UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN SUSTENTABLES QUÍMICAMENTE ACTIVADOS CON SILICATO DE SODIO OBTENIDO A PARTIR DE CENIZA DE CASCARILLA DE ARROZ

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

Br. Keyling Isabel Miranda Hernández

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

Ingeniero Químico

TUTOR:

Dr. Léster Javier Espinoza Pérez

Managua, Nicaragua, Agosto 2023

TABLA DE CONTENIDO

INDI	ICE DE TABLAS	ii
	ICE DE FIGURAS	
DED	DICATORIA	v
	SUMEN	
	NTRODUCCIÓN	
	OBJETIVOS	
II. '	OBJE 11VO3	
2.1	OBJETIVO GENERAL	2
2.2	OBJETIVO GENERAL	
	OBETIVOS ESI ECITICOS	
III.	MARCO TEÓRICO	4
	W/ (CO TEO/CO	
3.1	GENERALIDADES	4
3.2	DESECHOS SÓLIDOS (DS)	
_	L CENIZAS	
	EVOLUCIÓN DE LOS MATERIALES AGLOMERANTES	
3.3.1		
	2 IMPACTO AMBIENTAL DEL CEMENTO PORTLAND (CP)	
	CEMENTOS ACTIVADOS CON ÁLCALIS (CAA)	
3.4.1	• •	
3.4.2		
·		
IV.	MATERIALES Y MÉTODO	15
	MATERIALES	
	METODOLOGÍA	
	ETAPA 1: OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SOLUCIONES DE SiO_2	
4.2.2	2 ETAPA 2: PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PASTAS	18
V.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	20
- 4	5 1. O	20
5.1	ETAPA 1: OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SOLUCIONES DE SIO ₂	
5.1.1	` '	
	2 ANÁLISIS DE VARIANZA DE LOS RESULTADOS DE DIGESTIÓN ALCALINA	
	ETAPA 2: PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PASTAS	
5.2.1		
5.2.2		
5.2.3	RESULTADOS DE ESPECTROSCOPIA ÎNFRA ROJO	26
\ /I	CONCLUSIONES	20
	CONCLUSIONES	
VII.	NEW INITIALIAM IN TO	

VIII. BIBLIOGRAFÍA	31
IX. ANEXO	34
INDICE DE TABLAS	
Toble 1. Caracterización química de algunas meterioles puzalónicos	4.4
Tabla 1: Caracterización química de algunos materiales puzolánicos	
Tabla 2: Arreglo Ortogonal Taguchi L ₉ (3 ⁴).	
Tabla 3: Condiciones de fabricación de pastas de CCA-cal apagada	
Tabla 4: Concentración de SiO ₂ en la solución alternativa óptima según predic	ción
de Minitab 19 y experimental	22
Tabla 5: Análisis de Varianza.	22
Tabla 6: Tabla de respuesta para medias	
Tabla 7: Análisis de Varianza excluyendo el factor [NaOH]	
Tabla 8: Análisis de Varianza excluyendo el factor Tiempo	
Tabla 9: Resultados de resistencia mecánica a compresión de pastas elaborados	
· · · · · ·	24
Tabla 10: Tabla de respuesta para medias	
Tabla B.1: Base de Cálculo para la Preparación de Soluciones de NaOH	
Tabla B.2: Base de Cálculo para Método de Cuarteo y Cálculo de %m/V	

INDICE DE FIGURAS

Figura 1: Historia del Cemento como Material de Construcción en Euro	pa 6
Figura 2: Etapas de Fraguado del Concreto	8
Figura 3: Emisiones de CO ₂ por Tonelada de Clinker fabricado	g
Figura 4: Influencia del Tiempo y la Temperatura en la Solubilidad de	Residuos
Vítreos	
Figura 5: Ilustración del Método de Cuarteo	
Figura 6: Esquema para montaje de Experimentos	18
Figura 7: Efectos principales para Concentración de SiO ₂	
Figura 8: Efectos principales de RMC	24
Figura 9: Espectro infra rojo de la ceniza de cascarilla de arroz (CCA)	
tratamiento y de la pasta ŚA-80-60	27

AGRADECIMIENTO

A Dios quien me ha guiado y dado fuerza de seguir adelante y no desertar,

A Kenneth Chevez por su apoyo incondicional, compresión y sabiduría a lo largo de este trabajo

A Magaly Vílchez por su estimulo constante y además de su apoyo incondicional de Hermana.

A mi familia y a todas las personas que de una y otra forma me apoyaron a lo largo de la realización.

DEDICATORIA

A mi madre que desde el cielo me ilumina y me motiva para seguir adelante con mis metas

