ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS

INFORME DE MATERIA INTEGRADORA

"PREPARACIÓN, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE CONCRETO DE GEOPOLÍMERO REFORZADO CON FIBRA DE POLIPROPILENO"

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTADO POR:

ANDRÉS ESPINOZA ESPINOZA

ENRIQUETA GARCÍA OCHOA

GUAYAQUIL-ECUADOR

Año 2017

RESUMEN

El presente trabajo propone el uso de las zeolitas naturales para la preparación de cementos alternativos, a través de la activación alcalina. Usados para la elaboración de morteros con reforzamiento de polipropileno. Con el fin de mejorar propiedades mecánicas de los morteros sin reforzamiento. Se prepararon 81 morteros y los activadores usados fueron: hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, silicato de sodio e hidróxido de calcio. Además se utilizaron dos tipos de arena; denominadas arena 1 y arena 2 respectivamente.

La zeolita utilizada proviene de la empresa INDAMI CIA. LTDA., bajo el nombre de indamizeolita. Este material ha demostrado tener potencial de ser una materia prima alternativa, para la obtención de cementos y morteros alcalinos.

De acuerdo a nuestro estudio, podemos afirmar que la adición de $Ca(OH)_2$, en el sistema geopolimérico, mejora la estructura del material y lo vuelve más resistente. Se recomienda se la agregue, como (wt%) respecto al contenido de material aluminosilicato (zeolita). Cuando este contenido de calcio se fija con respecto a la masa total de mortero (zeolita + arena); es muy probable que el calcio en exceso reaccione con el CO_2 del aire, para formar $CaCO_3$. Resultado indeseable para cualquier mortero; ya que disminuye sus propiedades mecánicas.

Se considera favorable el reforzamiento con polipropileno; ya que se puede notar una mejora en la ductilidad del mortero. Además, ayuda a disminuir el crecimiento de grietas internas y la formación de nuevas; es decir mejora la compactación del mortero de geopolímero.

Palabras claves: zeolita natural, fibra de polipropileno, morteros alcalinos, reforzamiento, propiedades mecánicas, condiciones de curado.

ABSTRACT

The present work proposes the use of the natural zeolites for the preparation of alternative cements, through the alkaline activation, used for the elaboration of mortars with reinforcement of Polypropylene. In order to improve certain mechanical properties of the mortars without reinforcement. Eighty-one mortars were prepared and the activators used were: sodium hydroxide, potassium hydroxide, sodium silicate and calcium hydroxide. In addition, two types of sand were used; called sand 1 and sand 2 respectively

The zeolite used, was supplied by INDAMI CIA. Ltda. under the name of Indamizeolita. This material has been shown to have the potential to be an alternative raw material for obtaining alkali cements and mortars.

According to our study, we can say that the addition of $Ca(OH)_2$ in the geopolymeric system improves the structure of the material and makes it more resistant. It is recommended to add it, as (wt %) with respect to the content of aluminosilicate material (zeolite). Although the calcium content is fixed with respect to the total mass of mortar (zeolite + sand); the excess calcium react with the air CO_2 , to form CaCO₃. Undesirable result for any mortar; as it decreases its mechanical properties.

Reinforcement with polypropylene is considered favorable; as it can be noticed an improvement in the mortar's ductility. In addition, it also helps to reduce the growth of internal cracks and the formation of new ones; in other words, it improves the compaction of the Geopolymer mortar.

Keywords: Natural zeolite, polypropylene fibers, alkaline mortars, reinforcement, mechanical properties, curing conditions.

Ш

DEDICATORIA

Gratitud inconmensurable hacía dos personas, en mi vida, que sin su apoyo incondicional y buenos consejos; me hubiese sido imposible llegar hasta este punto crucial de la vida. A mi guerida madre Patricia, y a mi querida tía Luz María. Debo mencionar también a una persona importante; que además formó mi carácter desde pequeño, y me cuidó como a su propio hijo sin que hubiera obligatoriedad en hacerlo, ella fue mi querida tía Georgina. Aunque hoy no te encuentres físicamente a mi lado para ver este gran momento, tengo la certeza de que lo habrías disfrutado; incluso más que yo. A mi querido tío Carlos Alberto por ser, en varias ocasiones, esa figura paterna que siempre necesité.

Andrés Alejandro Espinoza Espinoza.

A mis queridas madres Amarilis Ochoa y a Reina Suárez por su apoyo incondicional y motivación constante a lo largo de todo este proceso, por los cuales estoy infinitamente agradecida.

A mis profesores que nunca desistieron de brindar sus conocimientos y apoyarnos desinteresadamente ante cualquier duda o inquietud.

Gracias a todos aquellos que nos brindaron su ayuda en este proyecto.

Enriqueta Magdalena García Ochoa

AGRADECIMIENTO

Al Dr. Haci Baykara, director de Tesis, por haber compartido con nosotros sus conocimientos y experiencias sobre el tema de investigación. Agradecerle además; su guía, apoyo y paciencia incondicionales, durante estos arduos meses de trabajo.

Al Ing. Néstor Ulloa por su aporte de experiencia, en la elaboración de los morteros de geopolímeros.

A la Ing. Mónica Chávez, por su gentil y paciente ayuda durante la caracterización de las muestras; en el microscopio electrónico de barrido (SEM).

A la Ing. Grace Vera, por su amable ayuda y capacitación brindada para la ejecución del análisis termogravimétrico (TGA), y el análisis de difracción de rayos X (XRD).

Al Ing. Julio Cáceres, por la capacitación y ayuda brindada durante la preparación de muestras y en el uso del espectrómetro de infrarrojo, para el análisis de Espectrometría infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).

DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido desarrollado en la presente propuesta de la materia integradora corresponde exclusivamente al equipo conformado por:

Andrés Espinoza Espinoza

Enriqueta García Ochoa.

Y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL".

Andrés Espinoza Espinoza

Enriqueta García Ochoa

ACRÓNIMOS O SIGLAS

| OPC | Cemento Portland ordinario | | |
|---------------------|--|--|--|
| CO ₂ | Dióxido de carbono | | |
| PP | Polipropileno | | |
| CaCO ₃ | Carbonato de calcio | | |
| CaO | Óxido de calcio | | |
| SiO ₂ | Sílica | | |
| AI_2O_3 | Alúmina | | |
| NaOH | Hidróxido de sodio | | |
| КОН | Hidróxido de potasio | | |
| Ca(OH) ₂ | Hidróxido de calcio o cal apagada | | |
| SEM | Microscopio electrónico de barrido | | |
| FTIR | Espectrometría infrarroja por Transformada de Fourier | | |
| TGA | Análisis Termogravimétrico | | |
| XRD | Difractómetro de rayos X | | |
| Na_2SiO_3 | Silicato de Sodio | | |
| ZN | Zeolita natural | | |

TABLA DE CONTENIDO

| RESUMEN | I |
|----------|---|
| ABSTRACT | I |
| DEDICATO | RIAIII |
| AGRADECI | IMIENTO V |
| DECLARAC | CIÓN EXPRESA VI |
| ACRÓNIMO | DS O SIGLAS VII |
| CAPÍTULO | 11 |
| 1. INTRO | DUCCIÓN2 |
| 1.1 Hip | ótesis6 |
| 1.2 Obj | jetivos6 |
| 1.2.1 | Objetivo General6 |
| 1.1.1 | Objetivos Específicos6 |
| 1.3 Me | todología del Proyecto7 |
| CAPÍTULO | 29 |
| 2. MARCO | O TEÓRICO10 |
| 2.3 Cei | mento Portland Tradicional10 |
| 2.3.1 | Historia10 |
| 2.3.2 | Materias Primas10 |
| 2.3.2 | 2.1 Piedra Caliza10 |
| 2.3.2 | 2.2 Arcilla11 |
| 2.3.3 | Proceso de Producción del OPC12 |
| 2.3.4 | Desventajas del uso de OPC en el concreto14 |
| 2.3.5 | Emisiones de CO ₂ 14 |
| 2.4 Ge | opolímero16 |

| | 2.4.1 | Historia |
|-----|---|---|
| | 2.4.2 | Materias Primas16 |
| | 2.4.2 | .1 Escoria de alto horno17 |
| | 2.4.2 | .2 Ceniza volante17 |
| | 2.4.2 | .3 Zeolitas naturales18 |
| | 2.4.2 | .4 Activadores alcalinos19 |
| | 2.4.3 | Geopolimerización20 |
| | 2.4.4 | Concreto de Geopolímeros21 |
| CAF | PÍTULO | 323 |
| 3. | METO | DOLOGÍA24 |
| 3 | .3 Rea | activos y materias primas para la elaboración de morteros de |
| g | eopolím | ero |
| | 3.3.1 | Zeolita natural24 |
| | 3.3.2 | Agregado fino (arena de río)24 |
| | 3.3.3 | Fibra de Polipropileno25 |
| | 3.3.4 M) | Disoluciones de hidróxido de sodio (10 M) e hidróxido de potasio (5 26 |
| | 3.3.5 | Silicato de Sodio27 |
| | 3.3.6 | Hidróxido de calcio |
| 3 | .4 Pro | cedimiento28 |
| | 3.4.1 | Morteros alcalinos (Arena 1 como agregado fino)28 |
| | 3.4.2 Morteros alcalinos (Arena 2 como agregado fino) | |
| 3 | .5 Pru | ebas |
| | 3.5.1 | Resistencia a compresión (ASTM C109) |
| | 3.5.2 | Métodos analíticos instrumentales de caracterización |
| | 3.5.2 | .1 Análisis termo gravimétrico/Calorimetría diferencial de barrido |
| | (TGA | /DSC) |
| | 3.5.2 | .2 Difractómetro de rayos X (XRD)35 |

| | | 3.5.2.3 | Microscopio electrónico de barrido (SEM) | 36 |
|---------|-------------|----------------------------|---|---------|
| | | 3.5.2.4 | Espectrometría infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) | 38 |
| CA | Ρίτι | JLO 4 | | 39 |
| 4. | RE | SULTADO | DS | 40 |
| 4 | .3 | Resultade | os de Prueba de Compresión | 40 |
| 4 b | .4 arrio | Resultad do (TGA/ [| os del Análisis Termogravimétrico y calorimetría diferencial de DSC) | 49 |
| 4 | .5 | Resultade | os de las pruebas de Difracción de Rayos X (XRD) | 50 |
| 4 | .6 | Resultade | os de las pruebas de Espectroscopía infrarroja (FTIR) | 51 |
| CA | Ρίτι | JLO 5 | | 53 |
| 5. | AN | IÁLISIS DI | E RESULTADOS | 54 |
| 5 C | .3 omp | Interpreta presión | ación de los resultados de la prueba de resistencia a la | 54 |
| 5 C | .4 alori | Interpreta imetría dife | ación de los resultados del Análisis Termogravimétrico Y erencial de barrido (TGA/DSC) | 56 |
| 5 (/ | 5.5 XRD | Interpreta | ación de los resultados de las pruebas de Difracción de Rayos 2 | X 57 |
| 5 († | .6 SEN | Interpreta 1) | ación de los resultados de la Microscopia Electrónica de Barrido | ว 58 |
| 5 | .7 | Interpreta | ación de los resultados de la Espectroscopía infrarroja (FTIR) | 60 |
| CA | ΡÍΤι | JLO 6 | | 62 |
| 6. | СС | NCLUSIC | ONES Y RECOMENDACIONES | 63 |
| 6 | .3 | Conclusio | ones | 63 |
| 6 | .4 | Recomer | ndaciones | 64 |
| RE | FER | ENCIAS | | 65 |
| GL | OSA | RIOS DE | TÉRMINOS Y SIMBOLOGÍA | 71 |
| AP | ÉNC | ICES O A | NEXOS | 73 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| Figura 1.1 Metodología del proyecto | 7 |
|--|------|
| Figura 3.1 Zeolita Natural de INDAMI CIA. LTDA. | 24 |
| Figura 3.2 Arena 1 y Arena 2 | 25 |
| Figura 3.3 Fibra de polipropileno FIBERMESH® 150-e3 | 26 |
| Figura 3.4 Hidróxido de sodio (10 M) e hidróxido de potasio (5 M) | 27 |
| Figura 3.5 Solución de silicato de sodio | 27 |
| Figura 3.6 Hidróxido de calcio | 28 |
| Figura 3.7 Concreto de geopolímero sin y con reforzamiento de PP, conform | ado |
| por arena 1 | 31 |
| Figura 3.8 Concreto de geopolímero sin y con reforzamiento de PP, conform | ado |
| por arena 2 | 32 |
| Figura 3.9 Ensayo de resistencia a la compresión modelo UTM-600KNI | 33 |
| Figura 3.10 Ensayo de resistencia a la compresión | 33 |
| Figura 3.11 Mortero de geopolímero sin fibra y con fibra después de la prueb | a de |
| compresión | 34 |
| Figura 3.12 Análisis Termo gravimétrico/Calorimetría diferencial de barrid | 0 |
| (TGA/DSC) modelo Q600 | 35 |
| Figura 3.13 Difractómetro de rayos X (XRD) modelo X'pert | 36 |
| Figura 3.14 Microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo INSPECT S | 37 |
| Figura 3.15 Espectrofotómetro infrarrojo (FTIR) modelo Spectrum 100 | 38 |
| Figura 4.1 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 0% de | ə PP |
| | 41 |
| Figura 4.2 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 0.5% | de |
| PP | 41 |
| Figura 4.3 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 1% de | ə PP |
| | 42 |
| Figura 4.4 Porcentaje de Fibra de PP vs. Resistencia a la compresión (MPa). | 42 |
| Figura 4.5 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 0% de | e PP |
| | 44 |

| Figura 4.6 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 0.5% de |
|---|
| PP44 |
| Figura 4.7 Porcentaje de Ca $(OH)_2$ vs. Resistencia a la compresión con 1% de PP |
| 45 |
| Figura 4.8 Porcentaje de Fibra de PP vs. Resistencia a la compresión (MPa)45 |
| Figura 4.9 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 0% de PP |
| |
| Figura 4.10 Porcentaje de Ca(OH) $_2$ vs. Resistencia a la compresión con 0.5 % de |
| PP47 |
| Figura 4.11 Porcentaje de Ca(OH) ₂ vs. Resistencia a la compresión con 1% de |
| PP48 |
| Figura 4.12 Porcentaje de Fibra de PP vs. Resistencia a la compresión (MPa)48 |

