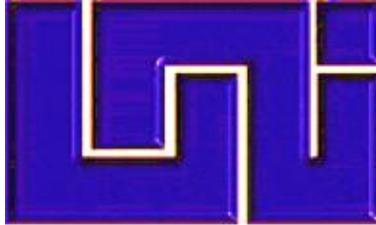


UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA



“SINTESIS Y CARACTERIZACION FISICO-MECANICA DE GEOPOLIMEROS A PARTIR DE PUMICITA”

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

Br. Erick Daniel López Martínez

Br. Julio Alberto Molina Alemán

PARA OPTAR AL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

TUTOR

M en C. Léster Javier Espinoza Pérez

ASESOR

M en C. Rolando Antonio Guevara Arróliga

Managua, Nicaragua 2014

Agradecimiento

Damos infinitas gracias en primer lugar a Dios todo poderoso por permitirnos culminar con éxito nuestros estudios superiores y a nuestros padres por el apoyo constante en el transcurso de los mismos.

De un manera muy efusiva a nuestro tutor M en C. Léster Espinoza por su guía y compromiso en la realización de este trabajo de tesis.

Al grupo de investigación TAISHIN por la facilitación del material en estudio, así como a la Facultad de Tecnologías de la Construcción (FTC) y nuestra Facultad de Ingeniería Química (FIQ) por la disposición de laboratorios y equipos.

A la egresada de Ingeniería Química Br. Cinthya Castro Pérez por su invaluable colaboración y apoyo incondicional.

Al ph. D Rafael Gamero y al Ing. Juan Alonso por su valiosa colaboración en este estudio.

Dedicatoria

Br. Erick Daniel López Martínez

- ✚ Dedico este trabajo de diploma a mis padres Teresa Argentina Martínez y Mario José López Mayorga por su apoyo incondicional, su dirección, su amor y educación transmitida a mí durante toda mi vida; decirles que ésta meta que hoy he alcanzado es el fruto de su esfuerzo y arduo trabajo y que no me alcanzará una vida para agradecerles, los amo, que el Señor de Gloria los bendiga por ser los pilares de mi vida.*

- ✚ A mi novia Cinthya Valeska Castro Pérez por compartir conmigo grandiosos triunfos y momentos de flaqueza en los que me demostró su apoyo y amor, te amo gracias a Dios por ser parte de mi vida.*

Dedicatoria

Br. Julio Alberto Molina Alemán

A Dios primordialmente, por estar a mi lado guiándome por la senda correcta con salud y muchas alegrías.

A mis padres por ser la fuente de motivación y ejemplo de sacrificio y esfuerzo.

A mi abuela y Bar (Brenda) por formar al hombre que soy, siendo mis consejeras y amigas en los momentos difíciles de mí existir y en especial a mis compañeros de bachillerato que no tuvieron la dicha de vivir esto por decidíos del destino.

Mi madre dijo: Si hubieras sido sacerdote, te hubieras convertido en papa, si hubieras sido soldado te hubieras convertido en general. Opte por diseño, operación y optimización de procesos industriales y me convertí en Ingeniero químico.

Adaptación a una frase de Picasso

Resumen

El término geopolímero fue acuñado por el Ingeniero Químico Joseph Davidovits para denotar un material de excelentes propiedades mecánicas y de gran durabilidad, que se obtiene por la mezcla de un material silicoaluminoso pulverulento con un activador alcalino. La arena pómez, por su composición química (rica en sílice y alúmina) y mineralógica (con cierto % de sílice amorfa), es susceptible de activación química con un álcali fuerte.

El objetivo de esta investigación fue obtener un material cementante constituido por arena proveniente del cerro Motastepe como agregado, agua de mezcla, activador alcalino y pómez pulverizada como ligante, prescindiendo en un 100% del cemento portland ordinario (CPO). Para lograrlo, se fabricaron morteros variando las siguientes relaciones: concentración del activador alcalino, módulo de sílice del activador alcalino, relaciones en peso de agua/ligante y arena/ligante. Se utilizó un diseño experimental Taguchi haciendo uso del programa estadístico MINITAB 15. Estos arreglos ortogonales de Taguchi economizan tiempo de estudio y recursos económicos, en comparación con los diseños factoriales comunes. A los morteros elaborados se realizaron mediciones de las propiedades físicas (tiempo de fraguado, % de absorción de agua, densidad aparente), mecánicas (resistencia a compresión) y de durabilidad (resistencia a las altas temperaturas y a los sulfatos).

Al finalizar la investigación, se obtuvo una formulación con los niveles óptimos para cada factores decir aquella que presentó los mejores resultados de resistencia mecánica a la compresión (4.33 MPa) y mejor desempeño con respecto al peso unitario, alta resistencia frente a temperaturas elevadas (aumentando su RMC hasta 13.08 MPa), pero con un baja inercia química (con una resistencia residual cerca del 37%). Es preciso señalar que ninguno de los tratamientos curados a temperatura ambiente logró alcanzar la resistencia a compresión establecida en la NTON 12 008-09 para Bloques Estructurales Tipo 1 (BE-1).

Contenido

Agradecimiento	i
Dedicatoria	ii
Dedicatoria	iii
Resumen	iv
Lista de tablas	viii
Lista de figuras	ix
Lista de abreviaturas	xi
Difusion	xii
I. INTRODUCCION	1
II. ANTECEDENTES	3
III. JUSTIFICACIÓN	6
IV. OBJETIVOS	7
Objetivo General	7
Objetivos Específicos.....	7
V. MARCO TEORICO	8
5.1 Geopolímeros.....	8
5.1.1 Historia y aplicación de los geopolímeros.....	8
5.1.2 Estructura de los geopolímeros	8
5.1.3 Propiedades Físicas y Químicas de los geopolímeros	10
5.1.4 Ventajas y Desventajas del uso de los geopolímeros.....	10
5.2 Activador alcalino	11
5.3 Geopolimerización.....	11
5.3.1 Factores que afectan el desempeño de sistemas geopoliméricos.....	12
5.4 Puzolanas	12
5.4.1 Clasificación de las puzolanas según su origen	13
5.5 Pumicita	14
5.5.1 Ventajas de la pumicita	15
5.6 Morteros	15
5.6.1 Tiempo de fraguado de los morteros	16
5.6.2 Resistencia a la compresión.....	16

5.6.3	Durabilidad de los morteros	17
5.6.3.1	Inercia química (efectos frente al ion sulfato)	17
5.6.3.2	Resistencia Frente a las altas temperaturas	18
5.7	Espectroscopia infrarroja	18
VI.	HIPOTESIS	20
VII.	MATERIALES Y METODO	21
7.1	Materiales	21
7.1.1	Pumicita	21
7.1.2	Activador alcalino.	23
7.1.3	Agregado fino (Pétreo)	25
7.1.4	Agua de mezcla.....	26
7.1.5	Molino de bolas	26
7.1.6	Agitador Automatizado para tamices ASTM	26
7.1.7	Mezcladora.....	27
7.1.8	Moldes de bronce ASTM para morteros.....	28
7.1.9	Máquina de resistencia a la compresión	28
7.1.10	Mufla de cámara amplia	29
7.1.11	Aparato Vicat.....	29
7.1.12	Espectroscopio Infrarrojo	29
7.2	Método	30
7.2.1	Variables de estudio.....	32
7.2.2	Niveles de estudio	33
VIII.	DISEÑO EXPERIMENTAL	35
8.1	Técnicas de caracterización.....	36
8.1.1	Técnicas de caracterización para morteros frescos	36
8.1.2	Técnicas de caracterización para Mortero endurecido.....	37
IX.	PRESENTACION Y DISCUSION DE RESULTADOS.....	40
9.1	Análisis granulométrico de la arena Motastepe	40
9.2	Ensayo de impurezas.....	41
9.3	Tiempo de fraguado	42
9.4	Análisis FT-IR.....	43
9.5	Determinación de la RMC de los morteros	46
9.6	Determinación de la resistencia residual.....	52
9.7	Desempeño de morteros curados bajo condiciones de temperaturas manipuladas.....	56

X.	CONCLUSIONES.....	59
XI.	BIBLIOGRAFÍA.....	60
XII.	RECOMENDACIONES	62
XIII.	ANEXOS	63

LISTA DE TABLAS

Tabla V-1 Clasificación de las estructuras de los polisialatos	10
Tabla V-2 Propiedades físicas de geopolímeros	10
Tabla V-3 Factores que determinan la geopolimerización.....	12
Tabla V-4 Definición de los tipos de puzolanas más importantes	13
Tabla V-5 Composición química típica de las puzolanas volcánicas	14
Tabla V-6 Características generales de los materiales puzolánicos	14
Tabla V-7 Composición química de la pumicita	15
Tabla V-8 Factores que afectan la resistencia a la compresión.....	17
Tabla VII-1 Normas ASTM utilizadas.....	21
Tabla VII-2 Porcentaje de retenidos en tamices ASTM para una muestra de 1000 gramos de pumicita sin pulverizar proveniente de Malpaisillo, León (Nicaragua).....	22
Tabla VII-3 Composición física y química del silicato de sodio empleado en el estudio	24
Tabla VII-4 Propiedades físicas y químicas del NaOH empleado en el estudio	25
Tabla VII-5 Factores y niveles de estudio.....	33
Tabla VIII-1 Diseño de experimentos Taguchi $L_9 (3^4)$	35
Tabla IX-1 Análisis granulométrico de arena proveniente del Cerro Motastepe	40
Tabla IX-2 Módulo de finura.....	40
Tabla IX-3 Propiedades físicas de la arena	41
Tabla IX-4 RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a los 7 días de curado	47
Tabla IX-5 Medias de datos de pesos unitarios de los tratamientos del diseño experimental	48
Tabla IX-6 Puntos óptimos de los niveles de estudios del diseño experimental	49
Tabla IX-7 RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a los 7 y 28 días de curado	51
Tabla IX-8 Peso, longitud, área y RMC de los morteros de la fórmula óptima antes y después del ataque por las altas temperaturas	53
Tabla IX-9 Peso, longitud, área y RMC de los morteros de la fórmula óptima antes y después del ataque por sulfatos	55
Tabla IX-10 Valores de RMC promedios, para los morteros curados a 75 0 ^c durante 24 horas, a 1, 7, 14 y 28 días de curado	58

LISTA DE FIGURAS

Fig. II-1 Efectos de la relación W/DB y la concentración Na ₂ O en la trabajabilidad de las pastas recién preparadas con un Ms de 0.52	3
Fig. II-2 Efecto de los Ms en la RMC a diferentes concentraciones de Na ₂ O y una relación W/DB de 0.36.....	4
Fig. II-3 RMC en MPa de los concretos OP, GC y GP	5
Fig. V-1 Estructura geopolimérica	9
Fig. V-2 Morteros GP	16
Fig. VII-1 Espectro IR producido por las lecturas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pumicita de Sabaneta, Antioquia (Colombia).....	22
Fig. VII-2 Molino de bolas de la FTC	26
Fig. VII-3 Agitador para tamices ASTM de la FIQ.....	27
Fig. VII-4 Figuras a y b, mezcladora de movimiento planetario	27
Fig. VII-5 Moldes cúbicos ASTM de bronce reforzado	28
Fig. VII-6 Máquina de compresión mecánica de la FTC	28
Fig. VII-7 Mufla de cámara amplia con rango de temperatura de 100-1093 °C de la FIQ	29
Fig. VII-8 Figuras a y b, aparato Vicat de la FTC.....	29
Fig. VII-9 Espectroscopio infrarrojo, KBr, mortero de ágata y espátula, para el análisis FT-IR de la FIQ.....	30
Fig. VII-10 Esquema de metodología empleada en la investigación.....	32
Fig. VIII-1 Ensayo para determinar el tiempo de fraguado.....	37
Fig. VIII-2 Prueba de ataque por ion sulfato.....	39
Fig. IX-1 Granulometría de la arena proveniente del Cerro Motastepe.....	41
Fig. IX-2 Análisis de impurezas orgánicas para el agregado	42
Fig. IX-3 Determinación del tiempo de fraguado para la pasta geopolimérica con los niveles óptimos del arreglo ortogonal	43
Fig. IX-4 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 1 día de curado.....	44
Fig. IX-5 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a 1 día de curado.....	44
Fig. IX-6 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 14 días de curado.....	45
Fig. IX-7 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a 14 día de curado.....	45
Fig. IX-8 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 28 días de curado.....	46
Fig. IX-9 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a los 28 días de curado.....	46
Fig. IX-10 Medias de RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a 7 y 28 días de curado	47
Fig. IX-11 Gráfica de efectos principales para las medias del PU de los morteros del diseño experimental Taguchi L9	48
Fig. IX-12 Gráfica de efectos principales para las medias de RMC de los morteros del diseño experimental Taguchi L9	49

Fig. IX-13 Morteros del tratamiento óptimo antes y después de ser expuestos a las altas temperaturas.....	53
Fig. IX-14 RMC de los morteros de la formula optima antes y después de ser expuestos a las altas temperaturas.....	54
Fig. IX-15 Morteros de la fórmula óptima después del ataque químico con sulfato de magnesio.....	55
Fig. IX-16 RMC de los morteros de la formula optima antes y después del ataque químico con sulfato de magnesio	56
Fig. IX-17 Apariencia de los morteros curados a 75° C por 24 horas	57
Fig. IX-18 RMC para morteros curados a 75° C las primeras 24 horas posterior a su mezclado	58

LISTA DE ABREVIATURAS

Abreviatura	Significado
ASTM	American Society for Testing Materials
Al	Ion Aluminio
CPO	Cemento Portland Ordinario
FIQ	Facultad de Ingeniería Química
FTC	Facultad de Tecnologías de la Construcción
FT-IR	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier
GV	Geopolímero a base de ceniza volante
GP	Geopolímero a base de piedra pómez
K	Potasio
KBr	Bromuro de Potasio
Ms	Módulo de sílice
ME _{ss}	Masa específica aparente saturada y superficialmente seca
ME _s	Masa específica seca
Na	Ion Sodio
NTON	Norma Técnica Obligatoria Nicaragüense
PS	Polisialato
PSS	Polisialato-Siloxo
PSDS	Polisialato-Disiloxo
PU	Peso unitario (g/cm ³)
RUSB	Recinto Universitario Simón Bolívar
RUPAP	Recinto Universitario Pedro Arauz Palacios
RMC	Resistencia mecánica a la compresión
SS	Silicato de Sodio
UNI	Universidad Nacional de Ingeniería

DIFUSION

- ✓ Se presentó avances del trabajo de tesis en la **Feria de la Ciencia del CONICYT**. El trabajo presentado se tituló “**Obtención de un geopolímero activado alcalinamente**”. El cual fue presentado en la modalidad de presentación oral. Dicho evento se llevó a cabo el 23 de Noviembre del año 2013 en el Hotel Holiday Inn de la ciudad de Managua, Nicaragua.
- ✓ Se presentó un condensado del trabajo investigativo en la **Feria tecnológica de la Universidad Nacional de Ingeniería (TECNO-UNI 2013)**, en el área temática de Diseño, Construcción y Urbanismo. El trabajo presentado se tituló “**Materiales de Construcción sin Cemento Portland, utilizando arena pómez pulverizada como ligante**”. El cual fue presentado en la modalidad de presentación mural. Dicho evento se llevó a cabo el 04 de Diciembre del año 2013 en la ciudad de Managua, Nicaragua, resultando como Ganador del Primer Lugar en dicha área temática.
- ✓ Producto de la **Feria TECNO-UNI 2013**, se realizó una breve publicación acerca del trabajo de tesis en la edición online del diario nacional **El Nuevo Diario**, (<http://www.elnuevodiario.com.ni/desde-la-u/304501-prueba-superada>)

I. INTRODUCCION

En la actualidad la investigación, el desarrollo y la transferencia tecnológica de nuevos materiales de ingeniería aplicados a la innovación y el mejoramiento del concreto tienen un papel importante, dado que se busca fortalecer la producción de materiales amigables con el medio ambiente y que a su vez posean excelentes propiedades mecánicas y de durabilidad, entre otras propiedades más específicas.

En la industria de la construcción, el CPO es el ligante más utilizado por los Ingenieros y Arquitectos para la elaboración de un sin número de obras. En muchos países, especialmente en los de Sur América, el CPO es costoso, motivo que ha restringido severamente la construcción de viviendas populares.

Además la producción del CPO libera grandes cantidades de dióxido de carbono (CO_2) y otros gases de efecto invernadero (NO_x y SO_x). El clínker, que resulta de la calcinación del carbonato de calcio y de un material silíceo, produce CO_2 , se estima que por una tonelada de clínker producida se emiten 0,55 Toneladas de CO_2 al ambiente, a su vez el uso de combustible fósil para los procesos de producción libera 0.4 toneladas de CO_2 aproximadamente, para un total de 0.9 toneladas de CO_2 generados en la producción de CPO (Gartner, 2004).

La industria cementera se ha acreditado a nivel mundial emisiones entre el 5% y el 7% de la totalidad de emisiones de CO_2 , políticas internacionales tales como el protocolo de Kyoto (1997) han promovido la implementación de nuevas tecnologías en las industrias para disminuir las emisiones de CO_2 al medio ambiente.

Los cementos geopoliméricos son cementos “verdes” que buscan ser una alternativa que apunta a resolver dichas problemáticas ambientales. Para la confección de este tipo de cemento en particular, se requiere de una fuente de silicoaluminatos (que debe poseer una elevada cantidad de sílice y alúmina), así como también de una solución alcalina fuerte. Dentro de los silicoaluminatos que se pueden utilizar como fuente, se encuentran las denominadas puzolanas, que contienen sílice reactiva y/o aluminio en su composición química, que en sí misma tienen poca o ninguna capacidad aglomerante, pero mezcladas con cal en presencia de agua, fraguan y endurecen como un cemento.

La piedra pómez (también conocida como pumicita o pumita) es una materia prima mineral de origen volcánico (de la familia de rocas ígneas), en cuya composición intervienen mayoritariamente la sílice y la alúmina, con porcentajes aproximados del orden de: 70% de SiO_2 y 13% de Al_2O_3 , esta característica en particular la hace susceptible a una activación alcalina para la síntesis de un geopolímero.

En el estudio elaborado por el BID (Banco Interamericano de Desarrollo), actualmente en Nicaragua el déficit habitacional va en ascenso, desde el año 2008 al 2012 se han construido 9600 viviendas y aún existe un déficit acumulado aproximadamente de medio millón de viviendas, con un incremento anual de 20000, por lo tanto para poder cubrir este déficit se necesita construir de 15000 a

25000 viviendas anuales. Si decrece la demanda y se construyeran el número de casas estipulado anualmente se necesitarían 70 años para poder suplir este déficit de viviendas existente en Nicaragua.