RESUMEN

El crecimiento poblacional trae consigo un incremento en la demanda de alimentos, aqua potable, tratamiento de desechos sólidos y aquas residuales, demanda de infraestructura y de viviendas, entre otras cosas. En lo que respecta a Nicaragua, en materia de construcción de viviendas tan solo en 2005 eran necesario la construcción de alrededor de 411 mil viviendas, con una proyección de crecimiento anual de 22 mil nuevas viviendas. El cemento Portland ordinario (CP) que se comercializa en Nicaragua proviene de dos empresas internacionales con presencia en el país, sin embargo, lo poco conocido es que la producción de CP implica la quema de combustibles fósiles para alcanzar temperaturas de hasta 1500 °C con la consecuente emisión de gases de efecto invernadero, principalmente CO2. Se estima que por cada TM de CP producido se emite a la atmosfera igual cantidad de gases contaminantes. A nivel mundial se destaca la búsqueda de alternativas de construcciones sustentables, económicas y amigables con el ambiente. Múltiples resultados de investigaciones a nivel mundial identifican a los cementos activados con álcalis (CAA) como una alternativa prometedora, con excelentes propiedades mecánicas e hidráulicas. Tales CAA están formulados a partir de precursores ricos en SiO₂, SiO₂-Al₂O₃ o SiO₂-Al₂O₃-CaO, como la ceniza de cascarilla de arroz, ceniza de bagazo de caña de azúcar, ceniza volante, caolines, pumicita, desechos vítreos, escoria de alto horno, entre otros precursores. Dichos precursores finamente pulverizados al entrar en contacto con soluciones fuertemente alcalinas (NaOH, KOH, Na2SiO3, etc) dan lugar a reacciones de disolución-precipitación de productos de carácter cementoso, similar a los generados durante la hidratación del CP. Dentro de la amplia gama de activadores alcalinos, se ha reportado que el silicato de sodio, también conocido como vidrio soluble (Na₂SiO₃) es el más efectivo disolviendo la estructura amorfa de los precursores, y aportando además sílice disuelta, que participa de manera activa en la formación de productos de reacción. Sin embargo, al igual que el CP, su producción tiene un coste ambiental muy alto, ya que requiere calentar arena de SiO₂ y Na₂CO₃ a unos 1000 °C, liberando 1.5 kg CO₂/kg de silicato de sodio producido. En una primera etapa, el presente trabajo de investigación, acorde con las tendencias mundiales, buscó desarrollar una solución activadora alternativa al silicato de sodio (SA) a partir de la digestión alcalina de una fracción de ceniza de cascarilla de arroz, tratando de disolver la mayor cantidad de SiO₂ en solución (alcanzando hasta 27. Mg/L de SiO₂ disuelta). De los factores bajo estudio, el factor más influyente en la disolución de la SiO2 fue la temperatura. En una segunda etapa se puso a prueba dicha SA mediante la activación de pastas 90% CCA-10% cal, obteniendo una resistencia mecánica a compresión de 15.94 MPa a 28 días. La misma pasta, pero activada con una solución de NaOH dio una RMC de 11 MPa a 28 días, sugiriendo que la SiO2 disuelta incrementó la RMC. Finalmente, el espectro IR de la pasta activada con SA mostró una disminución de intensidad y un ligero desplazamiento de las bandas a 1091 y 791 cm⁻¹, sugiriendo la formación de una nueva estructura de red debido a la formación de productos de reacción de carácter cementoso

I. INTRODUCCIÓN

Según datos del Banco Central de Nicaragua¹ la población total en el año 2019 fue de 6.5x10⁶ habitantes y para el ciclo 2020/25² se estima una tasa de crecimiento del 1.13%, este constante crecimiento poblacional trae consigo una serie de implicaciones que requieren solventarse tales como la demanda de alimentos, demanda de agua potable, necesidad de nuevas urbanizaciones y/o asentamientos, incremento de desechos sólidos, entre otros.

Según estimaciones del censo a la población nicaragüense del 2005, aproximadamente 345 mil viviendas (el 31% del parque habitacional de Nicaragua) estaba en mal estado y requería reposición. Según esa misma fuente, habría que sumar otras 66 mil viviendas para familias que se encuentran allegadas. Es decir, al año 2005, 411 mil viviendas nuevas debieron construirse. Las proyecciones de crecimiento basadas en los datos del mismo censo 2005 indicaron que cada año la demanda adicional por este factor se cifraría en unas 22 mil nuevas viviendas. Además, se estima que el 52.4% de las viviendas poseen al menos una característica (piso, paredes o techo) que la define como inadecuada; 45.6% de las viviendas tiene piso de tierra, 20.5% tiene pared inadecuada y tan solo 5.8% tiene techo de materiales precarios. Dado el incremento en la demanda de viviendas sumado al rápido crecimiento de la población, es evidente la necesidad de desarrollar materiales de construcción sustentables, que satisfagan las necesidades de vivienda de las generaciones presentes, sin comprometer la capacidad de las generaciones futuras para satisfacer sus propias necesidades de vivienda. De otra suerte, el impacto ambiental podría ser irremediable. El concreto y el mortero de cemento Portland (CP) son los principales materiales de construcción utilizados actualmente, sin embargo, la producción de CP demanda un alto consumo de combustibles fósiles para el procesamiento térmico de materias primas, tales como arcilla y piedra caliza, dicho procesamiento se lleva a cabo a ~1450 °C y emite una gran cantidad de CO2 a la atmosfera, uno de los gases con mayor impacto en el efecto invernadero que actualmente padece la tierra.

Año con año se ven incrementadas las producciones de alimentos para suplir la demanda alimenticia creciente. Únicamente para el arroz (un grano básico en la dieta nicaragüense), se ha registrado un incremento en la producción anual para el ciclo agrícola 2019/20. Se cosecharon aproximadamente 570.2 TM equivalente a un incremento de 6.4% en comparación al ciclo agrícola 2018/19 y un incremento acumulado de 21% desde el ciclo agrícola 2013/14 (BCN, 2020). A este incremento en la producción de arroz se suma un incremento inherente en los residuos generados en la industria agrícola, en el caso de la industria arrocera es habitual utilizar las cascarillas como biomasa para la obtención de energía, sin embargo, este no es el fin de la cadena de residuos, ya que se generan residuos sólidos de las reacciones de combustión (CO₂ y cenizas). De acuerdo con Arias

¹ BCN, (2019)

² CEPAL, (2019)

Ortiz & Meneses Cruz, (2016) se genera entre 15 – 20% de cascarilla seca en las descascarilladoras de rodillos y en la combustión se genera entre 17 – 20% de cenizas por cascarilla seca. Dicho de otro modo, y bajo la premisa de que en todas las trilladoras se utilice la cascarilla como fuente de energía, en el ciclo agrícola 2019/20 se generaron al menos 14.54 TM de cenizas.