ÍNDICE DE TABLAS

| Tabla 2.1 Grupos minerales de la arcilla 11 |
|--|
| Tabla 2.2 Temperaturas y reacciones durante el proceso de formación del Clinker |
| |
| Tabla 3.1 Propiedades físicas y químicas de FIBERMESH® 150-e325 |
| Tabla 3.2 Planificación de la composición de 9 muestras activadas con NaOH30 |
| Tabla 3.3 Planificación de las composición de 9 muestras activadas con KOH 30 |
| Tabla 3.4 Planificación de las 27 muestras activadas con NaOH32 |
| Tabla 4.1 Promedio de la resistencia a la compresión para las muestras activadas |
| con Na ₂ SiO ₃ /NaOH 10 M40 |
| Tabla 4.2 Promedio de los esfuerzos de compresión de las muestras activadas |
| con Na ₂ SiO ₃ /KOH 5 M43 |
| Tabla 4.3 Promedio de la resistencia a la compresión de las muestras con la |
| arena 246 |
| Tabla 4.4 Análisis Termogravimétricos de las 18 muestras, 9 del sistema activador |
| $Na_2SiO_3/NaOH$ 10 M y 9 del sistema activador Na_2SiO_3/KOH 5 M49 |
| Tabla 4.5 Análisis de Difracción de Rayos X de las 18 muestras, 9 del sistema |
| activador Na ₂ SiO ₃ /NaOH 10 M y 9 del sistema activador Na ₂ SiO ₃ /KOH 5 M.50 |
| Tabla 4.6 Principales grupos funcionales encontrados en las muestras |
| Tabla 5.1 Descripción de las imágenes SEM para las muestras activadas con |
| NaOH 10 M59 |
| Tabla 5.2 Descripción de las imágenes SEM para las muestras activadas con |
| KOH 5 M |

CAPÍTULO 1

1. INTRODUCCIÓN

La activación de materiales aluminosilicatos es un proceso complejo que, aún en estos días, no ha sido estudiado a profundidad. Por ello; el presente trabajo de investigación recoge el conocimiento de investigaciones anteriores en el campo de la activación alcalina de materiales cementantes como: escorias de alto horno, cenizas volantes, entre otros. Para centrarnos en el estudio del comportamiento del mortero de geopolímero, fabricado a base de zeolita natural y reforzado con fibras de polipropileno, que posea características similares que los morteros tradicionales hechos a base de cemento portland ordinario OPC, e incluso poder mejorarlas.

Los productos basados en el OPC, principalmente el concreto, son los más usados dentro del mundo de la construcción, debido principalmente a dos razones: bajo costo de producción y las propiedades que presentan son bastante elevadas. Ambas características favorecen a que tenga una alta demanda y aceptación en el mundo. No por ello significa que se deba pasar por alto que esta industria tiene varias desventajas, como una alta demanda energética y emisiones a la atmósfera de gases de efecto invernadero.

Los cementos alcalinos o también llamados geopolímeros, se muestran como una buena alternativa debido a que poseen similares características, demandan menor consumo energético y la emisión de contaminantes a la atmósfera se ve reducida frente al OPC (Parra, 2011). Dependiendo de las materias primas, que se utilicen, se pueden producir diferentes pastas cementantes que pueden llegar a diferir tanto en su aspecto como en sus propiedades (Nikolov, Rostovsky, & Nugteren, 2017).

El término "geopolímero" fue introducido por el científico francés Joseph Davidovits en 1978, para describir a los materiales formados por redes de moléculas inorgánicas. Los geopolímeros son los nuevos materiales usados como: revestimientos, adhesivos, aglutinantes para compuestos de fibra y como cemento para la fabricación del hormigón. Sus propiedades y usos han sido estudiados tanto a nivel científico como industrial. En varias disciplinas

2

del conocimiento como: química inorgánica, física-química, mineralogía, geología y en todo tipo de tecnologías en procesos de ingeniería (Joseph Davidovits, 2015b).

La amplia gama de aplicaciones y usos de los geopolímeros incluyen: materiales resistentes al fuego, brindan aislamiento térmico, baldosas cerámicas de baja energía, elementos refractarios, materiales para aplicaciones medicinales, cementos y hormigones, para reparación y fortalecimiento de infraestructuras, sistemas de resinas de alta tecnología, contención de residuos tóxicos y radiactivos (Joseph Davidovits, 2015b).

Generalmente se tiende a confundir el término cemento con concreto; sin embargo, ambas palabras no significan lo mismo. El cemento es un conglomerante que tiene la propiedad de endurecerse al contacto con el agua y es la principal materia prima para la fabricación del concreto, empleado en la construcción. El concreto es fabricado mediante una mezcla entre: cemento portland ordinario (OPC), agregado grueso o fino (arena, grava o una roca triturada como caliza o granito) y agua, para unir la mezcla, formando así una pasta densa y homogénea (Mehta & Monteiro, 2015).

Los morteros a base de OPC son los materiales más utilizados en el mundo de la construcción. Debido al alto nivel de producción, en términos globales, esta industria se enfrenta constantemente a problemas de gran trascendencia social en el campo económico, energético y ecológico. Esta industria emplea grandes cantidades de energía durante el proceso, las cuales son suministradas por la quema de combustibles fósiles; que cada día son más escasos. Se estima que por cada tonelada métrica de cemento, se consumen 1.5 TM de materia prima y se emite a la atmósfera 0.8 TM de CO₂ (Fernández-Jiménez & Palomo, 2009). La producción de cemento deja a su paso una alta huella de carbono y se estima que cerca del 7% de las emisiones totales de CO₂ en el mundo, se originan de la industria cementera (Nikolov et al., 2017). Siendo el dióxido de carbono uno de los principales compuestos que causan el efecto invernadero (Al-Majidi, Lampropoulos, & Cundy, 2017; Sakulich, 2011).

3

Por otro lado, cabe mencionar que los concretos fabricados en base OPC presentan varios problemas de durabilidad como: ataques por sulfatos, corrosión, baja resistencia a elevadas temperaturas (por encima de los 500 °C), fisuración, entre otros (Fernández-Jiménez & Palomo, 2009). Lo mencionado previamente promueve la búsqueda de materiales alternativos, que disminuyan las emisiones de CO₂, ocupen menos recursos energéticos y mejoren las prestaciones mecánicas que ofrecen los cementos y concretos tradicionales (Puertas, Amat, Fernández-Jiménez, & Vázquez, 2003).

Los morteros de geopolímeros también presentan ciertas desventajas y problemas prácticos, debido a varios factores como: la naturaleza de los reactivos y de los productos de hidratación, temperatura de curado, composición y proceso de mezcla, entre otros. Esto conlleva a obtener problemas estructurales, tales como: rápido fraguado, posibilidad de que ocurra alguna reacción del agregado alcalino produciendo lo que se denomina eflorescencia, retracción, aparición de microfisuras y variaciones en las resistencias mecánicas (Pratt, Wang, Pu, & Scrivener, 1995).

En diversos estudios previos, existe una amplia gama de materiales obtenidos por geopolimerización que han sido reportados y discutidos. Sin embargo, la mayor parte de ellos se centran en materias primas tales como fly ash, metacaolín, arcillas, escorias de alto horno y pocas son las investigaciones sobre la activación alcalina en zeolitas para formar geopolímeros (Dassekpo, Zha, & Zhan, 2017).

Para producir un geopolímero se requiere de un precursor alumino-silicato y de altas concentraciones de los demás reactivos (Puertas et al., 2003). Las soluciones fuertemente alcalinas son utilizadas con el propósito de disolver el aluminio y silicio hasta formar la pasta de geopolímero (Palomo, Macias, Blanco, & Puertas, 1992).

Dicho esto, el rol que desempeña el activador es muy importante; sin embargo, la mayor parte de estudios se han centrado en el efecto de activación que causa el uso del hidróxido de sodio y/o potasio que se combina con silicato de sodio. De esto se concluye que el hidróxido de potasio

4

generalmente presenta mejores productos de reacción que el hidróxido de sodio (Hua Xu & Van Deventer, 2000), (Huais Xu & van Deventer, 2003).

Estudios también demuestran que los minerales aluminosilicatos se disuelven mejor en soluciones alcalinas con concentraciones crecientes; particularmente en soluciones de hidróxido de sodio en lugar del hidróxido de potasio. No obstante el uso de este último produce más geopolímero dando como resultado un rápido curado y mejores resultados en los ensayos de compresión que los geopolímeros producidos con hidróxido de sodio (Hua Xu & Van Deventer, 2000).

Alcántara et al, usó hidróxido de calcio para activar un tipo de zeolita, llamada clinoptilolita, con la cual fabricó un mortero que soportaba un esfuerzo de compresión de 38,7 MPa (Ortega, Cheeseman, Knight, & Loizidou, 2000). Villa et al, usó como activador una mezcla entre silicato de sodio e hidróxido de sodio para activar una zeolita natural compuesta principalmente de clinoptilolita. Para esta muestra se demostró que la resistencia a la compresión al cabo de 28 días de curado (a 40 °C) fue de 33 MPa (Villa, Pecina, Torres, & Gómez, 2010).

Los autores sugieren mayormente que se cure primero la muestra a 60 °C por 24 horas y luego a temperatura ambiente. Todos estos estudios llegan a la conclusión de que las propiedades de estos morteros y concretos dependen de la materia prima, el método de preparación de la muestra, las condiciones de curado, el tamaño de partícula, concentración y tipo de activador que se emplee (Puertas et al., 2003).

Pratt et al, en su estudio demuestra que los morteros de geopolímeros presentan también algunas desventajas como un menor tiempo de fraguado y formación de microfisuras. Debido a aquello se ha incrementado el interés en el desarrollo de geopolímeros reforzados con distintos tipos de fibras (Pratt et al., 1995).

En un trabajo previo, se estudió el efecto que causaban fibras de diferente naturaleza (acrílico y polipropileno) en la tenacidad y resistencia al impacto de

morteros alcalinos. Se demostró que con un contenido de fibra bajo (0,2% en volumen), las propiedades medidas no se ven afectadas. Mientras que con un mayor contenido de fibra (1% en volumen), estos valores aumentan. También se verificó que las fibras de propileno mejoran la resistencia al impacto que las fibras acrílicas (Puertas et al., 2003).

1.1 Hipótesis

El mortero elaborado por la activación alcalina de las Zeolitas naturales; además reforzado con Polipropileno, presentará buenas propiedades mecánicas. Podrá ser usado como sustituto del mortero hecho con cemento Portland para ciertas aplicaciones.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo General

• Elaborar un mortero de geopolímero a partir de la zeolita natural reforzado con fibras de polipropileno, que presente buenas propiedades mecánicas.

1.1.1 Objetivos Específicos

- Evaluar el efecto de utilizar Hidróxido de Calcio en distintas proporciones; en la trabajabilidad y resistencia a la compresión de morteros de geopolímero con y sin reforzamiento.
- Evaluar la influencia del tipo de arena y la composición de los morteros, en la prueba de resistencia a la compresión.
- Explicar el efecto de utilizar Polipropileno en distintas proporciones, para morteros activados alcalinamente.
- Analizar cómo influye la concentración de los activadores y la temperatura de curado, en morteros de Zeolita natural con y sin reforzamiento.

 Caracterizar mediante métodos instrumentales y analíticos, la microestructura, composición química, y los grupos funcionales; de los morteros de geopolímeros con y sin reforzamiento.

1.3 Metodología del Proyecto

La metodología que será aplicada en el proyecto, se detalla en la figura 1.1.



Figura 1.1 Metodología del proyecto

Planteamiento del problema.- En esta etapa se busca dar alternativas a los materiales tradicionales de construcción; que sean capaces de mitigar las emisiones de dióxido de carbono y a la vez presenten mejoras en sus propiedades mecánicas, debido a un reforzamiento con fibras de polipropileno.

Recopilación de material bibliográfico.- Esta etapa consiste en la búsqueda de información en artículos científicos y libros que reporten el uso de geopolímeros, como un sustituto, en materiales de construcción.

Recolección de reactivos y materia prima.- En esta etapa se realiza la respectiva gestión para la obtención de la materia prima y reactivos

Fuente: Espinoza y García

necesarios para la experimentación; la cual se fundamenta en el material bibliográfico que se recopilo anteriormente.

Preparación de muestras.- En esta etapa del proyecto se realizan las mezclas con diferentes cantidades de reactivos y materia prima, posteriormente se prosigue al moldeo y curado.

Caracterización de muestras.- Se aplican los métodos analíticos instrumentales de caracterización, primero las muestras se someten a pruebas de resistencia a la compresión. Las muestras que hayan presentado los mejores valores en el ensayo de compresión se someterán a otras pruebas, como: análisis termo gravimétrico/Calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC), difractómetro de rayos X (XRD), microscopio electrónico de barrido (SEM) y espectroscopía infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).

Interpretación de resultados.- Posteriormente a la caracterización de muestras, se realizara el respectivo análisis mediante el uso de imágenes, tablas y gráficos estadísticos.

Redacción del proyecto integrador.- Una vez obtenido e interpretado los resultados se procede a la redacción de un documento, que debe contar con los parámetros establecidos por la Facultad de Ciencias Naturales y matemáticas (FCNM).

CAPÍTULO 2

2. MARCO TEÓRICO

2.3 Cemento Portland Tradicional

2.3.1 Historia

En el siglo XIX el británico Joseph Aspdin, obtuvo la patente de un material cementante que, el mismo, designo con el nombre "Cemento Portland" en 1824. Las características de ese nuevo conglomerante se asemejaban a las del tradicional "Cemento Romano", de J. Parker. No obstante en 1843, su hijo William Aspdin, desarrolló un cemento superior en base a una mayor temperatura de calcinación (Barbudo & Yepes, 2014).

En 1844, Isaac Johnson optimizó las proporciones cal-arcilla de sus antecesores. Además, empleó temperaturas entre 1350 y 1450 °C para obtener Clinker. De sus experimentos resultó un cemento con mejores propiedades; entre ellas, resistencias más elevadas. Actualmente es conocido como Cemento Portland Ordinario debido a su coloración similar a la piedra Portland, en Reino Unido (Barbudo & Yepes, 2014).

