmica. Los ratios de cemento/arena y agua/cemento empleados fueron de 0,364 y 0,485, respectivamente. Estos cálculos y demás

especificaciones para la formación de las partes se encuentran en la norma ASTM C109 (22, 23).

Las porciones de arena, cemento, y agua calculadas fueron mezcladas en un recipiente plástico hasta que se obtuvo una mezcla con apariencia de lodo, y luego se la vertió en los moldes de madera. Después de dejarlos reposar a la intemperie por 72 horas, fueron desmoldados y sumergidos en agua a temperatura ambiente, alrededor de 21 °C, durante 14 días. Al finalizar este periodo, se dejaron secar las partes de mortero a temperatura ambiente por 7 días hasta realizar el experimento. La apariencia de las partes fabricadas era porosa y resistente a la manipulación.

Las dimensiones de cada sección de la vivienda a escala se presentan en la tabla 3.1 y figura 3.2.

Tabla 3.1. Dimensiones de las secciones de mortero (mm).

Secciones	Ancho	Altura	Profundidad	Cantidad
Lateral	195	15	100	2
Posterior	130	15	100	1
Base	195	15	160	1
Techo	250	15	200	1

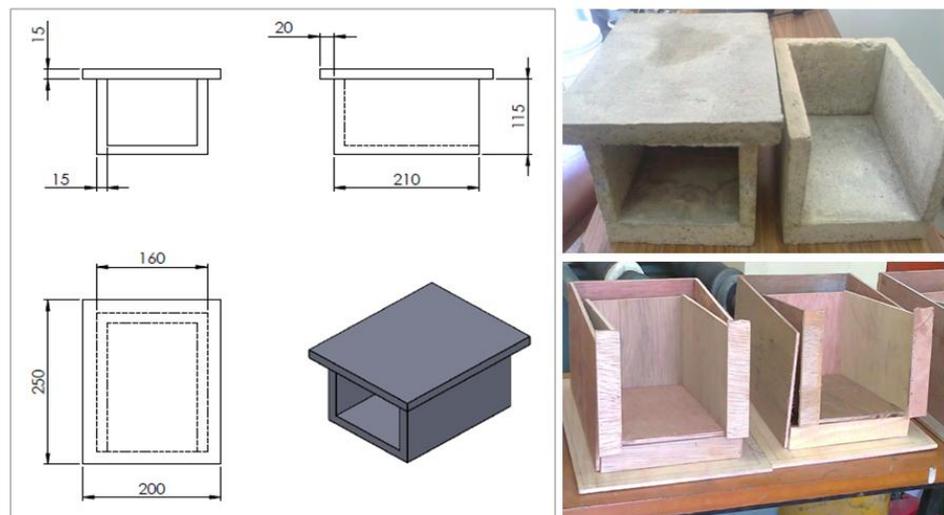


Figura 3.2. Dimensiones de los cuerpos modelo y techo (mm).

3.2.2. Geopolímeros

Como materia prima y activador alcalino fueron empleados la zeolita tratada con tamaño de grano de 45 μm y el hidróxido de

potasio suministrado por Merck. El hidróxido fue disuelto en agua destilada para obtener la solución de 10 M y así poder sintetizar los geopolímeros.

A continuación se detallan las cantidades de zeolita e hidróxido que fueron empleadas para cada muestra en las tablas 3.2 y 3.3.

Tabla 3.2. Materia prima para fabricación de 5 cubos de geopolímero (50 mm).

Código	Zeolita [g]	Concentración [%]	KOH – 10 M [ml]
C1	200	30	60
C2		35	70
C3		40	80
C4		45	90
C5		50	100

Tabla 3.3. Materia prima para fabricación de 3 techos de geopolímero (250x200x15 mm).

Código	Zeolita [g]	Concentración [%]	KOH – 10 M [ml]
S1	1100	35	385
S2		40	440
S3		45	495

3.2.2.1. Obtención de zeolita con grano de partícula 45 μm

Las tobas zeolíticas recolectadas fueron lavadas y secadas a la intemperie. Luego, con un mazo y martillo, éstas fueron trituradas obteniendo tamaños inferiores a 5 cm. Para disminuir aún más su tamaño de grano, las piedras fueron pulverizadas por un molino de bolas a una velocidad de 50 RPM durante 4 horas. Finalmente, el polvo obtenido fue recolectado y pasado a través de los tamices normados ASTM E-11 # 8, 60, 100, 200 y 325.

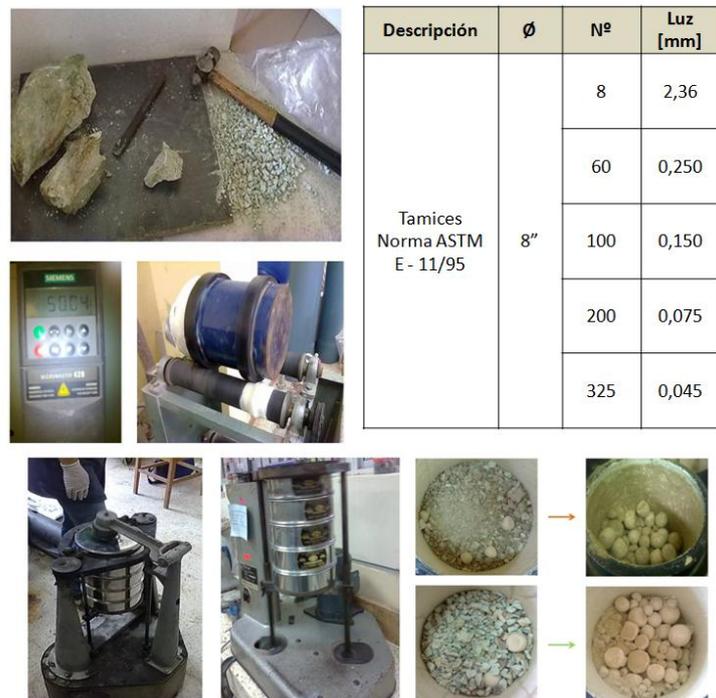


Figure 3.3. Procedimiento para obtención de zeolita con tamaño de grano de 45 μm .

3.2.2.2. Preparación de la solución alcalina



Figura 3.4. Procedimiento para preparación de solución de hidróxido de potasio.

En un matraz volumétrico normado de 500 ml fueron vertidos 280,55 g de KOH y agua destilada hasta llenar la mitad del mismo. Luego, el contenido fue disuelto por agitación circular, teniendo cuidado con la reacción exotérmica. Se continuó agregando agua destilada, poco a poco, y agitando en cada adición hasta que la solución se tornó transparente. Después, se vertió más agua destilada hasta la línea marcada en el matraz. Entonces, el frasco fue sellado y agitado hasta homogenizar el

contenido. Finalmente, el matraz se dejó reposar sin sellar para liberar las burbujas por 24 horas quedando lista para usar.

3.2.2.3. Preparación del geopolímero

Al no existir una norma específica para la fabricación de geopolímeros, las normas NTE INEN 488:2009 y NTE INEN 155:2009 (22,24) fueron usadas como referencia para construir los cubos de 50 mm en los moldes de bronce y los techos en los moldes de madera.

La zeolita de 45 μm fue secada en el horno a 60 °C por 24 horas. Luego, se separó 200 g de zeolita para la manufactura de cada cubo y por otro lado se apartaron 1100 g para la fabricación de cada uno de los techos. En ambos casos la cantidad seleccionada fue colocada en el tazón metálico y luego con una pipeta fueron agregados 10 ml del activador alcalino para los cubos y 100 ml para los techos. Ambos elementos fueron mezclados con el equipo HOBART (Ver tabla 3.4) a 60 RPM (baja velocidad) por 5 minutos y en cada adición del activador,

de 10 en 10 ml para los cubos y de 100 en 100 ml para los techos hasta completar la cantidad especificada, el equipo fue detenido para poder remover la mezcla de las paredes del tazón y paleta, de tal manera que ésta fuera homogénea. Posteriormente la velocidad de mezclado aumentó a 124 RPM (velocidad media), esta velocidad se aplicó durante 25 minutos teniendo cuidado con la reacción exotérmica debida a la disolución de KOH en agua destilada porque incrementaba la temperatura del tazón de mezclado.

Después, el contenido del tazón fue removido y colocado por capas apisonándolas como se indica en la norma NTE INEN 488:2009 (22), hasta completar el molde de bronce o de madera. Enseguida, éste fue guardado y sellado en una funda plástica y luego colocado dentro de un horno a 60 °C hasta que apareciera alguna grieta en la superficie de la muestra. Finalmente, el molde fue retirado del horno y la muestra desmoldada dejándola reposar a temperatura ambiente.



Figura 3.5. Preparación de los cubos de geopolímeros.