En base a lo expuesto anteriormente, se evidencia una ventana de oportunidad para investigar la posibilidad de reutilizar cenizas de cascarilla de arroz como materia prima para la producción de un material cementante económico, amigable con el ambiente y con propiedades similares al cemento Portland comercial. Sin embargo, el desarrollo de un material alternativo no es algo trivial, y su escalamiento desde el laboratorio hasta su uso por parte de los beneficiarios requiere de diferentes etapas de investigación. La presente propuesta de investigación es una primera etapa en el desarrollo de materiales sustentables, al concluir completamente la investigación, los beneficios serán directamente al ambiente y a las personas que requieren de alternativas económicas y ambientalmente amigables para la construcción de sus viviendas.

II. OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

Desarrollar geopolímeros a base de ceniza de cascarilla de arroz y cal apagada, activados químicamente con solución alternativa de silicato de sodio, obtenidas mediante la disolución de la ceniza de cascarilla de arroz en soluciones alcalinas de hidróxido de sodio.

2.2 Objetivos Específicos

Determinar el efecto de variar la concentración de hidróxido de sodio, concentración de ceniza de cascarilla de arroz, temperatura y tiempo de disolución sobre la concentración de sílice disuelta (g/ml).

Fabricar pastas de ceniza de cascarilla de arroz (90 %p/p) y cal apagada (10 %p/p) activándolas con la solución alternativa óptima obtenida anteriormente para comparar su resistencia mecánica a la compresión con pastas activadas con soluciones alcalinas de hidróxido de sodio.

Identificar la formación de posibles productos de reacción en pastas activadas mediante espectroscopia infra rojo.

III. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se abordan generalidades sobre desechos sólidos, Cemento Portland (en adelante abreviado como CP), clasificación, proceso de producción, impacto ambiental y métodos alternativos de producción.

3.1 Generalidades

Diversos autores han realizado investigaciones en la línea de nuevos materiales de construcción, concretamente el cemento Portland, a continuación, se detallan aspectos generales y los resultados obtenidos.

Puertas et al., (2007), estudió la reactividad y la aptitud a la cocción de unos crudos de cemento que incorporan residuos cerámicos, procedentes de baldosas obtenidas con composiciones de arcillas de cocción roja y de cocción blanca o mezclas de ambas, como materias primas alternativas. La composición y distribución de los minerales en los clínkeres obtenidos son comparables a los de un clínker fabricado a partir de materias primas convencionales.

Alujas, Fernández, Martirena, & Quintana, (2010) evaluaron la reactividad de los productos de calcinación de una arcilla cubana con bajo contenido de Caolinita y su potencial empleo como substituto parcial del Cemento Portland (CP). En general los productos de calcinación de arcillas con bajo contenido de Caolinita mostraron buena reactividad puzolánica en sistemas con un 30% de reemplazo del CP, actuando como un filler que incrementa la hidratación del CP y como un material puzolánico.

Tórrez-Rivas, Gaitán-Arévalo, Pérez, & García, (2014) realizaron una valoración del uso de las cenizas de bagazo de caña de azúcar (CBCA) como material alternativo al cemento Portland mediante estudios de caracterización avanzada y propiedades mecánicas, en pastas endurecidas de CP sustituidas en 15 y 45 % por CBCA. Los resultados indicaron que los valores de RMC mejoraban al máximo con una sustitución del 15% en peso, más allá de este punto la RMC iba en disminución. Por medio de los análisis de difracción de rayos X (DRX) y análisis térmicos por ATG/ATD fue demostrado el consumo de Ca(OH)₂ que dio lugar a la formación de gel CSH como principal producto de hidratación y responsable de la ganancia de las propiedades mecánicas. Los productos de reacción fueron observados también por microscopia electrónica de barrido (MEB) donde el mecanismo en estado sólido fue notable.

Lopez & Molina, (2014) investigaron sobre la obtención de un material cementante a partir de arena y piedra pómez pulverizada a modo de ligante prescindiendo completamente de Cemento Portland ordinario. Los factores evaluados fueron: Concentración de activador alcalino, módulo de sílice, relación agua/ligante y arena/ligante. Según sus resultados, el valor máximo para la resistencia mecánica a la compresión fue de 4.33 MPa con un porcentaje de activador alcalino de

Na₂O=12% un módulo de sílice de 1.5, relaciones en peso de agua/ligante y arena/ligante de 0.425:1, y 3:1 respectivamente.

3.2 Desechos Sólidos (DS)

En el diagnóstico realizado por la ONU Hábitat, en el año 2009 se calcula que cada día, cada habitante de la ciudad de Managua produce un promedio de 0.57 kg de residuos sólidos. Tomando como base esta cifra se deduce que la cantidad total de DS domiciliares producidos en Managua es alrededor de 912 TM/día. Si se consideran también los desechos producidos por empresas, comercios e instituciones, así como los residuos de podas, la generación de DS en la capital supera las 1200 TM/día (Minelli & Praslin, 2012).