2.3.2 Materias Primas

2.3.2.1 Piedra Caliza

La caliza es una roca sedimentaria compuesta principalmente por Carbonato de Calcio (CaCO₃) y posee una estructura cristalina. La Calcita y Aragonito son los grados más puros encontrados en estas rocas. La dureza de la caliza se encuentra en el rango de 1.8 a 3.0 en la escala de Moh's, la gravedad específica entre 2.6 y 2.8 (Barbudo & Yepes, 2014 ; Walter, 1988).

El CaCO₃ representa aproximadamente entre el 75 – 80 %, de la mezcla usada para la fabricación del cemento Clinker. El resultado de su descomposición térmica produce óxido de calcio (CaO) y dióxido de carbono (CO_2) ; siendo este último, el principal causante del efecto invernadero. El CaO

es el principal óxido del sistema cuaternario (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ y CaO), presente en la composición del clinker (Mehta & Monteiro, 2015).

2.3.2.2 Arcilla

La arcilla es el segundo componente, en orden de importancia, para la fabricación del cemento clinker. Es una roca natural sedimentaria rica en sílice (SiO₂) y alúmina (Al₂O₃), siendo originaria de la descomposición de rocas que contienen feldespato (Gómez, n.d.; Walter, 1988). Están constituidas básicamente por aluminosilicatos hidratados que poseen una estructura laminar y que van acompañados de otros minerales, denominados "accesorios", como el cuarzo, calcita, ilmenita, dolomita, etc (Mehta & Monteiro, 2015).

Si bien la caliza contiene cantidades significativas ambos óxidos (sílice y alúmina); que conforman el sistema cuaternario, además de impurezas, se requiere normalmente de una materia prima secundaria que pueda compensar la deficiencia composicional que presenta el componente calcáreo. La naturaleza pone a disposición una amplia variedad de rocas que pueden aportar dichos elementos; ya sea de forma individual o en conjunto, siendo preferible que el aporte sea simultáneo (Mehta & Monteiro, 2015). La arcilla se divide en grupos minerales que se detallan en la tabla 2.1.

| Compuesto | Grupo Caolín |
|---|-----------------------|
| $AI_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$ | Caolinita |
| $AI_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$ | Dickita |
| $AI_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$ | Nacrita |
| $AI_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 4 H_2O$ | Halloysita |
| Compuesto | Grupo Montmorillonita |
| $AI_2O_3 \cdot 4 SiO_2 \cdot H_2O + n H_2O$ | Montmorillonita |

Tabla 2.1 Grupos minerales de la arcilla

| $AI_2O_3\cdot 3\;SiO_2\cdot nH_2O$ | Bedidellita |
|--|-------------|
| $(Fe,AI)_2O_3 \cdot 3SiO_2 \cdot nH_2O$ | Nontronita |
| Compuesto | Grupo Mica |
| $KAI_2(Si_3AI)O_{10}(OH)_2$ | Moscovita |
| $NaAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$ | Paragonita |
| KMg ₃ (Si ₃ Al)O ₁₀ (OH) ₂ | Plogopita |
| $CaAl_2(Si_2Al_2)O_{10}(OH)_2$ | Margarita |
| $K(Mg,Fe)_3(Si_3AI)O_{10}(OH)_2$ | Biotita |
| $K(AILi_2)Si_4O_{10}(OH)_2$ | Lepidolita |
| Compuesto | llita |
| $K_2(AI)_4(AI_2SiO_6)O_{20}(OH)_4$ | |
| Compuesto | Vermiculita |
| (Mg, Fe) ₃ (Al, Si) ₄ O ₉ \cdot (OH) ₃ \cdot 3.5H ₂ O | |

Fuente: Cement Data Book

El hidróxido de hierro es el principal responsable de la coloración en las arcillas, siendo de tonalidad blanca las que no presentan impurezas (Walter, 1988).

2.3.3 Proceso de Producción del OPC

Se realiza la correcta disposición de la materia prima, priorizando las condiciones de esta (húmeda o seca). Si la materia prima es seca se realiza la molienda de la mezcla hasta que sea completamente homogénea. Obteniendo un polvo fino y seco. Si es húmeda se lleva a cabo la molienda hasta conseguir la finura promedio; este método tiene mayor consumo de

energía debido que se debe lograr evaporar el agua (Barbudo & Yepes, 2014; Gómez, n.d.; Mayer & Tegeder, 1987). La harina cruda una vez seca, fraccionada y homogenizada, ingresa al horno que presenta una leve inclinación. A una temperatura de 600 °C comienza la calcinación en donde el CaCO₃, que procede de la piedra caliza, produce CaO y CO₂. Cuando se alcanza los 1200 °C empieza la fundición; formando silicatos, aluminatos, y ferritoaluminatos de calcio. Como producto final se obtienen unas masas duras de un tamaño entre 3 - 20 mm, de diámetro, que se denomina escoria o Clinker. Posteriormente el Clinker pasa a una etapa de enfriamiento hasta adquirir una temperatura entre 100 - 200 °C. Luego se lo pulveriza en un molino de tubo y bolas, y se adicionan retardadores de fraguado como el yeso, argamasa o lignosulfonato de calcio; como etapa final se empaca (Gómez, n.d.; Mayer & Tegeder, 1987). En la tabla 2.2 se registran las temperaturas y reacciones durante el proceso.

| Tabla 2.2 Temperaturas y reacciones durante el proceso de formación de | ; |
|--|-----------|
| Clinker | |

| Temperatura (°C) | Reacción | Cambio de calor |
|---------------------|---|-----------------|
| 100 | Evaporación del agua | Endotérmico |
| ≥ 500 | Evolución del agua combinada del arcilla | Endotérmico |
| ≥ 900 | Cristalización de los productos | Exotérmico |
| ≥ 900 | Calcinación | Endotérmico |
| 900-1200 | Reacción entre la cal y arcilla | Exotérmico |
| 1200-1280 | Inicio de la fundición | Endotérmico |

| ≥ 1280 | Formación de compuestos de | Exotérmico |
|--------|----------------------------|------------|
| | cemento | |
| | | |

2.3.4 Desventajas del uso de OPC en el concreto

En el concreto existen una serie de agentes externos que inciden negativamente, afectando sus características y propiedades. El concreto debe ser capaz de resistir las bajas temperaturas; ya que para zonas como Canadá, el norte de Europa y Estados Unidos es de considerable importancia. El concreto portland en estas condiciones se expande hasta alrededor del 9 %, durante el congelamiento, provocando un aumento de la presión en el interior de las cavidades, generando fisuras y grietas (Eglinton, 2003).

Los sulfatos afectan negativamente al concreto, debido a que reaccionan químicamente con los compuestos. Provocan expansión, agrietamiento, ablandamiento o desintegración del mismo. Los ácidos, debido a la permeabilidad del concreto, disuelven los componentes destruyendo la estructura cristalina dejando solo residuos (Eglinton, 2003).

2.3.5 Emisiones de CO₂

La industria del cemento es una de las actividades industriales que más contribuye con las emisiones de gases de efecto invernadero, primordialmente CO₂. El cual se libera al medio ambiente cuando la reacción de la piedra caliza (CaCO₃) alcanza temperaturas de alrededor 900 °C, sometiéndose a calcinación y provocando la formación de óxido de calcio y dióxido de carbono (IEA, 2007).

La reacción principal es:

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$$
 (1)

A nivel mundial, la producción de cemento aporta con al menos 5-7% de las emisiones de CO₂ (Bosoaga, Masek, & Oakey, 2009 ; McLellan, Williams, Lay, Van Riessen, & Corder, 2011).

Una característica especial de esta industria es el hecho de que en una planta de cemento moderna; 50 % del CO_2 resulta del proceso de calcinación, 40% de la combustión de distintos de combustibles, 5% del transporte y los 5% restante, la electricidad usada en el proceso de manufactura (Bosoaga et al., 2009 ; McLellan et al., 2011).

En la tabla 2.3 se detalla información de las emisiones y de la producción de cemento a nivel del mundo y Latinoamérica.

| | 1990 | | 2010 | | 2011 | |
|--|-------|---------------|-------|---------------|-------|---------------|
| | Mundo | Latinoamérica | Mundo | Latinoamérica | Mundo | Latinoamérica |
| Producción de Clinker(millones de toneladas) | 421 | 41 | 634 | 77 | 665 | 82 |
| Producción de material cementante(millones de toneladas) | 511 | 50 | 840 | 110 | 888 | 118 |
| Emisiones específicas brutas de CO2 (kg CO2/ tonelada de producto cementante) | 761 | 709 | 654 | 613 | 646 | 601 |
| Emisiones específicas netas de CO2 (kg CO2/ tonelada de producto cementante) | 756 | 713 | 638 | 605 | 629 | 590 |
| Consumo de energía térmica por producción de Clinker(MJ/ tonelada de clinker) | 4.259 | 4.092 | 3.584 | 3.703 | 3.561 | 3.623 |
| Consumo de energía eléctrica por producción de cemento(kWh/ tonelada de cemento) | 116 | 116 | 110 | 112 | 107 | 107 |
| Volumen de combustibles fósiles alternos(millones de toneladas) | 2,4 | 0,1 | 13,4 | 1,3 | 12,8 | 1,4 |
| Volumen de combustibles de biomasa(millones de toneladas) | 0,3 | 0,3 | 5 | 0,8 | 5,3 | 0,9 |

Tabla 2.3 Emisiones y producción de cemento y Clinker a nivel mundial y Latinoamérica.

Fuente: FEDERACIÓN INTERAMERICANA DEL CEMENTO 2013

Se ha buscado alternativas para tratar de mitigar las emisiones de CO₂. Por lo tanto, ha existido un incremento en el desarrollo de nuevos materiales para la elaboración de cementos que puedan producir menor contenido de CO₂. Una serie de estudios han evidenciado que los hormigones elaborados a base de

geopolímeros, tienen un potencial de reducir los gases de efecto invernadero de un 25 – 45 % (McLellan et al., 2011).

2.4 Geopolímero

2.4.1 Historia

El término geopolímero fue acuñado por el científico francés Joseph Davidovits, cuya formación y estudios siempre estuvieron enfocados principalmente en la química orgánica de polímeros. Este enfoque cambió radicalmente debido a una serie de incendios catastróficos, ocurridos en Francia, entre los años 1970-1972. Estos incidentes involucraban plásticos orgánicos comunes; y fue entonces cuando Davidovits se encontró motivado hacia la investigación de materiales plásticos no inflamables (Joseph Davidovits, 2015b).

Davidovits define el material sintetizado como sigue: "El geopolímero es un material que se forma por la poli-condensación inorgánica (geopolimerización), siendo el resultado de la activación alcalina de un precursor compuesto principalmente por alumino-silicatos" (Škvára, 2007).

2.4.2 Materias Primas

La materia prima principal, para la producción de geopolímeros, será toda aquella que contenga material aluminosilicato en su composición. Los precursores pueden ser de origen natural como el caolín, la zeolita, cenizas volcánicas, entre otras. También puede tratarse de subproductos industriales; tales como el metacaolín, cenizas volantes, escorias de alto horno, esquistos laminares u otros residuos industriales (Nikolov et al., 2017).

2.4.2.1 Escoria de alto horno

Las escorias de alto horno, se describen como una mezcla de fases poco cristalinas. Poseen una composición semejante a la gehlenita (2CaO Al₂O₃ SiO₂), y a la akermanita (2CaO MgO 2SiO₂). La escoria es generada en el horno, a altas temperaturas, durante la producción de hierro; y su estructura es básicamente la de un aluminosilicato cálcico sobrecargado (Duxson & Provis, 2008).

Según Wan et al, para que la activación de la escoria de alto horno sea completa es necesario que el tamaño de partícula sea el menor posible. Las partículas de escoria de tamaño superior a 20 mm, de longitud, reaccionan incompletamente; mientras que las partículas por debajo de 2 mm reaccionan completamente en sistemas activados alcalinamente (Wan, Shui, & Lin, 2004).

2.4.2.2 Ceniza volante

La ceniza volante se describe como los restos de la combustión de arcillas, arenas y materia orgánica presente en el carbón que salen por la chimenea del horno. Por lo tanto, las cenizas volantes representan un material bastante variable que depende no solo de las impurezas, presentes en el carbón antes de la combustión, sino también de los detalles en el proceso de combustión y enfriamiento (Joseph Davidovits, 2015a).

La forma esférica que tienen las partículas de ceniza volante es beneficiosa para reducir la demanda de agua y maximizar el empaquetamiento de las partículas, reduciendo así la porosidad (Duxson & Provis, 2008). Para la síntesis de geopolímeros las cenizas volantes que más han sido estudiadas son aquellas que contienen baja cantidad de calcio; es decir, las de clase F conforme a la norma ASTM C618 (Joseph Davidovits, 2015a).

2.4.2.3 Zeolitas naturales

La zeolita es un tipo de aluminosilicato hidratado que presenta una estructura tetraédrica (en forma de panal), y consiste básicamente en cuatro átomos de oxígeno que rodean a un catión generalmente alcalino o alcalino terreo. Este mineral posee propiedades particulares como: el intercambio de iones y la desorción reversible en agua (María, 2013).