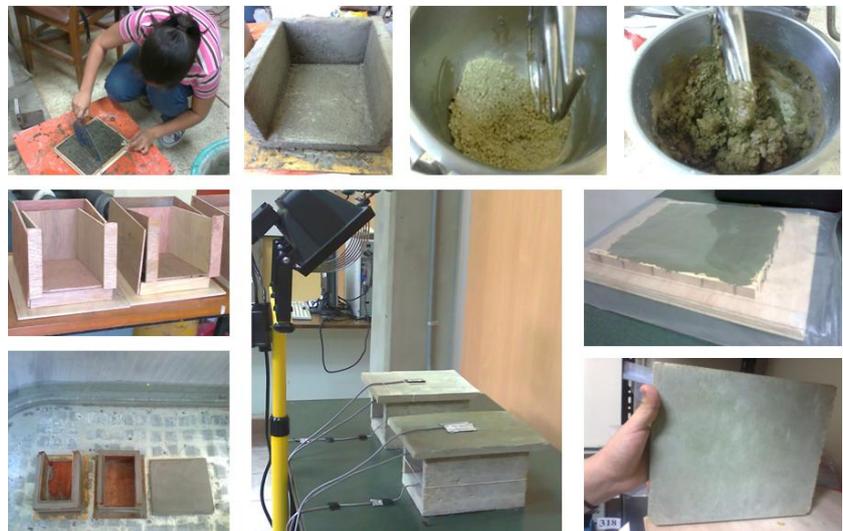


Figura 3.6. Preparación de las partes de mortero y geopolímeros.

El tiempo de curado para el mortero fue utilizado para el de los geopolímeros con el fin de tener mismas condiciones de fabricación y poder comparar resultados en la simulación y ensayos de laboratorio.

3.3. Equipos y accesorios

Los equipos y materiales empleados en la elaboración de las muestras desde la recolección de la materia prima fueron:



Figura 3.7. Equipos y accesorios para la fabricación de geopolímeros.

Tabla 3.4. Lista de equipos y accesorios.

Tabla 3.4. Lista de equipos y accesorios.	
Equipos	<ul style="list-style-type: none"> – GPSmap-76 S – Molino de bolas – Tamizadora Ro -Tap, modelo B – Balanza Excellence Plus XP con Kit – Mezcladora marca HOBART, modelo N-50 – Estufa electrónica marca MEMMERT, modelo 100-800
Accesorios / Insumos	<ul style="list-style-type: none"> – Pico y pala – Martillo / mazo – Paleta metálica – Mascarilla – Guantes de látex – Bolas cerámicas – Envases y fundas plásticas – Tamices normados ASTM E-11 # 8, 60, 100 y 325 – Pipeta y pera – Agua destilada – Matraz volumétrico de 500 ml con tapa – Apisonador y paleta – Tazón metálico – Brocha y aceite – Molde de bronce para 3 cubos de 50 mm, marca ELE – Moldes de madera

3.4. Caracterización y Pruebas experimentales de comportamiento térmico en aplicaciones a la construcción

3.4.1. Determinación de la densidad de la zeolita y geopolímeros

La guía de la balanza analítica marca Ohaus, modelo Explorer Pro, fue usada para medir la densidad de fracciones menores a 1 cm tanto de la zeolita recolectada como del geopolímero.

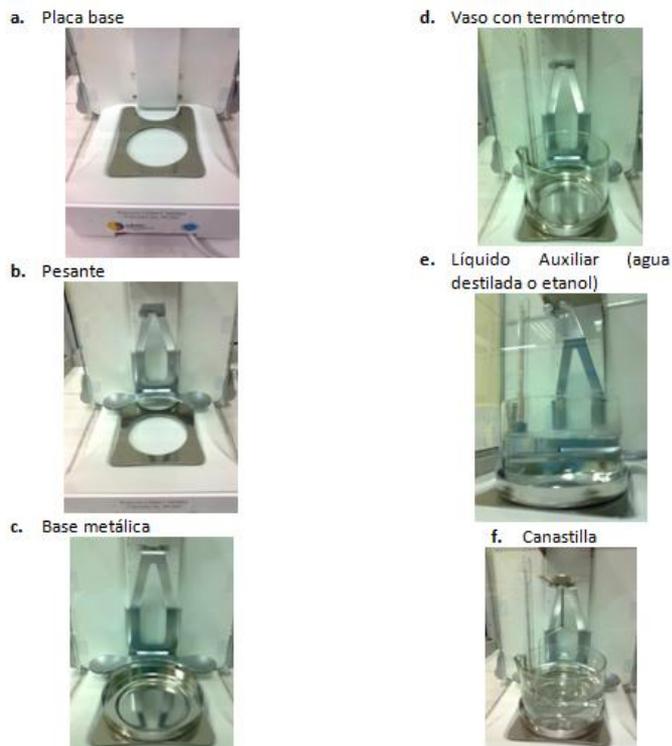


Figura 3.8. Secuencia de ensamble de accesorios del equipo.

El procedimiento fue el siguiente: primero, con la ayuda del software, el equipo fue configurado para trabajar con sólidos porosos. Luego, los accesorios fueron limpiados con agua destilada y colocados en la secuencia mostrada en la figura 3.8.



Figura 3.9. Pasos para la medición de la densidad.

Luego, con un pincel se removieron burbujas de aire sobre las superficies de las partes. A continuación, el vidrio horizontal del equipo fue colocado a corta distancia de los accesorios instalados para tener menor espacio de trabajo y de esta manera disminuir el tiempo de estabilización de la lectura. Se cerraron las puertas deslizantes para poder tarar la balanza. Enseguida, la temperatura del líquido auxiliar mostrada por el termómetro fue ingresada con el comando "Temp. LA" para luego iniciar la medición presionando el comando "Comienzo".

La muestra, zeolita ó geopolímero, fue colocada en uno de los platos del pesante con una pinza para evitar contaminarla. Luego de estabilizarse la lectura, la muestra fue sumergida en un recipiente con aceite hasta que desaparecieran todas las burbujas. Se dejó escurrir el aceite y de nuevo se la colocó en el plato del pesante para la siguiente medición. La última lectura se la obtuvo ubicando la muestra en la canastilla sumergida completamente en el líquido auxiliar.

Nueve mediciones de zeolita fueron realizadas para calcular la mediana de las mismas y este valor se designó como la densidad del material.

3.4.2. Resistencia a la compresión

La norma ASTM C109 (22,23) fue tomada como referencia para realizar el ensayo de resistencia a la compresión de las cinco muestras de geopolímeros. Para su ejecución fue empleada una máquina de ensayos universales marca SHIMADZU®, modelo UH-600KNi, trabajando a una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min y aplicando como máximo una fuerza de 120 kN.



Figura 3.10. Muestras ensayadas en compresión.

Antes de iniciar con el ensayo, el paralelismo de las caras de todos los cubos fue corregido mediante lijas de agua. Luego se midieron las tres dimensiones de cada cubo con un calibrador Vernier digital para ser ingresados en el software Trapezium junto con las condiciones de trabajo anteriormente citadas. A continuación, la muestra fue colocada sobre la base metálica del equipo en concordancia con el orden de ingreso de las dimensiones en el programa, y se dio inicio a la compresión hasta la ruptura del cubo.

3.4.3. Análisis Termogravimétrico y Calorimetría Diferencial Simultánea (TGA-DSC)

Mediante este ensayo se pretende conocer el comportamiento térmico de las muestras dentro de un ambiente inerte y un rango de temperatura controlado, y además observar si existen alteraciones como cambios de fase, colapso de la estructura cristalina ó la descomposición de ciertos compuestos como el agua o dióxido de carbono. En este ensayo se utilizó un Analizador Térmico Simultáneo SDT marca TA®, modelo Q600. Las mediciones fueron realizadas con una rampa de 10 °C/min,

en un rango de 37 – 1000 °C con una tasa de flujo de nitrógeno de 50 ml/min.



Figura 3.11. Equipos y utensilios para ensayo TGA-DSC.

La guía del equipo fue consultada para revisar la conexión y configuración del mismo. Luego con agua destilada fueron limpiados los dos crisoles de alúmina, el de referencia y para la muestra, la pinza y paleta metálica, el mortero y el pistilo. Después con un mechero Bunsen fueron eliminadas las impurezas y humedad de los crisoles. Éstos fueron enfriados con la temperatura del cuarto y luego colocados con una pinza dentro del horno como se muestra en la figura 3.12 para proceder a tarar las balanzas internas.