Según Pineda, (2005), los DS pueden agruparse en la siguiente clasificación:

- Biodegradables: Residuos de origen orgánico que pueden descomponerse e incorporarse nuevamente a la naturaleza.
- No biodegradables: Aquellos que no sufren ningún proceso de descomposición o cuyo proceso no es espontáneo y requiere grandes períodos de tiempo, tales como el vidrio, papeles y cartones, plásticos, entre otros.

De acuerdo con Hernandez Castro & Lopez, (2010), en el caso de Nicaragua, el contenido de la composición física de los desechos sólidos puede establecerse, a partir de la siguiente clasificación: Materia orgánica (restos de alimentos, follaje); Papeles y cartones; Textiles; Escombros, cenizas y lodos; materiales férricos; Vidrios; Madera. Dada la dirección de esta investigación se abordarán únicamente las cenizas.

3.2.1 Cenizas

Las cenizas son los residuos sólidos muy finos que proceden de la combustión de biomasa. Estos se presentan bajo la forma de un polvo fino de color gris, suave y susceptible de ser arrastradas por la acción del viento. La porción inorgánica no combustible de los residuos sólidos (como latas, frascos, polvo, etc.) y la materia orgánica no combustible (hollín) son los constituyentes de la ceniza (Cano Chávez, 2016).

Las cantidades de cenizas formadas en la oxidación de los elementos metálicos en la biomasa pueden estar en los productos de combustión en menor o mayor cantidad, dependiendo de la composición del combustible de biomasa. Los sistemas de combustión de biomasa deben estar diseñados para acercarse a la combustión completa bajo condiciones controladas tan estrechamente como sea posible para extraer el máximo de cantidad de energía térmica, minimizar las

emisiones indeseables, y satisfacer las regulaciones ambientales (Arévalo Martínez, 2013).

3.3 Evolución de los materiales aglomerantes

El uso de materiales de construcción ha ido evolucionando con el paso del tiempo y a través de diversas culturas, iniciando desde el uso de piedras y morteros (8000 a.C.), adobes (5000 a.C.), hormigones (4500 a.C.) y ladrillos (3000 a.C.) (Varas, Álvarez de Buergo, & Fort González, 2007).

La implementación de cemento como materiales de construcción en Europa no inicia hasta 1796 con el uso de cementos naturales³, y el CP a como se conoce hoy día fue patentado en 1824 por Joseph Aspdin, sin embargo, su producción industrial no inicio sino hasta 1845 (Figura 1)

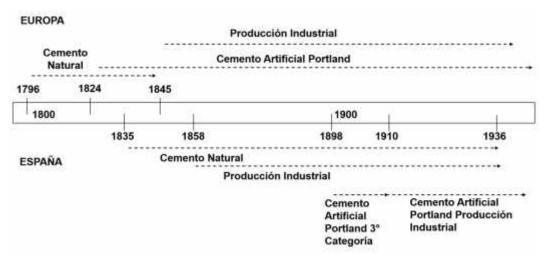


Figura 1: Historia del Cemento como Material de Construcción en Europa.

Adaptado de Figura 1 Varas et al., (2007) p. 181

6

³ Obtenidos de la calcinación entre 800 y 1200 °C de margas o calizas impuras con un contenido en arcillas de entre el 25 y el 40%.

3.3.1 Propiedades de los materiales aglomerantes

A continuación, se presenta generalidades sobre las principales propiedades de los materiales aglomerantes:

3.3.1.1 Hidraulicidad

Es la propiedad más importante del cemento y está definida como la capacidad de establecerse y permanecer insoluble en agua (Villeda, 2018). Un cemento es llamado hidráulico cuando los productos de hidratación son estables en un ambiente acuoso (Monteiro, 2001).

3.3.1.2 Resistencia Mecánica a la compresión (RMC)

Es la capacidad que posee un material de evitar la deformación o rotura que puedan producirse en este debido a la aplicación o sometimiento de una fuerza. Existen por tanto diversos tipos de resistencias mecánicas: a la tensión, a la compresión, a la flexión, al corte y a la torsión (Villeda, 2018).

Según Rojas & Wilson, (2014), el concreto presenta una alta resistencia a los esfuerzos de compresión y muy poca a los de tracción, razón por la cual, la resistencia a la compresión simple es la propiedad a la que se le da mayor importancia.

La resistencia a la compresión mide la calidad del concreto de una manera sencilla, rápida, eficaz y es empleada con frecuencia en los cálculos para el diseño de las estructuras (Ortíz, Herrera, Corzo, & García, 2011).

3.3.1.3 Tiempo de Fraguado

Es el tiempo que transcurre entre el instante en que el cemento se mezcla con el agua para formar una pasta y el momento en que la pasta pierde su plasticidad. Se determina con un instrumento conocido como aparato de Vicat el cual consiste en una aguja de 1 mm² de superficie con un peso de 300 g, la cual se inserta en la pasta de cemento de consistencia normal dentro de un molde. Al momento en que la aguja se detiene a 4 mm del fondo, se le considera como tiempo inicial del fraguado. Cuando la aguja penetra solo 0,5 mm se considera como tiempo final del fraguado (Villeda, 2018).

Según Rojas & Wilson, (2014) se distinguen tres etapas principales (Ver Figura 2).



Figura 2: Etapas de Fraguado del Concreto.