Este déficit de viviendas se debe en cierta medida a los altos costos de los materiales de construcción, por esta razón los geopolímeros constituyen una de las experiencias más alentadoras en la búsqueda de sustitutos del CPO, el cual es el principal componente cementante para la producción de materiales de construcción.

II. ANTECEDENTES

En el artículo “*Investigating the possibility of utilizing pumice-type natural pozzonal in production of geopolymer cement*”, publicado por Ali Allahverdi, Kamyar Mehrpour, Ebrahim Najafi Kani, el 30 de Mayo del 2007 se evaluó la posibilidad de utilizar arena pómez pulverizada para la elaboración de un geopolímero cementante, el cual presentara propiedades físicas y químicas similares a las del CPO.

La pumicita utilizada en esta investigación fue obtenida de la montaña Taftan localizada en el Suroeste de Irán. La activación química de la pumicita se hizo en un medio alcalino utilizando Na_2SiO_3 , originalmente con un módulo de sílice ($M_s = \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) de 0.86. El hidróxido de sodio se agregó al silicato para modificar el módulo de sílice y se prepararon tres diferentes activadores alcalinos, teniendo como resultados módulos de sílice de 0.52, 0.60 y 0.68.

El óxido de sodio contenido en el diseño del sistema del geopolímero cementante fue ajustado a tres diferentes niveles de 4,7 y 10%. La relación agua/ligante fue controlada a tres diferentes valores de 0.36, 0.40 y 0.44.

Las pastas obtenidas fueron caracterizadas, evaluando el efecto de la relación agua/ligante y la concentración de óxido de sodio (Na_2O) en la trabajabilidad de la pasta fresca.

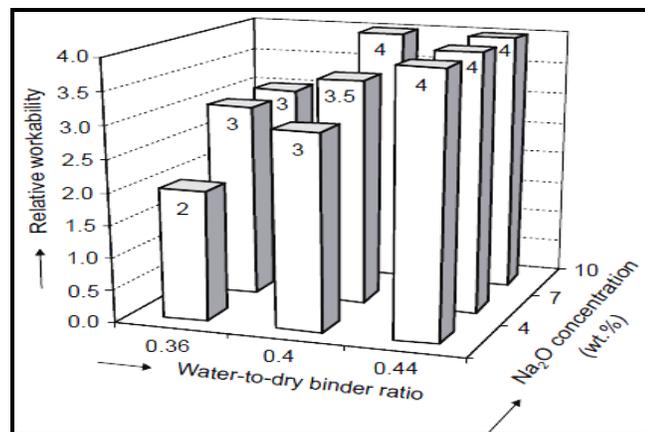


Fig. II-1 Efectos de la relación W/DB y la concentración Na_2O en la trabajabilidad de las pastas recién preparadas con un M_s de 0.52

Se puede observar en la figura II-1 el efecto de manera independiente de la relación agua/ligante sobre la trabajabilidad, se aprecia que a medida que aumenta la relación agua/ligante aumenta también la trabajabilidad de la pasta, sin embargo, se disminuye la resistencia, por otro lado se estudia el efecto de la concentración de Na_2O sobre la trabajabilidad de la pasta, se puede observar que a medida que aumenta la concentración también aumenta la trabajabilidad de la pasta.

También se evaluó el efecto de la concentración del óxido de sodio sobre la resistencia mecánica a compresión, esta valoración se realizó a diferentes niveles de agua/ligante y módulo de sílice. En la figura II-2 se observa que a medida que aumenta la concentración de óxido de sodio aumenta la resistencia a la compresión de los modelos de prueba.

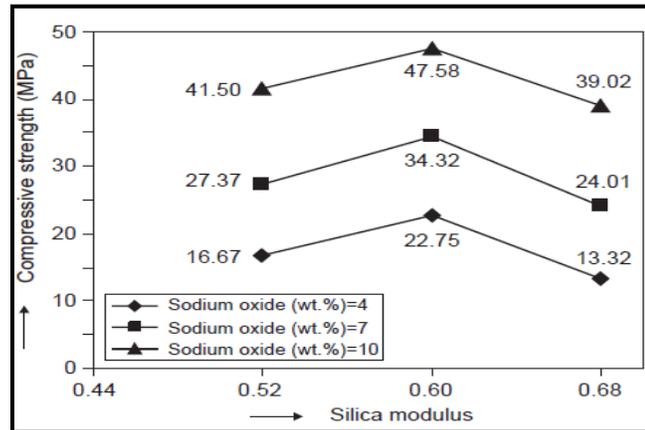


Fig. II-2 Efecto de los Ms en la RMC a diferentes concentraciones de Na₂O y una relación W/DB de 0.36

Con un módulo de sílice de 0.60 y una concentración de óxido de sodio del 4,7 y 10% se obtuvieron resistencias mecánicas a compresión de 22.75, 34.32, 47.58 MPa respectivamente para la diferentes concentraciones de óxido de sodio.

En el artículo **“Obtención y caracterización de geopolímeros, sintetizados a partir de ceniza volante y piedra pómez, utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto”**, publicado por Claudia Paulina González Cuervo, Ángela Marcela Montaña Angarita y Diana Catalina Castro Rodríguez en Enero del 2012, se estudió el progreso obtenido al adicionar un geopolímero derivado de una fase mineral (ceniza volante y piedra pómez) al concreto.

Los geopolímeros fueron producidos a partir de la activación de las cenizas volantes provenientes de la termoeléctrica Termozipa, ubicada en el municipio de Tocancipá, Cundinamarca (Colombia), y de la activación de la pumicita extraída de Sabaneta, Antioquia (Colombia), donde los agentes alcalinos utilizados fueron hidróxido de sodio (NaOH) y una solución de silicato de sodio de composición (Na₂O=8.6%, SiO₂=27.8% y H₂O=63.2%). Los agregados utilizados para la elaboración del concreto, provenientes del río Pescadero (Santander), corresponden a una grava con tamaño de 3/4 pulgadas, gravedad específica 2 660Kg/m³ y absorción de 1.5% y una arena con una superficie específica de 2690 Kg/m³ y un módulo de finura de 1.97.

La síntesis de los geopolímeros se inició agregando el aluminosilicato (ceniza volante y pumicita, cada uno por separado) a la solución del agente alcalino. La mezcla fue calentada a una temperatura de 60-80°C durante 6-12 horas de la cual se obtuvo un material cementante. Se elaboraron concretos de referencia conel

CPO y también concretos en los que se sustituyó el agregado fino por los geopolímeros sintetizados.

Las probetas obtenidas se analizaron mecánicamente, y se determinó la resistencia a los 7,14 y 28 días de curado. Los resultados obtenidos fueron comparados con las mezclas del patrón (CPO).

Los resultados obtenidos de la RMC de las probetas, a los 7 días de curado para el CPO con geopolímeros a base de ceniza volante (GC) y pumicita (GP) como agregado fino fueron los siguientes:

Días	7	14	28
Concreto			
CP	196,9	221,8	319,15
GC	6	31,65	48,7
GP	11,85	22,6	34,4

Fig. II-3 RMC en MPa de los concretos OP, GC y GP

Aunque los geopolímeros sintetizados contienen excelentes propiedades cementantes, se puede observar que estos afectan la resistencia del concreto al utilizarlos como agregado fino.

III. JUSTIFICACIÓN

Actualmente, la crisis económica, la inflación, la devaluación mundial.; han provocado que los materiales utilizados para la construcción se encarezcan, para abatir esta situación ingenieros en todo el mundo han buscado la forma de hacer más con menos, es decir utilizar materiales alternativos que sirvan como sustituto parcial o total del cemento, reduciendo los costos de construcción de numerosas obras. La competencia global intensa y los cambios de oportunidades del mercado obligan continuamente al desarrollo de nuevos materiales con tecnologías limpias que reduzcan el procesamiento de materiales con elevados costos y el desgaste tanto en recursos naturales como en contaminación ambiental.

La presente investigación se realizó con el propósito de evaluar las propiedades físicas y mecánicas de la pumicita para la elaboración de un nuevo material cementante que sirva como sustituto total del CPO, debido al inmenso impacto ambiental que se genera de la elaboración del mismo.

Otro aspecto importante para la búsqueda de materiales alternativos es la problemática socio-económica que existe en Nicaragua como lo es el déficit de vivienda, generado en parte por los altos costos de los materiales de construcción en relación con la crisis económica que actualmente se vive, por tanto los resultados de esta investigación apuntan a brindar un punto de partida en la elaboración de un cemento que contribuya a la disminución de las emisiones de CO₂ producidas en la actualidad por la industria del cemento y la elaboración de materiales estructurales que cumplan con las normas de construcción a las cuales se rige el país.

IV. OBJETIVOS

Objetivo General

Obtención de un material cementante mediante la activación alcalina de la pumicita, para la elaboración de morteros cuyos valores de resistencias sean aceptables a los parámetros de calidad estipulados en la NTON 12 008-09.

Objetivos Específicos

1. Evaluar el efecto que tiene la variación del módulo de sílice (pH de la solución), concentración de Na_2O , relaciones agua/ligante y arena/ligante sobre las propiedades físico-mecánicas de los morteros evaluados.
2. Realizar el análisis estadístico correspondiente para seleccionar las variables y niveles en estudio que más influyen sobre las propiedades físico-mecánicas de los morteros elaborados.
3. Seleccionar con base en el análisis estadístico, aquella(s) formulación (es) que cumpla(n) con los requerimientos de resistencia a compresión establecidos en la NTON 12 008-09.
4. Evaluar el comportamiento mecánico de las mejores formulaciones frente a altas temperaturas (900°C) y en condiciones de elevada concentración de ion sulfato.

V. MARCO TEORICO

5.1 Geopolímeros

Los geopolímeros, corresponden a una clase de polímeros inorgánicos formados por reacciones químicas entre una fuente de silicoaluminatos (puzolanas naturales, ceniza volante, escorias de alto horno en estado vítreo, entre otros) y una solución alcalina. A través del curado en horno, o curado en aire, los materiales resultantes de estas reacciones presentan una estructura amorfa tridimensional. La solución activadora consiste generalmente en una solución de hidróxido de sodio, calcio, potasio o silicato de sodio (Na_2SiO_3).

Son numerosas las variables que afectan el proceso de elaboración del geopolímero como: tipo y composición de los materiales de partida, naturaleza y concentración del activador alcalino, temperatura y tiempo de curado, etc.

5.1.1 Historia y aplicación de los geopolímeros

Polímeros, este término es frecuentemente utilizado para denotar a moléculas orgánicas de gran extensión con unidades o secuencias repetidas. No obstante, en 1979, el Ingeniero Químico Joseph Davidovits introdujo el término geopolímero para hacer referencia de aquellos polímeros de origen inorgánico obtenidos tras la aplicación de una solución alcalina con un sólido constituido fundamentalmente por silicoaluminatos; surge así el concepto de la geopolimerización (Rodríguez, Mejía, Ruby, Susan, & Gordillo, 2009).

5.1.2 Estructura de los geopolímeros

En general, los geopolímeros están constituidos por redes tridimensionales amorfas de tetraedros alternados de SiO_4 y AlO_4^- de gran estabilidad térmica y química, enlazados alternativamente con átomos de oxígeno, siendo la unidad básica un monómero de sialato (O-Si-O-Al-O). Iones con carga positiva, tales como el Na^+ , K^+ o Ca^{+2} son esenciales para el balance de la carga negativa del aluminio (la estructura sialato posee una carga negativa debido a la sustitución de Si^{+4} con Al^{+3}), y se alojan en las cavidades de la estructura (Duxson, Provis, & Lukey, 2007).

En la siguiente ilustración se presenta la estructura típica de un monómero geopolimérico.

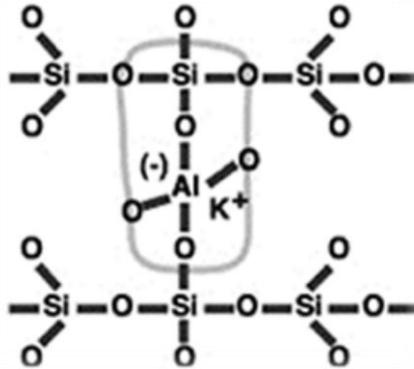


Fig. V-1 Estructura geopolimérica

Se ha podido demostrar que las propiedades físicas y características microestructurales de geopolímeros basados en metacaolín son dependientes de la cantidad de sílice presente en el sistema, la cual se puede incrementar al incorporar las soluciones activadoras, por tanto el desempeño mecánico de sistemas geopoliméricos puede ser optimizado a partir de su composición química mediante un ajuste en las relaciones estequiométricas de los óxidos de Si, Al y Na. Esto brinda la alternativa de controlar la nano-estructura, porosidad y propiedades de los materiales geopoliméricos para ser utilizados en una gran variedad de aplicaciones en la ingeniería.

Los productos de la reacción de geopolimerización que resulta en el fraguado y endurecimiento del nano-geopolímero puede expresarse esquemáticamente mediante la siguiente reacción:



Reacción 1

Donde **z** es un catión monovalente, como el potasio o el sodio y **n** es el grado de policondensación. Dentro de las propiedades químicas de los geopolímeros, destacan la alta resistencia al ataque de ácidos y sulfatos, así como su resistencia al fuego.

Debido a la sustitución de átomos de aluminio por silicio se obtienen monómeros para definir los geopolímeros. Davidovits clasificó las formas de polímeros del $-\text{Si}-\text{O}^--\text{Al}-$ en Polisialato (PS), polisialato-siloxo (PSS) y Polisialato-disiloxo (PSDS). Las estructuras de los polisialatos y las respectivas aplicaciones de observan en la **Tabla V-1**.

Tabla V-1 Clasificación de las estructuras de los polisialatos

Clasificación	Estructura del monómero	Aplicación
PS Si: Al=1:1	$M(\text{Si-O}^- \text{-Al-O})_n$	<ul style="list-style-type: none"> • Aislamiento térmico • Resistencia al fuego
PSS Si: Al=2:1	$Mn-(\text{Si-O}^- \text{-Al-O-Si-O})_n$	<ul style="list-style-type: none"> • Cementos de alto rendimiento • Compuestos resistentes al fuego
PSDS Si: Al=3:1	$Mn-(\text{Si-O}^- \text{-Al-O-Si-O-Si-O})_n$	<ul style="list-style-type: none"> • Materiales útiles para su uso en el rango de temperatura de 650-1000 °C

5.1.3 Propiedades Físicas y Químicas de los geopolímeros

Dentro de las propiedades químicas de los geopolímeros, destacan la alta resistencia al ataque de ácidos y sulfatos, así como su resistencia al fuego.

De acuerdo a estudios de Davidovits (2011), se tienen las siguientes propiedades físicas para los geopolímeros:

Tabla V-2 Propiedades físicas de geopolímeros

Propiedades Físicas
• Agrietamiento durante el fraguado menor al 0.05%
• Módulo de Young mayor a 2 GPa
• Elevada resistencia temprana después de 24 horas
• Conductividad al calor: 0.2 a 0.4 [W/m°C]
• Calor específico: 0.7 a 1.0 [J/kg°C]
• Conductividad eléctrica: depende fuertemente de la humedad

5.1.4 Ventajas y Desventajas del uso de los geopolímeros

En la búsqueda de materiales de construcción alternativos las propiedades de mayor interés son la RMC y la durabilidad de los mismos, en ese sentido algunas ventajas encontradas en los cementos “verdes” como sustituyente parcial o total del CPO pueden ser las siguientes:

- Puede llegar a tener propiedades mecánicas similares o en muchos casos superiores al CPO.
- Durabilidad mejorada en ambientes químicos agresivo y frente a altas temperaturas.
- No requiere de un tratamiento térmico adicional.
- Si la fuente de aluminosilicato proviene de algún desecho de otros procesos de producción se pueden reducir el impacto que se genera, aprovechando las propiedades remanentes del material.
- La síntesis de geopolímeros no requiere de altos consumos energéticos.

Dentro de las desventajas se encuentran muy pocas, sin embargo es preciso mencionar que ciertos geopolímeros alcanzan mayores RMC después de los 28 días e incluso después de 56 días. (UNIVERSIDAD NACIONAL DE SANTANDER, 2010)

5.2 Activador alcalino

La activación alcalina fue descubierta inicialmente por Purdon O., a través del estudio del efecto que tiene la incorporación de hidróxido de sodio (NaOH) sobre una variedad de minerales que estaban constituidos por Si y/o Al fundamentalmente.

Los activadores tienen la función de acelerar la solubilización de la fuente de silicoaluminatos, favorecer la formación de hidratos estables de baja solubilidad y promover la formación de una estructura compacta con estos hidratos. Los activantes pueden ser compuestos alcalinos o alcalinotérreos, tales como hidróxidos (ROH , $\text{R}(\text{OH})_2$), sales de ácido débil (R_2CO_3 , R_2S , RF), sales de ácido fuerte (Na_2SO_4 , $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y sales silícicas del tipo $\text{R}_2\text{O}(\text{n})\text{SiO}_2$ donde R es un ión alcalino del tipo Na, K o Li. Al respecto, los activadores comúnmente usados son el hidróxido de sodio o potasio (Martínez E. D., 2009).

La selección del tipo de activador alcalino está fuertemente ligada al tipo de fuente de aluminosilicato en ese sentido Palomo y Martínez han determinado en sus respectivas investigaciones que el mecanismo y cinética de reacción en sistemas geopoliméricos se ve afectado por el contenido de silicatos solubles que están presentes en el activador alcalino en donde los mismos pueden mejorar las propiedades físicas de los geopolímeros al incrementar su concentración.

5.3 Geopolimerización

La geopolimerización es una reacción química de minerales (geosíntesis) cuyas composiciones están basadas principalmente en silicoaluminatos, y tienen la capacidad de disolverse en presencia de una solución alcalina (solución activadora), la cual debe estar constituida por un elemento del primer grupo de la tabla periódica. La alcalinidad de las soluciones activadoras induce que cierta cantidad de átomos de Al y Si se disuelvan o se hidrolicen a partir de la fuente primaria del silicoaluminato, para formar el monómero en la solución y luego ser policondensado, dando lugar a una estructura rígida, con composiciones químicas y características comparables a rocas naturales (Ecoba, 2009).