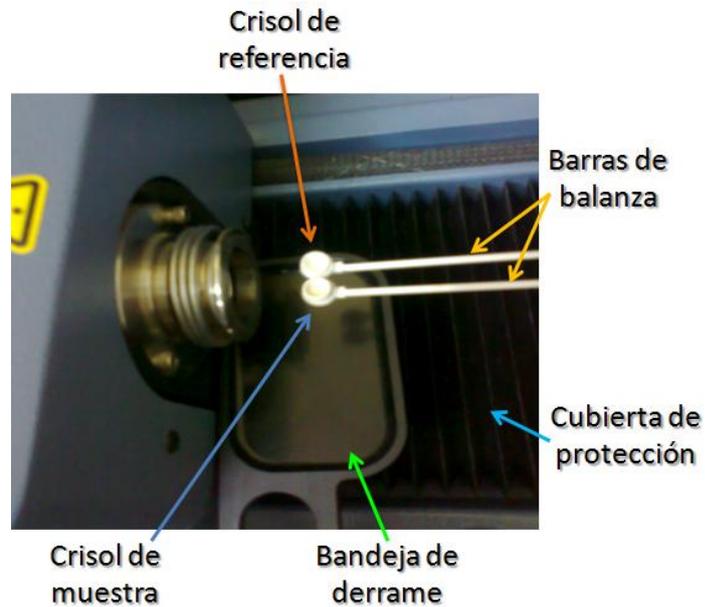


Figura 3.12. Partes del equipo y ubicación de los crisoles.

Los pedazos de cada cubo a ensayar fueron sumergidos en metanol durante 1 día y luego secados en el horno durante media hora a 70 °C, para después ser triturados en el mortero. Después, con la paleta metálica pequeña el polvo secado fue colocado en el crisol para muestras hasta completar de 8 a 10 mg. Una vez cerrado el horno se giró 90° la válvula de nitrógeno en sentido anti horario y se esperó a que se estabilicen los datos. Después las condiciones de trabajo anteriormente detalladas fueron ingresadas al software y con el comando RUN inició el ensayo. Terminado el ensayo, el paso del nitrógeno se

cerró y se esperó hasta que la temperatura del horno bajara alrededor de los 40 °C para poder sacar los crisoles.

3.4.4. Difracción de Rayos X (DRX)

Para la identificación y la cuantificación de las fases cristalinas presentes en la muestra de zeolita y de los geopolímeros formados se utilizó un difractómetro de rayos X PANanalytical® X'pert equipado con un tubo de rayos catódicos de Co (40 kV; 40 mA), con una evaluación en un rango de 2θ de 5° a 90°, con un paso de 0,017 grados. Se trabajó con el software High Score Plus® con el que se pudo identificar y cuantificar las fases cristalinas y amorfas presentes en las muestras por el método de Rietveld.

La guía del equipo fue revisada para conocer la configuración del mismo. Los utensilios para este ensayo fueron limpiados con etanol. Guantes de látex se usaron para evitar ensuciar los instrumentos y muestras.



Figura 3.13. Accesorios para ensayo de difracción de Rayos X.

Se trituró en un mortero pedazos del geopolímero formado. Se pesó por separado 0,7 g de la muestra (zeolita de $45\mu\text{m}$ o polvo de geopolímero) y 0,07 g de ZnO. Ambos elementos fueron mezclados y colocados en el portamuestras de 10 mm de diámetro previamente ensamblado. Con un cilindro metálico se apisonó la muestra contra la base y se quitó el material restante con una superficie lisa. La segunda parte del portamuestras fue ajustado para liberar todo el conjunto, colocarlo dentro del difractómetro e iniciar el ensayo con la ayuda del software.

3.4.5. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)

Este ensayo permite identificar los enlaces químicos de las moléculas de cada muestra mediante las vibraciones

provocados por la interacción con el infrarrojo. La caracterización de la zeolita y los geopolímeros se llevó a cabo en un espectrómetro FT-IR de Perkin Elmer en modo de transmitancia, en un rango de frecuencia entre 400 y 4000 cm^{-1} , con una resolución de 8 cm^{-1} . Para la preparación de las muestras se utilizó la prensa hidráulica marca MEGA, modelo KMG-15.

Guantes de látex se emplearon como protección. Los utensilios para la preparación de las muestras fueron limpiados con etanol o alcohol industrial. El frasco con Bromuro de Potasio fue colocado en el horno por media hora a 70 °C para disgregarlo. Luego se pesaron por separado 4 mg de la zeolita de 45 μm o del geopolímero en polvo, y 220 mg de KBr. En un mortero se mezclaron ambos elementos hasta obtener una mezcla homogénea, ésta fue realizada en un tiempo inferior a 5 minutos para evitar que atrape humedad del ambiente. Luego fueron ensamblados a presión la base y el dado metálicos para después introducir los discos y esparcir homogéneamente la muestra entre ellos. Se evitó el contacto con las caras pulidas de los discos para no alterar la muestra.



Figura 3.14. Accesorios y muestra para ensayo FT-IR.

Con el apisonador se presionan los discos y al final colocando todo el conjunto en la prensa hidráulica, aplicando una fuerza menor a 10 Ton, se forma la pastilla a analizar en el espectrómetro. En el software Spectrum fueron insertadas las condiciones de trabajo anteriormente detalladas. Primero se realizó un background (3 ciclos) sin la pastilla y después de colocar la pastilla en la base con el lente se corrió el programa (3 ciclos).

3.4.6. Simulación del comportamiento térmico

La idea está basada en el trabajo realizado por E. Martínez et al. (18) sobre sistemas de enfriamiento pasivo bajo la comparación de techos a base de cemento con y sin planchas de aluminio más una capa de poliuretano.

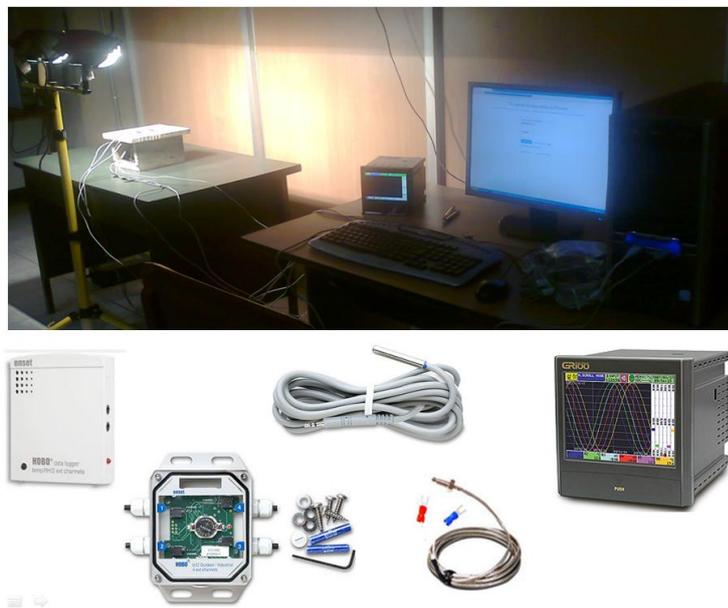


Figura 3.15. Instrumentos empleados para la simulación.

Fuente: <http://www.onsetcomp.com>; <http://eng.hynux.com>

En este trabajo se realizó la medición de temperaturas en tres puntos de tres viviendas a escala, y en tres puntos de una vivienda “control” construida utilizando cemento comercial. Para dicho fin fueron empleadas dos lámparas de halógeno de 500

W que alineadas con los techos de mortero y geopolímero simularon la radiación del sol. Éstas fueron instaladas con una inclinación de 45° y a 47 cm desde la base de las viviendas a escala durante 7 horas hasta que se alcanzara el estado estable. Para el registro de las temperaturas fueron utilizados sensores marca HOBOWare y un GR100 Graphic Recorder con termocuplas tipo J. Las temperaturas de la localidad y la humedad relativa también fueron registradas.



Figura 3.16. Simulación térmica con techos de mortero y geopolímero.

Primero se armaron las viviendas a escala colocando el techo de mortero de cemento y de geopolímero sobre las bases correspondientes de mortero de cemento. Se instalaron las lámparas y los accesorios para la medición de temperaturas. Los sensores fueron colocados en tres puntos principales de la maqueta: parte superior e inferior del techo y en el interior de la vivienda a escala. Después éstos se programaron para la simulación por 7 horas. Finalmente, se encendieron las lámparas y se corrió el programa HOBOWare y GR100.

CAPÍTULO 4

4. PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del ensayo de compresión a la pasta de polímeros inorgánicos, su caracterización y los de la simulación térmica de las viviendas a escala.

4.1. Densidad de la zeolita y geopolímeros

En la tabla 4.1 se presentan los valores de densidad que se calcularon para cada una de las muestras. De los datos obtenidos se observó una relación directamente proporcional entre el contenido del activador alcalino con la densidad, a excepción del último cubo ($r^2=0,62$). A mayor cantidad de hidróxido de potasio, más denso se

vuelve el geopolímero lo cual se va en contra de lo que se necesita en este trabajo, un material aislante ligero (25).