Hasta la fecha, se conocen no menos de 40 especies de Zeolitas naturales que se diferencian en el diámetro de canal que presenta su estructura y el tipo de catión asociado. En la tabla 2.4 se muestran algunos de los más importantes, tipos de zeolitas.

| Zeolita | Fórmula | Sistema | Vol. | Gravedad | Dimensión |
|----------------|---|--------------|------|-------------|-----------|
| | | cristalino | Poro | específica | canales Å |
| Clinoptilolita | (Na₄K₄) 6(Al ₈ Si ₄₀ O ₉₆) * 24 H₂O | Cúbico | 39 | 2.16 | 3.9 |
| Erionita | (Na, Ca, K) 9 (Al ₉ Si ₂₇ O ₇₂) * 40 H ₂ O | Hexagonal | 35 | 2.02 - 2.08 | 3.6 |
| Chabasita | (Na _{2,} Ca) 6(Al ₁₂ Si ₂₄ O ₇₂) * 40 H ₂ O | Hexagonal | 47 | 2.05 – 2.10 | 3.7 |
| Laumontita | Ca₄(AlଃSi ₁₆ O₄ଃ) * 16 H₂O | Monoclínico | 34 | 2.20 – 2.30 | 4.6 |
| Mordenita | Na ₈ (Al ₈ Si ₄₀ O ₇₂) * 24 H ₂ O | Ortorrómbico | 28 | 2.12 – 2.15 | 6.7 |

| Tabla 2.4 Fórmula típica y algunas propiedades físicas de los tipos de zeolitas |
|---|
| más importantes. |

Fuente: Fernando Morante

Las zeolitas, conforme a sus propiedades, tienen diferentes usos y aplicaciones; donde podemos citar los más importantes:

- En la eliminación de residuos radiactivos (Cs y Sr radiactivos).
- Tratamiento de efluentes residuales urbanos y agrícolas
- Como catalizador
- En la depuración de gases
- Limpieza en los derrames de aceites
- Producción de oxígeno
- Fertilización y remediación de suelos
- En la retención de metales pesados
- Nutrición animal (suplementos dietéticos)
- En la acuicultura
- Metalurgia
- Productos de papel
- En la construcción
- Aplicaciones médicas (Morante, 2004).

2.4.2.4 Activadores alcalinos

Se utilizan por lo general soluciones de sales alcalinas. Los activadores cumplen la función de acelerar la solubilización del aluminosilicato en la mezcla, propiciar la formación de hidratos estables y promover una estructura compacta entre ellos (María, 2013).

Los activadores alcalinos mayormente usados en la síntesis de geopolímeros resultan de la combinación de silicato de sodio (Na₂SiO₃) o silicato de potasio (K₂SiO₃), e hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH). El tipo de activador juega un papel fundamental durante el proceso de polimerización; si bien se puede utilizar un solo activador alcalino para la reacción, se conoce que cuando el activador alcalino proviene de una combinación; el rendimiento de la polimerización aumenta (Shaikh, 2013).

El uso de NaOH como activador está bastante extendido, debido a que es más barato, posee una amplia disponibilidad y tiene una viscosidad baja; comparada con la de los demás hidróxidos alcalinos. Sin embargo, su alta corrosividad exige que se lo utilice en combinación con algún silicato para atenuar su carácter corrosivo (María, 2013).

Por otro, el KOH posee un carácter más reactivo que el NaOH; es decir, permite una mayor velocidad de policondensación que el NaOH bajo las mismas condiciones, su menor disponibilidad y mayores costes dificultan su empleo (Martínez, 2009).

Además, el uso de soluciones alcalinas de silicatos solubles de sodio y potasio favorece también a una cinética de reacción más alta, que si solo se utilizaran soluciones de hidróxidos alcalinos (Alonso & Palomo, 2001). También ayudan a producir estructuras más compactas y con mayor estabilidad (Alonso & Palomo, 2001).

De esta manera, las propiedades y características de los productos geopoliméricos dependerán, en buena parte, de la alcalinidad de la solución activadora, la cual determina el grado de polimerización (Criado, Fernández-Jiménez, & Palomo, 2007).

2.4.3 Geopolimerización

La geopolimerización es una reacción que ocurre cuando un material rico en sílice y alúmina se mezcla con una solución altamente alcalina (pH > 7), para formar una pasta que presenta características de un aglomerante. Este material se puede asentar y endurecer en un periodo de tiempo corto como lo hace el cemento portland ordinario (Parra, 2011).

La formación de geopolímeros puede resumirse en tres etapas:

La primera etapa consiste en la disolución de las especies que contienen Si y Al en la solución alcalina. Durante la segunda etapa se lleva a cabo la condensación de las especies disueltas en monómeros. Finalmente, en la tercera etapa, se produce una polimerización, permitiendo la formación de un gel amorfo (Glid, Sobrados, Rhaiem, Sanz, & Amara, 2017).

El mecanismo de reacción que explica a detalle cómo se asientan y endurecen los materiales activados alcalinamente, no está entendido a profundidad. Sin embargo se cree que el proceso depende de los materiales de partida y el o los tipos de activadores alcalinos usados (Parra, 2011).

2.4.4 Concreto de Geopolímeros

La principal diferencia entre el concreto de geopolímeros y el de cemento portland es el tipo de aglutinante. Los óxidos de silicio y aluminio, presentes en la materia prima (Fly ash, blast furnace slags, zeolitas, etc.), reaccionan con la disolución alcalina hasta formar una pasta que une los agregados gruesos, finos y materiales sin reaccionar; dando lugar al concreto de geopolímero (Provis & van Deventer, 2009).

El esfuerzo de compresión y la trabajabilidad del concreto de geopolímero están influenciados de acuerdo a las composiciones y propiedades de los materiales constituyentes. Según Hardjito & Rangan, conforme a la experimentación se ha comprobado lo siguiente:

- Altas concentraciones de la solución de NaOH mejora los resultados en los ensayos de compresión.
- Cuanto mayor sea la relación entre el Na₂SiO₃/NaOH, mayor será la resistencia a la compresión del concreto de geopolímero.
- El agua en una mezcla de hormigón de geopolímero no juega ningún papel durante la reacción química, simplemente proporciona trabajabilidad a la mezcla durante su manipulación (Hardjito & Rangan, 2005).

Para diseñar buenas mezclas de hormigón de geopolímero, es necesario fijar parámetros basados en las cantidades de materias primas y reactivos a utilizar. Dentro de ellos; existe un parámetro importante que es la relación entre la masa de agua total con respecto a la masa del aglutinante (Agua total/binder). Se han realizado estudios para establecer este efecto sobre la compresión y la trabajabilidad en el concreto de geopolímero (Provis & van Deventer, 2009).

Cuando se trabaja con hormigón de geopolímero es necesario tener presente que el curado es una de las etapas más importantes y que puede afectar positiva o negativamente la calidad del hormigón final. Si bien para estas mezclas se puede hacer un curado a temperatura ambiente, generalmente se recomienda el curado a una temperatura mayor. El curado por calor beneficia sustancialmente a la reacción química que se produce en la pasta de geopolímero (Provis & van Deventer, 2009).
CAPÍTULO 3

3. METODOLOGÍA

3.3 Reactivos y materias primas para la elaboración de morteros de geopolímero.

3.3.1 Zeolita natural

La zeolita natural proviene de la empresa INDAMI CIA. LTDA. Constituida de 10,8% Mordenita, 9,3% Clinoptilolita, 22.9% Cuarzo, 22.2% Calcita y 34,7% Amorfo. Estos resultados fueron obtenidos de acuerdo al difractograma, que se encuentra en el apéndice B.



Figura 3.1 Zeolita Natural de INDAMI CIA. LTDA.

Fuente: Espinoza y García

3.3.2 Agregado fino (arena de río)

Se usaron dos tipos de arena de rio. La primera denominada arena 1, posee una granulometría entre 1 y 3 mm. Se la utilizó en la elaboración de 54 morteros; 27 activados con NaOH y 27 con KOH respectivamente. La arena 1 con respecto al difractograma que se encuentra en el Apéndice B; está constituida por anortita 46,5%, albita 23,2%, cuarzo 4,6%, phillipsita 0,1% y 25,6% amorfos. La segunda denominada arena 2, posee una granulometría entre 0.5 y 1.5 mm, fue usada para la elaboración de 27 morteros activados con NaOH. Constituida principalmente por 51,7% albita, 0,2% anortita; 9,9% cuarzo y 38,7% amorfos.

Para ambos experimentos, la relación arena/zeolita se fijó en 1.5. Como pre tratamiento, ambas arenas fueron introducidas en un horno a 60 $^{\circ}$ C por 24 horas.



Figura 3.2 Arena 1 y Arena 2

Fuente: Espinoza y García

3.3.3 Fibra de Polipropileno

La fibra de polipropileno que se incorporó a la mezcla es marca FIBERMESH® 150-e3; cuya presentación viene en fundas de 0.6 kg. Presentó las siguientes propiedades físicas y químicas que se detallan a continuación en la tabla 3.1:

| Longitud de fibra (mm) | 12 – 19 |
|-------------------------|---------|
| Gravedad específica | 0.91 |
| Conductividad térmica | Baja |
| Conductividad eléctrica | Baja |

| Tabla 3.1 Propiedad | es físicas y químicas | de FIBERMESH® 150-e3 |
|---------------------|-----------------------|----------------------|
|---------------------|-----------------------|----------------------|

| Resistencia álcali | Prueba álcali |
|--|------------------|
| Resistencia a la salinidad y acidez | Alta |

Fuente: FIBERMESH



Figura 3.3 Fibra de polipropileno FIBERMESH® 150-e3

Fuente: Espinoza y García

3.3.4 Disoluciones de hidróxido de sodio (10 M) e hidróxido de potasio (5 M)

El hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio, son sólidos incoloros, higroscópicos, altamente exotérmicos y corrosivos. Por lo tanto, se debe mantener las respectivas medidas de seguridad y protección personal.

Los hidróxidos empleados, para este proyecto, fueron de marca MERCK (Alemania). El NaOH tiene pureza del 99%; mientras el KOH una pureza del 85%.

Al ser altamente exotérmicos, se procedió a su elaboración con algunos días de anticipación. Para el hidróxido de sodio (10 M) se pesaron 200 g de NaOH

y para el hidróxido de potasio (5 M), 140 g de KOH. La disolución se completó con agua destilada en un matraz aforado de 500 mL.



Figura 3.4 Hidróxido de sodio (10 M) e hidróxido de potasio (5 M)

Fuente: Espinoza y García

3.3.5 Silicato de Sodio

El silicato de sodio empleado, en este estudio, es de marca MERCK (Alemania). La pureza del Na₂O entre 7.5 y 8.5 %, y del SiO₂ entre 25.5 y 28.5 %. La densidad es de 1.296 - 1.396 g/mL. Para la elaboración de los morteros de geopolímeros se usó la relación de activadores para Na₂SiO₃/NaOH y Na₂SiO₃/KOH igual a 3.



Figura 3.5 Solución de silicato de sodio

3.3.6 Hidróxido de calcio

El hidróxido de calcio Ca(OH)₂ o cal apagada, es un polvo blanco que se usa con el fin de mejorar la dureza del concreto. El Ca(OH)₂ que se utilizó, es de marca MERCK (Alemania), con pureza mayor o igual al 96%. Para las condiciones del experimento, no convenía utilizar el Ca(OH)₂ en disolución. Porque es insoluble a temperatura ambiente y simplemente aumentaría la relación Agua total/binder. Por ello, se prefirió agregarlo en estado sólido.



Figura 3.6 Hidróxido de calcio

Fuente: Espinoza y García

3.4 Procedimiento

3.4.1 Morteros alcalinos (Arena 1 como agregado fino)

Previamente, se elaboraron 3 morteros (de prueba), manteniendo fija la composición de Hidróxido de calcio en 1 wt %, y variando la composición de la fibra en 0, 0.5 y 1 wt % (ambos, con respecto a la mezcla ZN + arena). Posterior a ello, fueron curados en horno a 60 °C por 24 horas. Al siguiente día, fueron ensayados en resistencia a la compresión, para dar una idea general de los resultados que se debía esperar a los 14 días de curado; además, de estimar la cantidad de agua media para lograr buena trabajabilidad.

Se trabajó con dos sistemas de activadores, el primero fue (Na₂SiO₃/NaOH) y el segundo (Na₂SiO₃/KOH); ambos manteniendo una relación de 3 respectivamente. En total tuvimos 9 composiciones y una repetibilidad de 3; es decir 27 morteros para cada sistema.

Para la primera mezcla y tomando en cuenta la repetibilidad de 3. Se procedió a pesar la zeolita natural y la arena 1, para 3 morteros, en una balanza analítica. Luego, se colocaron ambas en un recipiente hondo, limpio y seco.

En una probeta se colocó 33.9 mL de NaOH o KOH (según el sistema), en otra $100.1 \pm 3 mL$ de Na₂SiO₃ y en la última, 78 mL de agua extra. Se pesó la cantidad de Ca(OH)₂, para cada mezcla. La primera con un contenido de 0.5 wt %, la segunda con 1 wt % y la tercera con 1.5 wt %; en base a la mezcla (Arena+ZN).

Para las primeras 3 mezclas (9 morteros), el contenido de fibra fue nulo. Las siguientes 3 tuvieron un contenido de fibra de 0.5 % y las últimas 3 un contenido de fibra del 1 %. La relación de agua total/zeolita fue de 0,68 para NaOH y de 0.70 para KOH.

Se mezcló manualmente durante 5 minutos el contenido seco (mezcla seca). Luego, se procedió a agregar los activadores más el agua extra, y durante 3 minutos se batió hasta que la mezcla se tornó homogénea. Cuando la pasta alcanzó buena consistencia, se la introdujo en moldes de madera de 5x5x5 cm³. Cada molde fue previamente cubierto de aceite, para permitir un mejor desmolde.