La reacción de geopolimerización consta de etapas que se encuentran relacionadas entre sí. Durante el mezclado inicial de los materiales reactantes, la solución alcalina disuelve los compuestos de sílice y aluminio de las fases amorfas de la puzolana utilizada. En la solución ya formada, los monómeros silíceos e hidróxidos de aluminio se encadenan como resultado de una reacción de condensación, donde se adjuntan iones hidroxilos para luego formar un oxígeno unido a las moléculas, y moléculas de agua libre. Esta estructura se repite

formando cadenas, dando origen a una estructura tridimensional denominada geopolímero, que corresponde a un sólido rígido. A continuación se resumen las etapas más importantes en la reacción de la geopolimerización:

1. **Hidrólisis:** La geopolimerización inicia con la disolución continua del precursor del silicoaluminato. El producto de esta disolución es la formación de las especies reactivas $\text{Si}(\text{OH})_4$ y $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, las cuales continúan la geopolimerización.
2. **Reestructuración:** En la solución los precursores de sílice y/o alúmina se orientan para obtener un estado más estable termodinámicamente antes de ocurrir la policondensación.
3. **Policondensación:** En esta etapa se forman macromoléculas a través de especies reactivas formadas en la primera fase.

5.3.1 Factores que afectan el desempeño de sistemas geopoliméricos

Un proceso de geopolimerización dependerá de diversos factores, el más importante es el tipo de fuentes primarias, así como el tipo de aplicación que se le va a dar al producto final, por lo tanto es fundamental conocer los factores que afectan el desempeño de sistemas geopoliméricos, en la **Tabla V-3** se presentan los factores esenciales que deben tomarse en cuenta en una reacción de geopolimerización.

Tabla V-3 Factores que determinan la geopolimerización

Fuente primaria	<ol style="list-style-type: none"> 1. Composición química 2. Mineralogía 3. Microestructura 4. Distribución del tamaño de partícula
Activador alcalino	<ol style="list-style-type: none"> 1. Alcalinidad 2. Tipo y Naturaleza 3. Relación Si/Catión
Condiciones de curado	<ol style="list-style-type: none"> 1. Temperatura 2. Tiempo 3. Humedad relativa

5.4 Puzolanas

La norma ASTM 618 define lo siguiente: “Las puzolanas son materiales silíceos ($\text{SiO}_2 > 0.5$), quienes por si solos poseen poco o ningún valor cementante, pero cuando se han dividido finamente y están en presencia de agua reaccionan químicamente con hidróxido de calcio o de sodio a temperatura ambiente para formar compuestos con propiedades cementantes”. Las puzolanas abarcan

materiales de diferente naturaleza, por esto cuando se habla de ellas se hace alusión a rocas, suelos o sedimentos.

La producción de cemento en diferentes partes del planeta se ha complementado adicionando un fuente de material puzolánico en forma de mineral activo, que le confieren mejores propiedades mecánicas y mayor resistencia contra agentes químicos agresivos, para poder diferenciarlo del CPO, a esta última combinación se le suele llamar cemento compuesto.

Los materiales puzolánicos que se han estudiado hasta la fecha han sido para sustituciones parciales del cemento, destacando así los estudios de las cenizas volantes y la escoria de alto horno, sin embargo existen cantidades de materiales desechados que resultan de otros procesos con un valor remanente aptos para el estudio de materiales sustitutos ya sea de forma parcial o total en la fabricación de cementos con mejores propiedades.

5.4.1 Clasificación de las puzolanas según su origen

Las puzolanas pueden ser de origen natural (cenizas volantes, minerales, etc.), artificial (desechos cerámicos, vidrio de desperdicio, etc.) o subproductos que se originan de otros procesos industriales (cenizas provenientes de los ingenios azucareros, escoria de alto horno, etc.) o al mismo tiempo una combinación de las anteriores. A continuación se definen los tipos de puzolanas más importantes en el siguiente cuadro.

Tabla V-4 Definición de los tipos de puzolanas más importantes

Puzolanas naturales	Son productos minerales con características composicionales (silico-aluminosos), estructurales (estructura imperfecta o amorfa) y texturales (grano fino) que lo hacen aptos para su uso como aditivos activos en la industria del cemento.
Puzolanas artificiales	Las puzolanas artificiales, son subproductos de procesos industriales y requieren por consiguiente equipos para su disposición.
Puzolanas mixtas o intermedias	Son aquellas puzolanas que, naturales por su origen, se someten a un tratamiento térmico con el objeto de cambiar sus propiedades para aumentar su reactividad química.

Los aspectos fundamentales para determinar que un material sea puzolánico son la mineralogía, composición química y morfología del mismo, al existir una variedad de materiales no se puede decir que todas las puzolanas tengan la misma composición, sin embargo en términos generales se pueden estimar los

rangos más comunes del contenido de compuestos presentes en ellas, dichos rangos se presentan en la **Tabla V-5**.

Tabla V-5 Composición química típica de las puzolanas volcánicas

Compuesto	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃
Rango	42-73%	10-20%	1-14%	0-12%	0-11%	1-5%	1-5%	0-0-5%

El estudio de un gran número de materiales ha podido establecer no solo el tipo de puzolana con la que se está trabajando sino que también las características del mismo y algún tipo de tratamiento adicional para activar o exponer de mejor manera sus propiedades, tal como se describe en la **Tabla V-6**.

Tabla V-6 Características generales de los materiales puzolánicos

Puzolana	Procesamiento adicional requerido	Características	Origen
Sílice condensada	Aglomeración para su manejo	<ul style="list-style-type: none"> • Partículas esféricas de tamaño <1µm • Alta área superficial 	Vapores condensados de carburo de silíceo
Ceniza volcánica	Molienda	<ul style="list-style-type: none"> • Reactividad Variable • Partículas en forma irregular 	Emisiones volcánicas
Ceniza de cascarilla de arroz	Calcinación	<ul style="list-style-type: none"> • Morfología irregular • Alta área superficial 	Producción de grano de arroz
Caolín	Tratamiento térmico	<ul style="list-style-type: none"> • Alta área superficial 	Mineral
Ceniza Volante	-	<ul style="list-style-type: none"> • Partícula similar o menor a las del CPO 	Combustión de carbón en la generación de electricidad

5.5 Pumicita

La pumicita es una roca ígnea de origen volcánico vítrea, con baja densidad y muy porosa, de color blanco o gris.

En Nicaragua cuando se refiere a la pumicita y sus posibles aplicaciones, están la fabricación de bloques donde se usa como agregado fino para producir materiales ligeros y de alta resistencia térmica, o directamente como piezas de mampostería

ligera cortada artesanalmente, se utiliza frecuentemente como abrasivo en los tratamientos superficiales de las rocas; lo que se conoce como apomazado, por su naturaleza porosa y con la facilidad de absorber agua en la mayoría de los casos es utilizada como material ornamental en jardines entre otras no más importantes.

Las propiedades de la pumicita se deben a su origen volcánico, en su formación, la lava proyectada al aire sufre una gran descompresión, como consecuencia de la misma, se produce una desgasificación quedando espacios vacíos separados por delgadas paredes de vidrio volcánico, esta porosidad permite a la pómez la capacidad de absorber y retener el agua lo que la convierte en un material filtrante eficaz.

La composición química de la pumicita la conforman mayoritariamente compuestos de óxidos de silicio y de aluminio, entre otros componentes.(Claudia Gonzales, 2012)

Tabla V-7 Composición química de la pumicita

Compuesto	%
SiO₂	71
Al₂O₃	12.8
Fe₂O₃	1.75
CaO	1.36
Na₂O	3.23
K₂O	3.83
H₂O	3.88

5.5.1 Ventajas de la pumicita

La pumicita es muy resistente a los cambios climáticos, lo que permite almacenarla a la intemperie sin preocuparse por cualquier alteración en su morfología. A pesar de que cuenta con una dureza media (5/6 Mohs aproximadamente), como consecuencia a su alta fragilidad su rugosidad es muy baja, produciendo un efecto muy suave sobre la superficie en la que se trabaja, esto favorece el acondicionamiento de la pumicita, reduciendo los costos energéticos de los equipos de molienda y pulverización.

5.6 Morteros

Los morteros son matrices compuestas de cemento, como aglomerante, agua como aglutinante y un agregado fino o grueso que da cuerpo a la mezcla.

Los morteros tienen un amplio uso en el campo de la construcción, sirven como adhesivo para piezas de mampostería, ladrillos, bloques estructurales y acabados de obras.



Fig. V-2 Morteros GP

Existen muchos tipos de morteros, entre los más usuales tenemos:

1. Morteros de cal: Conocidos también como morteros aéreos debido al endurecimiento del mismo por influencia de las corrientes de aire que secan el agua.
2. Morteros de CPO: Son los más utilizados con el objetivo de obtener mayores resistencias.
3. Morteros de cemento compósito: Son aquellos en que el aglomerante principal (frecuentemente CPO) está acompañado de un material activo que le confiere mejores propiedades cementantes.
4. Morteros secos: Son materiales premezclados que necesitan de cierta cantidad de agua para su utilización.

5.6.1 Tiempo de fraguado de los morteros

El fraguado es el proceso de endurecimiento y pérdida de plasticidad del mortero, producido por la desecación y recristalización de los hidróxidos metálicos procedentes de la reacción química del agua de amasado con los óxidos metálicos presentes en el gel generado que compone al ligante.

En el proceso general de endurecimiento del mortero se presenta un estado de fraguado inicial en que la mezcla pierde su plasticidad. Se denomina fraguado final al estado en el cual la consistencia ha alcanzado un valor muy apreciable. El tiempo comprendido entre estos dos estados se llama tiempo de fraguado de la mezcla que se estima en unas diez horas, aunque varía dependiendo de la humedad relativa, temperatura ambiente, etc.

5.6.2 Resistencia a la compresión

La resistencia a la compresión puede definirse como la medida máxima de la resistencia a carga axial de especímenes estructurales, esta medida puede estar

ya sea en función del tiempo u otro tipo de relaciones que intervengan en la formación el espécimen.

Generalmente la RMC se mide a los 28 días de haber elaborado los morteros (siguiendo la norma ASTM C109), no obstante se pueden usar otras edades para las pruebas mecánicas, pero es importante saber la relación entre la resistencia a los 28 días y las resistencias a otras edades. La resistencia a los 7 días se estima como un 75% de la resistencia a los 28 días y la resistencia a los 56 y 90 días son aproximadamente 10% y 15% mayores que las resistencias a los 28 días (Kosmatka, 2004), donde los principales factores que gobiernan la resistencia son los siguientes:

Tabla V-8 Factores que afectan la resistencia a la compresión

Factor	
Relaciones en peso de	<ul style="list-style-type: none"> • Agua/ Material Cementante • Arena/ Material Cementante
Condiciones de curado	<ul style="list-style-type: none"> • Humedad • Temperatura
Otros	<ul style="list-style-type: none"> • Edad • Cantidad • Características del material

5.6.3 Durabilidad de los morteros

La durabilidad de un material estructural no es más que la habilidad de una estructura para mantenerse estable en su apariencia original en conjunto con sus propiedades tanto físicas como químicas, a través del paso del tiempo y por la exposición ante medios alterados física o químicamente.

5.6.3.1 Inercia química (efectos frente al ion sulfato)

Los sulfatos presentes en el suelo penetran los poros del CPO provocando daños en su estructura, en presencia de hidróxido de calcio liberado durante la hidratación, se producen nuevos sólidos (yeso e hidróxido de magnesio) que generan esfuerzos contribuyendo a una expansión del material, al precipitarse el hidróxido de magnesio disminuye el pH de la fase líquida, lo cual facilita la descomposición de la fase C-S-H y provoca una pérdida en la capacidad del material para formar estructuras resistentes.

Las puzolanas con bajo contenido de calcio mejoran la durabilidad de los morteros ante las aguas sulfatadas, mientras aquellas que contienen alto contenido de calcio la disminuyen, debido a que estas disminuyen la permeabilidad mejoran el comportamiento de los morteros ante el ataque por sulfato. Otros investigadores mencionan que más que el calcio, es la alúmina reactiva aportada por la puzolana

la que controla la presencia de minerales altamente sensibles al ataque de los sulfatos. (Sánchez & Frías, 2009)

5.6.3.2 Resistencia Frente a las altas temperaturas

El proceso de curado del CPO es el producto de reacciones exotérmicas, es decir, para que los morteros elaborados con este ligante puedan endurecer necesitan liberar energía en forma de calor, por lo tanto una vez curado exponer materiales de esta naturaleza frente a temperaturas superiores a los 150°C, se obtendrán efectos negativos en la estructura de los mismos propiciando la carbonatación de los compuestos formados en todo el proceso de curado.

Los morteros geopoliméricos alcanzan mayores RMC y durabilidad después de los 28 días de curado bajo condiciones normales, un incremento en la temperatura de curado acelera la cinética de la reacción de geopolimerización, ya que favorece la disolución de las especies activas y con ello se puede obtener mejores resistencias mecánicas del material y durabilidad.

No obstante, la utilización de elevadas temperaturas de curado (>150°C) y/o con prolongados tiempos de exposición puede ocasionar un efecto negativo sobre las propiedades de algunos morteros geopoliméricos, debido a un exceso en la contracción del material y crecimiento de microgrietas en la matriz, como resultado de la deshidroxilación y contracción de la estructura amorfa dentro del gel geopolimérico.

5.7 Espectroscopia infrarroja

La espectroscopia vibracional fue una de las primeras técnicas espectroscópicas que encontró un uso extendido, en particular la espectroscopia de absorción infrarroja (IR) que recibe su nombre de la región del espectro electromagnético implicada.

El espectro vibracional de una molécula se considera una propiedad física única y por tanto característica de ésta molécula. Así, entre otras aplicaciones, el espectro IR se puede usar como “huella dactilar” en la identificación de muestras desconocidas mediante la comparación con espectros de referencia. Los espectros son a menudo complicados y resulta difícil asignar cada una de las bandas que aparecen en ellos a movimientos atómicos específicos. (Martínez J. L., 2012)

Generalmente esta técnica es utilizada en la identificación de grupos funcionales en el campo de la química orgánica, no obstante en la actualidad está siendo usada ampliamente en la identificación de compuestos inorgánicos formados por reacciones de geopolimerización.

El principio para muestras sólidas se basa en la preparación de una pastilla de KBr, la cual cuando se le aplica una presión adecuada este material finamente pulverizado, sinteriza y forma una tableta transparente que se asemeja a un

cristal. Al usar esta técnica, se mezcla a fondo un miligramo o menos de la muestra finamente pulverizada, con aproximadamente 100-300 mg de polvo de KBr, que al no absorber IR en ninguna frecuencia producen espectros excelentes para medidas cualitativas que aparecen en las colecciones de espectros.

VI. HIPOTESIS

Por ser un material poroso, abundante y abrasivo, el material en estudio (pumicita) es utilizado en numerosas partes del país. En su estado natural es utilizado como agregado del CPO para la elaboración de materiales prefabricados ligeros (bloques no estructurales), este material no exterioriza propiedades significativas para su utilización en grandes obras de construcción, sin embargo, se obtienen materiales a bajo costo y ligeros, facilitando la trabajabilidad, por lo cual es sugestivo para gran parte de la población nicaragüense que no cuenta con los recursos económicos suficientes para la compra de materiales de mejor calidad.

Por tal razón, ¿Es viable someter a la pumicita a una reacción de geopolimerización, que magnifique sus propiedades físico-mecánicas, empleando para ello un activador alcalino tal y como el silicato de sodio?, el producto obtenido de este proceso será un geopolímero el cual tendrá la función de ligante (como sustituto total del cemento portland) en una matriz de agregado pétreo (arena proveniente del cerro Motastepe) y agua, que deberá cumplir con las exigencias de la norma nacional NTON 12 008-09.

VII. MATERIALES Y METODO

En el presente capítulo se describe la metodología investigativa y experimental llevada a cabo en el desarrollo del presente trabajo monográfico y los materiales utilizados. El estudio de los sistemas geopoliméricos se basó en la variación de sus componentes activos (Ms y concentración del activador alcalino), así como de las condiciones de producción (relación arena/ligante y agua/ligante).

Se elaboraron morteros geopoliméricos con diferentes formulaciones variando sus componentes activos y condiciones de producción, los cuales fueron evaluados a partir de la determinación de la RMC, con el objeto de determinar la formulación con los niveles de estudio óptimo, el cual presentase la máxima carga axial entre las diferentes formulaciones. Al tratamiento óptimo, se le efectuaron pruebas de ataque químico (mediante la sumersión de morteros en solución de sulfato de magnesio) y resistencia frente altas temperaturas (900°C) para determinar el desempeño de los morteros frente a estos agentes externos, la variable respuesta fue la RMC del mismo.

La caracterización de los materiales empleados en el trabajo de tesis, se realizó siguiendo las normas ASTM, y las normas técnicas obligatorias nicaragüenses (NTON). Adicionalmente, se determinó la presencia de compuestos formados por la reacción de geopolimerización mediante FT-IR en función del tiempo.

En la siguiente tabla se presentan las normas ASTM utilizada en las diferentes pruebas.

Tabla VII-1 Normas ASTM utilizadas

Prueba realizada	Norma ASTM utilizada
Granulometría del agregado fino	ASTM C33
Impurezas en el agregado fino	ASTM C 40
Fineza del ligante	ASTM C 430
Tiempo de fraguado	ASTM C 191
RMC	ASTM C 109
Resistencia al ión sulfato	ASTM C 1012

7.1 Materiales

Para la realización del estudio se emplearon activos de la UNI como son; molino de bolas (máquina de los ángeles), mezcladoras, hornos, aparatos de Vicat, moldes ASTM para morteros, cristalería de uso de laboratorio, mufla y espectroscopio infrarrojo, entre otros.

7.1.1 Pumicita

La fuente de silicoaluminato empleada en la investigación, fue pumicita (aunque el material sea calificado como puzolana natural en muchos casos, en este trabajo

monográfico no funge como tal), proveniente de Malpaisillo, León en Nicaragua, es preciso referir que el material desde su yacimiento ya cuenta con una granulometría fina y alta porosidad lo que facilita su reducción de tamaño y reduce el consumo energético del equipo empleado para esta operación.

Tabla VII-2 Porcentaje de retenidos en tamices ASTM para una muestra de 1000 gramos de pumicita sin pulverizar proveniente de Malpaisillo, León (Nicaragua)

Tamiz	Abertura	% Retenido
1/2	12.5 mm	2.70
4	4.75 mm	9.04
5	4.00 mm	2.60
8	2.36 mm	8.58
12	1.70 mm	6.85
30	600 µm	24.93
50	300 µm	21.96
80	180 µm	13.95
100	150 µm	6.76

Los espectros de IR para una pumicita sin ningún tipo de tratamiento se muestran en la siguiente figura, en ella se puede observar la banda característica de las vibraciones de Si-O y Al-O presentes; esta banda se encuentra en la región de 1100 cm^{-1} y 1110 cm^{-1} .