Tabla 4.1. Densidad de la materia prima y geopolímeros.

Muestra	g/cm³
C1 - 30% 10 M KOH	1,47
C2 - 35% 10 M KOH	1,71
C3 - 40% 10 M KOH	1,78
C4 - 45% 10 M KOH	1,81
C5 - 50% 10 M KOH	1,76
Zeolita recolectada	1,88

Por otra parte, a medida que se agregaba más activador, la mezcla era más trabajable, pero no se llegó a obtener un gel como se especifican en otras publicaciones. Cabe recalcar que en éstas se utilizaron otros activadores alcalinos y diferente materia prima; como resultado, los valores de densidad reportados eran inferiores (25,26) ó superiores a los alcanzados en este estudio (10,13,27).

En esta tabla también se observa que la densidad de la zeolita sin activación presentó una mayor que la activada. Esto se lo puede atribuir a la gran cantidad de poros que se formaron en los

geopolímeros haciendo a estos compuestos más ligeros que la zeolita (28).

4.2. Resistencia a la compresión del geopolímero

La tabla 4.2 y la figura 4.1 presentan las dimensiones y los valores de resistencia a la compresión de las cinco pastas de geopolímero fabricados.

Tabla 4.2. Dimensiones de los geopolímeros y su resistencia a la compresión.

	Ancho	Profundidad	Alto	Esfuerzo de compresión
	[mm]			[MPa]
C1	50,73	50,46	50,52	1,877
C2	50,17	49,80	50,90	8,524
C3	49,55	49,91	50,68	10,963
C4	49,90	49,77	50,76	6,813
C5	49,81	49,98	50,85	5,335

La muestra C3 con 40% de hidróxido de potasio presentó el mejor resultado del ensayo a la compresión y a partir de esta condición se fabricaron los tres techos para las viviendas a escala (S1, S2 y S3).

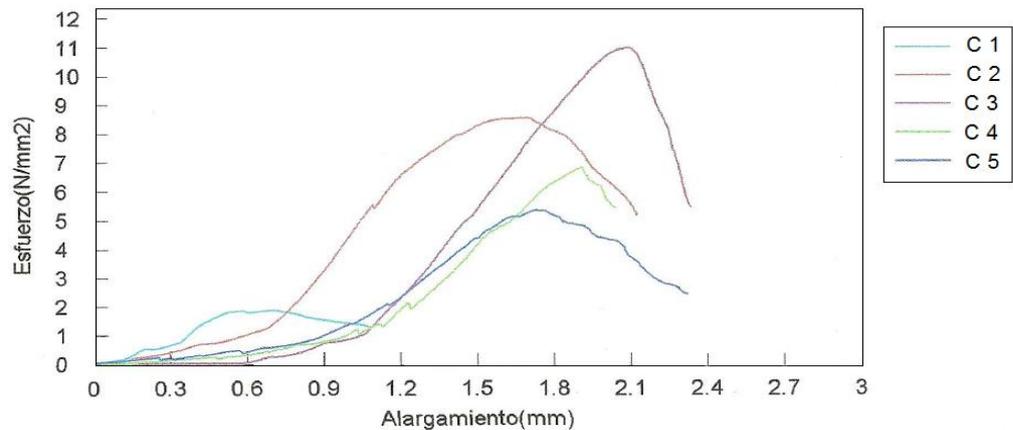


Figura 4.1. Curvas del esfuerzo a la compresión en función del alargamiento de las muestras.

En otros estudios se han elaborado geopolímeros bajo similares condiciones de trabajo, pero usando diferentes materias primas como metacaolín y ceniza volante, y además con activadores como NaOH y silicato de sodio, donde los valores de densidad y resistencia a la compresión que reportaron fueron menores a los presentados en las tablas 4.1 y 4.2 (4,25,26). En contraste, en otros estudios se obtuvieron valores superiores pero a los primeros días de su fabricación (3,13,27). Según Pimraksa et al., Heah et al. y Kong et al. estas variaciones se debieron a los cambios en los ratios de sólido/líquido que influyen en la trabajabilidad de la mezcla, también la concentración y tipo de activador empleado pues los iones de potasio son más grandes que los de sodio y por consiguiente no

proporcionan alta resistencia de las uniones como con el sodio. También influyen las condiciones de curado donde se obtiene baja resistencia a la compresión si son expuestos a altas temperaturas ó se obtienen altas resistencias a mayor tiempo de curado. La procedencia de las materias primas, la presencia de agua en la microestructura, el tipo de enlaces y cambios en la estructura que se generaron en la polimerización son factores que definen las propiedades mecánicas, térmicas y químicas de los geopolímeros (13,25,26).

Según W. Rickard et al. (21) al aumentar la densidad del geopolímero, sus propiedades mecánicas mejorarán, pero su capacidad para aislar térmicamente disminuirá por la reducción de contenido de aire en la muestra. La correlación calculada para la densidad y esfuerzo de compresión de los cubos fue $r^2=0,56$. Se observa en las tablas 4.1 y 4.2 que al incrementar el contenido de KOH, aumenta la densidad y también la resistencia a la compresión pero a partir de C3 la resistencia decayó, lo que sugiere que los primeros cubos pueden llegar a comportarse como aislantes térmicos.

4.3. Análisis Termogravimétrico y Calorimetría Diferencial Simultánea

A las seis muestras presentadas en la tabla 4.3 se les realizó la misma preparación antes del ensayo, con la excepción que a la zeolita sin activar no se la sumergió en metanol ni se la ingresó al horno. La pérdida de masa total aumentó a medida que se incrementaba la concentración del activador alcalino ($r^2= 0,95$).

Tabla 4.3. Pérdidas de masa en porcentajes (%) de la zeolita no activada y los geopolímeros.

	70 – 200 °C	200 – 500 °C	500 – 750 °C	750 – 1000 °C	Total
Zeolita	6,326	3,322	4,654	0,758	15,06
C1	7,031	3,084	4,378	0,491	14,99
C2	7,123	3,374	4,316	0,412	15,22
C3	8,571	3,911	3,614	0,514	16,61
C4	9,948	4,280	3,157	0,572	17,96
C5	10,390	4,437	2,702	0,377	17,91

En la figura 4.2 se observa que antes de los 200 °C los cubos presentaron una pérdida alta y rápida de masa debido a la evaporación de agua higroscópica en las muestras con respecto a las otras secciones de las curvas, aunque la caída de la curva de la zeolita fue más lenta. Luego, se tuvo pérdidas menores por la deshidroxilación que también se incrementaron con el aumento de

KOH. A partir de los 500 °C se presentó un cambio en las curvas debido a la descarbonatación en las muestras, pero las pérdidas disminuyeron con la presencia del activador alcalino y las curvas se fueron estabilizando hasta los 1000 °C.

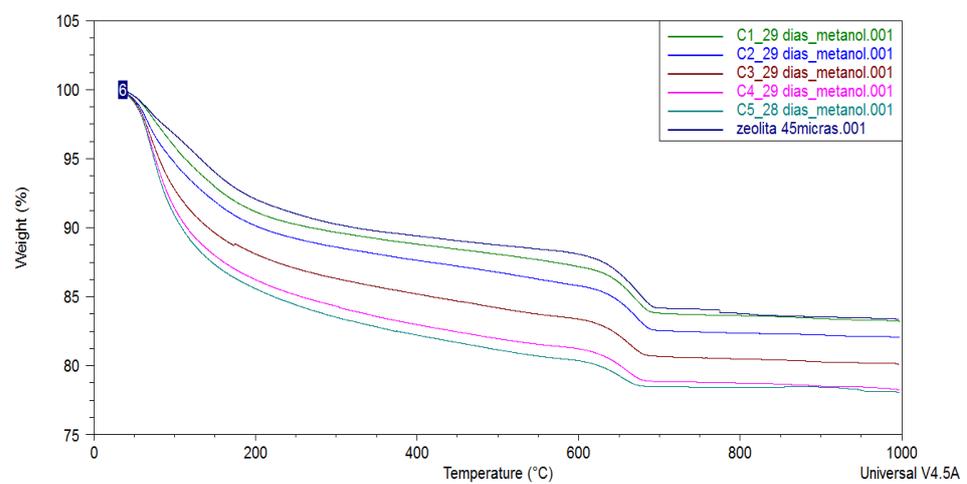


Figura 4.2. Superposición de las curvas de TG de la materia prima y geopolímeros.