Tomado de Figura 2.17 Rojas & Wilson, (2014) p. 70

En la primera etapa el concreto se comporta como una mezcla blanda la cual puede ser moldeada o remoldeada; en la segunda etapa, el concreto se halla en curso de rigidización y ya no puede ser moldeado o remoldeado sin riesgo de causarle daño permanente. En la tercera etapa, al concreto debe dársele el curado adecuado para asegurar con esto que el concreto satisfaga los requisitos de resistencia y durabilidad exigidos por la obra.

3.3.2 Impacto ambiental del cemento Portland (CP)

El proceso de producción del cemento implica una serie de operaciones unitarias desde el transporte, mezcla y molienda hasta la fusión de las materias primas, lo que conlleva a altos consumos energéticos y elevadas emisiones de gases de efecto invernadero, lo cual posiciona a la industria del cemento como una de las de mayor impacto ambiental (Arena, Correa, & Rosa, 2002).

Tal como se muestra en la Figura 3 la producción de este aglomerante se acompaña de la emisión de grandes cantidades de CO₂ (Aproximadamente 0.9 TM/TM de Clinker) principalmente en el proceso de fundición de materias primas para la preparación del clinker.

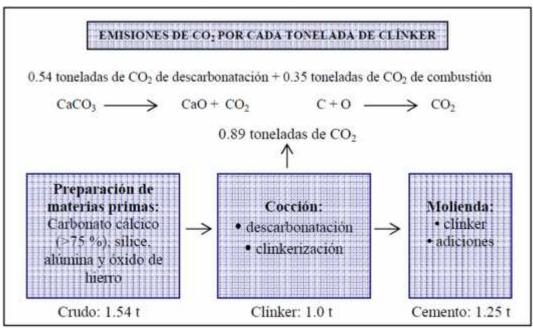


Figura 3: Emisiones de CO₂ por Tonelada de Clinker fabricado

Tomado de Fig. 1.1.3 Ruiz Santa Quiteria Gómez, (2013) p. 11

Según Villaquirán-Caicedo, (2019) una de las alternativas para reducir la emisión de CO₂ en el proceso productivo de CP, es la utilización de subproductos industriales o agroindustriales como las cenizas volantes, arcilla calcinada como metacaolín, humo de sílice, ceniza de cascarilla de arroz como fuente alternativa de sílice y puzolanas naturales, que pueden usarse como adición o como reemplazo parcial del cemento, producir un material con un 44.7% menos de huella de carbono y las características de un material ambientalmente sostenible que se puede utilizar en el sector de la construcción.

3.4 Cementos activados con álcalis (CAA)

Los cementos activados con álcalis (CAA) basados en desechos urbanos y/o industriales son una alternativa prometedora para el desarrollo de materiales de construcción sustentables. Los subproductos más estudiados son escoria de alto horno, ceniza volante, desecho vitreo urbano e industrial, humo de sílice, metacaolín, entre otros (Escalante-Garcia, 2015).

3.4.1 Fundamentos de los cementos activados con álcalis

La activación alcalina de los aluminosilicatos transcurre a través de una sucesión de fenómenos físicos y químicos que se producen por etapas en las que, por la acción de un medio fuertemente alcalino, se rompen las estructuras existentes en los materiales de partida y se forman nuevas estructuras a partir de procesos de precipitación y policondensación (Escalante-Garcia, 2015).

Duxson et al., (2007) observaron que el proceso de activación alcalina sigue la siguiente serie de etapas:

Nucleación:

En esta etapa, la fase vítrea de una ceniza volante se disuelve en el medio alcalino favoreciendo la formación de una pequeña cantidad de gel silicoaluminoso. Durante la nucleación, la composición de dicho gel se ve muy afectada por parámetros tanto cinéticos como termodinámicos.

Disolución:

Los grupos hidroxilo provenientes de la disolución alcalina hidrolizan los enlaces Si—O—Al, Si—O—Si, Al—O—Al de la fase vítrea de la ceniza volante, originando la aparición de especies iónicas en el medio de reacción. La carga negativa de las especies silicato y aluminato se compensa con los metales alcalinos M⁺ (M=Na, K) de la disolución activadora.

• Precipitación:

Las pequeñas moléculas resultantes de la hidrólisis del material de partida comienzan a aglutinarse y a condensar, dando lugar a moléculas de tamaños cada vez mayores que, finalmente, precipitan en forma de gel.

El silicio y el aluminio están tetraédricamente coordinados con el oxígeno y distribuidos aleatoriamente formando enlaces del tipo Si—O—Al y Si—O—Si mediante compartición de oxígeno, una estructura tridimensional en la que quedan huecos de tamaño suficiente para alojar los cationes metálicos (M+) encargados de compensar la carga negativa derivada de la coordinación tetraédrica del aluminio.

Crecimiento:

En esta etapa se suceden las reacciones de polimerización dando lugar a una estructura tridimensional compacta. Esta etapa determina la composición final del cemento obtenido y es decisiva en cuanto a la microestructura y distribución de poros en el material. Estos factores son críticos en el desarrollo de las propiedades físicas de material resultante. Debido a la escasez de líquido en el sistema, el progreso de esta etapa es muy lento.

3.4.2 Factores determinantes en el proceso de activación alcalina

Según Ruiz Santa Quiteria Gómez, (2013), existen una serie de factores que son determinantes en el proceso de activación alcalina e influyen directamente sobre la resistencia mecánica a la compresión (RMC) y el resto de propiedades del cemento final. A continuación, se detallan cada uno de ellos.

3.4.2.1 Composición química de los precursores

Los precursores cementantes pueden clasificarse en función del contenido de CaO presente, siendo las escorias de alto horno las de mayor contenido, sin embargo, dada la dirección de esta investigación se abordarán la Cenizas Volantes que tienen un menor contenido de CaO.