Las bandas de muy baja intensidad en la región de 1600 cm^{-1} - 1660 cm^{-1} , observadas en el espectro, corresponden a óxidos de minerales presentes en pequeñas proporciones en la pumicita. La banda ancha de 2500 cm^{-1} hasta 3700 cm^{-1} , aproximadamente, indica la presencia de agua. (Claudia Gonzales, 2012)

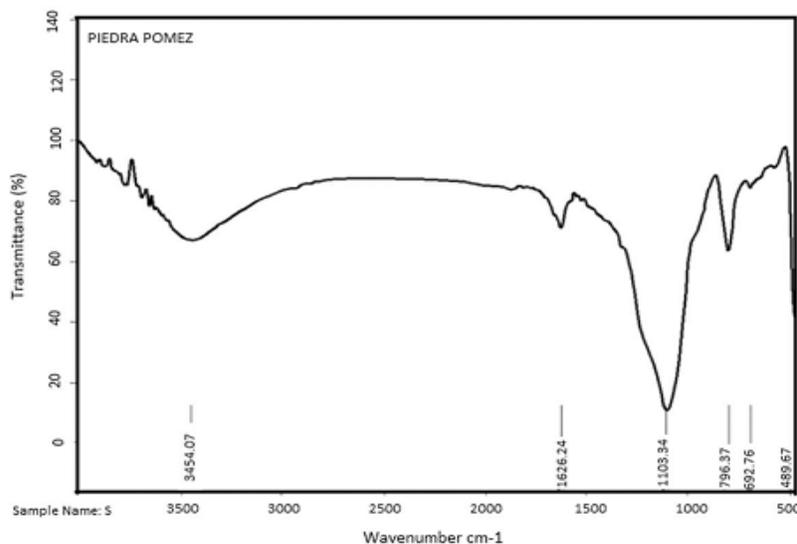


Fig. VII-1 Espectro IR producido por las lecturas de la transmittancia a diferentes longitudes de onda para la pumicita de Sabaneta, Antioquia (Colombia)

Aunque el gráfico anterior no corresponde a la pumicita en estudio, se puede tomar de referencia ya que en la mayoría de los casos este tipo de material se encuentra en un rango similar refiriéndose al porcentaje de los compuestos presentes en él, por lo tanto es de esperar que la pumicita de Malpaisillo genere un espectro característico semejante al de la **Fig. VII-1**.

7.1.2 Activador alcalino.

Como ya se había mencionado con anterioridad la selección del activador alcalino está en dependencia muchas veces del tipo de fuente precursora del silicoaluminatos, en este caso fue la pumicita de Malpaisillo, León, material de origen volcánico que a pesar de no poseer caracterización química se estima por otras fuentes similares su contenido rico en sílice, y alúmina en menor porcentaje.

Con base en diversos estudios se determinó la utilización de silicato de sodio el cual mejoraría las propiedades mecánicas del producto final por el contenido de SiO_2 , ya su vez también se empleó hidróxido de sodio el cual tuvo la función de modificar la concentración del silicato de sodio, incorporando más Na_2O soluble y teóricamente beneficiando la trabajabilidad de las pastas geopoliméricas.

7.1.2.1 Silicato de sodio

En la industria se encuentran numerosas aplicaciones para los silicatos de sodio los que cuentan con muchas propiedades útiles que no comparten otras sales alcalinas. Esto, junto con el hecho de que tienen bajo costo, da como resultado su amplio campo de uso en diferentes industrias.

Dentro de los diferentes usos se pueden mencionar los siguientes:

- Adhesivos
- Activo en detergentes
- Cementos, ligante (Binders)
- Aditivo para coagulante y floculadores en el tratamiento de agua
- Anticorrosivos
- Bases de catalizadores, insumos químicos, zeolitas, etc.

Las distintas propiedades y particulares funciones de los silicatos solubles pueden ser utilizadas para resolver eficiente y económicamente muchos problemas que surgen en procesos industriales y químicos.

Cuando los silicatos son combinados con ingredientes de cemento, reaccionan químicamente para formar masas con fuertes propiedades ligantes. Una gran variedad de cementos se hacen con silicatos, tanto en polvo como en solución. Los silicatos son ingredientes importantes en las especialidades refractarias, autofraguantes y en morteros químicamente resistentes. Las ventajas de los silicatos solubles como ligantes son:

- Resistencia a elevadas temperaturas

- Resistencia a los medios ácidos
- Resistencia a disolventes después de su uso
- Facilidad de manejo
- Seguridad
- Bajo costo

El silicato de sodio empleado tenía Ms (que no es más que la relación entre el contenido de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) igual a 2, el cual se obtuvo de la distribuidora de reactivos químicos TRANSMERQUIM S.A de Nicaragua, sus características fundamentales se señalan en la siguiente tabla.

Tabla VII-3 Composición física y química del silicato de sodio empleado en el estudio

Silicato de sodio(SS)	
Composición Química en porcentaje	28% de SiO_2
	14% de Na_2O
	58% de H_2O
Densidad (g/ml)	1.27
Estado	Líquido
Color	Blanco traslúcido

7.1.2.2 Hidróxido de sodio

A temperatura ambiente el Hidróxido de Sodio es un sólido cristalino, blanco, sin olor y que absorbe rápidamente dióxido de carbono, es una sustancia muy corrosiva y cuando se disuelve en agua o cuando se neutraliza con algún ácido libera gran cantidad de calor, el cual puede ser suficiente para hacer que material combustible en contacto con el hidróxido haga ignición. Se usa generalmente como solución del 50% en peso o como sólido que se comercializa en forma de pellets, hojuelas, barras y tortas.

El Hidróxido de Sodio es una base fuerte, se disuelve con facilidad en agua generando gran cantidad de calor y disociándose por completo en sus iones, es también muy soluble en Etanol y Metanol, reacciona con ácidos, compuestos orgánicos halogenados y con metales como el aluminio, estaño y zinc, generando hidrógeno, que es un gas combustible altamente explosivo.

El hidróxido de sodio se obtuvo del mismo proveedor del silicato de sodio (TRANSMERQUIM S.A.), este se adquirió en forma de lentejas para comprobar la concentración de la solución al momento de variar la concentración del silicato de sodio.

Normalmente las aplicaciones del hidróxido de sodio requieren de soluciones diluidas, generalmente se usa en la manufactura de jabones y detergentes, papel,

explosivos, pigmentos y productos del petróleo, recubrimientos óxidos, extracción electrolítica y como agente de ajuste de pH.

Se presenta también en forma comercial en limpiadores para estufas y drenajes. En la industria de alimentos tiene importancia en los procesos de pelado químico.

En la industria química inorgánica se usa en la manufactura de sales de sodio, para la digestión alcalina de minerales metálicos y en la regulación de pH. En aplicaciones industriales de química orgánica se emplea en reacciones de saponificación, producción de intermediarios nucleofílicos aniónicos, en reacciones de esterificación y eterificación en la catálisis básica.

Tabla VII-4 Propiedades físicas y químicas del NaOH empleado en el estudio

Hidróxido de sodio	
Composición Química	77.5 % de Na ₂ O 22.5 % de H ₂ O
Aspecto	Sólido blanco
Olor	Inodoro
pH	14 (50g/l)
Punto de ebullición	1390°C
Punto de fusión	318°C
Densidad	(20/4): 2,13
Solubilidad	1090 g/l en agua a 20°C

7.1.3 Agregado fino (Pétreo)

Como agregado fino se empleó arena proveniente del Cerro Motastepe para la elaboración de los morteros, ubicada en el kilómetro 9 Carretera nueva a León.

Este material es inerte, sin embargo fue necesario caracterizarlo, a fin de conocer su granulometría, según lo estipulado por la norma ASTM C33 y el contenido de impurezas orgánicas según designación de la norma ASTM C 40.

Los agregados son potencialmente dañinos si contienen compuestos que reaccionen químicamente con el mortero y que produzcan:

- Cambios significativos en el volumen de la pasta, del agregado o de ambos.
- Interferencia en la hidratación normal del mortero.
- Otros productos secundarios dañinos.

7.1.4 Agua de mezcla

Para la preparación de los morteros se empleó agua potable, la cual fue incorporada en la solución activadora, siendo esta un factor importante como lo fue la relación en peso agua/ligante.

El agua también se utilizó para saturar la arena de agregado, evitando de este modo que los poros de las partículas de la arena absorbieran parte del agua presente en la solución activadora y de esta forma inhibir partes de las reacciones de geopolimerización,

El agua utilizada proviene del laboratorio de materiales y suelos de la FTC de la UNI, por lo que no fue necesaria su caracterización ya que no es un objetivo de estudio como en los casos en los que se utiliza agua tratada de algún proceso industrial o sanitario e inclusive de alguna otra fuente de aguas superficiales.

7.1.5 Molino de bolas

Con el objetivo de exponer mayor área superficial de la pumicita para beneficiar la reacción de geopolimerización con el activador alcalino, se realizó una reducción de tamaño con un molino de bolas usando una relación en peso de 3 a 10 Kg de pumicita/Kg de bolas (ciclos de 45 min por cada 3 kg de pumicita). Las características del molino de bolas son las siguientes: Consumo de 110 voltios de corriente continua y potencia de 3HP, acoplado a una caja reductora de velocidades.

A pesar de que originalmente este equipo no es oficialmente un molino de bolas y más bien una máquina de desgaste de materiales, por su principio de acción se le puede denominar de esta manera aunque no posea ni las dimensiones ni las capacidades de uno oficial, además de que las características físicas de la pumicita le permiten fungir como un auténtico molino de bolas.



Fig. VII-2 Molino de bolas de la FTC

7.1.6 Agitador Automatizado para tamices ASTM

Una vez realizada la reducción de tamaño de la pumicita, fue necesaria una etapa de cribado a nivel de laboratorio para lo cual se utilizó el tamiz 230 con una

abertura nominal de 0.062 mm para asegurar que el material más fino pasara a través de él.

La operación se llevó a cabo por la acción de un agitador automatizado ubicado en el laboratorio de operaciones unitarias de la FIQ en el RUSB, modelo RX-29 con un consumo de 110 voltios corriente continua, los tiempos de operación se pueden ajustar en segundos, minutos y horas.



Fig. VII-3 Agitador para tamices ASTM de la FIQ

7.1.7 Mezcladora

Para la etapa de mezclado se usó una mezcladora de movimiento planetario de tres velocidades marca Hobart con una olla de acero inoxidable, potencia de 2 HP transmisión por piñones, monofásica, con gacho de paleta de acero y dimensiones de (LxWxH) 41x53x75 cm, la cual está ubicada en el Laboratorio de Materiales de la FTC en el RUPAP.



a)



b)

Fig. VII-4 Figuras a y b, mezcladora de movimiento planetario

7.1.8 Moldes de bronce ASTM para morteros

Los morteros fueron formados en moldes cúbicos de bronce reforzado, con dimensiones de 5x5x5 cm por arista según normativa ASTM C109, los cuales están ubicados en el Laboratorio de Materiales de la FTC de la UNI en el RUPAP.



Fig. VII-5 Moldes cúbicos ASTM de bronce reforzado

7.1.9 Máquina de resistencia a la compresión

Las pruebas de RMC de los diferentes morteros fueron realizadas en una máquina universal para prueba de resistencia de materiales con una capacidad de 18,000 lb, ubicada en el Laboratorio de Materiales de la FTC, esta prueba permite determinar el comportamiento de los materiales sometidos a esfuerzos de compresión.

La máquina consiste de dos partes esenciales: una estructura superior e inferior, la estructura superior se compone de dos vigas y dos placas entre ellas que unidas por barras laterales proporcionan 3 espacios, uno de los cuales (inferior) aloja el gato hidráulico y los otros dos son las zonas de compresión (intermedio) y de tensión (superior).



Fig. VII-6 Máquina de compresión mecánica de la FTC

7.1.10 Mufla de cámara amplia

La prueba de resistencia frente a las altas temperaturas de la fórmula óptima se llevó a cabo en una mufla de cámara amplia aislada con fibra cerámica tipo F30400 Thermolyne, con control de temperatura digital y programable, puerto para la ventilación e inyección de gas inerte en la parte superior y un rango de temperatura de 100-1093 °C, este equipo se localiza en el laboratorio de química general de la FIQ.



Fig. VII-7 Mufla de cámara amplia con rango de temperatura de 100-1093 °C de la FIQ

7.1.11 Aparato Vicat

Para la determinación del tiempo de fraguado se siguió la norma ASTM C191 para producir mortero de consistencia estándar, el equipo utilizado fue el aparato de Vicat, conformado por un bastidor que soporta una sonda deslizante de 300 g de peso y 10 mm de diámetro; la medición del desplazamiento es determinada por un indicador que se mueve a lo largo de una escala graduada en milímetros. Incluye una placa de vidrio reguladora de peso. El instrumento puede adaptarse a las distintas normativas sustituyendo la aguja y el molde tronco-cónico.

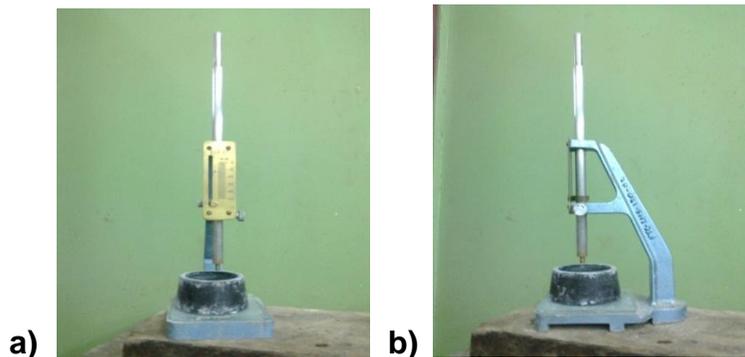


Fig. VII-8 Figuras a y b, aparato Vicat de la FTC

7.1.12 Espectroscopio Infrarrojo

El análisis por Infrarrojo, se realizó en un espectroscopio Mattson Génesis IIFTIR™ en modo de transmitancia en un rango de frecuencia comprendido entre 400- 4000

cm^{-1} . Al ser un compuesto iónico, el KBr transmite a lo largo de la mayor parte de la región del infrarrojo hasta una frecuencia de aproximadamente 400 cm^{-1} , además los espectros obtenidos presentan a menudo bandas a 3450 y 1640 cm^{-1} debidas a la humedad absorbida.

Las muestras fueron preparadas a través del método por mezcla con KBr (que no absorbe IR, y que al compactarse forma una capa traslúcida), y analizados por medio de la búsqueda de bibliografía relacionada con los espectros producidos por compuestos de origen inorgánico.



Fig. VII-9 Espectroscopio infrarrojo, KBr, mortero de ágata y espátula, para el análisis FT-IR de la FIQ

Este equipo es para análisis de muestras sólidas y se localiza en el laboratorio de operaciones unitarias de la FIQ en el RUSB.

7.2 Método

En este acápite se describe todo el proceso en general de las etapas y metodología empleada para la síntesis del geopolímero a partir de la pumicita.

La primera etapa del proceso fue la recolección del material pomáceo, el grupo de trabajo se trasladó hasta la localidad de Malpaisillo, León a 30 minutos de la capital Managua.

Una vez adquirido el material de estudio se procedió a retirar la humedad presente en él para facilitar su acondicionamiento y evitando entorpecer las etapas siguientes, esto se logró mediante la aplicación de calor con un horno de convección forzada donde se expuso el material a $110 \text{ }^{\circ}\text{C}$ durante un periodo de 24 horas continuas.

A continuación la pumicita seca es colocada en un molino de bolas con una relación en peso (Kg)pumicita/bolas de 3/10 en tres ciclos, donde cada ciclo consta de 400 vueltas que se completan en un periodo de 15 minutos, esta etapa se llevó a cabo con el propósito de exponer mayor área de contacto.

La siguiente etapa fue un tamizado en el que se separó la parte gruesa de la fina en la pumicita en donde el 77 % de una muestra de 300 gramos paso a través de la malla 230 en un tiempo de 12 minutos.

Todas las etapas anteriores fueron parte del acondicionamiento de la pumicita, a continuación se describe brevemente la preparación del activador alcalino.

Por la naturaleza del material de estudio se seleccionó al silicato de sodio como medio alcalino para la activación de las propiedades cementantes de la pumicita, el cual fue manipulado con el fin de alterar su naturaleza de origen (pH, Ms) incorporando moles de Na_2O en forma de hidróxido de sodio (pellets) el que fue diluido con el agua de mezcla correspondiente a cada tratamiento.

Una vez lista la pumicita y la solución activadora se procedió al mezclado de ambos para la síntesis del geopolímero en una mezcladora de movimiento planetario, en donde también se incorporó el agregado pétreo (previamente saturado de agua).

El proceso de mezclado se inició adicionando la solución activadora a la pumicita de forma homogénea con una velocidad media (140 rpm) durante 30 segundos, se detuvo la mezcladora durante 15 segundos raspando las paredes de la olla de mezclado con una espátula para homogenizar las partes donde la paleta de la mezcladora no llegó.

Nuevamente se inicia con el proceso de mezclado esta vez adicionando la arena siempre a una velocidad media hasta observar una mezcla homogénea aproximadamente en 40 segundos para todos los tratamientos, se detiene la mezcladora otros 15 segundos y se remueve la mezcla con la espátula para ayudar a la homogeneidad de la mezcla. El mezclado inicia en otros 15 segundos esta vez a la velocidad alta (285 rpm).

La etapa siguiente es el moldeado de los morteros en los moldes ASTM de bronce reforzado a los cuales se aplicó una fina capa de aceite a las paredes internas para facilitar el desmolde una vez fraguados los morteros.

Se procedió a llenar los compartimentos de los moldes hasta la mitad aproximadamente, se asentaron los morteros en los compartimentos dándoles 32 golpes en 10 segundos con la ayuda de un pisón, 4 veces seguidas girando el molde 90 grados después de cada ciclo.

Se terminó de llenar los compartimentos con la mezcla y repitió el proceso de compactación. Una vez terminada la compactación se eliminaron los excesos del material del tope de los compartimentos y se suavizó la cara superior del molde.

Una vez desmoldados los morteros se dejaron curando hasta por 28 días para medir su RMC.

Los datos se procesaron mediante el uso de herramientas estadísticas y se seleccionó la fórmula óptima del diseño de experimentos, a la misma se le

realizaron pruebas de durabilidad evaluando su desempeño mecánico posterior al ataque por agentes externos como lo fueron las altas temperaturas y elevada concentración de ión sulfato.

El método descrito se simplifica con el siguiente esquema:



Fig. VII-10 Esquema de metodología empleada en la investigación

7.2.1 Variables de estudio

En este trabajo de investigación se analizaron cuatro variables para poder evaluar el desempeño mecánico de los diferentes morteros elaborados, donde la RMC y el PU de los mismos fue la variable de respuesta con la que se seleccionó la fórmula óptima. Las variables de estudio fueron:

- Porcentaje en peso de Na_2O con respecto al peso del ligante, suministrado en forma de silicato de sodio e hidróxido de sodio.
- Módulos de sílice (Ms) del silicato de sodio (relación en peso de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$).
- Relación en peso arena/ligante.
- Relación en peso agua/ligante.