El molde se recubrió con una funda de polietileno, para evitar así la evaporación del agua y de que se produjeran fisuras en la superficie de los morteros. Posterior a esto, se introdujo en el horno el molde, donde las muestras para el sistema (Na₂SiO₃/NaOH) se curaron a 60 °C y las del sistema (Na₂SiO₃/KOH) a 40 °C, durante 24 horas respectivamente. Finalmente, luego del desmolde, se dejó curar las muestras durante un periodo de 13 días a temperatura ambiente (25.38°C), y humedad relativa de

29

50.21%. En las tablas 3.2 y 3.3 se presenta la planificación para cada sistema.

| Mezcla | Relación Na2 SiO3/ NaOH | Contenido de Na2 SiO3 (mL) | Contenido de NaOH (mL) | Contenido extra de agua (mL) | Contenido de Arena (g) | Contenido de Zeolita (g) | Total liquido/ binder (zeolita) | Agua total (mL) | Agua total/ zeolita | Arena/ zeolita | Activador/ zeolita | Ca(OH)₂ (g) mezcla | PP (g) mezcla |
|--------|-------------------------------|-------------------------------------|------------------------------|------------------------------------|------------------------------|--------------------------------|--|--------------------|------------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
| N1 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 0 |
| N2 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 0 |
| N3 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 0 |
| N4 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 1,13 |
| N5 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 1,13 |
| N6 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 1,13 |
| N7 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 2,25 |
| N8 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 2,25 |
| N9 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 61,5 | 0,68 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 2,25 |

Tabla 3.2 Planificación de la composición de 9 muestras activadas con NaOH

Fuente: Espinoza y García

| Tabla 3.3 | Planificación de | las composición | de 9 muestras | activadas con KOH |
|-----------|------------------|-----------------|---------------|-------------------|
|-----------|------------------|-----------------|---------------|-------------------|

| Mezcla | Relación Na2 SiO3/ KOH | Contenido de Na2 SiO3 (mL) | Contenido de KOH (mL) | Contenido extra de agua (mL) | Contenido de Arena (g) | Contenido de Zeolita (g) | Total liquido/ binder (zeolita) | Agua total (mL) | Agua total/ zeolita | Arena/ zeolita | Activador/ zeolita | Ca(OH)2 (g) mezcla | PP (g) mezcla |
|------------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|------------------------------------|------------------------------|--------------------------------|--|--------------------|------------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
| K 1 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 0 |
| K2 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 0 |
| K3 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 0 |
| K4 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 1,13 |
| K5 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 1,13 |
| K6 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 1,13 |
| K7 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 1,13 | 2,25 |
| K8 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 2,25 | 2,25 |
| K9 | 3 | 33,8 | 11,3 | 26,0 | 135 | 90 | 0,79 | 62,8 | 0,70 | 1,5 | 0,5 | 3,38 | 2,25 |



Figura 3.7 Concreto de geopolímero sin y con reforzamiento de PP, conformado por arena 1

Fuente: Espinoza y García

3.4.2 Morteros alcalinos (Arena 2 como agregado fino)

Este tercer sistema difiere de los anteriores, porque se utilizó la arena 2. Este es un agregado de composición distinta y granulometría inferior a la arena 1. El activador para este caso fue una combinación entre NaOH y Na₂SiO₃. También se modificó el porcentaje de Ca(OH)₂ en: 0.5, 1, 1.5 wt % con respecto a la masa de zeolita. Cabe mencionar que el contenido de agua extra que se agrega, disminuye a 11 mL por mortero. En la tabla 3.4 se presenta la planificación para este sistema.

| Mezcia | Relación Na2 SiO3/ NaOH | Contenido de Na2SiO3 (mL) | Contenido de NaOH (mL) | Contenido extra de agua (mL) | Contenido de Arena (g) | Contenido de Zeolita (g) | Total liquido/ binder (zeolita) | Agua total (mL) | Agua total/ zeolita | Arena/zeolita | Activador/ zeolita | Ca(OH)2 (g) zeolita | PP (g) mezcla |
|--------|-------------------------------|------------------------------|---------------------------|------------------------------------|---------------------------|-----------------------------|--|-----------------------|------------------------|---------------|-----------------------|------------------------|------------------|
| Na1 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,45 | 0 |
| Na2 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,90 | 0 |
| Na3 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 1,35 | 0 |
| Na4 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,45 | 1,125 |
| Na5 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,90 | 1,125 |
| Na6 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 1,35 | 1,125 |
| Na7 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,45 | 2,25 |
| Na8 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 0,90 | 2,25 |
| Na9 | 3 | 33,8 | 11,3 | 11,0 | 135 | 90 | 0,62 | 46,5 | 0,516 | 1,5 | 0,5 | 1,35 | 2,25 |

Tabla 3.4 Planificación de las 27 muestras activadas con NaOH

Fuente: Espinoza y García



Figura 3.8 Concreto de geopolímero sin y con reforzamiento de PP, conformado por arena 2

3.5 Pruebas

3.5.1 Resistencia a compresión (ASTM C109)

La máquina de ensayos de tracción que se usó, es perteneciente a la marca SHIMADZU® modelo UTM-600KNI. Donde se realizó el ensayo de las 54 muestras, 27 de NaOH y 27 de KOH teniendo en su composición la arena 1. Y a los 27 morteros activados con NaOH y compuesto por la arena tipo 2. El ensayo se basa en la norma ASTM C109.



Figura 3.9 Ensayo de resistencia a la compresión modelo UTM-600KNI

Fuente: Espinoza y García



Figura 3.10 Ensayo de resistencia a la compresión



Figura 3.11 Mortero de geopolímero sin fibra y con fibra después de la prueba de compresión

Fuente: Espinoza y García

3.5.2 Métodos analíticos instrumentales de caracterización

Se eligieron las 18 muestras que obtuvieron los resultados más altos en las pruebas de compresión de la arena tipo 1: 9 muestras de NaOH y 9 de KOH. Estás, previamente, fueron molidas y secadas a 60 °C durante 24 horas. Para poder evaporar el agua y evitar problemas en los análisis instrumentales.

3.5.2.1 Análisis termo gravimétrico/Calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC)

El análisis termo gravimétrico y la calorimetría diferencial de barrido, son análisis que se realizan simultáneamente. Por influencia de la temperatura; se puede medir el cambio de peso de una muestra, si la reacción es exotérmica o endotérmica, cambios de fases; entre otros.

El equipo para el análisis termo gravimétrico que se usó, es perteneciente a la marca TA modelo Q600.

Se pesaron muestras entre 10 – 15 mg. Por medio del software QSeries, se establecieron las condiciones a las que trabaja el equipo. Las cuales fueron: flujo de Nitrógeno 100 L/min, rampa de calentamiento de 20 °C/min, y el

proceso de calentamiento va de 25 – 1000 °C. Bajo estas condiciones, se estimó que alcanzar dicha temperatura, tomaba un tiempo de 49 min.

Para la correcta observación de la gráfica, respecto al porcentaje de pérdida de peso y flujo de calor en la muestra, se procedió a utilizar el software TA Universal Analysis.



Figura 3.12 Análisis Termo gravimétrico/Calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC) modelo Q600

Fuente: Espinoza y García

3.5.2.2 Difractómetro de rayos X (XRD)

El difractómetro de rayos X es un equipo que permite la identificación y cuantificación de la fase cristalina de una muestra. La difracción de rayos X es un método no destructivo; utiliza una cantidad pequeña de muestra y reporta resultados con rapidez, convirtiendo a esta técnica en un poderoso instrumento de análisis y control (Vasquez, 1974).

Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética; su característica principal es su longitud de onda que está comprendida entre 10 a 0.01 nm, y frecuencias en el rango de 30 a 30000 PHz (Wong-Ng et al., 2001).

Cuando la materia esta cristalizada, los átomos se encuentran ordenados a modo de nudos en una red. Cuando los rayos X inciden contra los átomos de

la red, estos entran en vibración y se convierten, a su vez, en emisores puntuales. Produciendo una serie de ondas; a este fenómeno se denomina difracción de rayos X (Vasquez, 1974).

Se utilizó un difractómetro de rayos X marca PANanalytical ® modelo X'pert; con tubo de rayos catódicos de Co (40 kV; 40 mA), con una evaluación en un rango de 2θ de 5^o a 90^o , y un paso de 0.017 grados. El software usado fue el HighScore Plus®, idóneo para el procesamiento de difractogramas.

Para la preparación de la muestra, esta debió ser micronizada en un molino de bolas, para obtener una granulometría final de 45 μm . Luego en una balanza analítica digital, se pesó 0.6 g de muestra (polvo de geopolímero) y 0.06 g de Cr_2O_3 . Ambas sustancias fueron mezcladas, hasta homogenizar, en un mortero. La mezcla fue colocada en un portamuestras de 10 mm de diámetro, e ingresada al equipo para el análisis.



Figura 3.13 Difractómetro de rayos X (XRD) modelo X'pert

Fuente: Espinoza y García

3.5.2.3 Microscopio electrónico de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido, es un equipo cuya función permite la captura de imágenes a diferentes ampliaciones; mediante el flujo de electrones. El SEM es marca FEI, modelo INSPECT S.

La muestra fue colocada en un porta muestra de carbono, donde debe asegurarse que la muestra esté completamente adherida. Se colocó la muestra en el porta stub, la altura debió ser ajustada de modo que se encuentre por debajo de la marca amarilla de 10 mm.

Una vez posicionada correctamente la muestra, se realizó el bombeo de la cámara del SEM. Se corroboró si el nivel de agua, en el interior del frasco ubicado en la parte posterior del microscopio, se encuentra en un nivel superior a la mitad. De no estarlo, se rellena con agua destilada.

Se hizo fluir el haz de electrones, por medio del software xT microscope control. Se manipulan las condiciones, hasta lograr la calidad más óptima de la imagen. Para este caso fue: una presión de 12 Pa, tensión de aceleración de 14 kV, spot de 3, contraste de 64.7 y el brillo de 40. Estos valores se pueden modificar dependiendo de la ampliación requerida.

Se seleccionaron las áreas de interés, con ampliaciones de: 500x, 1000x, 2000x, 3000x y 5000x, respectivamente.



Figura 3.14 Microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo INSPECT S

v

3.5.2.4 Espectrometría infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

La espectrometría infrarroja es un análisis que por la interacción de la luz infrarroja, las moléculas absorben energía en longitudes de onda específicas. Permitiendo la identificación de grupos funcionales orgánicos e inorgánicos. El espectrofotómetro infrarrojo (FTIR) que se usó es de la marca Perkin Elmer, modelo Spectrum 100.

Durante el análisis, la muestra debe tener forma de una pastilla circular y aplanada. Para su elaboración, se requirieron 0.2 g de bromuro de potasio; una sal que no absorbe la radiación infrarroja y es altamente higroscópica. Por tanto, se la dejó en horno a 60 °C durante 1 o 2 días antes de su uso. De cada muestra triturada se pesaron 0.002 g.

El resultado se mezcló, en un mortero, hasta que fuese lo suficientemente homogénea. La mezcla fue prensada con una carga de 9 toneladas durante 3 – 5 minutos, para garantizar que sea lo suficientemente translúcida. Con el fin de que pueda incidir el haz de luz.

Se insertaron las pastillas, una a una, en el equipo. Por medio del software Spectrum, se ajustaron las condiciones para el escaneo. Se tuvo un intervalo espectral de 4000 – 450 cm⁻¹, con número de escaneo 10 y se operó en transmitancia.



Figura 3.15 Espectrofotómetro infrarrojo (FTIR) modelo Spectrum 100

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS

4.3 Resultados de Prueba de Compresión

De las 48 muestras, 26 del sistema activador (Na₂SiO₃/NaOH) y 22 del sistema (Na₂SiO₃/KOH), fueron sometidas a la prueba de resistencia a la compresión. En la tabla 4.1, se detallan los resultados con la solución alcalina para el primer sistema activador.

| Activadores | % Ca(OH)₂ | % PP | Serie | Promedio resistencia a la compresión (MPa), a los 14 días de curado. | Desviación Estándar |
|-------------|--------------|------|-------|--|------------------------|
| | 0.5 | 0 | N1 | 1.35 | 0,064 |
| | 1 | 0 | N2 | 0.6 | 0,187 |
| | 1.5 | 0 | N3 | 0.42 | 0,017 |
| | 0.5 | 0,5 | N4 | 1.36 | 0,769 |
| | 1 | 0,5 | N5 | 0.76 | 0,095 |
| Activador 1 | 1.5 | 0,5 | N6 | 0.78 | 0,145 |
| | 0.5 | 1 | N7 | 2.20 | 0,368 |
| | 1 | 1 | N8 | 0.81 | 0,081 |
| | 1.5 | 1 | N9 | 0.65 | 0,057 |

Tabla 4.1 Promedio de la resistencia a la compresión para las muestras activadas con Na₂SiO₃/NaOH 10 M.

Fuente: Espinoza y García

En las figuras 4.1, 4.2, 4.3 y 4.4. Se representan los resultados promedios de la prueba de resistencia a la compresión; además, como influyen los porcentajes variables de Ca(OH)₂ y de la fibra de polipropileno.



Figura 4.1 Porcentaje de Ca(OH) $_2$ vs. Resistencia a la compresión con 0% de PP





Figura 4.2 Porcentaje de Ca(OH)₂ vs. Resistencia a la compresión con 0.5% de PP









Figura 4.4 Porcentaje de Fibra de PP vs. Resistencia a la compresión (MPa)



En la tabla 4.2, se detalla la resistencia compresión promedio de las muestras para el segundo sistema activador.

| Activador | % Ca(OH)₂ | % PP | Serie | Promedio resistencia a la compresión (MPa), a los 14 días de curado. | Desviación Estándar |
|-------------|-----------|------|-------|--|------------------------|
| | 0.5 | 0 | K1 | 0.98 | 0,212 |
| | 1 | 0 | K2 | 0.89 | 0,147 |
| | 1.5 | 0 | K3 | 0.43 | 0,012 |
| | 0.5 | 0,5 | K4 | 1.84 | 0,196 |
| | 1 | 0,5 | K5 | 0.57 | 0,194 |
| Activador 2 | 1.5 | 0,5 | K6 | 0.51 | 0,247 |
| | 0.5 | 1 | K7 | 1.30 | 0,064 |
| | 1 | 1 | K8 | 1.28 | 0,625 |
| | 1.5 | 1 | K9 | 0.29 | - |

Tabla 4.2 Promedio de los esfuerzos de compresión de las muestras activadas con Na₂SiO₃/KOH 5 M.

Fuente: Espinoza y García

En la figura 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8. Se representan los resultados promedios de la resistencia a la compresión; además, cómo influyen los porcentajes variables de $Ca(OH)_2$ y de la fibra de polipropileno.





Fuente: Espinoza y García



Figura 4.6 Porcentaje de Ca(OH)₂ vs. Resistencia a la compresión con 0.5% de PP



Figura 4.7 Porcentaje de Ca(OH)₂ vs. Resistencia a la compresión con 1% de PP





Figura 4.8 Porcentaje de Fibra de PP vs. Resistencia a la compresión (MPa)



Se realizaron cambios con el fin de optimizar los resultados de la resistencia a la compresión. Por ello, se varió el porcentaje de $Ca(OH)_2$ en (0.5, 1, 1,5) wt% respecto a la zeolita. Este parámetro también incide directamente en el

cambio del volumen extra de agua, siendo 11 mL el volumen utilizado para las 9 composiciones de los morteros.