La ceniza volante es el residuo sólido que se obtiene por precipitación electrostática o por captación mecánica de los polvos que acompañan a los gases de combustión de los quemadores de las centrales termoeléctricas alimentadas por carbones pulverizados. Están compuestas principalmente por silicio, aluminio, hierro y en menor medida, por cantidades variables de calcio, titanio, magnesio etc.

La composición de las cenizas volantes puede variar de manera muy significativa dependiendo de la procedencia de la misma y estos cambios de composición, pueden modificar tanto la naturaleza como las propiedades finales de los cementos alcalinos obtenidos a partir de las mismas (ver Tabla 1).

Tabla 1: Caracterización química de algunos materiales puzolánicos.

Decerinaión	Cenizas					
Descripción	Cascarilla de arroz ⁴	Bagazo de Caña ⁵	Hoja de Maíz ⁶			
%SiO ₂	96.51	62.33	47.62			
%SO₃	0.31	0.399	0.9			
%CaO	0.25	3.556	5.16			
%MgO	0.23	1.59	4.12			

3.4.2.2 Activador alcalino

Los activadores tienen la función de acelerar la solubilización del precursor de aluminosilicato, favorecer la formación de hidratos estables de baja solubilidad y promover la formación de una estructura compacta con estos hidratos. Los activadores pueden ser compuestos alcalinos o alcalinotérreos, tales como hidróxidos, sales de ácido débil, sales de ácido fuerte. Los activadores comúnmente usados son el hidróxido de sodio o potasio, silicatos y carbonatos de sodio y potasio, entre otros (Rodríguez Martínez, 2011).

Fernández-Jiménez, Palomo, & Criado, (2006) estudiaron el efecto de la naturaleza del activador alcalino en el desarrollo microestructural de sistemas de ceniza volante, activados térmica y alcalinamente y observaron que, al emplear activadores alcalinos potásicos, la matriz cementante generada a partir de la ceniza volante era más porosa y, por tanto, menos resistente que la generada al

.

⁴ (Valverde, Sarria, & Monteagudo, 2007)

⁵ (Tórrez-Rivas et al., 2014)

⁶ (Águila & Sosa, 2008)

emplear activadores sódicos, además el grado de hidrólisis alcanzado es mayor cuando se emplea hidróxido sódico.

En principio, cabría esperar que el KOH presentase una mayor actividad disolvente debido a su mayor alcalinidad, sin embargo, la realidad demuestra que es el NaOH el que posee una mayor capacidad de liberación de monómeros de silicato y aluminato. Todo apunta a que la diferencia de tamaño entre estos iones es un factor determinante en la cinética de reacción

La concentración del activador alcalino es una de las variables fundamentales en el proceso de geopolimerización, ya que la solubilidad del aluminosilicato se incrementa con el aumento en la concentración del ion hidróxido (Rodríguez Martínez, 2011).

Aunque el silicato de sodio (también conocido como vidrio soluble) es el activador más efectivo para solubilizar precursores aluminosilicosos, su producción es económica y ambientalmente costosa, ya que requiere calentar arena de SiO₂ y Na₂CO₃ a unos 1000 °C, liberando 1.5 kg CO₂/kg de silicato de sodio producido. Recientemente, se ha informado que algunos precursores aluminosilicosos son una fuente de SiO2 para producir materiales similares al silicato de sodio empleando diferentes rutas. Torres-Carrasco et al estudiaron la solubilidad de vidrio de cuatro tamaños de partículas en soluciones alcalinas de NaOH o NaOH/Na₂CO₃ y procesadas bajo diferentes condiciones, como temperatura ambiente, 80 °C y proceso mecanoquímico; sus condiciones óptimas fueron un tamaño de partícula menor a 45 µm, soluciones de NaOH/Na₂CO₃ y agitación por 6h a 80 °C, que disolvieron alrededor del 60% de la SiO₂ contenida en el precursor, mientras que el proceso químico a temperatura ambiente y el proceso mecanoquímico a temperatura ambiente disolvieron alrededor del 1% de la SiO₂. Por otro lado, Tchakoute et al. utilizaron ceniza de cáscara de arroz y vidrio pulverizado para producir silicato de sodio para preparar CAA a base de metacaolín; concluyeron que el silicato de sodio obtenido del vidrio pulverizado era más reactivo y favorecía una mayor resistencia a la compresión de 40 MPa a los 56 días. Vinai y Soutsos desarrollaron polvos de silicato de sodio calentando mezclas de residuos de vidrio+NaOH+H2O a 150-330 °C; su producto se utilizó como activador en CAA de cenizas volantes y cenizas volantes/escoria de alto horno, que alcanzaron resistencias a la compresión similares o mejores que las obtenidas con soluciones de silicato de sodio comercialmente disponibles.

Las rutas alternativas para producir materiales similares al silicato de sodio son de interés para reducir el impacto ambiental de su producción. Tal es el objetivo de este trabajo de investigación, que se centra en la activación de precursores de CCA activados con soluciones de SiO₂ obtenidas en el laboratorio. Se propone una ruta alternativa en la que este último se obtiene mediante el procesamiento químico de una fracción del precursor de CCA en soluciones de NaOH.