Los indicadores para el estudio de las diferentes variables fueron los siguientes:

- Para el porcentaje en peso de Na₂O suministrado a la solución activadora se utilizó silicato de sodio grado comercial e hidróxido de sodio.
- A la relación en peso SiO₂/Na₂O conocida como Ms; se empleó Na₂O en forma de pellets para variar los moles de la composición del silicato de sodio, que se comercializa con un Ms de 2.
- Todos los morteros fueron preparados utilizando arena proveniente del cerro Motastepe y agua potable proveniente del RUSB y RUPAP.

7.2.2 Niveles de estudio

En los estudios de materiales cementantes es común analizar el efecto que tienen sobre la RMC de los mismos los factores: agua/ligante, que no es más la relación en peso de la cantidad de agua suministrada por unidad de ligante, arena/ligante que es la relación en peso de la cantidad de arena (inerte) adicionada por unidad de ligante.

En sistemas geopoliméricos es importante evaluar el desempeño del precursor de sílice y/o alúmina y la adición de otros componentes empleados con la finalidad de mejorar sus propiedades, en este sentido se analizaron los factores de porcentaje en peso de Na₂O incorporados a la matriz geopolimérica y los Ms de la solución activadora.

Según Gonzales (2012) al variar el Ms y la concentración de NaOH, la microestructura del geopolímero generado se ve perturbada positivamente, aumentando la resistencia mecánica a la compresión de los morteros (**Fig. II-2**).

En la presente investigación de tesis los niveles de cada variable se eligieron tomando como base los resultados obtenidos de la investigación Baltodano Lenin (2012) **“Morteros de cemento compuesto base cemento portland y pumicita pulverizada: optimización de la formulación por el método Taguchi”**, dándole cierta continuidad a su investigación. Los niveles elegidos fueron:

Tabla VII-5 Factores y niveles de estudio

% en peso Na₂O	Ms	Agua/Ligante	Arena/Ligante
8	0.5	0.400:1	3/1
10	1.0	0.425:1	4/1
12	1.5	0.450:1	5/1

Como ya se ha referido en capítulos anteriores los Ms en conjunto con el pH de la solución activadora juegan un papel importante en la síntesis de geopolímeros por lo tanto se decidió variar el Ms a niveles inferiores al que se comercializa (Ms=2).

La arena que es un material inerte que funge como agregado fue una variable que se incluyó en el estudio por efecto de que el mismo está dirigido al sector de la

industria de la construcción más específicamente en la producción de bloques para vivienda popular, donde en Nicaragua utilizan relaciones arena/ligante superiores a 5/1 con el fin de reducir costos y aumentar la producción, sin embargo esta medida se ve más reflejada en la calidad de las piezas donde predomina la arena sobre el ligante causando un efecto adverso a la RMC con una disminución considerable y en otras propiedades como la permeabilidad, consistencia, etc. Así pues se fijaron valores no mayores a 5/1.

VIII. DISEÑO EXPERIMENTAL

El presente estudio se ha considerado como una investigación aplicada, por lo que se hizo uso de todo lo investigado al respecto, debido a que esta investigación fue orientada a brindar una alternativa de solución a un problema práctico como lo es la no calidad de los materiales de construcción ofertados en Nicaragua (permeables, baja RMC, entre otros) en gran parte como consecuencia del encarecimiento de los materiales de edificación.

Las principales fuentes de información fueron artículos publicados por especialistas en materiales cerámicos y trabajos de tesis presentados por estudiantes de la UNI.

En la investigación se estudiaron 4 factores los cuales ya han sido definidos anteriormente con sus respectivos niveles (Tabla VII-5). Si se realizara un diseño de experimento factorial sería del tipo 3^4 , en el que se presentarían todas las combinaciones posibles entre factores y niveles de estudio, sin embargo esto significaría realizar 81 experimentos para poder determinar la formulación óptima de los niveles de las diferentes variables con el propósito de alcanzar la mayor RMC de los morteros.

Con el objetivo de optimizar tiempo y recursos económicos, se siguió un diseño experimental mediante un arreglo ortogonal Taguchi L_9 . El arreglo ortogonal es una herramienta ingenieril que simplifica y en algunos casos elimina gran parte de los esfuerzos de diseño estadístico. Es una forma de examinar simultáneamente muchos factores a bajo costo. El Dr. Taguchi recomienda el uso de arreglos ortogonales para hacer matrices que contengan los controles y los factores de ruido en el diseño de experimentos, con ayuda del programa Minitab 15 (versión español) se realizó el arreglo correspondiente a los 4 factores y cada uno de sus niveles obteniendo el siguiente arreglo.

Tabla VIII-1 Diseño de experimentos Taguchi L_9 (3^4)

Tratamiento	% Na ₂ O	Ms	Agua/Ligante	Arena/Ligante
1	8	0.5	0.400:1	3/1
2	8	1.0	0.425:1	4/1
3	8	1.5	0.450:1	5/1
4	10	0.5	0.425:1	5/1
5	10	1.0	0.450:1	3/1
6	10	1.5	0.400:1	4/1
7	12	0.5	0.450:1	4/1
8	12	1.0	0.400:1	5/1
9	12	1.5	0.425:1	3/1

8.1 Técnicas de caracterización

Para la mayoría de los estudios en los que se ven involucrados materiales cerámicos, tanto como el ligante y sus agregados deben de ser caracterizados según lo estipulado en las normas ASTM para concretos, ligantes y agregados.

Normas nacionales y de otros países tienen sus bases en las normas ASTM por tanto en este trabajo investigativo se utilizó como guía de trabajo.

8.1.1 Técnicas de caracterización para morteros frescos

8.1.1.1 Arena Motastepe

a) Absorción de agua

Al agregado fino se le determinó el porcentaje de absorción, como la pérdida de peso por la cantidad de humedad evaporada al calentar a 100 °C la muestra. El porcentaje de absorción se determinó al aplicar la ecuación 3.

$$\% \text{ Absorción} = \frac{\text{Peso húmedo} - \text{Peso seco}}{\text{Peso húmedo}} \times 100 \qquad \text{Ecuación 1}$$

Manipulando los valores de masa obtenida y volumen, es posible calcular la densidad, densidad relativa (gravedad específica) y la absorción.

b) Ensayo de impurezas orgánicas

Con el objetivo de evitar que otros compuestos reaccionen con los morteros y alteren su composición provocando efectos adversos en sus propiedades mecánicas se determinó el contenido de impurezas orgánicas mediante la técnica descrita a continuación:

- Se llenó un frasco graduado de 300ml con 110ml con la muestra de arena a ensayar.
- Se añadió la solución de hidróxido de sodio al 3%, hasta aforar a 175ml.
- Se agitó el frasco fuertemente por un minuto.
- Transcurrido 24 horas, se observó el color del líquido y se comparó con la solución patrón, si el color es más oscuro; la muestra de arena tiene exceso de materia orgánica.

El exceso de materia orgánica en el concreto, inhibe una reacción química completa entre el ligante y el agua

c) Análisis granulométrico

Este ensayo es importante para obtener la distribución por tamaño de partículas presentes en una muestra de agregado.

El método consistió en determinar las cantidades en que están presentes partículas de ciertos tamaños en el material.

La distribución de los tamaños de las partículas se realizó con el uso de tamices ASTM de aberturas cuadradas con los siguientes tamaños: 3/8", 4, 8, 16, 30, 50 y 100.

La determinación de la granulometría del agregado se obtuvo al hacer pasar la muestra a través de los tamices enumerados anteriormente, se registra el porcentaje de material que se retiene en cada uno de los tamices. Los resultados de la prueba se grafican junto con los límites que especifican los porcentajes aceptables para cada tamaño, a fin de verificar si la distribución de tamaños es adecuada.

8.1.1.2 Tiempo de fraguado

La pumicita se activó con la solución de silicato de sodio a temperatura ambiente con los niveles óptimos de estudio, después de obtener la pasta geopolimérica de consistencia viscosa se determinó el tiempo de fraguado siguiendo la norma ASTM-C-191 para lo cual se usó el equipo Vicat.

Para la determinación del tiempo de fraguado se utilizó una mezcla limpia de consistencia normalizada de pasta y se sometió después de 30 minutos a la acción de la aguja de 1mm de diámetro del aparato Vicat, hasta obtener una penetración de 25mm o menor.



Fig. VIII-1 Ensayo para determinar el tiempo de fraguado

8.1.2 Técnicas de caracterización para Mortero endurecido

Generalmente cuando se diseñan elementos que formarán parte de sistemas estructurales, es de gran importancia comprobar si dichos elementos serán capaces de soportar la carga que se les aplique y si contarán con la rigidez para que las deformaciones no se presenten en formas excesivas e inadmisibles.

8.1.2.1 Resistencia mecánica a la compresión

Para el análisis de RMC se adoptó la norma ASTM C109, los morteros de prueba de forma cúbica con dimensiones de 5x5x5cm, se sometieron a resistencia mecánica a la compresión los 7y 28 días de curado en la máquina de resistencia a la compresión en donde se registró la carga de presión soportada por cada uno de los morteros de prueba antes de su deformación y/o destrucción.

8.1.2.2 Resistencia residual

Una parte importante de la metodología de tolerancia al daño, es el análisis de resistencia residual.

La resistencia residual es el resultado de determinar la resistencia de un material que ha sido expuesto a condiciones distintas de las normales, en el caso de los morteros que se elaboraron en este estudio fueron expuestos ante altas temperaturas y presencia de sulfatos, para determinar el efecto en los mismos.

La resistencia residual se calcula mediante la siguiente expresión matemática:

$$R_R = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100$$

Ecuación 2

R_R: resistencia residual

R₁: resistencia antes de la exposición a altas temperaturas y sulfatos

R₂: resistencia después de la exposición a altas temperaturas y sulfatos

a. Ataque por sulfato de Magnesio

El ataque por sulfato de magnesio (Mg₂SO₄) es generalmente más severo que el causado por los sulfatos alcalinos. El ensayo de ataques con el ion sulfato se realizó con el fin de someter al mortero con los niveles óptimos de estudio (después de cumplirse los 28 días de curado) a condiciones extremas de exposición, simulando una situación de ambientes de salinidad. La solución de sulfato de magnesio se preparó al 5% con un volumen igual a 3 veces el volumen de los morteros (relación P/V). El ataque con sulfatos mediante el ensayo de RMC. En la **Fig. VIII-2** se puede apreciar el efecto del ión sulfato después de una semana de exposición al medio salino.



Fig. VIII-2 Prueba de ataque por ion sulfato

b. Resistencia frente a las altas temperaturas

Para determinar el comportamiento frente a las altas temperaturas se trabajó con tres morteros, con el nivel de estudio óptimo con 28 días de curado, los morteros fueron expuestos por un periodo de dos horas a la temperatura de 900 °C, para luego ser evaluados mediante la medición de su RMC.

En la **Fig. IX-13**, se puede apreciar los morteros óptimos antes y después de la exposición a 900°C.

IX. PRESENTACION Y DISCUSION DE RESULTADOS

En el presente acápite se presentan los resultados obtenidos en las diferentes pruebas empleadas.

9.1 Análisis granulométrico de la arena Motastepe

Para determinar si la arena proveniente del cerro Motastepe está entre el rango granulométrico ideal para la elaboración de morteros, se hizo un análisis granulométrico; así mismo se determinó el módulo de finura. Ver **Tabla IX-1** y **Tabla IX-2** respectivamente.

Cálculos

Muestra: 502.4 gramos

Tabla IX-1 Análisis granulométrico de arena proveniente del Cerro Motastepe

Malla	Gramos que retiene	Gramos que pasan
3/8	0	502.4
4	7.5	494.7
8	60.2	434.5
16	172.2	261.9
30	171	89.9
50	66.3	22.9
100	15.3	7

Tabla IX-2 Módulo de finura

% Retiene	% Acumulado	% Pasa
0	0	100
1.47	1.47	98.41
11.97	13.44	86.43
34.25	47.69	52.09
34	81.69	17.88
13.19	94.88	4.55
3.04	97.92	1.39

$$MF = \frac{(0+1.47+13.44+47.69+81.69+94.88+97.92)}{100} = 3.37$$

La granulometría del agregado se controló de acuerdo a la norma NMX-C-077-1997-ONNCE. En la **Fig. IX-1** se muestra la curva granulométrica de la arena.

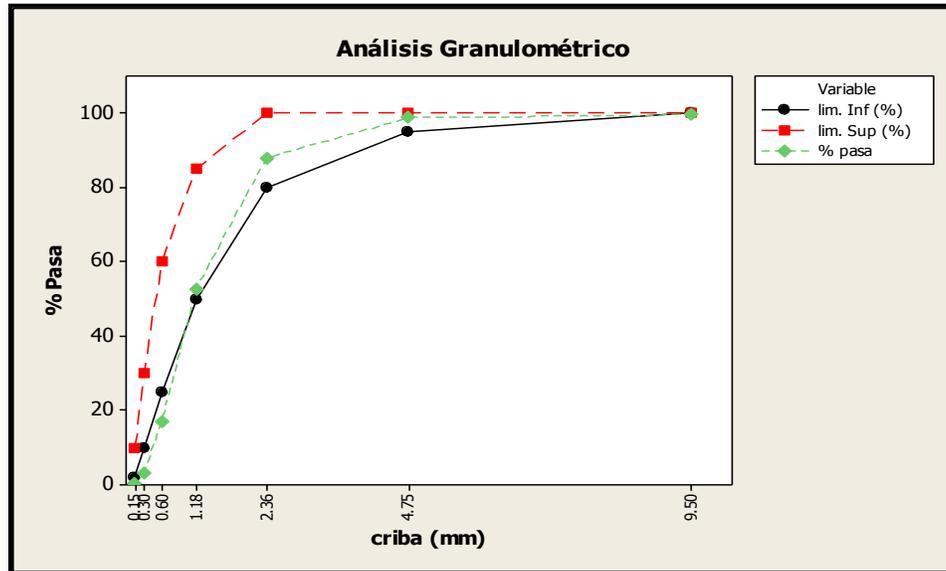


Fig. IX-1 Granulometría de la arena proveniente del Cerro Motastepe

Como se observa en la **Fig. IX-1** la distribución de tamaño de partícula de la arena proveniente del cerro Motastepe se encuentra dentro de los límites de granulometría para agregado fino, con un módulo de finura de 3.37 que indica que es una arena gruesa.

En la **Tabla IX-3** se presentan las propiedades físicas de la arena y la norma que se utilizó para su determinación.

Tabla IX-3 Propiedades físicas de la arena

ME _{ss} (g/cm ³)	0.25	NMX-C-165-1984
ME _s (g/cm ³)	0.24	NMX-C-165-1984
%Absorción de agua	6.30	NMX-C-165-1984
Módulo de finura	3.37	NMX-C-111-ONNCE 2004

ME_{ss}: masa específica aparente saturada y superficialmente seca

ME_s: masa específica seca

9.2 Ensayo de impurezas

El agregado fino utilizado se muestra libre de impurezas orgánicas, como se observa en la **Fig. IX-2**, el color más cercano es el número 1, siendo el 3 el color patrón o de referencia.



Fig. IX-2 Análisis de impurezas orgánicas para el agregado

9.3 Tiempo de fraguado

Con el fin de encontrar el tiempo al cual la pasta geopolimérica ha de ser manipulable sin cambiar la forma de la misma se realizó la prueba de la determinación del tiempo de fraguado siguiendo la norma ASTM-C-191.

Posterior a la activación de la pumicita se empezaron a registrar los tiempos en minutos en los que la aguja penetraba a la pasta, rebasando un periodo de 48 horas en el cual la aguja del aparato Vicat aún atravesaba con facilidad la matriz pastosa.

Es importante destacar que este tipo de pruebas ha sido desarrollado y empleado para pastas de cemento portland únicamente, en este trabajo monográfico se decidió trabajar con dicha norma ya que los geopolímeros carecen de normas por las que se puedan regir o referenciar.

Al no fraguar la pasta geopolimérica en 48 horas significa que el material no es manejable a edades tempranas, por lo tanto es necesario la aplicación de aditivos o la manipulación de las condiciones térmicas de curado de las mismas para lograr un fraguado completo.



Fig. IX-3 Determinación del tiempo de fraguado para la pasta geopolimérica con los niveles óptimos del arreglo ortogonal

9.4 Análisis FT-IR

Para entender más a fondo acerca del comportamiento de los geopolímeros sintetizados a partir de pumicita activada de forma alcalina se procedió a realizar ensayos de IR en los geles de la fórmula óptima y los que presentaron menores resultados con el propósito de hacer una comparación entre ambos.

Esta técnica se realizó como un agregado en el estudio a fin de lograr una mejor interpretación al fenómeno que ocurre en la reacción de geopolimerización.

Estos ensayos se realizaron a 1, 14 y 28 días de curado de las pastas geopoliméricas y a condiciones ambientales para observar el cambio de las mismas en función del tiempo.

a) Análisis FT-IR a un 1 día de curado

En las **Fig.IX-4** y **Fig.IX-5** se pueden observar las diferentes bandas características producidas por las vibraciones de los compuestos formados, para la pasta geopolimérica con los niveles de estudios óptimos, se observa que existe mejor definición de las bandas con respecto a las de la pasta con resultados mecánicos más bajos, la banda ancha y muy intensa que se forma de las longitudes de onda de 2800 cm^{-1} hasta 3800 cm^{-1} , aproximadamente son producto de las vibraciones de tensión del grupo enlazante OH para ambos geles, las bandas que se observan en la región comprendida entre 1000 cm^{-1} y 1200 cm^{-1} con ligeras variaciones en la intensidad son las bandas características de los óxidos de silicio y óxidos de aluminio.