En la figura 4.3 se aprecia un comportamiento similar entre las curvas del flujo de calor de la zeolita sin activar y las de las pastas de geopolímeros, se puede decir que la adición de activador alcalino y la preparación de las muestras no influyeron en el flujo de calor. Además, se presentaron picos endotérmicos alrededor de 70 °C y 660 °C por la pérdida de agua higroscópica y la descarbonatación,

respectivamente. Cabe recalcar que alrededor de los 800 °C se esperaba observar un pico exotérmico debido a la recristalización de la muestra, pero esto no fue observado en las gráficas de flujo de calor (29).

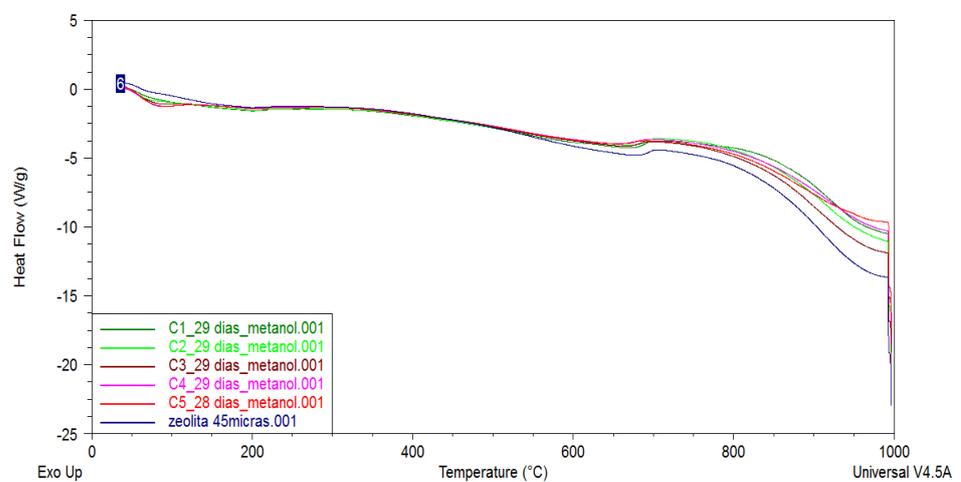


Figura 4.3. Superposición de las curvas del flujo de calor de la materia prima y los geopolímeros.

4.4. Difracción de Rayos X

En la tabla 4.4 se indican en porcentajes que las fases presentes en las muestras fueron heulandita-clinoptilolita (Heu-Cli), mordenita, calcita y cuarzo. A medida que se incrementa la concentración del

hidróxido de potasio, las fases van disminuyendo a excepción de la fase amorfa la cual aumentó hasta un 89% indicando que se ha obtenido la pasta de aluminosilicatos alcalinos amorfa. En la figura 4.4 se observa que la mayoría de los picos de la zeolita disminuyeron y otros desaparecieron cuando fue sintetizada. Desde los 7° hasta los 50° se aprecia esta pérdida de intensidad de los picos, y además el halo característico de la línea base dentro de este rango, indicando la presencia de material amorfo en la muestra. Este va disminuyendo con el incremento del activador alcalino (4,25).

Tabla 4.4. Porcentajes según Rietveld-XRD.

Muestras \ Fases	Heu-Cl	Calcita	Mordenita	Cuazro	Amorfo
Zeolita	19,6	13,3	49,5	11,95	5,65
C1	-	8,8	19,7	5,1	66,4
C2	-	7,4	17,9	5,0	69,8
C3	-	6,2	14,3	3,6	76,0
C4	-	5,1	8,4	2,8	83,7
C5	-	4,0	5,5	1,1	89,3

El pico sobresaliente es el de la mordenita alrededor de los 42° de 2 θ y según Heah et al. (26) este elemento fue el que menos tomó parte en el proceso de geopolimerización, esto se comprueba con la

cantidad presente en cada una de las muestras. Las fases mayoritarias en los geopolímeros fueron la amorfa seguido de la mordenita. Además, al no aparecer nuevos picos en los difractogramas se comprueba que no hubo formación de una nueva estructura cristalina.

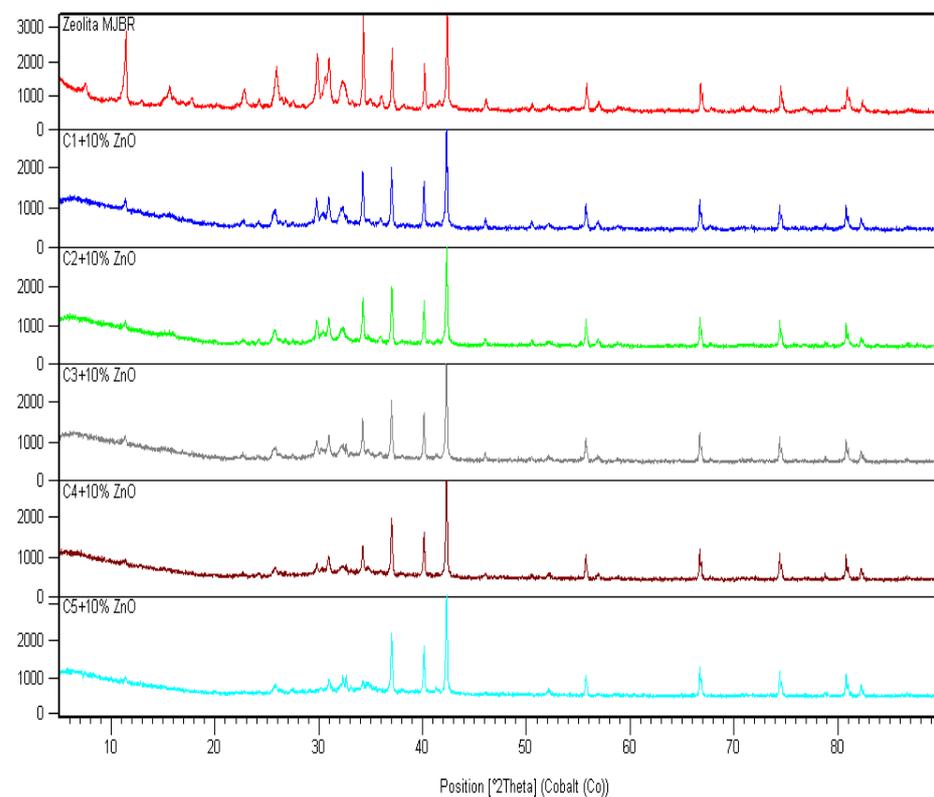


Figura 4.4. Patrones de XRD de la zeolita recolectada y los geopolímeros.

4.5. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

Se realizaron tres mediciones para cada muestra y se promediaron los valores de cada pico significativo, éstos se encuentran en la tabla 4.5 donde también se indica el tipo de vibraciones que se presentaron en la zeolita no activada y en los geopolímeros.

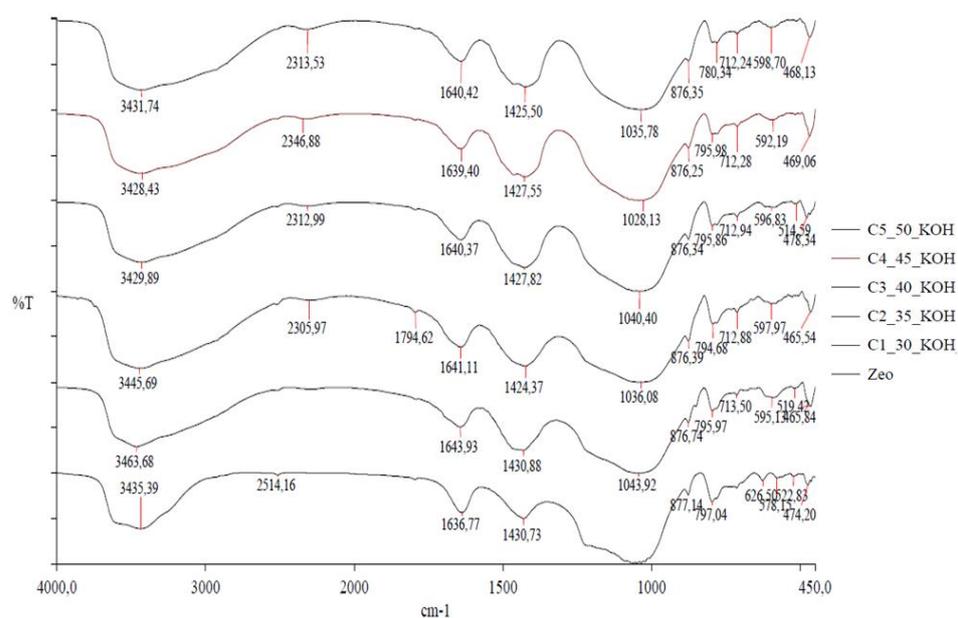


Figura 4.5. Espectrogramas de FT-IR de la zeolita y geopolímeros.