En la tabla 4.3, se indica el promedio de la resistencia a la compresión y la desviación estándar para estas nuevas condiciones.

| Serie | % Ca(OH)₂ | % PP | Promedio resistencia a la compresión (MPa), a los 7 días de curado. | Desviación Estándar |
|-------|--------------|---------|---|------------------------|
| Na1 | 0.5 | 0 | 2,89 | 0,96 |
| Na2 | 1 | 0 | 4,08 | 0,23 |
| Na3 | 1.5 | 0 | 3,75 | 0,50 |
| Na4 | 0.5 | 0,5 | 3,31 | 0,08 |
| Na5 | 1 | 0,5 | 3,77 | 0,34 |
| Na6 | 1.5 | 0,5 | 4,63 | 0,09 |
| Na7 | 0.5 | 1 | 3,24 | 0,32 |
| Na8 | 1 | 1 | 3,09 | 0,12 |
| Na9 | 1.5 | 1 | 4,06 | 0,05 |

Tabla 4.3 Promedio de la resistencia a la compresión de las muestras con laarena 2

Fuente: Espinoza y García

En la figura 4.9, 4.10, 4.11 y 4.12. Se representan los resultados promedios de la resistencia a la compresión; además, cómo influyen los porcentajes variables de Ca(OH)₂ y de la fibra de polipropileno.



Figura 4.9 Porcentaje de Ca(OH)₂ vs. Resistencia a la compresión con 0% de PP



Fuente: Espinoza y García

Figura 4.10 Porcentaje de Ca(OH)₂ vs. Resistencia a la compresión con 0.5 % de PP







Fuente: Enriqueta García, Andrés Espinoza





4.4 Resultados del Análisis Termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido (TGA/ DSC)

En el anexo A, se encuentran los termogramas pertenecientes a cada muestra y a la fibra de polipropileno. Donde con respecto al diferencial de peso se han determinado las pérdidas de peso significativas. En la tabla 4.4 se detallan las pérdidas de peso con respecto al rango de temperatura.

Tabla 4.4 Análisis Termogravimétricos de las 18 muestras, 9 del sistema activador Na₂SiO₃/NaOH 10 M y 9 del sistema activador Na₂SiO₃/KOH 5 M.

| Muestra | Rango de temperatura (25-100)°C | Rango de temperatura (100-200)°C | Rango de temperatura (200-300)°C | Rango de temperatura (300-500)°C | Rango de temperatura (500-750)°C | Rango de temperatura (750-1000)°C | Total (%) |
|---------|---------------------------------------|--|--|--|--|---|--------------|
| N1.1 | 2,644% | 1,360% | 1,092% | 0,894% | 4,564% | 0,06% | 10,61 |
| N2.3 | 2,23% | 1,62% | 1,31% | 1,14% | 4,05% | 0,38% | 10,72 |
| N3.3 | 2,05% | 1,47% | 1,07% | 1,51% | 4,02% | 0,38% | 10,49 |
| N4.1 | 2,21% | 1,64% | 1,07% | 2,03% | 3,86% | 0,10% | 10,90 |
| N5.1 | 2,75% | 1,26% | 2,50% | 2,07% | 3,93% | 0,29% | 12,80 |
| N6.2 | 2,21% | 1,30% | 0,88% | 1,90% | 3,94% | 0,30% | 10,53 |
| N7.2 | 2,60% | 1,43% | 1,17% | 3,21% | 3,89% | 0,31% | 12,60 |
| N8.3 | 2,33% | 1,40% | 1,21% | 4,93% | 3,95% | 0,28% | 14,10 |
| N9.3 | 2,42% | 1,36% | 1,63% | 2,30% | 3,67% | 0,34% | 11,72 |
| K1.1 | 1,65% | 0,99% | 1,21% | 1,08% | 4,32% | 0,19% | 9,44 |
| K2.2 | 1,87% | 0,69% | 0,95% | 0,86% | 4,28% | 0,08% | 8,73 |
| K3.2 | 2,06% | 0,73% | 0,62% | 0,87% | 4,32% | 0,27% | 8,87 |
| K4.2 | 2,40% | 0,82% | 0,80% | 1,11% | 3,83% | 0,22% | 9,18 |

| K5.2 | 2,26% | 0,87% | 1,50% | 2,39% | 4,81% | 0,04% | 11,87 |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| K6.2 | 2,17% | 0,98% | 0,88% | 2,08% | 5,26% | 0,16% | 11,52 |
| K7.1 | 2,06% | 0,73% | 0,63% | 2,16% | 4,05% | 0,69% | 10,32 |
| K8.2 | 2,04% | 0,84% | 0,58% | 1,79% | 4,24% | 0,12% | 9,60 |
| K9.3 | 2,00% | 0,91% | 0,66% | 1,95% | 4,66% | 0,18% | 10,37 |
| | | | | | | | |

Fuente: Espinoza y García

4.5 Resultados de las pruebas de Difracción de Rayos X (XRD)

En el anexo B, se encuentran los difractogramas pertenecientes a la materia prima y a las 18 muestras en cuya composición se encuentra la arena. En la tabla 4.5 se detallan composición respectiva para cada muestra.

Tabla 4.5 Análisis de Difracción de Rayos X de las 18 muestras, 9 del sistema activador Na₂SiO₃/NaOH 10 M y 9 del sistema activador Na₂SiO₃/KOH 5 M.

| Muestra | Albite (%) | Mordenite (%) | Quartz (%) | Calcite (%) | Amorfo (%) | Total (%) |
|---------|---------------|------------------|---------------|----------------|---------------|--------------|
| N1.1 | 37,6 | 2,8 | 10,4 | 8,1 | 41,1 | 100 |
| N2.3 | 36,8 | 4,2 | 10,9 | 9,4 | 38,7 | 100 |
| N3.3 | 34,4 | 1,9 | 9,6 | 9,5 | 44,5 | 100 |
| N4.1 | 37 | 2,6 | 9,7 | 8,4 | 42,3 | 100 |
| N5.1 | 34 | 3,1 | 10,8 | 8,3 | 43,9 | 100 |
| N6.2 | 34,3 | 2,5 | 11,3 | 9,1 | 42,8 | 100 |

| N7.2 | 34,8 | 6,1 | 10,1 | 7,4 | 41,5 | 100 |
|------|------|-----|------|------|------|-----|
| N8.3 | 34,8 | 3,9 | 11,6 | 7,5 | 42,2 | 100 |
| N9.3 | 31,8 | 4,6 | 9,7 | 7,9 | 45,9 | 100 |
| K1.1 | 41,9 | 6,5 | 11,5 | 7,7 | 32,4 | 100 |
| K2.2 | 33,6 | 3,6 | 9,6 | 7,9 | 45,3 | 100 |
| K3.2 | 45,7 | 4,4 | 13,2 | 10,3 | 26,5 | 100 |
| K4.2 | 42,5 | 2,8 | 12,7 | 8,9 | 33 | 100 |
| K5.2 | 42,9 | 7,3 | 12,9 | 9,7 | 27,3 | 100 |
| K6.2 | 41,6 | 4,1 | 11,9 | 10,9 | 31,6 | 100 |
| K7.1 | 33 | 6,6 | 13,6 | 10,8 | 36 | 100 |
| K8.2 | 42,6 | 5 | 12,8 | 8,7 | 30,8 | 100 |
| K9.3 | 38,7 | 3,8 | 10,9 | 9,8 | 36,8 | 100 |

Fuente: Espinoza y García

4.6 Resultados de las pruebas de Espectroscopía infrarroja (FTIR)

En el anexo D, se encuentran los diagramas de espectroscopia. En la tabla 4.5, se han identificado los grupos funcionales más relevantes de las muestras.

| Muestra | OH Stretching | H₂O Flexión | O-C-O Estiramiento | Si-O-Si Al-O-Si Asimétrico | AIO₄ Simétrico |
|---------|------------------|----------------|-----------------------|-------------------------------|-------------------|
| | | | | | |
| N1.1 | 3467 | 1642 | 1432 | 1031 | 797 |
| N2.3 | 3460 | 1640 | 1428 | 1035 | 798 |
| N3.3 | 3437 | 1641 | 1428 | 1035 | 798 |
| N4.1 | 3439 | 1639 | 1431 | 1039 | 798 |
| N5.1 | 3438 | 1638 | 1437 | 1035 | 798 |
| N6.2 | 3434 | 1640 | 1450 | 1035 | 798 |
| N7.2 | 3462 | 1641 | 1438 | 1040 | 798 |
| N8.3 | 3437 | 1641 | 1435 | 1036 | 798 |
| N9.3 | 3437 | 1641 | 1455 | 1031 | 796 |
| K1.1 | 3459 | 1644 | 1426 | 1041 | 797 |
| K2.2 | 3459 | 1642 | 1426 | 1041 | 797 |
| K3.2 | 3464 | 1644 | 1429 | 1032 | 799 |
| K4.2 | 3454 | 1643 | 1451 | 1039 | 797 |
| K5.2 | 3445 | 1645 | 1434 | 1036 | 798 |
| K6.2 | 3443 | 1643 | 1435 | 1038 | 798 |
| K7.1 | 3456 | 1638 | 1431 | 1036 | 798 |
| K8.2 | 3441 | 1643 | 1435 | 1035 | 778 |
| K9.3 | 3437 | 1643 | 1438 | 1039 | 796 |

Tabla 4.6 Principales grupos funcionales encontrados en las muestras.

CAPÍTULO 5

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.3 Interpretación de los resultados de la prueba de resistencia a la compresión

En las tablas 4.1 y 4.2, se presentan los resultados obtenidos en el ensayo de compresión, a los 14 días de curado, para los morteros a base de Zeolita natural rica en Mordenita; activados con Na₂SiO₃ e NaOH 10M (activador 1) y Na₂SiO₃ e KOH 5M (activador 2), respectivamente. De los primeros 54 morteros elaborados; solo cumplieron los requisitos para el ensayo: 26 muestras (activador 1) y 22 muestras (activador 2). Esto se debió a que en el momento de desmoldar, 6 morteros se resquebrajaron. En la tabla 4.3, se presenta los resultados obtenidos en el ensayo de compresión, a los 7 días de curado, para los nuevos 27 morteros; activados con Na₂SiO₃ e NaOH 10M. Se debe señalar que para los primeros 54 morteros se usó la arena 1; mientras que para los nuevos 27 morteros se utilizó la arena 2 como agregado fino.

La muestra N7.2, que tiene en su composición NaOH: 10 M, relación Na₂SiO₃/NaOH: 3, Ca(OH)₂: 0.5% (p/p) de mezcla, PP: 1% (p/p) de mezcla, y curado a 60 °C por 1 día, más 13 días a 23 °C. Es la mejor mezcla, del primer sistema, y presenta una resistencia a la compresión de 2.60 MPa. De la misma forma, la muestra K4.2 que tiene en su composición KOH: 5 M, relación Na₂SiO₃/KOH: 3, Ca(OH)₂: 0.5% (p/p) de mezcla, PP: 0.5% (p/p) de mezcla, y curado a 40 °C por 1 día, más 13 días a 23 °C. Es la mejor mezcla, del segundo sistema, y presenta una resistencia a la compresión de 2.06 MPa. La muestra Na6.1, que tiene en su composición NaOH: 10 M, relación Na₂SiO₃/NaOH: 3, Ca(OH)₂: 1.5% (p/p) de ZN, PP: 0.5% (p/p) de mezcla, y curado a 60 °C por 1 día, más 6 días a 23 °C. Es la mejor mezcla, del tercer sistema, y presenta una resistencia a la compresión de 2.06

En este estudio, los dos primeros resultados son bajos si se los compara con otros autores. Quienes obtuvieron mayores resistencias en un menor tiempo de curado, para sistemas de zeolita natural que no contenían ningún agregado adicional (Auqui, Baykara, Rigail, Cornejo, & Villalba, 2017a), (Baykara et al., 2017a). Sin embargo, son mejores a los resultados obtenidos

por Nikolov et al. Quienes alcanzaron 2.7 MPa para una muestra de mortero, sin agregado, a base de Zeolita natural (Nikolov et al., 2017). Otros sistemas geopoliméricos marcan una diferencia notable como el realizado por Joseph & Mathew. Quienes obtuvieron 52 MPa (a los tres días de curado), utilizando Cenizas volantes tipo F; añadiendo agregado fino y grueso. El mortero Na6.1 destaca, sobre los dos anteriores de nuestro estudio, debido a que su resistencia es casi el doble y en un menor tiempo de curado. Si bien, se puede decir que la zeolita natural muestra menor ganancia de resistencia (Nikolov et al., 2017), que otros sistemas geopoliméricos "tradicionales". No es menos importante decir, que la selección de un buen agregado mejora considerablemente la resistencia mecánica de los morteros de geopolímero (Joseph & Mathew, 2012).

Se puede observar que el reforzamiento con polipropileno, mejora poco la resistencia a la compresión del mortero de geopolímero. Aun cuando el aumento de la resistencia no es elevada; se notó que los morteros con reforzamiento no presentaban fisuras en su superficie. Además, durante el ensayo de compresión, estos no se quebraron (solamente presentaron fisuras), aunque habían soportado el máximo esfuerzo. Esto corrobora los estudios donde mencionan que el reforzamiento con fibras de polipropileno, mejora la ductilidad de los morteros (Banthia & Gupta, 2006).

La incorporación de Ca(OH)₂, a las mezclas de geopolímero, resulta beneficioso cuando se lo hace respecto a la masa de zeolita (Auqui, Baykara, Rigail, Cornejo, & Villalba, 2017b). En dichas mezclas, se verificó un incremento en la resistencia a la compresión (casi el doble), frente a las mezclas que contenían Ca(OH)₂ respecto a la masa (zeolita + arena 1). Palomo et al, demuestra que añadir una cantidad baja de hidróxido de calcio con respecto a la masa de aluminosilicatos (materia prima), intensifica la reacción de geopolimerización y contribuye al incremento del comportamiento mecánico (Alonso & Palomo, 2001).

La concentración del activador alcalino es una de las variables fundamentales en el proceso de policondensación. Según Baykara et al, la concentración de NaOH óptima, que promueve un mayor grado de geopolimerización y mejores resultados en el esfuerzo de compresión en geopolímeros de zeolita natural, es de 10 M (Baykara et al., 2017b). Ya que la solubilidad del aluminosilicato incrementa con el aumento de la concentración del ión hidróxido (Gasteiger, Frederick, & Streisel, 1992).