3.4.2.3 pH

La cantidad de iones OH- contribuye a la disolución de los precursores aluminosilicatos, en adición para lograr un rendimiento óptimo en el proceso de activación alcalina de aluminosilicatos, es necesario que el pH del sistema sea similar al que genera una disolución de hidróxido sódico 8M. Una basicidad inferior a la que genera esta disolución conlleva una caída de las resistencias mecánicas de los cementos obtenidos mediante este proceso, ya que la fuerza iónica generada en el sistema "conglomerante - disolución activadora" no es lo suficientemente elevada como para hidrolizar satisfactoriamente el silicio y aluminio presente en los materiales de partida (Rodríguez Martínez, 2011), (Ruiz Santa Quiteria Gómez, 2013)

3.4.2.4 Temperatura y tiempo de disolución

Torres, Puertas, & Blanco-Varela, (2012) investigaron la solubilidad de precursores vítreos pulverizados bajo el efecto de la temperatura y el tiempo de disolución en niveles de; 20±2 y 80±2°C, y 10 a 360 min, respectivamente. Según sus datos experimentales la solubilidad incrementaba conforme transcurría el tiempo de disolución y a su vez existe una diferencia significativa sobre el efecto de la temperatura concluyendo que en el nivel de 80±2°C se conseguían porcentajes de disolución de hasta 50% de SiO₂, ver Figura 4.

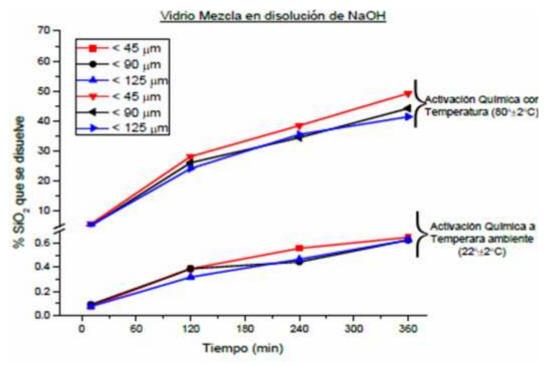


Figura 4: Influencia del Tiempo y la Temperatura en la Solubilidad de Residuos Vítreos.

Tomado de Fig. 3 Torres et al., (2012), p. 3.

3.4.2.5 Tiempo y temperatura de curado (endurecido)

Las condiciones de curado presentan un efecto significativo en el desarrollo de la microestructura y las propiedades mecánicas de los cementos alcalinos con base silicoaluminosa. Diversos autores (Monzó Fuster, Fernández Jiménez, Vicent Cabedo, Palomo, & Barba Juan, 2008; Rodríguez Martínez, 2011; Ruiz Santa Quiteria Gómez, 2013) coinciden en que un incremento en la temperatura de curado mejora el proceso de activación alcalina de los precursores de aluminosilicatos ya que acelera la cinética de reacción y mejora la velocidad de disolución del aluminosilicato.

El factor temperatura está íntimamente relacionado con el factor tiempo de manera que un mayor tiempo de curado térmico se traduce en una mejora significativa de las propiedades mecánicas. Al igual que sucedía con el factor temperatura, a partir de cierto punto, la mejora de las propiedades mecánicas con el tiempo no es tan relevante porque el grado de reacción es ya alto y los mecanismos de difusión (lentos) controlan el final de las reacciones (Fernández-Jiménez, Palomo, & Criado, 2005).

3.4.2.6 Amorficidad de los precursores

La susceptibilidad de los precursores de aluminosilicatos ante el proceso de activación alcalina depende, en gran medida, de la cantidad de fase amorfa/vítrea presente en las mismas, ya que son estas fases y no las fases cristalinas, las que se hidrolizan en medio básico, al menos de manera significativa [9].

Para que el rendimiento de la activación alcalina de las cenizas volantes sea el adecuado, es requisito que una fracción en torno al 80 % de las partículas que componen dicho material presenten un diámetro de partícula inferior a 45 µm (Ruiz-Santaquiteria, Skibsted, Fernández-Jiménez, & Palomo, 2012). Distribuciones granulométricas compuestas por partículas de mayor tamaño hacen que la ceniza no desarrolle todo su potencial como material cementante en el proceso de activación alcalina.

IV. MATERIALES Y MÉTODO

4.1 Materiales

En una primera etapa de la investigación se prepararon soluciones alternativas (SA) al silicato de sodio a partir de la digestión alcalina de ceniza de cascarilla de arroz (CCA). La CCA se obtuvo del trillo Santa Rosa ubicado de la Iglesia Xalteva 3 cuadras al sur y 1 ½ cuadras al este, Granada, Nicaragua. Se utilizó agua destilada para la preparación de las soluciones alternativas, la cual se obtuvo del laboratorio de Ingeniería Ambiental de la FIQ-UNI RUSB. En una segunda etapa de la investigación, pastas de 90% CCA y 10% cal apagada fueron activadas con la solución alternativa óptima (con mayor contenido de SiO2 disuelta) y curadas hasta por 28 días. La cal apagada [Ca(OH)2] utilizada fue de la marca CALIDRA y se obtuvo de Ferretería ROMO, ubicada en el kilómetro 3 de carretera norte, Managua, Nicaragua. Para efectos de comparación se prepararon blancos con 90% CCA y 10% cal apagada, pero activados con soluciones alcalinas de NaOH 16M. El hidróxido de sodio utilizado fue en escamas grado industrial y se adquirió en Distribuidora Mayorga, ubicada en el Mercado Oriental, Iglesia El Calvario, 1 cuadra al oeste, 1 cuadra al Sur, 1/2 cuadra al oeste, Managua, Nicaragua.