En la figura 4.5 se observaron más variaciones a bajas frecuencias entre 400 y 700 cm^{-1} debido a los enlaces de T-O (T= Si ó Al). En los espectrogramas de los geopolímeros, los picos entre 2515-1630 cm^{-1}

y $3465-3430\text{ cm}^{-1}$ pertenecientes a la flexión T-O y al estiramiento T-O, respectivamente, se deben a los enlaces débiles de H_2O que estaban presentes en la superficie de las cavidades de la estructura. Además, se aprecian ligeros desplazamiento de las bandas alrededor de 1030 cm^{-1} indicando que la zeolita reaccionó con la solución alcalina (25,26,30).

Tabla 4.5. Resultados de los ensayos de FT-IR de los geopolímeros y materia prima.

C1	C2	C3	C4	C5	Zeolita	Vibración
469,48	467,90	469,39	467,34	467,69	461,61	Flexión simétrico T-O
-	-	-	-	-	473,30	
519,42	-	519,26	516,70	-	522,83	
594,47	598,24	593,87	597,27	597,74	574,27	Flexión T-O
713,61	712,92	712,92	712,53	712,36	626,01	Flexión T-O
795,84	794,93	795,82	795,91	780,22	797,08	Estiramiento T-O
876,67	876,40	876,40	876,24	876,35	877,13	Flexión T-O
1042,06	1036,76	1044,55	1034,96	1036,14	1038,11	Estiramiento asimétrico T-O
-	-	-	-	-	1066,84	
1431,70	1424,28	1426,51	1428,54	1424,35	1430,65	O-C-O Estiramiento del carbonato
1643,62	1638,37	1641,11	1639,35	1640,51	1636,72	H-O-H flexión simétrico
-	1794,28	-	-	-	-	
-	2322,00	2310,37	2335,61	2318,39	2514,16	
3464,22	3436,28	3432,73	3434,69	3430,60	3438,17	O-H estiramiento

4.6. Simulación del comportamiento térmico

De los tres techos fabricados inicialmente sólo en uno fue posible realizar la simulación. El techo S3, con 45% de activador alcalino, fue el más fácil de moldear pero al tercer día de estar sumergido en agua destilada a temperatura ambiente se quebró (Ver figura 4.6). El techo S2 (40% KOH) presentó similar facilidad para trabajar y se generaron ciertas grietas superficiales luego del curado, pero se quebró antes y durante de la simulación. Los resultados de esta prueba no se tomaron en cuenta. El techo S1 (35% KOH) fue difícil para trabajar, luego del tiempo de curado la apariencia que obtuvo fue como de piel de reptil, pocas grietas se presentaron y al final de la simulación se quebró por la mitad (Ver figura 4.7).

Se puede observar en la figura 4.6 la textura que adquirieron los techos luego de salir del horno y la coloración del agua destilada al tercer día de estar sumergidos. Sólo en el techo S2 se pudo apreciar manchas blancas que desaparecieron luego de la simulación.

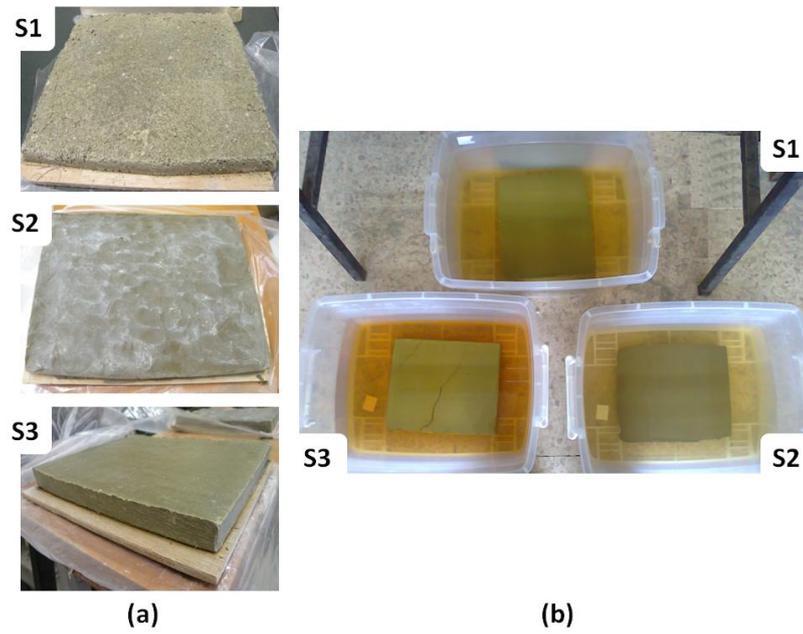


Figura 4.6. Techos S1, S2 y S3 (a) al salir del horno y (b) tercer día en agua destilada.



Figura 4.7. Grietas de los techos de geopolímeros.

Debido a la ruptura de las muestras como se presenta en la figura 4.7, se construyó otro techo de mismas dimensiones pero con 40% de hidróxido de potasio de 12 M. El molde empleado para este techo fue más grueso que el de los anteriores, se calentó a 60 °C por 4 horas, luego por 72 horas se lo dejó a temperatura ambiente hasta realizar la simulación. No presentó tantas grietas como los primeros techos y la simulación se llevo a cabo sin complicaciones (Ver figura 4.8).



Figura 4.8. Techo S2' con 40% KOH - 12M.

Acerca de las lecturas de los sensores de temperatura para cada uno de los techos durante el primer día de simulación, las curvas correspondientes a S1 y S2' estuvieron por debajo de las del mortero, especialmente la curva de la parte superior del techo. Pero al tercer

día éstas se fueron aproximando a las del mortero a excepción de las temperaturas internas de las viviendas a escala que mantuvieron su comportamiento los tres días de simulación (Ver figura 4.11). Estas aproximaciones de temperaturas sugieren un deterioro del material con la exposición de luz artificial después de 21 horas resultando al final en rupturas del material.

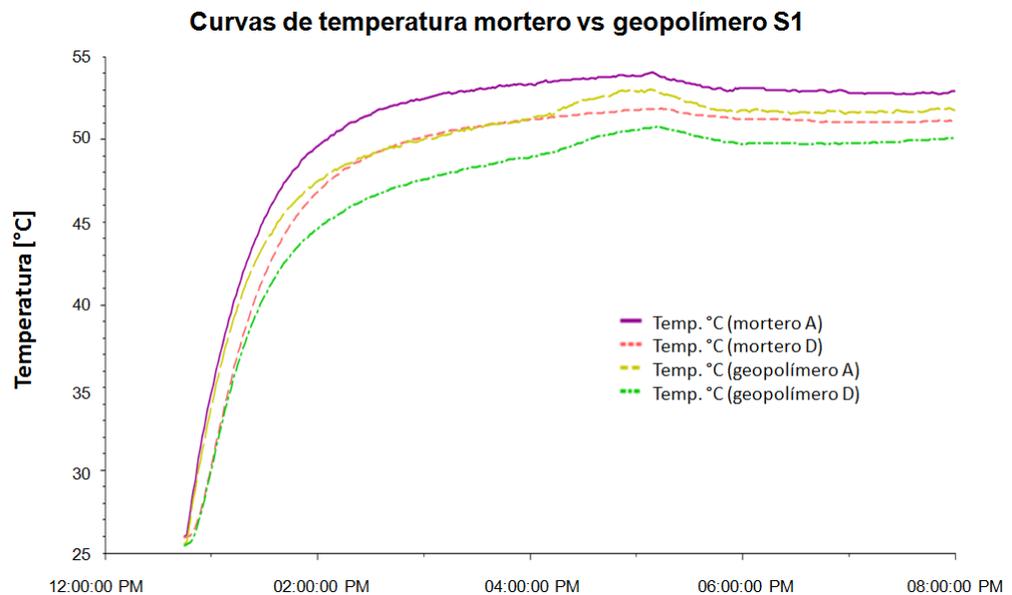


Figura 4.9. Simulación térmica techos de mortero y geopolímero S1 primer día (A= área superior del techo, D= área inferior del techo).

En las figuras 4.9 y 4.10 se presenta el comportamiento térmico de los techos de mortero con respecto a los geopolímeros S1 y S2', respectivamente, del primer día de la simulación. Los demás días no se presentan debido a que las curvas de los geopolímeros fueron similares a los del mortero. Las diferencias de temperatura de la parte superior e inferior del techo entre el mortero y el geopolímero cuando comenzaron a estabilizarse fueron ambas alrededor de 1,1 °C para el ensayo con S1.