5.4 Interpretación de los resultados del Análisis Termogravimétrico Y calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC)

En la tabla 4.4 se encuentran los resultados de las pérdidas de peso pertenecientes a las 18 muestras que en su composición contienen la arena 1.

Se puede identificar que en el intervalo de temperatura de (25 - 100) °C, se tuvo una pérdida de masa de 2,219% por la evaporación del agua superficial. En el rango de (100 - 300) °C, es por la pérdida del agua intermolecular y cristalina presente en el geopolímero (Denis & Diego, 2015). En el intervalo de (300 - 500) °C está pérdida de masa es significante (1,903%) por la deshidroxilación de los SiOH y AlOH, presentes en la estructura del geopolímero, y a la pérdida de fibra de polipropileno (Villaquirán-Caicedo, de Gutierrez, Sulekar, Davis, & Nino, 2015).

En el rango de temperatura de (500-750) °C, se tiene una pérdida de aproximadamente 4,203% y se debe a los carbonatos (carbonato de calcio, carbonato de sodio o carbonato de potasio). Las muestras se consideran estables aproximadamente desde los 750 °C, donde se obtuvo una pérdida total de masa promedio del 10,797% (Alshaaer, El-Eswed, Yousef, Khalili, & Rahier, 2016).Con respecto al flujo de calor, los procesos de evaporación de agua, deshidroxilación y carbonatación son reacciones endotérmicas. A partir de los 750 °C, empieza la estabilización de la muestra, donde se llevan a cabo las reacciones exotérmicas debido a la formación de cristales y reacomodación de las moléculas (Pilataxi & José, 2014).

En cuanto a la pérdida de peso en función de sus activadores, se evidencia una mayor pérdida con respecto al NaOH y esto se debe a que a las muestras fueron curadas durante las primeras 24 horas a 60 °C y las de KOH a 40 °C.

5.5 Interpretación de los resultados de las pruebas de Difracción de Rayos X (XRD)

En el apéndice B, se presentan los difractogramas correspondientes a las materias primas y muestras geopoliméricas elaboradas. En primer lugar, se puede afirmar que la geopolimerización tuvo lugar; porque se observa presencia significativa de contenido amorfo en las composiciones de los 18 morteros ensayados (Baykara et al., 2017b). En otras palabras, los activadores tuvieron el efecto esperado y sirvieron de medio para que los aluminosilicatos se disolvieran en silicatos y aluminatos, para comenzar la reacción de policondensación (Glid et al., 2017).

Se observa que las principales fuentes de aluminosilicatos en la zeolita natural eran: calcita (22.2%), mordenita (10.8%), clinoptilolita (9.3%) y cuarzo (22.9%). Luego de que la reacción se lleva a cabo, el contenido de ellas decrece en los productos finales. Se aprecia en el caso de la mordenita y el cuarzo que se disuelve parcialmente; porque aparecen como agregado cristalino en los geopolímeros (Baykara et al., 2017b). En cambio la clinoptilolita resulto ser el mineral más reactivo; ya que reaccionó por completo para formar contenido amorfo. Estas fuentes más los activadores se unen para formar, probablemente, aluminosilicatos de calcio y sodio hidratados: N-A-S-H y C-A-S-H respectivamente (Baykara et al., 2017b), (Pratt et al., 1995).

También se evidencia que la reacción de geopolimerización fue más eficiente en los morteros activados con NaOH, con un contenido promedio de material amorfo de 42.54%. Mientras que para los morteros activados con KOH fue de tan solo el 33.3%.

57

El agregado proporciona una fuente adicional de Al y Si para la formación del mortero de Geopolímero. En los difractogramas de las arenas 1 y 2, se puede apreciar diferencias significativas en la constitución de cada una. La arena 1 presenta un contenido de anortita (46.5%), albita (23.2%), cuarzo (4.6%) y amorfos (25.6%). La arena 2, en cambio, presenta albita (51.7%), anortita (0.2%), cuarzo (9.9%) y amorfos (38.3%). En el análisis de resistencia a la compresión, se menciona que los mejores resultados se obtuvieron al trabajar con la arena 2 (Provis & van Deventer, 2009). Entonces se puede deducir, que una arena de rio con alto contenido de albita y bajo contenido de anortita, resulta beneficiosa para el desempeño mecánico del mortero alcalino (Huais Xu & van Deventer, 2003).

5.6 Interpretación de los resultados de la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

En el apéndice C, se muestran las fotografías tomadas por el microscopio electrónico de barrido (SEM); que corresponden a las muestras de mortero que se activaron con NaOH 10 M e KOH 5 M, respectivamente. Cabe señalar que ambas matrices contienen un segundo activador que es Na₂SiO₃ y aunque en 12, de las 18 muestras analizadas, existe contenido de fibras de polipropileno solo para la muestra K7.2 se presenta propiamente la fibra.

Esto se debió a que la fibra no se entrelazaba apropiadamente con la parte sólida de la mezcla (zeolita + arena); y así, era difícil tomar una muestra representativa que incluyera a la fibra en cuestión. Se cree que el pobre entrelazamiento se debió a la longitud de la fibra, mayor en comparación con el diámetro del grano. Otro factor importante, era que solo la fibra retenía la mayor parte del haz de electrones que pasaba sobre ella; de tal modo, que el resto de la imagen aparecía opacada. Por ello se prefirió no incluirla en las demás fotografías.

En la siguiente tabla se describen las características que se pudieron apreciar en las fotografías del SEM.
| % PP mezcla | % CaOH mezcla | Muestra | Características |
|----------------|------------------|---------|---|
| 0 | 0,5 | N1.1 | Granulometría variada |
| | 1 | N2.3 | Posible carbonataciónNo existen fisuras apreciables |
| | 1,5 | N3.3 | Los granos tienen forma esférica |
| | 0,5 | N4.1 | Granulometría variada |
| 0,5 | 1 | N5.1 | Posible carbonatación Fisuras pronunciadas en la N5.1 |
| | 1,5 | N6.2 | |
| 1 | 0,5 | N7.2 | Granulometría variada |
| | 1 | N8.3 | Posible carbonataciónFisuras pronunciadas en la N9.1 |
| | 1,5 | N9.1 | La forma de los granos es ortoédrica |

Tabla 5.1 Descripción de las imágenes SEM para las muestras activadas con NaOH 10 M

Tabla 5.2 Descripción de las imágenes SEM para las muestras activadas con KOH 5 M

| % PP mezcla | % CaOH mezcla | Muestra | Características |
|----------------|------------------|---------|--|
| | 0,5 | K1.2 | Granulometría variada |
| 0 | 1 | K2.2 | Posible carbonatación en mayor grado |
| | 1,5 | K3.2 | Existen grietas pronunciadas |
| 0,5 | 0,5 | K4.2 | Granulometría variada |
| | 1 | K5.2 | Posible carbonatación en mayor grado |
| | 1,5 | K6.2 | Existen grietas pronunciadas |

| | 0,5 | K7.1 | Granulometría variada |
|---|-----|------|--|
| 1 | 1 | K8.2 | Posible carbonatación en mayor grado |
| | 1,5 | K9.3 | grado |
| | | | Existen grietas pronunciadas |

Con respecto a la heterogeneidad del tamaño de grano, cabe mencionar que las muestras luego de trituradas no fueron tamizadas, y de allí la diferencia significativa en las imágenes. Resulta una mala señal que no haya ocurrido una mayor adhesión de la fibra al concreto, por motivos que ya se explicaron. Se puede observar que, casi en su totalidad, las muestras presentan partículas que tienen una superficie escamosa, se cree que es debido a la carbonatación producida por el contacto del CO₂ del ambiente con el Ca(OH)₂ y los activadores alcalinos tales como NaOH y KOH.

Finalmente, se observa que las estructuras muestran fisuras o grietas que van de menor a mayor tamaño, respecto al incremento del $Ca(OH)_2$ en la muestra. Es decir, no hubo una buena compactación en el mortero y se piensa que esto puede afectar las propiedades mecánicas a los 14 días de curado. Las muestras con mayor contenido de $Ca(OH)_2$ eran más difíciles de trabajar y compactar en el molde.

5.7 Interpretación de los resultados de la Espectroscopía infrarroja (FTIR)

En la tabla 4.5 se detallan los resultados de los espectrogramas de los 18 tipos de muestras.

Uno de los picos más prominentes es el que se encuentra en la longitud de onda (3467 - 3434) cm⁻¹ y esta se debe al grupo oxidrilo HO⁻OH; el cual es característico por la vibración de estiramiento. El espectro (1645 -1638) cm⁻¹

sedebe a la vibración de flexión que producen las moléculas de agua que se encuentran intermolecularmente en la estructura amorfa del geopolímero. (Auqui et al., 2017b)

En el espectro de (3000 - 2800) cm⁻¹ se presenta grupos CH₂, principalmente por la presencia del polipropileno en la mezcla. En el rango de (1455-1426) cm⁻¹ la vibración de estiramiento del O-C-O, la cual se debe a la formación de carbonato de calcio, carbonato de sodio o carbonato de potasio, producto de la interacción con el ambiente (Hamidi, Man, & Azizli, 2016).

En el espectro de (1041-1031) cm⁻¹, debido a la vibración asimétrica de los grupos SiOSi y AlOSi La vibración simétrica de los AIO_4 que se encuentra en el espectro de (799-778) cm⁻¹, lo cual identifica que se dio la formación del geopolímero debido a la disolución de los silicatos y aluminatos presentes en la zeolita los cuales se disolvieron en la disolución alcalina. (Nikolov et al., 2017)

CAPÍTULO 6

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.3 Conclusiones

Este estudio examinó el efecto de los de activadores alcalinos, la temperatura de curado, contenido extra de calcio, y el tipo de agregado sobre el proceso de activación alcalina. Los ensayos demostraron que la activación con NaOH, permite mejorar la disolución de los minerales presentes en la Zeolita, frente a la activación con KOH (Hua Xu & Van Deventer, 2000).

Los difractogramas, del análisis de difracción de rayos X, muestran mayor presencia de contenido amorfo en los morteros activados con NaOH, que en los de KOH. El aumento de contenido amorfo se atribuye a la reacción de geopolimerización con alguna inclusión cristalina. (J. Davidovits, 1991), (Nikolov et al., 2017). La espectrometría infrarroja muestra que los espectros de las muestras de NaOH, son más pronunciados en comparación a los de KOH. Garantizando así, una mayor disolución de los aluminosilicatos en la solución alcalina (Hua Xu & Van Deventer, 2000).

Se concluye que la adecuada incorporación de una cantidad extra de Calcio a las mezclas geopoliméricas, incrementa las propiedades mecánicas del material (Alonso & Palomo, 2001). En nuestro estudio, notamos que es favorable su agregación, si se realiza en función a la masa de la Zeolita. Las propiedades mecánicas para ese caso mejoraron significativamente. No así, cuando el $Ca(OH)_2$ se agrega en función a la masa total de mezcla seca. Donde el exceso de calcio, interactúa con el ambiente produciendo carbonatación (Auqui et al., 2017b).

La distribución homogénea de las fibras de polipropileno fue beneficioso para el sistema geopolimérico, debido a que inhibe el crecimiento de grietas, mejorando la compactación (Zheng & Feldman, 1995).

63

6.4 Recomendaciones

• Pretratar la arena antes de usar mediante lavado, triturado, tamizado y secado; con el fin de eliminar impurezas y compuestos solubles que puedan afectar la calidad de la mezcla cementante.

• Determinar previamente la composición de la arena (FTIR & XRD), para que no perjudique los resultados en la prueba de compresión.

• En la prueba de microscopía electrónica de barrido (SEM), resultó complicado capturar imágenes de las muestras que tenían fibra de polipropileno, debido que el gran tamaño de fibra que opacaba las imágenes. Por ello, se recomienda trabajar con fibras de longitud más pequeña que las del presente estudio.

• Usar fibras con una longitud más pequeña, facilita la trabajabilidad y homogeneidad de la mezcla.

REFERENCIAS

- Al-Majidi, M. H., Lampropoulos, A., & Cundy, A. B. (2017). Tensile properties of a novel fibre reinforced geopolymer composite with enhanced strain hardening characteristics. *Composite Structures*, *168*, 402-427. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.01.085
- Alonso, S., & Palomo, A. (2001). Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: Influence of temperature, activator concentration and solids ratio. *Materials Letters*, 47(1-2), 55-62. https://doi.org/10.1016/S0167-577X(00)00212-3
- Alshaaer, M., El-Eswed, B., Yousef, R. I., Khalili, F., & Rahier, H. (2016). Development of functional geopolymers for water purification, and construction purposes. *Journal of Saudi Chemical Society*, *20*, S85-S92. https://doi.org/10.1016/j.jscs.2012.09.012
- Auqui, N. U., Baykara, H., Rigail, A., Cornejo, M. H., & Villalba, J. L. (2017a). An investigation of the effect of migratory type corrosion inhibitor on mechanical properties of zeolite-based novel geopolymers. *Journal of Molecular Structure*, *1146*, 814-820. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.06.066
- Auqui, N. U., Baykara, H., Rigail, A., Cornejo, M. H., & Villalba, J. L. (2017b). An investigation of the effect of migratory type corrosion inhibitor on mechanical properties of zeolite-based novel geopolymers. *Journal of Molecular Structure*, *1146*, 814-820. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.06.066
- Banthia, N., & Gupta, R. (2006). Influence of polypropylene fiber geometry on plastic shrinkage cracking in concrete. *Cement and Concrete Research*, 36(7), 1263-1267. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.01.010
- Barbudo, S., & Yepes, C. (2014). *Introducción a la fabricación y normalización del cemento portland*. Alicante : Universidad de Alicante.

Baykara, H., Cornejo, M. H., Murillo, R., Gavilanes, A., Paredes, C., & Elsen, J.