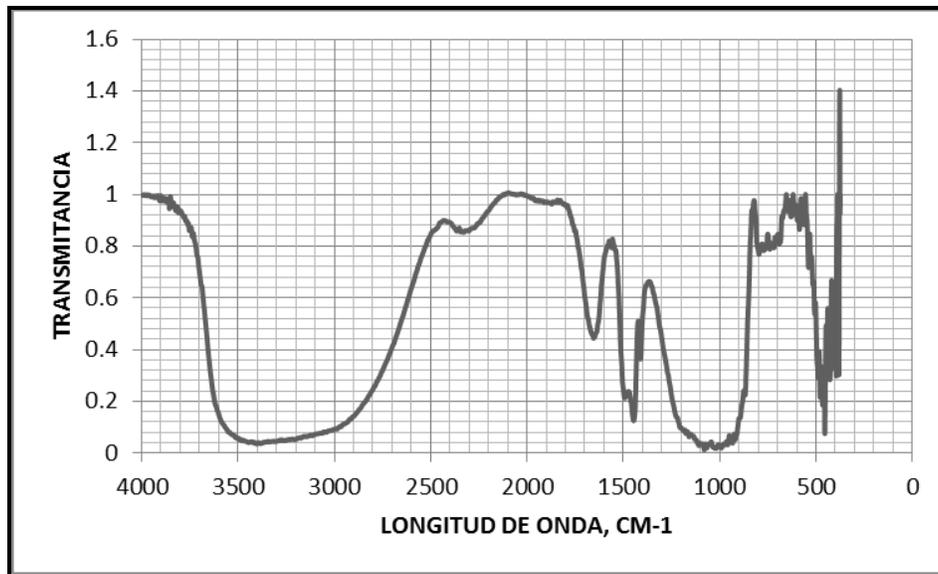


Fig. IX-4 Bandas de la transmittancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 1 día de curado

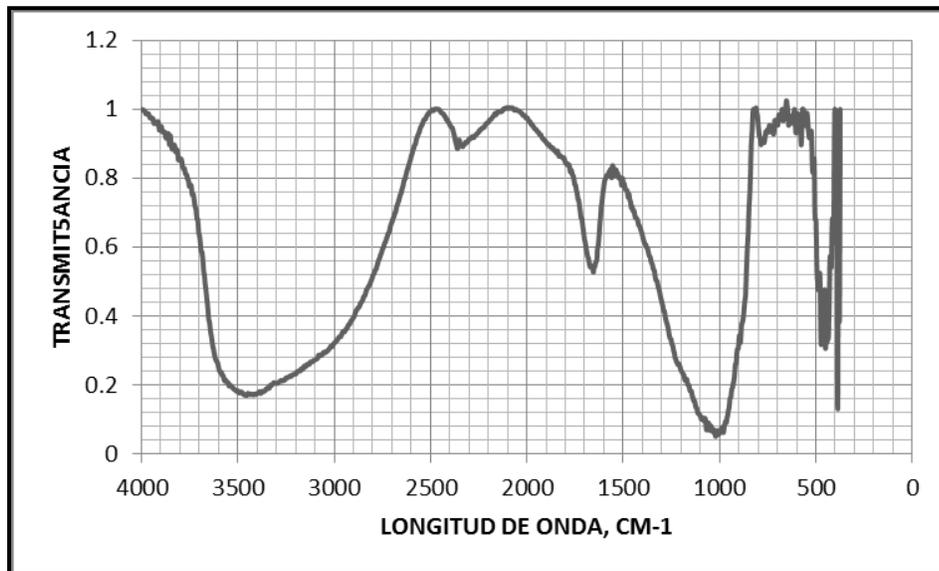


Fig. IX-5 Bandas de la transmittancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a 1 día de curado

b) Análisis FT-IR a los 14 días de curado

A los catorce días de curado de las pastas geopoliméricas, se observó que la fórmula menos destacada **Fig. IX-6** tiene una disminución en la intensidad de las bandas producidas por el grupo OH.

No se logra observar mayores cambios en las bandas producidas por las vibraciones de los compuestos formados en la reacción de geopolimerización, esto quiere decir que a 14 días de la reacción de geopolimerización, el grado de avance de las reacciones que pueden estar ocurriendo es mínimo.

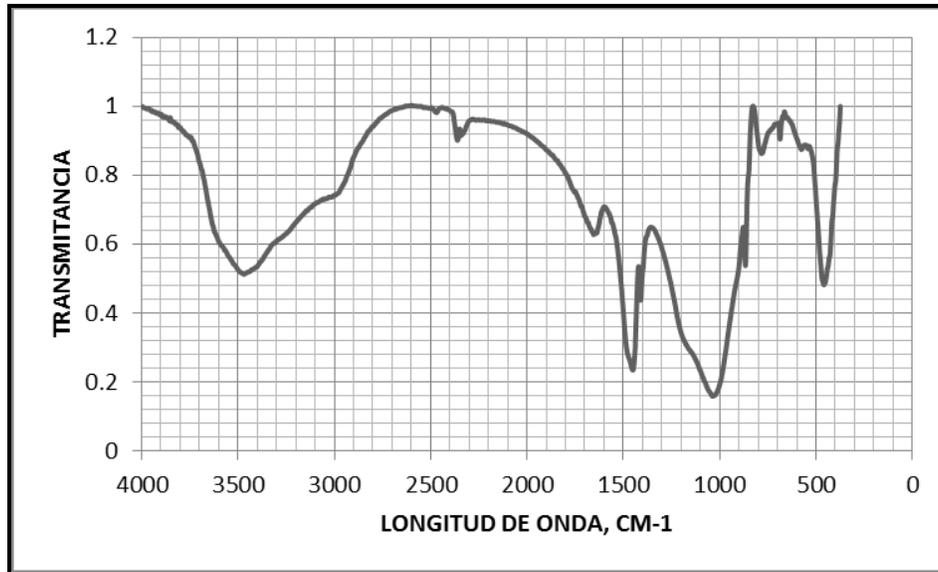


Fig. IX-6 Bandas de la transmittancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 14 días de curado

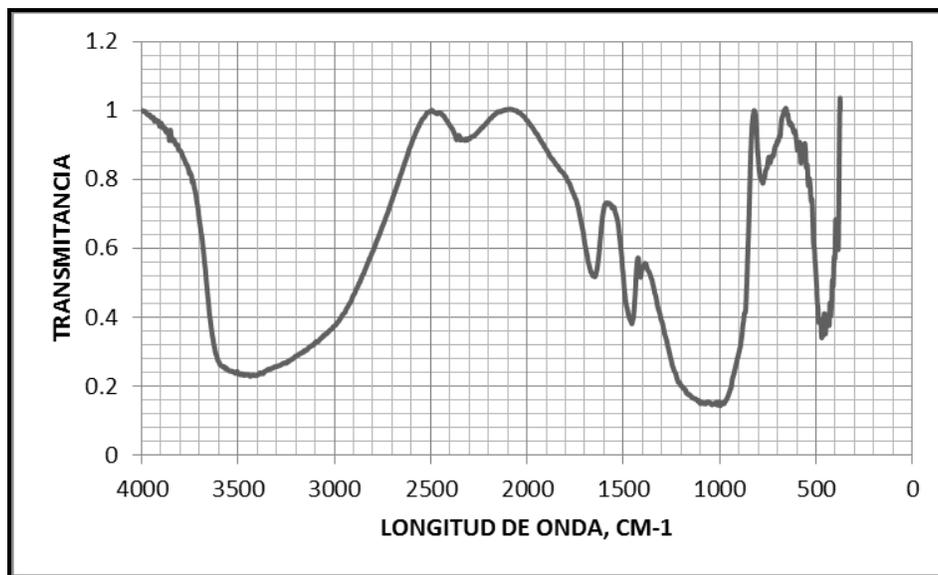


Fig. IX-7 Bandas de la transmittancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a 14 día de curado

c) Análisis FT-IR a los 28 días de curado

A 28 días de curado el análisis por FT-IR para la pasta geopolimérica con los niveles de estudios óptimos, evidencia que no hubieron mayores cambios con respecto a las bandas producidas a 1 y 14 días de curado (Fig. IX-5 y Fig. IX-7), lo cual quiere decir que una vez que inició la reacción de geopolimerización esta no tuvo un avance mayor.

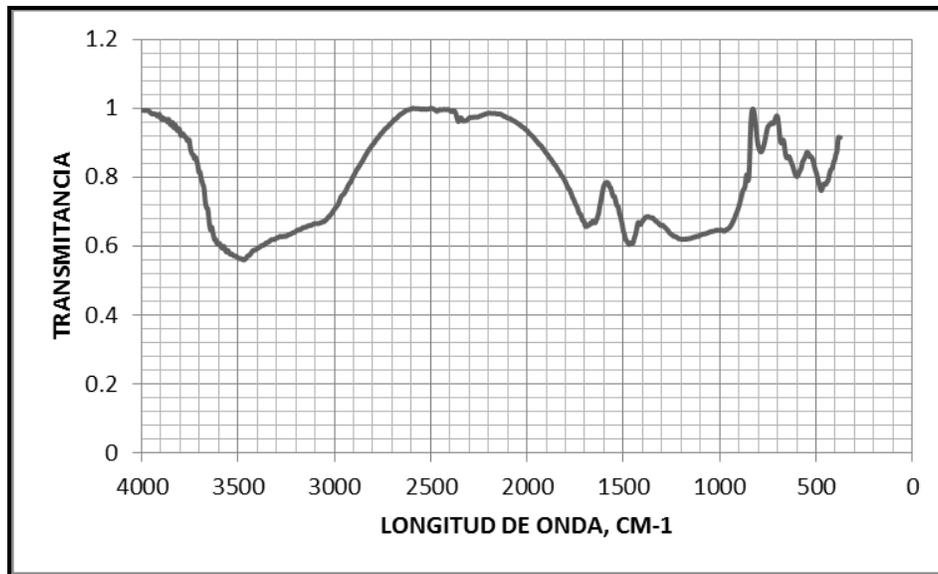


Fig. IX-8 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica menos destacada a 28 días de curado

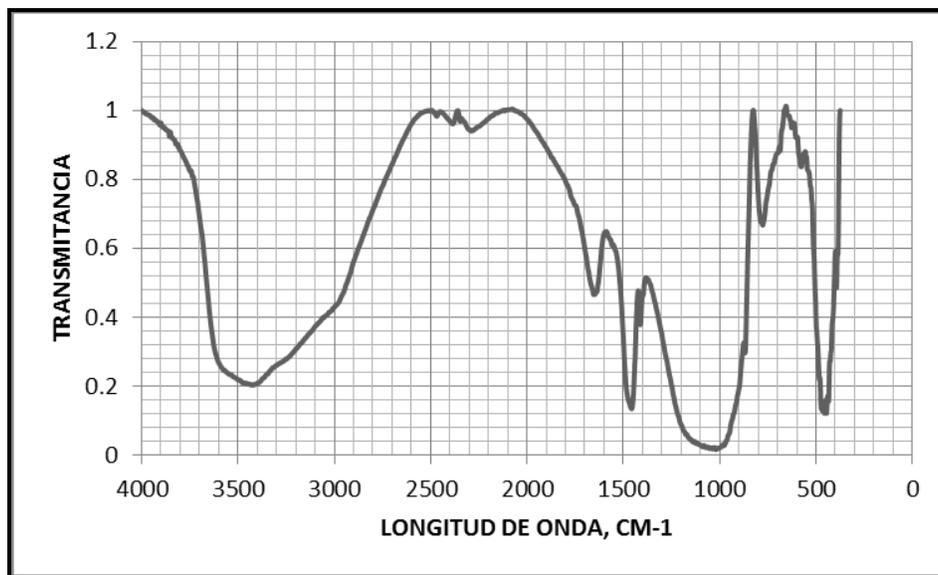


Fig. IX-9 Bandas de la transmitancia a diferentes longitudes de onda para la pasta geopolimérica óptima a los 28 días de curado

9.5 Determinación de la RMC de los morteros

Para cada uno de los 9 tratamientos que se presentaron anteriormente (Ver **Tabla VIII-1**) se elaboraron morteros con pumicita activada químicamente como ligante y arena proveniente del cerro Motastepe como agregado pétreo, con dimensiones de 5x5x5 cm, que fraguaron y curaron a condiciones ambientales durante un periodo de 28 días dando cumplimiento a la norma ASTM C109, al cumplir el periodo de curado recomendado se procedió a la medición de la carga soportada por unidad de área (medición de RMC) en una máquina de ensayos mecánicos.

A los 7 días de curado se ensayaron 3 cubos por tratamiento y a los 28 días de curado se ensayaron 6 cubos, reportándose para cada día el promedio de las mediciones. Los resultados se resumen en la **Tabla IX-4**.

Tabla IX-4 RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a los 7 y 28 días de curado

Tratamiento	1	2	3	4	5	6	7	8	9
RMC promedio a los 7 días de curado, MPa	0.44	0.82	1.17	1.11	0.44	1.02	0.73	0.88	1.23
RMC promedio a los 28 días de curado, MPa	3.85	2.05	4.27	3.96	1.56	1.33	1.28	1.56	1.33

En la **Fig. IX-10** se muestran las medias de RMC de los morteros del arreglo ortogonal a las edades de 7 y 28 días de curado, en donde se puede apreciar la diferencia entre las magnitudes de RMC de los mismos.

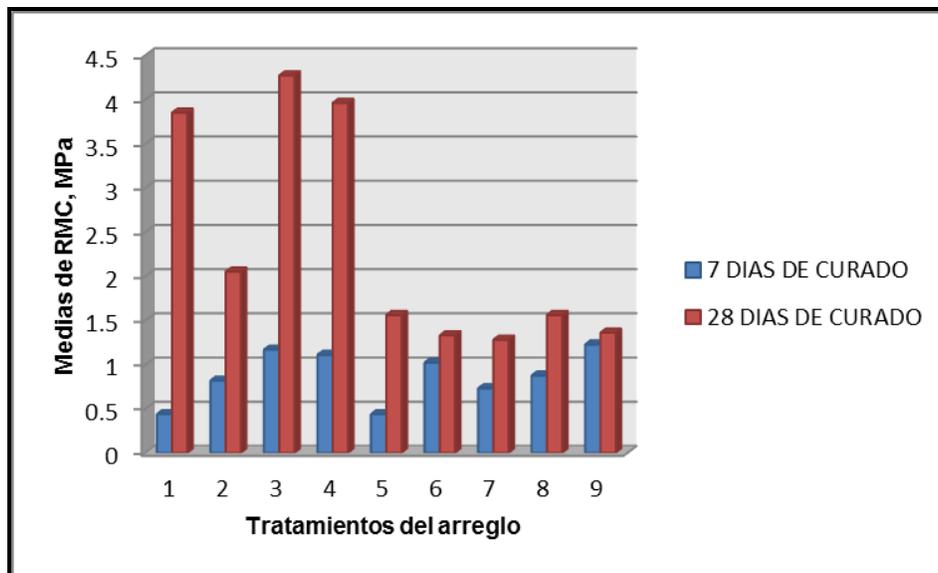


Fig. IX-10 Medias de RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a 7 y 28 días de curado

En la **Fig. IX-10** se observa que en la mayoría de los tratamientos del arreglo ortogonal no hubo diferencia significativa en la RMC de los morteros en función del tiempo de curado, este comportamiento solo puede ser explicado mediante dos formas, la primera es darle seguimiento a la reacción de geopolimerización con lo que se pueda determinar el grado de conversión de la pumicita, microestructura de los compuestos formados y otros parámetros que logren dar una respuesta concreta a este fenómeno, la otra opción es realizar los ensayos en otra máquina de compresión mecánica para comparar resultados, puesto que el equipo que se utilizó para ensayar los morteros presenta un estado de oxidación avanzado, la medición de la carga es poco confiable debido a que no utiliza su manómetro

original y no se sabe de ningún tipo de mantenimiento o calibración que se le haya dado a la maquina desde su adquisición (antes de fundar la UNI).

En la **Tabla IX-5** se muestran los respectivos promedios de peso unitario (densidad de los cubos) de los 9 tratamientos a los 28 días de curado.

Tabla IX-5 Medias de datos de pesos unitarios de los tratamientos del diseño experimental

Tratamiento	Peso Unitario (Kg/m ³)
1	1992.53
2	2074.00
3	2030.53
4	2121.73
5	2090.53
6	2093.60
7	2147.33
8	2167.87
9	2295.46

Con los valores promedios de RMC de los 9 diferentes tratamientos se realizó el análisis propuesto por Taguchi para la determinación del tratamiento óptimo, para ello se empleó la herramienta MINITAB 15 de la cual se utilizó la gráfica de efectos principales para medias de datos con múltiples factores de donde los puntos en la gráfica son las medias de la variable de respuesta en los diversos niveles de cada factor, con una línea de referencia trazada en la media principal de los datos de respuesta.

En la **Fig. IX-11** y **Fig.IX-12** se muestran las gráficas de efectos principales para el PU y RMC de los morteros, respectivamente.

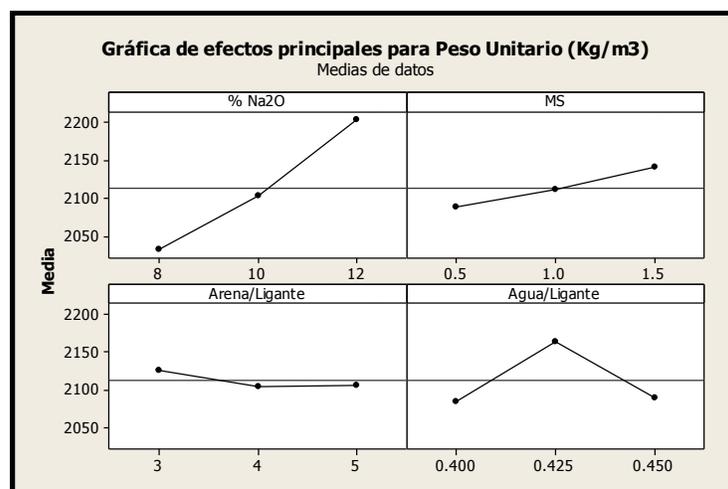


Fig. IX-11 Gráfica de efectos principales para las medias de PU de los morteros del diseño experimental Taguchi L9

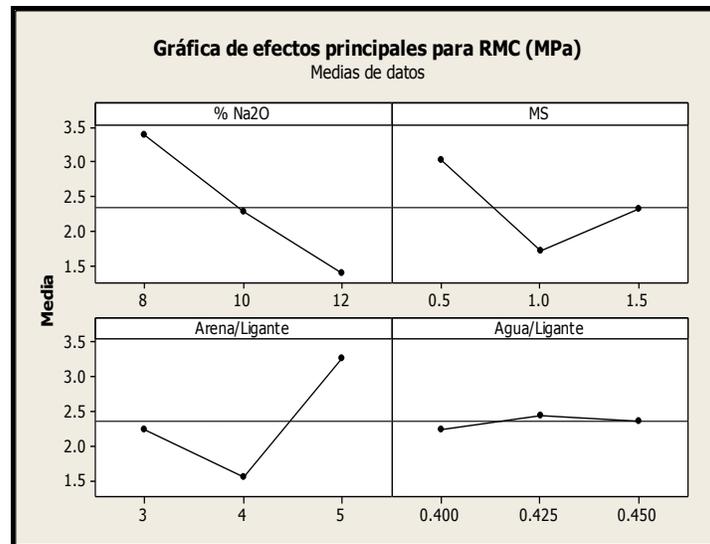


Fig. IX-12 Gráfica de efectos principales para las medias de RMC de los morteros del diseño experimental Taguchi L9

En la Fig.IX-11 se puede apreciar que para el factor de % Na₂O suministrado en forma de hidróxido de sodio el nivel óptimo es al 12%, para el módulo de sílice es 1.5, y para los factores de arena/ligante y agua/ligante los niveles con mayor incidencia sobre el peso unitario de los morteros son 3/1 y 0.425, respectivamente.