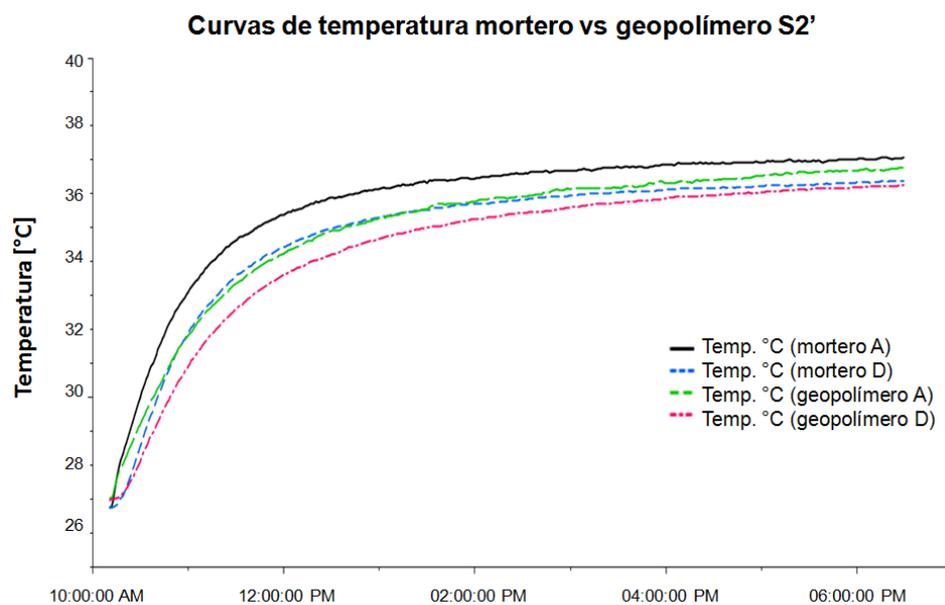


Figura 4.10. Simulación térmica techos de mortero y geopolímero S2' primer día (A= área superior del techo, D= área inferior del techo).

La diferencia de temperaturas de la parte superior del techo entre el mortero y S2' fue alrededor de $0,6^{\circ}\text{C}$, pero no hubo gran diferencia entre la temperatura de la parte inferior de ambos techos. Sin embargo, las curvas de los geopolímeros en ambas pruebas se mantuvieron por debajo de la del mortero.

Se presentaron ciertos problemas durante la simulación, por ejemplo, en la figura 4.9 se aprecia un levantamiento en las curvas del geopolímero, éste se debe al acercamiento de la lámpara halógena al techo por mal ajuste de su soporte, pero los valores anteriores y posteriores a esta variación no fueron afectados. Además, ambas gráficas presentan diferentes valores máximos de temperatura porque las lámparas luego del uso empezaron a irradiar menos. Esta variación también se la aprecia en la figura 4.11 donde las temperaturas para el caso S1 son mayores que el caso S2', pero son similares entre mortero y geopolímero.

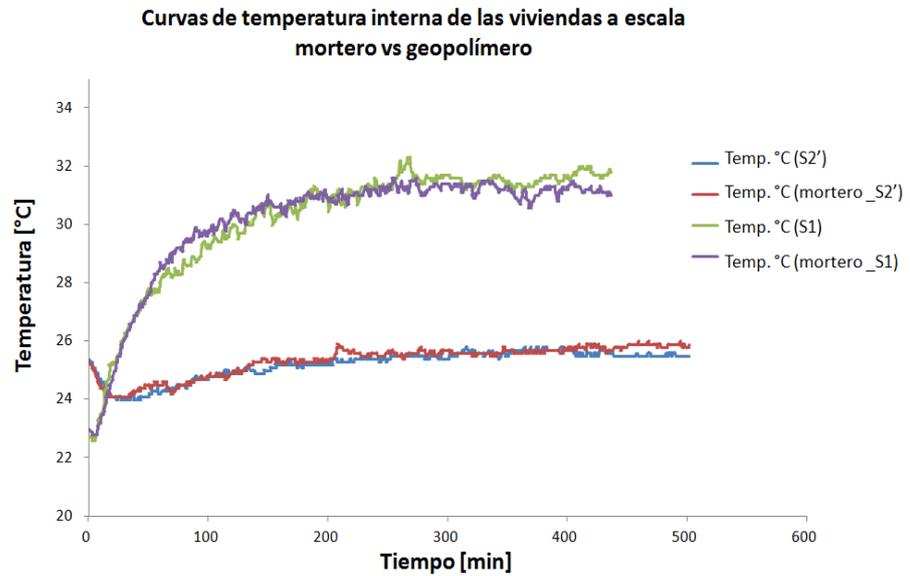


Figura 4.11. Simulación térmica techos de mortero y geopolímeros S1 y S2' primer día.

Sobre la humedad relativa del ambiente registrada en estado estable fue de 65% para S1 y 71% para S2', aproximadamente. La diferencia de la temperatura promedio del techo menos la temperatura interna fue alrededor de 20°C para el mortero y el geopolímero S1, y para la segunda simulación con S2' fue alrededor de 11 °C. A pesar de esto las curvas de los geopolímeros fueron menores que las del mortero, y la mayor diferencia de temperaturas se obtuvo con el techo S1.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- La zeolita recolectada en la Formación Cayo estaba compuesta en su mayoría por las fases de heulandita-clinoptilolita y mordenita, además de cuarzo y calcita en pequeños porcentajes. Esta caracterización mineralógica se realizó con el difractómetro de rayos X por el método de Rietveld. Los cinco geopolímeros fabricados presentaron las mismas fases a excepción de la heulandita-clinoptilolita lo que sugiere fue la fase más reactiva.

- Se obtuvo una relación directamente proporcional entre los valores de densidad de los geopolímeros con la adición de activador alcalino. Estos valores de densidad oscilaron alrededor de 1,7 y 1,8 g/cm³, siendo menores que la de la zeolita no activada.
- El geopolímero que alcanzó la mayor resistencia a la compresión fue C3 en el orden de 10 MPa a 25 días de mezclado.
- Del análisis termogravimétrico se concluye que a medida que aumentaba el contenido de activador alcalino, la muestra perdía más peso. Se tuvo mayor pérdida de masa antes de los 200 °C debido al agua higroscópica en la muestra. Hubo deshidroxilación hasta los 500 °C y descarbonatación entre 500 °C y 750 °C.
- En las curvas DSC se presentaron dos picos endotérmicos alrededor de los 70 °C y 660 °C debidos a la deshidratación y descarbonatación en las muestras, respectivamente.
- Del método de Rietveld por difracción de rayos X, se observó en los geopolímeros una disminución en porcentaje de las fases

cristalinas presentes con respecto al difractograma de la zeolita no activada, a excepción de la fase amorfa que fue incrementando con la adición de activador alcalino. La presencia del halo característico de la línea base fue otro indicador de la obtención de un material amorfo, el geopolímero. Al no generarse nuevos picos se comprueba que no hubo transformación a fases distintas a las originales.

- Las variaciones y ligeros desplazamientos de las bandas presentadas en los espectrogramas de FT-IR indicaron que la zeolita reaccionó con la solución alcalina, además de confirmar la presencia de los enlaces de silicio, aluminio y oxígeno.
- Las temperaturas internas registradas del techo S2' se acercaron más al rango de temperaturas para confort térmico que las del techo S1, aunque la diferencia de la temperatura promedio del techo de la vivienda menos la temperatura interna de ésta para S1 fue alrededor de los 20 °C y para S2' fue alrededor de 11 °C. Pero esta comparación no es generalizable porque varios factores influyeron en la simulación como la radiación de las lámparas que para cada una de las pruebas fue diferente, la humedad relativa

del ambiente varió a pesar de mantener mismas condiciones en el cuarto de simulación, se tuvo diferente preparación de muestra y concentración para S2' con respecto a S1.

5.2.Recomendaciones

- Para la obtención de zeolita con grano de partícula 45 μm es preferible trabajar en un área con bajo porcentaje de humedad para evitar que se aglomere en los instrumentos de trabajo, como los tamices. Se recomienda guardarla en desecadores o mantenerlos en estufas a temperaturas menores a 60 °C hasta ser usadas.
- Para medir la densidad de las muestras, éstas deberían tener dimensiones similares.
- Asegurarse de que los moldes de bronce se acoplen correctamente y que los moldes de madera tengan un grosor mayor de 1 cm ó emplear otro material que no se deforme mientras se compacta el material.
- Comprobar la planicidad de las caras de los cubos para el ensayo de compresión para evitar concentraciones de esfuerzos y resultados erróneos.

- El tiempo para la preparación de las muestras para cada uno de los ensayos de laboratorio debe ser corto para evitar que éstas atrapen humedad del ambiente.
- Para la preparación de las pastillas del ensayo de FT-IR, asegurarse de dispersar correctamente la muestra entre los discos y aplicar presión continuamente hasta el valor permitido por la prensa.
- Mejorar el montaje de las lámparas halógenas y la de los sensores para nuevas simulaciones.
- Realizar la simulación por más de 7 horas, tratando de alcanzar el estado estable de los techos.
- Controlar la humedad relativa del ambiente. La preparación de las muestras y concentración debe ser el mismo. Los sensores a emplear tratar de ser del mismo proveedor.