(2017a). Preparation, characterization and reaction kinetics of green cement: Ecuadorian natural mordenite-based geopolymers. *Materials and Structures*, *50*(3), 188. https://doi.org/10.1617/s11527-017-1057-z

- Baykara, H., Cornejo, M. H., Murillo, R., Gavilanes, A., Paredes, C., & Elsen, J. (2017b). Preparation, characterization and reaction kinetics of green cement: Ecuadorian natural mordenite-based geopolymers. *Materials and Structures*, *50*(3), 188. https://doi.org/10.1617/s11527-017-1057-z
- Bosoaga, A., Masek, O., & Oakey, J. E. (2009). CO2 Capture Technologies for Cement Industry. *Energy Procedia*, 1(1), 133-140. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2009.01.020
- Criado, M., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, A. (2007). Alkali activation of fly ash: Effect of the SiO2/Na2O ratio. Part I: FTIR study. *Microporous and Mesoporous Materials*, *106*(1-3), 180-191. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2007.02.055
- Dassekpo, J. B. M., Zha, X., & Zhan, J. (2017). Synthesis reaction and compressive strength behavior of loess-fly ash based geopolymers for the development of sustainable green materials. *Construction and Building Materials*, 141, 491-500. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.034
- Davidovits, J. (1991). Geopolymers. *Journal of Thermal Analysis*, *37*(8), 1633-1656. https://doi.org/10.1007/BF01912193
- Davidovits, J. (2015a). *Geopolymer Chemistry & Applications* (4th Editio). (S.I.) : Institut Géopolymère.
- Davidovits, J. (2015b). Geopolymer Chemistry and Applications (4th éd., p. 37). (S.I.) : Institut Géopolymère.
- Denis, V., & Diego, S. (2015). Preparación de zeolitas ecuatorianas intercambiadas iónicamente con plata. Escuela Superior Politénica del Litoral.
- Duxson, P., & Provis, J. L. (2008). Designing precursors for geopolymer cements. Journal of the American Ceramic Society, 91(12), 3864-3869.

https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2008.02787.x

- Eglinton, M. (2003). Resistance of Concrete to Destructive Agencies. Dans *Lea's Chemistry of Cement and Concrete* (pp. 299-342). (S.I.) : (s.n.). https://doi.org/10.1016/B978-075066256-7/50019-9
- Fernández-Jiménez, A., & Palomo, Á. (2009). Propiedades y aplicaciones de los cementos alcalinos. *Revista ingeniería de construcción*, 24(3), 213-232. https://doi.org/10.4067/S0718-50732009000300001
- Gasteiger, H. a., Frederick, W. J., & Streisel, R. C. (1992). Solubility of aluminosilicates in alkaline solutions and a thermodynamic equilibrium model. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *31*(4), 1183-1190. https://doi.org/10.1021/ie00004a031
- Glid, M., Sobrados, I., Rhaiem, H. Ben, Sanz, J., & Amara, A. B. H. (2017). Alkaline activation of metakaolinite-silica mixtures: Role of dissolved silica concentration on the formation of geopolymers. *Ceramics International*. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.06.144
- Gómez, J. (n.d.). *Materiales de Construcción*. Monterrey. https://doi.org/10.1586/14787210.2013.811924.
- Hamidi, R. M., Man, Z., & Azizli, K. A. (2016). Concentration of NaOH and the Effect on the Properties of Fly Ash Based Geopolymer. *Procedia Engineering*, 148, 189-193. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.06.568
- Hardjito, D., & Rangan, B. V. (2005). Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete. *Research report GC*, 94.
- IEA, I. E. A. (2007). Tracking Industrial Energy Efficiency and CO2 Emissions. *Energy Policy*, *30*(10), 849-863. https://doi.org/10.1787/9789264030404-en
- Joseph, B., & Mathew, G. (2012). Influence of aggregate content on the behavior of fly ash based geopolymer concrete. *Scientia Iranica*, *19*(5), 1188-1194. https://doi.org/10.1016/j.scient.2012.07.006

- María, B. (2013). Estudio de geopolímeros basados en zeolitas naturales del Ecuador: Aplicaciones a eficiencia energética en construcciones en climas tropicales. Escuela Superior Politécnica del Litoral.
- Martínez, E. D. R. (2009). Sistemas Geopolimericos de Ceniza Volante. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia.
- Mayer, L., & Tegeder, F. (1987). *Métodos de las Industria Química*. (S.I.) : Reverte.
- McLellan, B. C., Williams, R. P., Lay, J., Van Riessen, A., & Corder, G. D. (2011). Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary portland cement. *Journal of Cleaner Production*, *19*(9-10), 1080-1090. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.02.010
- Mehta, P. K., & Monteiro, P. J. M. (2015). *Portland Cement. Pervious Concrete for Susutainable Development* (2nd Editio). London : Thomas Telford Publishing.
- Morante, F. (2004). Las Zeolitas De La Costa De Ecuador (Guayaquil): Geología, Caracterización. Universidad Politécnica de Madrid.
- Nikolov, A., Rostovsky, I., & Nugteren, H. (2017). Geopolymer materials based on natural zeolite. Case Studies in Construction Materials. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2017.03.001
- Ortega, E. A., Cheeseman, C., Knight, J., & Loizidou, M. (2000). Properties of alkali-activated clinoptilolite. *Cement and Concrete Research*, 30(10), 1641-1646. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00331-8
- Palomo, A., Macias, A., Blanco, M. T., & Puertas, F. (1992). PHYSICAL, CHEMICAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF GEOPOLYMERS. Dans 9th International Congress on the Chemistry of Cement. Vol. 5 (pp. 505-511).
- Parra, C. (2011). *Cementos alcalinamente activados a base de zeolitas naturales*. Escuela Superior Politécnica del Litoral.

- Pilataxi, M., & José, H. (2014). Síntesis y Caracterización de Compuestos de Polietileno. Escuela Superior Politénica del Litoral.
- Pratt, P. L., Wang, S.-D., Pu, X.-C., & Scrivener, K. L. (1995). Alkali-activated slag cement and concrete: a review of properties and problems. *Advances in Cement Research*, 7(27), 93-102. https://doi.org/10.1680/adcr.1995.7.27.93
- Provis, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2009). Geopolymers. Structures, Processing, Properties and Industrial Applications. CRC Press, Woodhead Publishing, Great Abington, Cambridge, UK (1st Editio). Boca Raton, FL : CRC Press. https://doi.org/10.1533/9781845696382
- Puertas, F., Amat, T., Fernández-Jiménez, A., & Vázquez, T. (2003). Mechanical and durable behaviour of alkaline cement mortars reinforced with polypropylene fibres. *Cement and Concrete Research*, 33(12), 2031-2036. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00222-9
- Sakulich, A. R. (2011). Reinforced geopolymer composites for enhanced material greenness and durability. *Sustainable Cities and Society*, *1*(4), 195-210. https://doi.org/10.1016/j.scs.2011.07.009
- Shaikh, F. U. A. (2013). Review of mechanical properties of short fibre reinforced geopolymer composites. *Construction and Building Materials*, 43, 37-49. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.01.026
- Škvára, F. (2007). Alkali Activated Material–Geopolymer. ... Alkali Activated Materials–Research, Production and ..., 661-676. Repéré à http://www.geopolymery.eu/aitom/upload/documents/publikace/2007/2007_pr aha_skvara.pdf
- Vasquez, F. T. (1974). Difracción de rayos X. Aplicaciones a la calidad de la construcción. *Materiales de construcción. (Madrid)*, 24, 22.
- Villa, C., Pecina, E. T., Torres, R., & Gómez, L. (2010). Geopolymer synthesis using alkaline activation of natural zeolite. *Construction and Building Materials*, 24(11), 2084-2090.

https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.04.052

- Villaquirán-Caicedo, M. A., de Gutierrez, R. M., Sulekar, S., Davis, C., & Nino, J. C. (2015). Thermal properties of novel binary geopolymers based on metakaolin and alternative silica sources. *Applied Clay Science*, *118*, 276-282. https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.10.005
- Walter, H. (1988). Cement Data Book.pdf. Wiesbaden : French & European Publications.
- Wan, H., Shui, Z., & Lin, Z. (2004). Analysis of geometric characteristics of GGBS particles and their influences on cement properties. *Cement and Concrete Research*, 34(1), 133-137. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00252-7
- Wong-Ng, W., Siegrist, T., DeTitta, G. T., Finger, L. W., Evans Jr., H. T., Gabe, E. J., ... Hubbard, C. R. (2001). Standard Reference Material (SRM 1990) For Single Crystal Dif fractometer Alignment. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, *106*(6), 1071-1095.
- Xu, H., & van Deventer, J. S. J. (2003). Effect of Source Materials on Geopolymerization. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42(40), 1698-1706. https://doi.org/10.1021/ie0206958
- Xu, H., & Van Deventer, J. S. J. (2000). The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *International Journal of Mineral Processing*, *59*(3), 247-266. https://doi.org/10.1016/S0301-7516(99)00074-5
- Zheng, Z., & Feldman, D. (1995). Synthetic fibre-reinforced concrete. *Progress in Polymer Science*. https://doi.org/10.1016/0079-6700(94)00030-6

GLOSARIOS DE TÉRMINOS Y SIMBOLOGÍA

Aglutinante: Es la capacidad de que varias sustancias o elementos puedan mezclarse entre sí.

Escoria: Sustancia que tiene alto contenido de impurezas o desecho proveniente de una industria.

Eflorescencia: Conversión de un cuerpo a polvo, debido a una reacción o por pérdida de contenido de agua.

Exotérmico: Reacción que produce desprendimiento de calor.

Endotérmico: Reacción que requiere absorción de calor.

Clinker: Es el producto que se obtiene de los altos hornos tras calcinar la caliza y la arcilla, después de la molienda se lo conoce como cemento portland.

Condensar: Dos o más moléculas interacciona formando un nuevo producto.

Corrosión: Deterioro de un material debido a la interacción con una sustancia del medio.

Difractograma: Imagen producida por la difracción de rayos X donde se puede cualificar o cuantificar una muestra.

Fraguar: Endurecimiento de una mezcla.

Granulometría: Medición del tamaño de un grano de origen sedimentario.

Harina Cruda: Es la mezcla homogenizado del material seco conformado por arcilla y caliza.

Polimerización: Proceso químico mediante el cual varios monómeros se condensan para formar moléculas de alto peso molecular.

Retardador: Aditivo que se utiliza con el fin de prolongar el tiempo de fraguado, y así permitir un mejor manejo de la concreto.

Retracción: Disminución del tamaño del concreto durante el proceso de fraguado.

Sedimentario: Rocas que se forman por la acumulación de sedimentos.

| ТМ | Tonelada métrica | | |
|-----|--------------------|--|--|
| °C | Grados centígrados | | |
| kg | Kilogramos | | |
| g | Gramos | | |
| MPa | Mega pascales | | |
| М | Molar | | |
| kV | Kilovoltio | | |
| % | Porcentaje | | |
| mL | Mililitros | | |
| wt | Peso | | |

APÉNDICES O ANEXOS

Apéndice A

Resultado de Análisis Termo Gravimétricos /Calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC)



Figura A.1 Termograma de muestra Polipropileno



Figura A.2 Termograma de muestra N1.1



Fuente: Espinoza y García

Figura A.3 Termograma de muestra N2.3



Figura A.4 Termograma de muestra N3.3

Fuente: Espinoza y García



Figura A.5 Termograma de muestra N4.1



Figura A.6 Termograma de muestra N5.1



Fuente: Espinoza y García







Fuente: Espinoza y García







Figura A.10 Termograma de muestra N9.3









Figura A.12 Termograma de muestra K1.2



Fuente: Espinoza y García

Figura A.13 Termograma de muestra K2.2





Fuente: Espinoza y García



















Fuente: Espinoza y García





Fuente: Espinoza y García



Figura A.20 Termograma de muestra K9.3

Fuente: Espinoza y García



Figura A.21 Termograma de muestras KOH

Fuente: Espinoza y García

Apéndice B

Difractómetro de Rayos X (XRD)























Figura B.5 Difractograma de N2.3









Figura B.7 Difractograma de N4.1



Fuente: Espinoza y García

Figura B.8 Difractograma de N5.1





























Figura B.14 Difractograma de K2.2









Figura B.16 Difractograma de K4.2









Figura B.18 Difractograma de K6.2

Fuente: Espinoza y García





Fuente: Espinoza y García



Figura B.20 Difractograma deK8.2



Figura B.21 Difractograma de K9.3

Apéndice C

Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)




Figura C.1 Imágenes de muestra N1.1





Figura C.2 Imágenes de muestra N2.3





Figura C. 3 Imágenes de muestra N3.3





Figura C.4 Imágenes de muestra N4.1





Figura C.5 Imágenes de muestra N5.1





Figura C. 6 Imágenes de muestra N6.2



Figura C.7 Imágenes de muestra N7.2

500 µr

7/11/2017 HV mag WD det spot 2:45:36 PM 14.00 kV 150 x 10.7 mm ETD 3.5





Figura C.8 Imágenes de muestra N8.3





Figura C.9 Imágenes de muestra N9.1





Figura C.10 Imágenes de muestra K1.2





Figura C.11 Imágenes de muestra K2.2





Figura C.12 Imágenes de muestra K3.2





Figura C.13 Imágenes de muestra K4.2





Figura C.14 Imágenes de muestra K5.2





Figura C.15 Imágenes de muestra K6.2





Figura C.16 Imágenes de muestra K7.1





Figura C.17 Imágenes de muestra K8.2





Figura C.18 Imágenes de muestra K9.3

Apéndice D

Espectrometría Infrarrojo (FTIR)



Figura D.1 FTIR Zeolita



Figura D.2 FTIR arena 1

Fuente: Espinoza y García



Figura D.3 FTIR muestra N1.1



Figura D.4 FTIR muestra N2.3

Fuente: Espinoza y García









Fuente: Espinoza y García



Figura D.7 FTIR muestra N5.1



Figura D.8 FTIR muestra N6.2

Fuente: Espinoza y García



Figura D.9 FTIR muestra N7.2



Figura D.10 FTIR muestras N8.3

Fuente: Espinoza y García



Figura D.11 FTIR muestra N9.2





Fuente: Espinoza y García



Figura D.13 FTIR muestra K1.2





Fuente: Espinoza y García



Figura D.15 FTIR muestra K3.2





Fuente: Espinoza y García



Figura D.17 FTIR muestra K5.2





Fuente: Espinoza y García



Figura D.19 FTIR muestra K7.1



Figura D.20 FTIR muestra K8.2

Fuente: Espinoza y García



Figura D.21 FTIR muestra K9.3



Figura D.22 FTIR muestras de KOH