Para las mediciones de RMC los niveles óptimos de cada factor son 8% para el % Na₂O, 0.5 para el módulo de sílice y 5/1 y 0.425 para las relaciones arena/ligante y agua ligante, respectivamente.

Lo anterior se resume en la siguiente tabla:

Tabla IX-6 Puntos óptimos de los niveles de estudios del diseño experimental

Factores/niveles	%Na ₂ O	Ms	Arena/ligante	Agua/ligante
RMC	8	0.5	5/1	0.425
PU	12	1.5	3/1	0.425

Al comparar estos resultados es notoria en forma muy considerable la diferencia entre los niveles óptimos de cada uno de los factores, cuando deberían coincidir. Según la gráfica de efectos principales para las medias de los resultados de RMC de los morteros, el nivel óptimo del porcentaje de Na₂O suministrado en forma de hidróxido de sodio fue de 8%, según investigaciones anteriores se ha determinado que la concentración del activador alcalino es una de las variables fundamentales en el proceso de geopolimerización, ya que permite el incremento de la solubilidad del silicoaluminato con el aumento en la concentración del medio alcalino y con ello puede contribuir a obtener materiales con una resistencia mecánica más elevada, no obstante Palomo A. reporta un comportamiento contrario, donde la utilización de un activador a concentraciones menores permite producir materiales con una mayor resistencia mecánica que aquellos obtenidos a concentraciones mayores. (Martínez E. D., 2009), por tal razón se puede aceptar este nivel.

Los Ms como ya se ha mencionado con anterioridad no son más que la razón entre los porcentajes en peso del SiO_2 y el Na_2O contenidos en el silicato de sodio. Al respecto de los Ms como un factor de estudio se ha reportado por otros investigadores que el nivel óptimo para activaciones alcalinas de aluminosilicatos está entre 1.5 y 2, en los resultados de las gráficas de efectos principales para las medias de RMC se observa que para este factor el nivel óptimo es 0.5, lo que se contradice un poco con la teoría, sin embargo este nivel se puede aceptar tomando en cuenta los resultados de las investigaciones de Palomo A. que reporta mayores resultados a menores concentraciones del activador alcalino, donde los Ms están fuertemente ligados a la concentración del mismo.

El siguiente factor a ser analizado es la relación agua/ligante en donde se reporta que el nivel óptimo es el de 0.425, se puede decir que con el nivel de 0.400 habría una deficiencia en las reacciones de hidratación en la matriz geopolimérica que se vería reflejada en sus propiedades mecánicas como lo es la RMC, y que en un nivel de 0.450 podría existir un exceso en el contenido de agua lo que generaría la lixiviación de los sólidos solubles de la solución activadora, dándose un fenómeno denominado sangrado, en que el exceso de agua arrastre consigo dichos sólidos, desfavoreciendo a la matriz del mortero con afectaciones directas sobre la RMC, por tal razón un nivel medio se puede aceptar como nivel óptimo.

Continuando con el análisis de los niveles óptimos de los factores resta la variable arena/ligante, es preciso referir que la arena tiene un efecto nulo sobre la síntesis del geopolímero ya que su función única es la de ser un agregado inerte (material de relleno que se utiliza para abaratar costos), adicionalmente como se describió en las técnicas de caracterización no se encontraron impurezas orgánicas que afectaran la formación del geopolímero, según la gráfica de efectos principales para las medias de la RMC se reporta que el nivel óptimo para este último factor es el de 5/1, lo que quiere decir que según este resultado en cuanto más agregado inerte se incorpore a la matriz del gel geopolimérico mayor RMC se obtendrá, lo cual es falso debido a que como se mencionó con anterioridad la arena tiene efectos nulos sobre la formación del geopolímero ya que ella funge como agregado inerte únicamente. En la actualidad, los materiales de construcción ofertados a los nicaragüenses carecen de calidad, precisamente por el abuso en las cantidades de arena agregadas a las formulaciones.

Esta incongruencia en los resultados puede estar provocada por descomposturas de la máquina de compresión mecánica ya que se reporta la misma resistencia para la mayoría de los tratamientos, no obstante como se ha referido anteriormente se determinó el peso unitario de los morteros, calculándose así la media de los mismos para cada tratamiento del arreglo y sus datos fueron procesados de la misma manera que para los de la RMC.

El peso unitario de los morteros no es más que la masa de los mismos entre su volumen, es decir la densidad de los cubos, la misma es directamente proporcional a la RMC, de tal forma que los resultados de este análisis pueden ser considerados como los óptimos.

En la **Tabla IX-6** se pueden observar los puntos óptimos para las medias de los pesos unitarios de los morteros en los cuales se presenta para el % de Na₂O el nivel óptimo de 12% y para los Ms el punto más alto es el de 1.5, dando cumplimiento con las experiencias de la mayoría de investigaciones a fines a la misma que afirman que entre mayor concentración de la solución alcalina mejores resultados mecánicos presentará el material sintetizado.

Para la relación en peso de agua ligante se observa que un punto medio como lo es el nivel de 0.425 es el óptimo para proporcionar el agua suficiente en el que se puedan dar todas las reacciones de hidratación de los morteros, y finalmente se observa para la relación en peso de arena/ligante, que el nivel óptimo en que el mortero presenta mejores resultados es el de 3/1, lo cual quiere decir que en cuanto menor sea la cantidad de arena que se incorpore a la matriz del gel geopolimérico mejores serán sus propiedades mecánicas y con esto se han determinado los puntos óptimos para la síntesis de geopolímeros a partir de pumicita, lo siguiente fue encontrar dentro del arreglo ortogonal un tratamiento que contenga todos los niveles óptimos, para lo cual se buscó en la **Tabla VIII-1** que el tratamiento 9 los contiene a todos.

Una vez que se determinó el tratamiento óptimo del arreglo, se procedió a realizar una réplica del mismo con el fin de comprobar la carga soportada por los morteros en un laboratorio privado, puesto que se afirmó con anterioridad que la maquina utilizada en el laboratorio de materiales y suelos de la FTC de la UNI presentó averías, el laboratorio elegido fue LAMSA situado en Santa Ana, del Arbolito 2 cuadras al norte, ½ cuadra al este, Managua.

Al realizar las réplicas se siguieron los mismos procedimientos tanto de mezclado como de curado, en esta ocasión se ensayaron únicamente 3 morteros, finalmente a los 28 días de haber sido elaborados los morteros, los mismos fueron ensayados en LAMSA obteniendo los siguientes resultados:

Tabla IX-7 RMC de los tratamientos del arreglo ortogonal a los 7 y 28 días de curado

Mortero No.	1	2	3
Peso, g	290.1	288.7	290.7
Longitud, cm	5	5	5
Diámetro, cm	5	5	5
Área, cm ²	25	25	25
Peso unitario Kg/cm ²	2320.8	2309.6	2325.6
RMC, MPa	4.01	5	3.97

De la **Tabla IX-7** se puede observar que el resultado de los ensayos de RMC para las réplicas del tratamiento 9 es superior a los resultados obtenidos del laboratorio de materiales y suelos de la FTC ya que su promedio fue de 1.33 MPa y el promedio de los morteros replicados y ensayados en LAMSA fue de 4.33 MPa, confirmando así que la máquina de ensayos de la FTC de la UNI es la causante de la incongruencia de los resultados de la RMC.

9.6 Determinación de la resistencia residual

Como está referido en las técnicas de caracterización de los morteros endurecidos, una de las partes importantes para esta investigación fue la determinación de la tolerancia al daño, la cual se cuantifica siempre en la RMC, sin embargo esta vez se añadieron los elementos de altas temperaturas y concentración de sulfatos, sometiendo a los morteros en condiciones muy agresivas que provocaron cambios significativos en la matriz de los mismos y que se vieron reflejadas en sus propiedades mecánicas.

Lo anterior se resume de la siguiente manera:

a) Comportamiento frente a las altas temperaturas

Este tratamiento se realizó con el objetivo de evaluar el efecto que pueda tener la exposición de los morteros frente a las altas temperaturas, para esta prueba se expusieron tres morteros de la fórmula óptima (posterior a 28 días de curado en condiciones ambientales) a 900 °C durante un periodo de 2 horas seguidas en una mufla del Laboratorio de Química General de la FIQ, pasadas las dos horas los cubos se dejaron enfriar dentro de la mufla por un periodo de 24 horas.

Después del enfriado se observaron los cambios en los morteros, notando rápidamente el cambio de color que pasó de un tono verdoso oscuro a un tono café brillante, la porosidad por simple inspección también sufrió cambios, los cubos perdieron peso hasta un 14% de su peso original, ésta pérdida de peso generalmente es asociada a la remoción de los grupos hidroxilo que pueden estar condensados en la superficie del gel cementante (Bernal, Gutiérrez, & Provis, 2012), además en los cubos se logró notar una ligera expansión.

En la **Fig. IX-13** se observa el antes y después de los morteros expuestos a altas temperaturas.



Fig. IX-13 Morteros del tratamiento óptimo antes y después de ser expuestos a las altas temperaturas

Una vez realizada la exposición de morteros frente a temperaturas elevadas, se continuó con el ensayo de RMC de los mismos, registrando antes las magnitudes de sus pesos y dimensiones correspondientes, para su posterior análisis. Dichos datos se presentan en la **Tabla IX-8**.

Tabla IX-8 Peso, longitud, área y RMC de los morteros de la fórmula óptima antes y después del ataque por las altas temperaturas, prueba realizada en LAMSA

Medición (antes-después)	1	2	3	Promedio de RMC
Peso, g	290.1 - 250.2	290.7 - 246	288.7 - 249.7	4.33-13.08 MPa
Longitud, cm	5 - 5.6	5 - 5.7	5 - 5.6	
Área, cm ²	25 - 31.92	25 - 31.92	25 - 31.36	
RMC, MPa	4.01 - 13.06	5 - 12.84	3.97 - 13.36	

Es muy importante analizar los efectos provocados por la exposición de los morteros frente a elevadas temperaturas, por ejemplo el determinar el cambio del peso de los cubos permite identificar el rango de temperaturas en los que el material de estudio sufre los principales cambios estructurales, (cuando se realiza un análisis a diferentes temperaturas). El cambio del área de los morteros es muy notable ya que paso de 25 cm² hasta 31.92 cm².

Lo más relevante en esta parte es el aumento de la RMC donde se puede observar que los morteros pasaron de una resistencia promedio de 4.33 MPa hasta alcanzar un promedio de 13.09 MPa, lo siguiente es calcular la resistencia residual de los morteros, lo cual se hace con los valores de RMC antes y después del ataque por altas temperaturas, de la siguiente manera:

$$R_R = \frac{R_1 - R_2}{R_1} * 100$$

$$R_R = \frac{4.33 \text{ MPa} - 13.09 \text{ MPa}}{4.33 \text{ MPa}} * 100 = -202.31$$

La resistencia residual después de la exposición de los cubos frente a las altas temperaturas es de magnitud negativa, debido a que posterior al ataque por las elevadas temperaturas, la RMC lejos de sufrir una disminución, aumentó su magnitud; esto es debido a que las altas temperaturas aparte de promover cambios en el volumen de los morteros también se asocia la capacidad de los geles de llenar espacios provocando las transformaciones que tienen lugar en la matriz cementante debido a la deshidratación de los principales productos de reacción (S. A. Bernal, 2012).

En resumen los morteros ensayados presentaron un aumento en las longitudes, pérdida de peso posiblemente por pérdida de humedad, y el aumento de resistencia se debe a que el silicato de sodio que aún no reacciona a 28 días se vitrifica a altas temperaturas, esta matriz vítrea rellena poros (espacios vacíos) con el respectivo aumento de resistencia a compresión.

En la figura IX-14 se observa el aumento de la RMC de los morteros expuestos a una temperatura de 900 °C durante un periodo de 2 horas, con respecto a los morteros con los mismos niveles de estudio (ver **Tabla IX-6**, valores para el PU) curados a temperatura ambiente.

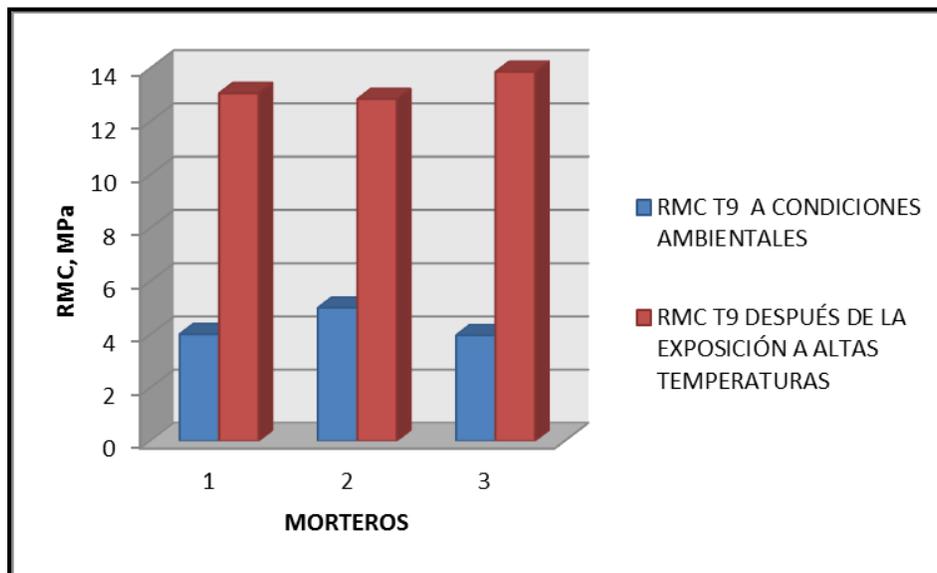


Fig. IX-14 RMC de los morteros de la formula optima antes y después de ser expuestos a las altas temperaturas

b) Comportamiento frente al ion sulfato

Actualmente dentro de las pruebas de durabilidad que se realizan a materiales cementantes se encuentra la exposición de los mismos en medios de sulfatos de sodio, potasio, calcio o magnesio, a concentraciones superiores a las que ocurren en la naturaleza, este tipo de compuestos pueden atacar al material cementante incluso una vez que el mismo haya endurecido, estos compuestos se pueden encontrar algunas veces en el suelo y disueltos en el agua adyacente a los

materiales cementicios. Las sales de sulfato en solución ingresan al material estructural y atacan los materiales cementicios, provocando expansión y astillamiento. (American Concrete Institute, 2000).

Por simple inspección se pudo observar el cambio experimentado por los morteros de la fórmula óptima, lo más notorio fue la formación de masas blandas de coloración blanca en la superficie de los morteros y una pequeña expansión de área, una vez secos los morteros se pesaron y no hubo cambios significativos en el peso, presentando una disminución del 2% de su peso original.



Fig. IX-15 Morteros de la fórmula óptima después del ataque químico con sulfato de magnesio

Las dimensiones, peso, y RMC de los morteros antes y después del ataque químico por el ion sulfato se presentan en la **Tabla IX-9**:

Tabla IX-9 Peso, longitud, área y RMC de los morteros de la fórmula óptima antes y después del ataque por sulfatos

Medición(antes-después)	1	2	3	Promedio de RMC
Peso, g	290.1 - 285	290.7 - 287	288.7 - 281	4.33-2.75 MPa
Longitud, cm	5 - 5.4	5 - 5.4	5 - 5.5	
Área, cm ²	25 - 28.08	25 - 29.7	25 - 28.06	
RMC, MPa	4.01 - 2.84	5 - 2.87	3.97 - 2.55	

El resultado de estas pruebas indica que no se puede hablar de un material con inercia química frente al ión sulfato, refiriéndose al geopolímero en estudio, aunque no se puede decir con precisión qué tipo de compuestos se forman de las reacciones del sulfato de magnesio con los componentes del material cementicio, la evidencia de un ataque por sulfatos se deber verificar mediante análisis químicos y petrográficos.

Debido a que la composición química del geopolímero sintetizado a partir de la pumicita es diferente a los productos formados de las reacciones del CPO con el

agua no es posible establecer una comparación entre estos materiales, en donde para el CPO los productos formados y de mayor afectación en sus propiedades físico-mecánicas después de ataques por sulfatos son la etringita (aluminato de calcio trisulfato 32-hidratado, $\text{CAO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$) y yeso (sulfato de calcio dihidratado, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) estos dos compuestos pueden generar un aumento del volumen del mortero, provocando expansión y fisuración, además de provocar ablandamiento y pérdida de resistencia del mortero, además de etringita y yeso se produce brucita ($\text{Mg}(\text{OH})_2$, hidróxido de magnesio). (American Concrete Institute, 2000)

Sin embargo, es preciso recordar que esta prueba se realizó para determinar el efecto sobre la RMC de los morteros (los cuales se muestran en la **Fig.IX-16**) y no para determinar los productos de reacción propiciados por el medio sulfatado.

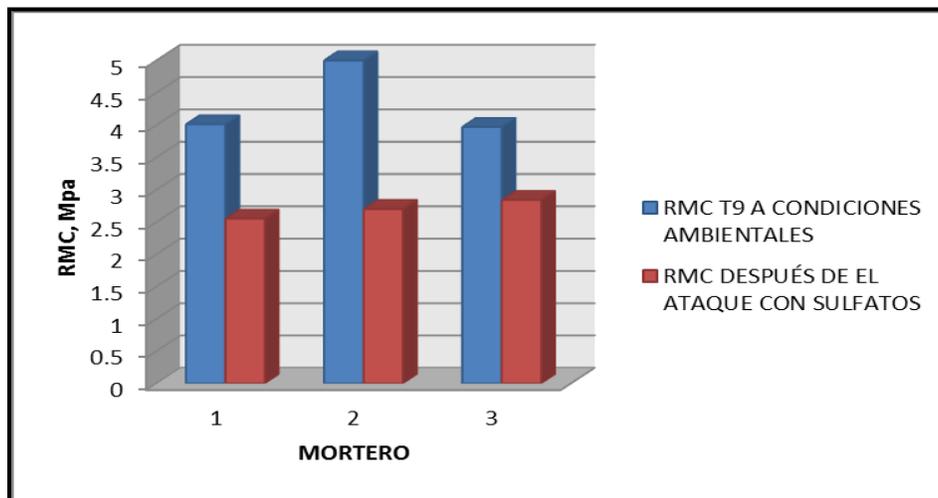


Fig. IX-16 RMC de los morteros de la formula optima antes y después del ataque químico con sulfato de magnesio

Una vez realizada la medición de la RMC en los morteros sumergidos en solución de sulfato de magnesio y posterior a su análisis se determinó la resistencia residual de los morteros según se describe en la metodología:

$$R_R = \frac{4.33 \text{ MPa} - 2.75 \text{ MPa}}{4.33 \text{ MPa}} * 100 = 36.48 \%$$

Este valor de resistencia residual indica el grado del daño experimentado por los morteros, posterior a su exposición en medio sulfatado el cual resultó ser cerca de 36.48%.