APÉNDICE

**Certificado de Producto del Cemento Hidráulico para Uso
General Tipo GU. Fuente: Holcim-Ecuador.**

Certificado de Producto

Doc ID: ACB0-H00-RC27

Revisión: 6

Autor: Técnico de Control de Calidad Revisa: Coordinador Control de Calidad Aprueba: Coordinador Control de Calidad

Cemento Hidráulico para Uso General Tipo GU

El Cemento Holcim Rocafuerte Tipo GU es un cemento hidráulico que se fabrica bajo la norma técnica ecuatoriana NTE INEN 2380. Esta norma establece los requisitos de desempeño que deben cumplir los cementos hidráulicos y los clasifica de acuerdo a sus propiedades específicas.

Especificaciones técnicas

Fecha Reporte: 04-01-2013
 Período de análisis: 01-12-2012 a 01-01-2013

Requisitos Químicos

La composición química para el cemento no está especificada en la NTE INEN 2380, sin embargo los constituyentes individuales molidos y mezclados para producirlo son analizados.

Requisitos Físicos

	INEN 2380	Valor
Cambio de longitud por autoclave, % máximo	0.80	0.020
Tiempo de fraguado, método de Vicat		
Inicial, no menos de, minutos	45	217
Inicial, no más de, minutos	420	324
Contenido de aire del mortero, en volumen, %	A	2.2
Resistencia a la Compresión, mínimo MPa		
1 día	A	8
3 días	13	18
7 días	20	24
28 días	28	31
Expansión en barras de mortero 14 días, % max.	0.02	0.00

NOTAS:

1. La información que consta en el certificado corresponde al promedio de los datos obtenidos en el período indicado. Los datos son del cemento típico despachado por Holcim; los despachos individuales pueden variar.
2. La resistencia a 28 días corresponde al promedio del mes anterior
3. (A) Límite no especificado por la NTE INEN 2380. Resultado reportado sólo como información.
4. (ND) Resultado del ensayo no disponible para el período de análisis indicado.

ALMACENAMIENTO:

Almacenar el cemento en ambientes ventilados, sin humedad y cambios bruscos de temperatura. Se recomienda acopios de no más de 10 sacos, aislados del suelo y separados de las paredes. Para cemento a granel se debe contar en obra con silos de al menos 30 toneladas (capacidad promedio de camiones graneleros).

Planta Guayaquil

Vía a Salinas km 18.5

Servicio al cliente: 04-3709000

Dirección

Guayaquil, Ecuador

Extensiones: 1130,1131

Teléfono

593 4 3709000

1132,1112

www.holcim.com.ec



Myrian Patricia Moreno M.
 Coordinador de Control de Calidad
 Holcim Ecuador S.A. , Planta Guayaquil



BIBLIOGRAFÍA

1. Intergovernmental Panel on Climate Change, <http://www.ipcc.ch/organization/organization.shtml#UoFGOXDgfcA>
2. Lamberts R., Candido C., De Dear R., De Vecchi R. "Towards a Brazilian Standard on Thermal Comfort". Research report. Universidade Federal de Santa Catarina (LabEEE). The University of Sydney. 2013.
3. Kong D., Sanjayan J. "Damage behavior of geopolymer composites exposed to elevated temperatures". Cement & Concrete Composites 30 (2008) 986-991.
4. Temuujin J., Minjigmaa A., Richard W., Lee M., Williams I., Van Riessen A. "Preparation of metakaolin based geopolymer coatings on metal substrates as thermal barriers". Applied Clay Science 46 (2009) 265-270.
5. Habert G., d'Espinose de Lacaillerie J.B., Roussel N. "An environmental evaluation of geopolymer based concrete production: reviewing current research trends". Journal of Cleaner Production 19 (2011) 1229-1238.

6. Productos y servicios de Holcim - Ecuador, <http://www.holcim.com.ec/productos-y-servicios/calidad/cementoholcim.html>
7. Instituto Costarricense del Cemento y del Concreto, Tipos de cemento y sus usos, <http://www.iccyc.com/pagecreator/paginas/TIPOS%20DE%20CEMENTO%20Y%20SUS%20USOS.pdf>
8. Shi C., Krivenko P., Roy D. "Alkali-Activated Cements and Concretes". Taylor & Francis, 2006.
9. Malone P., Randall C. "Potential applications of alkali-activated alumino-silicate binders in military operations". US Army Corps of Engineers. November, 1985.
10. Rodríguez E. "Eficiencia de activadores alcalinos basados en diferentes fuentes de sílice para la producción de sistemas geopoliméricos de ceniza volante" (Trabajo de investigación CST/MIH-05. Universidad Politécnica de Valencia, 2009).
11. ASTM C 618. Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as Mineral Admixture in Concrete.
12. Correa W. "Analizar el efecto del grado de amorfización de dos diferentes zeolitas naturales por medio de tratamientos termomecánicos sobre la resistencia a la compresión de morteros y

su aplicación como puzolanas” (Tesis, Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2009).

13. Kong D., Sanjayan J. “Effect of elevated temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete”. *Cement and Concrete Research* 40 (2010) 334-339.
14. Mingyu H., Xiaomin Z., Fumei L. “Alkali-activated fly ash-based geopolymers with zeolite or bentonite as additives”. *Cement & Concrete Composites* 31 (2009) 762-768.
15. Morante F. “Las zeolitas de la costa de Ecuador (Guayaquil): Geología, Caracterización y Aplicaciones” (Tesis, Universidad Politécnica de Madrid, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas de Madrid, 2004).
16. Tchernev D. Chapter 17 - Natural Zeolites in Solar Energy Heating, Cooling and Energy Storage. *The Zeopower Company*, 75 Middlesex Avenue Natick, Massachusetts 01760.
17. Woodhead publishing series in energy. *Materials for energy efficiency and thermal comfort in buildings*. Edited by Matthew R. Hall.
18. Alvarado J., Martinez E. “Passive cooling of cement-based roofs in tropical climates”. *Energy and Buildings* 40 (2008) 358-364.

19. ASHRAE. Thermal comfort conditions, ASHRAE standard 55.66, New York. 1966.
20. ASHRAE Handbook, Fundamentals (SI). Chapter 9. Thermal Comfort. Related Commercial Resources. 2009.
21. Rickard W., Vickers L., Van Riessen A. "Performance of fibre reinforced, low density metakaolin geopolymers under simulated fire conditions". Article in press. Applied Clay Science xxx (2012) xxx-xxx.
22. NTE INEN 488:2009 Segunda revisión. Cemento Hidráulico. Determinación de la Resistencia a la Compresión de Morteros en Cubos de 50 mm de Arista.
23. ASTM C109/C 109M - 02 Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in- or [50-mm] Cube Specimens).
24. NTE INEN 155:2009 Segunda revisión. Cemento Hidráulico. Mezclado Mecánico de Pastas y Morteros de Consistencia Plástica.
25. Pimraksa K., Chindaprasirt P., Rungchet A., Sagoe-Crentsil K., Sato T. "Lightweight geopolymer made of highly porous siliceous materials with various $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratios". Materials Science and Engineering A 258 (2011) 6616-6623.

- 26.**Heah C., Kamarudin H., Mustafa Al Bakri A.M., Bnhussain M., Luqman M., Khairul Nizar I., Ruzaidi C.M., Liew Y.M. "Study on solids-to-liquid and alkaline activator ratios on kaolin-based geopolymers". *Construction and Building Materials* 35 (2012) 912-922.
- 27.**Woodhead Publishing Limited. Oxford, Cambridge, New Delhi. Geopolymers: Structures, processing, properties and industrial applications. Chapter 11. Engineering properties of geopolymer concrete. Edited by John L. Provis and Jannie S. J. van Deventer.
- 28.**Woodhead Publishing Limited. Oxford, Cambridge, New Delhi. Geopolymers: Structures, processing, properties and industrial applications. Chapter 8. Accelerated ageing of geopolymers. Edited by John L. Provis and Jannie S. J. van Deventer.
- 29.**Cornejo M., Elsen J., Paredes C., Baykara H. "Thermomechanical treatment of two Ecuadorian zeolite-rich tuffs and their potential usage as supplementary cementitious materials". *J Therm Anal Calorim.* DOI 10.1007/s10973-013-3345-3. Akadémiai Kiadó, Budapest, Hungary 2013.
- 30.**Stuart B. *Analytical Techniques in the Sciences. Infrared Spectroscopy: Fundamentals and applications.* Edited by WILEY.