9.7 Desempeño de morteros curados bajo condiciones de temperaturas manipuladas

Esta prueba se realizó como un agregado del estudio al valorar el excelente desempeño de los morteros frente a la exposición de altas temperaturas y el bajo desempeño de las pastas para poder fraguar a temperatura ambiente.

Básicamente este ensayo consistió en manipular la temperatura de curado del mortero posterior de su mezcla, durante un periodo de 24 horas a 75°C. Al cumplir las 24 horas se realizó la medición de RMC de 3 morteros, dejando curar a temperatura ambiente los 27 días restantes para medir su RMC, además de realizar mediciones a los 7 y 14 días posteriores a temperatura ambiente.

Las principales características de los morteros curados a 75° C por 24 horas fue su consistencia y fraguado completo en comparación con los morteros curados a temperatura ambiente que a 24 horas después de ser formados presentaban consistencia blanda a pesar de guardar su forma cúbica. En la **Fig.IX-17** se presenta la apariencia de los morteros curados a 75°C por 24 horas.



Fig. IX-17 Apariencia de los morteros curados a 75° C por 24 horas

En la figura anterior se pueden apreciar los morteros cuyas condiciones de curado fueron manipuladas durante las primeras 24 horas posterior a su mezclado, cambios notorios fueron la consistencia, color de los morteros con mayor claridad que los curados a temperatura ambiente, con longitud de 5 cm por lado, no se observó fisuración en la superficie de los mismos, con variación en su peso al respecto de los curados a temperatura ambiente.

En la siguiente tabla se reportan las RMC de los morteros cuyas condiciones de curado se manipularon las primeras 24 horas a 1, 7,14 y 28 días.

Tabla IX-10 Valores de RMC promedios, para los morteros curados a 75 °C durante 24 horas, a 1, 7, 14 y 28 días de curado

	1 día	7 días	14 días	28 días
RMC de morteros de la fórmula óptima curados a 75°C por 24 horas	2.10 MPa	2.63 MPa	4.67 MPa	11.71 MPa

Con estos datos se puede interpretar que al manipular las condiciones de curado se pueden alcanzar mayores RMC y mejor consistencia de los morteros, propiedades que van aumentando en función del tiempo. En la **Fig.IX-19** se presentan los valores de RMC de los morteros con los niveles óptimos de estudio curados a 75 0C por 24 horas a 1, 7, 14 y 28 días de curado final.

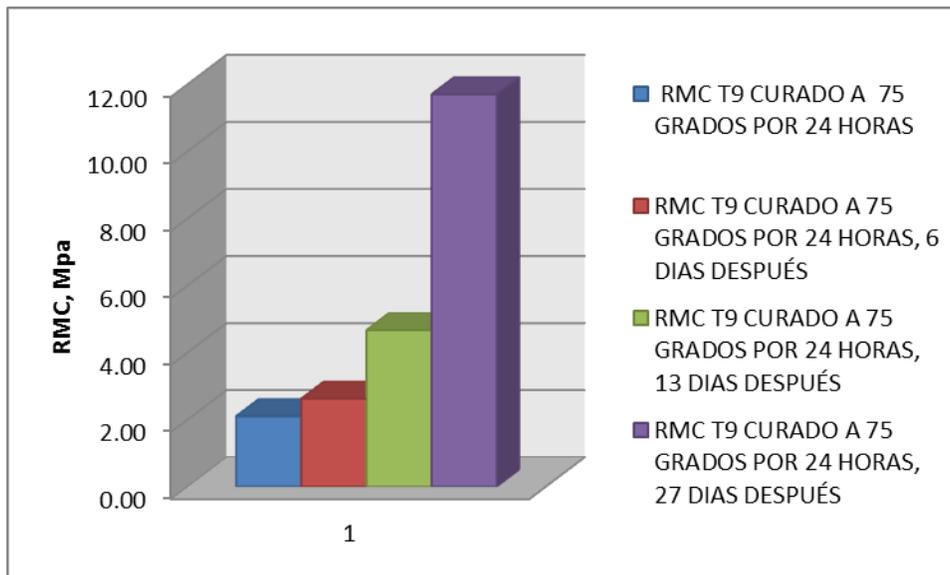


Fig. IX-18 RMC para morteros curados a 75° C las primeras 24 horas posterior a su mezclado

En la figura anterior observamos como en función del tiempo la RMC de los morteros con los niveles óptimos aumenta, al haber manipulado las condiciones de curado inicial al aumentar la temperatura por un periodo de 24 horas, lo que sugiere que al exponer los morteros frescos a condiciones templadas, se magnifican sus propiedades mecánicas.

X. CONCLUSIONES

- ✚ Se evaluó el efecto que tienen los diferentes factores involucrados en el estudio como lo fueron el %Na₂O suministrado en forma de NaOH, los módulos de sílice, las relaciones en peso arena/ligante y agua/ligante, a sus respectivos niveles en función del PU, determinando así que al variar los niveles de cada factor varían las propiedades de los morteros al respecto de la trabajabilidad de las mezclas, consistencia, permeabilidad y desempeño mecánico de los mismos, lo que facilitó un análisis estadístico para la determinación de una fórmula óptima.
- ✚ Mediante las gráficas de efectos principales para las medias de PU (g/cm³) se determinó la fórmula óptima del diseño de experimentos Taguchi L₉, donde el tratamiento 9 contenía los niveles correspondientes a los puntos más altos en las gráficas, los cuales fueron para el % Na₂O=12%, Ms=1.5, relaciones en peso de agua/ligante y arena/ligante de 0.425:1, y 3/1 respectivamente.
- ✚ Con base en el análisis realizado a los morteros de cada tratamiento se procedió a seleccionar aquellas formulaciones que cumplieran con la NTON 12 008-09, determinando que ninguna de las fórmulas cumple con la resistencia mínima de 13.5 MPa requerida para Bloques Estructurales Tipo 1 (BE-1), sin embargo se destaca que al manipular las condiciones de curado inicial (para la fórmula óptima con una RMC de 4.33 MPa) aumentando la temperatura a 75 °C por 24 horas se alcanzaron RMC de 11.71 MPa a los 28 días de curado.
- ✚ Los morteros que fueron expuestos frente a las altas temperaturas (900°C) presentaron un excelente desempeño mecánico, al aumentar su resistencia mecánica hasta 3 veces más que la registrada a condiciones normales (de 4.33 MPa hasta 13.25 MPa), lo que lo califica como un material altamente resistente frente a elevadas temperaturas. Sin embargo, es notorio el cambio volumétrico de las muestras.
- ✚ Los morteros sometidos a las pruebas de sumersión en solución de sulfato de magnesio presentaron una resistencia residual de 36.48% es decir que al encontrarse en medio sulfatado los morteros experimentan una disminución en su resistencia mecánica, así como también variación en su volumen y peso.

XI. BIBLIOGRAFÍA

- American Concrete Institute. (2000). En W. B. al., *Guía para la Durabilidad del Hormigón* (págs. 12-17).
- Beleña, I. (2004). Estudio y optimización de los parámetros de reacción para la obtención de material geopolimérico. *Cerámica y Vidrio*, 569-572.
- Bernal, S. A., Gutiérrez, R. M., & Provis, J. L. (2012). Desempeño a temperaturas altas de morteros y hormigones basados en mezclas de escoria/metacaolín activadas alcalinamente. *Materiales de Construcción*, 479-486.
- Bondar, D., & Lynsdale, C. (2005). Alkali Activation of Natural Pozzolan for. *2nd International Conference on Concrete & Development*.
- Claudia Gonzales, A. M. (2012). Obtención y caracterización de geopolímeros, sintetizados a partir de ceniza volcánica y piedra pómez, utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto. *El hombre y la máquina*, 1-7.
- Duxson P., P. J. (2007). The role of inorganic polymer technology in the development of "green concrete". *Cement and Concrete Research*, 1-65.
- Duxson, P., Provis, J., & Lukey, G. (2007). The role of inorganic polymer technology in the development of "green concrete". *Cement and Concrete Research*, 1-65.
- Ecoba. (Lunes de Agosto de 2009). *Google*. Recuperado el Viernes de Diciembre de 2013, de Google: <http://www.Ecoba.com>
- Erich Rodríguez, R. M. (2009). Síntesis y caracterización de polímeros inorgánicos obtenidos a partir de la activación alcalina de un metacaolín de elevada pureza. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 595-600.
- Gonzales, C., Angela, M., & Diana, C. (2012). Obtención y caracterización de geopolímeros, sintetizados a partir de ceniza volcánica y piedra pómez, utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto. *El hombre y la máquina*, 1-7.
- J, D. (1994). properties of geopolimer cements. *Alkaline cements and Concretes*, 131-149.
- J, D. (3rd edition, Julio 2011). *GEOPOLYMER chemistry & Applications*.
- Mantilla, H. A. (22 de Febrero de 2010). Síntesis y caracterización de las propiedades físico-mecánicas a partir de puzolanas para su aplicación en la industria. *El hombre y la máquina*, 1-55.

- Martínez, E. D. (2009). EFICIENCIA DE ACTIVADORES ALCALINOS BASADOS EN IFERENTES FUENTES DE SILICE PARA LA PRODUCCION DE. *UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA*, 14-16.
- (2012). En J. L. Martínez, *INSTRUMENTACIÓN Y MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO*.
- Mehrpour, & Allahverdi-Kamyar, A. (2008). Investigating the Possibility of Utililizing Pumicite-Type Natural Pozzonal in Production of Geopolymer Cement. *Ceramics – Silikáty*, 16-23.
- Mehrpour, A. A.-K. (2008). Investigating the Possibility of Utililizing Pumicite-Type Natural Pozzonal in Production of Geopolymer Cement. *Ceramics – Silikáty*, 16-23.
- Palomo, A. (2001). Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures:Influence of temperature,activator concentration and solids ratio. *Materials Letters*, 55-62.
- Rebeca, J., & Torrez, B. (2013). *Influencia de la ceniza de bagazo de caña de azucar proveniente de Ingenio Monte Rosa sobre las propiedades Físico-Mécanicas y durabilidad de cemento tipo GU*. Managua,Nicaragua.
- Rodríguez, E., Mejía, Ruby, Susan, B., & Gordillo, M. (2009). Síntesis y caracterización de polimeros inorgánicos obtenidos apartir de la activación alcalina de un metacaolin de elevada pureza. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 595-600.
- S. A. Bernal, R. M. (2012). Desempeño a temperaturas altas de morteros y hormigones basados en mezclas de escoria/metacaolín activadas alcalinamente. *Materiales de Construcción*, 479-486.
- Sánchez, M., & Frías, M. (2009). Comportamiento termico de los materiales puzolanicos en la hidratacion del cemento.
- Survey, U. G. (2009). *Minerals Yearbook*.España: Mc Graw Hill.
- UNIVERSIDAD NACIONAL DE SANTANDER. (2010). SINTESIS Y CARACTERIZACION DE LAS PROPIEDADES FISICOMECANICAS DE GEOPOLIMEROS A PARTIR DE PUZOLANA PARA SU APLICACION EN LA INDUSTRIA. En H. Alvares. Bucaramanga.

XII. RECOMENDACIONES

- ✚ Se recomienda determinar la composición química tanto de la pumicita empleada en el estudio, como al gel geopolimérico obtenido posterior a su activación alcalina, mediante un análisis de difracción de rayos x, con el fin de identificar las fases cristalinas y las fases amorfas de los materiales, para adecuar la activación alcalina o suministrar una fuente secundaria de sílice y/o alúmina amorfa.
- ✚ Se recomienda realizar ensayos de morteros al menos en dos máquinas de compresión mecánica diferentes para establecer diferencias y similitudes entre las mediciones y respaldar la confiabilidad de los resultados obtenidos.
- ✚ Se recomienda determinar la distribución de tamaños de partículas de la pumicita una vez pulverizada y tamizada mediante un análisis de difracción láser, con el fin de establecer una comparación entre este material y el CPO.
- ✚ Se recomienda realizar un estudio de morteros a partir de pumicita activada de forma alcalina a diferentes temperaturas de fraguado inicial (75, 65, 55, 45^oc) para evaluar su desempeño mecánico.
- ✚ Se recomienda evaluar otros yacimientos de pumicita del país para la activación alcalina de la misma y la elaboración de morteros geopoliméricos.
- ✚ Se recomienda sustituir en porcentajes de peso menores al 30% de pumicita por cal apagada, para evaluar su desempeño mecánico tanto a 28 días como a edades tempranas.

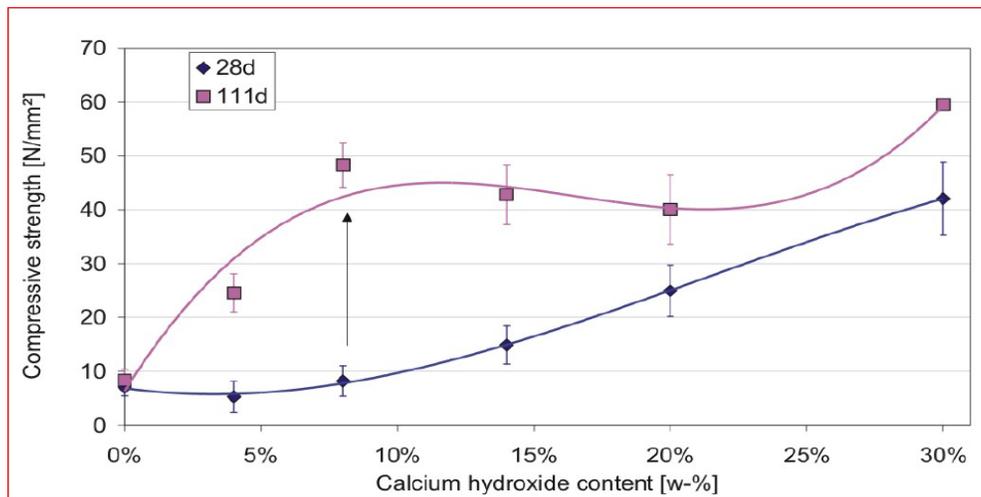
XIII. ANEXOS

Anexo A. Sustitución en peso de pumicita con cal apagada

En el desarrollo del estudio se elaboraron mezclas geopoliméricas en las que se sustituyó pumicita con cal apagada en un 30 %, esto con el fin de beneficiar las propiedades de los morteros, como sugiere la definición de las puzolanas (ver acápite 5.4 puzolanas), experimentando un fenómeno denominado fraguado flash, ya que en el proceso de mezclado la pasta geopolimérica con la arena endurecieron completamente en el proceso deteniendo la paleta de la mezcladora; este fraguado flash llego a tantas magnitudes que la mezcla tuvo que ser retirada de la olla de mezclado con la ayuda de un cincel y un mazo, al observar este comportamiento se decidió realizar una sustitución al 15 % para observar el comportamiento de la mezcla geopolimérica, de este ensayo se logró obtener una mezcla de muy buena consistencia permitiendo pasar la mezcla a los moldes, al pasar 24 horas a temperatura ambiente las piezas moldadas habían fraguado completamente en comparación con morteros de estudio que a 24 horas de su formación presentaban un fraguado parcial pese a mantener la forma cúbica estos eran blandos.

A las piezas elaboradas con esta mezcla no se realizaron ensayos de RMC puesto que eran piezas rectangulares utilizadas en la feria tecnológica de la UNI en forma de maqueta, y por falta de tiempo no se pudieron realizar pruebas posteriores.

Según el estudio bajo el título de “the influence of calcium content on the performance of geopolymetric binder especially the resistance against acids” al aumentar el contenido de calcio en la matriz geopolimérica la RMC aumenta en función del tiempo tal como se muestra en la siguiente ilustración:



En el gráfico anterior se observa el aumento de la RMC a 28 y 111 días de curdo en función del contenido de calcio.

Anexo B. Metodología de cálculo de las soluciones alcalinas

I. Calcular el porcentaje de arena y ligante mediante relación arena/ligante para lotes de 4kg.

Lote = Arena + Ligante

$$A = B + C$$

Ecuación 2

Donde A, B, C representa la masa del lote, arena y Ligante respectivamente.

$$\frac{\text{Arena}}{\text{Ligante}} = \frac{3}{1} \therefore B = 3C$$

Manipulando la ecuación 3 calcular C.

$$A = 3C + C$$

Conociendo C calcular B mediante la relación arena/Ligante o mediante la ecuación 3.

II. Calcular la masa de SS necesaria

Determinar la masa de óxido de sodio necesario en la solución, agregado en forma de silicato de sodio.

$$\text{Masa}_{\text{Na}_2\text{O}(\text{SS})} = \% \text{Na}_2\text{O} \times C$$

Ecuación 3

Conociendo que 100gr de SS equivalen 18.66gr de Na₂O, calcular la masa de SS necesario, para una masa x de óxido de sodio en forma de silicato (Na₂O_(SS)).

III. Calcular la masa de óxido de sodio en forma de hidróxido de sodio

$$\text{Masa}_{\text{Na}_2\text{O}(\text{NaOH})} = \text{Masa}_{\text{Na}_2\text{O}(\text{SS})} - (\text{Masa SS} \times 0.14)$$

Ecuación 4

Conociendo que 100 gr de hidróxido de sodio equivalen a 77.5 gr de óxido de sodio, para una masa x de óxido de sodio en forma de hidróxido de sodio (Na₂O_(NaOH)), calcular la masa de NaOH necesario en la solución.

IV. Calcular la masa de agua necesaria en la solución alcalina por Kg de ligante

Mediante la relación agua/ligante calcular la masa de agua necesaria

$$\frac{\text{Agua}}{\text{Ligante}} = 0.425$$

V. Calcular la masa de agua final

Como el SS y NaOH aportan agua al sistema, calcular la cantidad de agua final en la solución alcalina, que no es más que la diferencia entre la cantidad de agua necesaria por kg de ligante y al agua aportada por kg de SS y NaOH respectivamente.

Anexo C. Composición química de los materiales alternativos utilizados en la síntesis de geopolímeros