4.2 Metodología

De manera general, el trabajo experimental se dividió en dos etapas. La primera etapa se llevó a cabo en el Laboratorio de ingeniería Ambiental de la FIQ ubicado en la UNI RUSB, y consistió en preparar disoluciones de SiO₂ mediante la mezcla de CCA y NaOH a diferentes tiempos y temperaturas. La segunda etapa se llevó a cabo en el Laboratorio de Materiales y suelos de la FTC ubicado en la UNI RUPAP, y consistió en la fabricación y caracterización de pastas de CCA y cal activadas con la solución óptima de SiO₂ obtenida en la primera etapa de la investigación. Además, para efectos de comparación, se prepararon y caracterizaron las mismas pastas de CCA y cal, pero activadas con soluciones de NaOH 16M. En todos los casos se midió la resistencia mecánica a la compresión de las pastas a 28 días de curado y se obtuvo el espectro infra rojo de pastas selectas.

4.2.1 Etapa 1: Obtención y caracterización de soluciones de SiO₂

A continuación, se detallan las consideraciones tomadas para seleccionar los factores y sus niveles correspondientes a la digestión alcalina de la CCA:

Tipo y concentración de activador alcalino: Se utilizó una disolución de NaOH dado que, según lo reflejado en el marco teórico, este exhibe mejores propiedades como disolvente de SiO₂; a su vez, se sabe que la solubilidad de este ion incrementa en función de la concentración del ion hidróxido, por lo que los niveles considerados serán de 8M, 12M y 16M.

Concentración de ceniza de cascarilla de arroz (CCA): Se consideraron niveles de partida de 5, 10 y 15 % (m/v) considerando que la CCA es un residuo voluminoso de modo que ocupa un volumen considerable en solución e incrementar la concentración de ceniza puede incurrir en que la agitación sea ineficiente. Dichos valores fueron fijados mediante la realización de algunas pruebas preliminares en el laboratorio.

Temperatura de disolución: Acorde a lo reflejado en el marco teórico, la solubilidad del SiO₂ se ve influenciada de manera positiva por incrementos en la temperatura de disolución por lo que se consideraron tres niveles de estudio de 60±2, 80±2 y 100±2 °C.

Tiempo de disolución: El tiempo de disolución también incrementa considerablemente la solubilidad del SiO₂. Sin embargo, dado que la naturaleza del material de partida a utilizar en esta investigación (CCA) es distinta a la reflejada en el marco teórico (residuos vítreos) se considerarán niveles de 30, 60 y 90 minutos.

Se utilizó un arreglo ortogonal Taguchi L_9 (3⁴) con la finalidad de agrupar y analizar los datos experimentales. Utilizando el software de análisis estadístico *Minitab 19* se elaboró el siguiente arreglo:

Tabla 2: Arreglo Ortogonal Taguchi L₉ (3⁴)

Muestra	[NaOH] (M)	Concentración de CCA (%m/v)	Temperatura (°C)	Tiempo (minuto)
1	8	5	60	30
2	8	10	80	60
3	8	15	100	90
4	12	5	80	90
5	12	10	100	30
6	12	15	60	60
7	16	5	100	60
8	16	10	60	90
9	16	15	80	30

Se seleccionó la solución óptima mediante análisis gráfico y estadístico de los resultados obtenidos, la variable de respuesta fue la concentración de SiO₂ (mg/L) en solución.

Previo a disolver la CCA en la solución de NaOH se debió seleccionar una muestra representativa, para lo cual se utilizó el método de cuarteo (Figura 5). Este método consiste en dividir la muestra inicial en cuatro partes iguales de las cuales se seleccionan los dos cuartos opuestos para repetir el proceso dos veces más (Sakurai, 2000). En la Tabla B.2 se reflejan la cantidad inicial de ceniza para realizar los cuarteos considerando la masa requerida para garantizar el %m/V seleccionado en el diseño experimental.

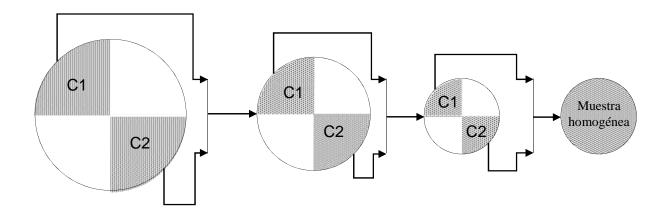


Figura 5: Ilustración del Método de Cuarteo.

A continuación, se describe la metodología seguida.

- Preparar las soluciones de NaOH a las concentraciones requeridas de 8M, 12M y 16M, según Tabla 2.
- 2. Disolver la CCA en la solución de NaOH garantizando la concentración %m/V.
- 3. Mezclar la solución de CCA y NaOH bajo las condiciones de operación (tiempo y temperatura) reflejadas en la Tabla 2.
- 4. Toma de muestras: Dejar las muestras en reposo hasta que alcancen la temperatura ambiente. Una vez enfriadas decantar 100 mL y con la ayuda de un papel filtro (0.80 μ m) remover las partículas de ceniza que no se hayan disuelto.
- 5. Resguardar la muestra bajo refrigeración, en un recipiente plástico protegido de la luz con papel aluminio y utilizando el total del volumen del recipiente (evitando dejar burbujas de aire). Para todos los casos presentados en la Tabla 2 se midió la concentración de SiO₂ en solución, utilizando un espectrómetro de absorción atómica (iCE 3300 AAS).

La Figura 6 muestra un esquema general para el montaje de equipos e instrumentación requeridos para la realización de los experimentos de la Tabla 2.

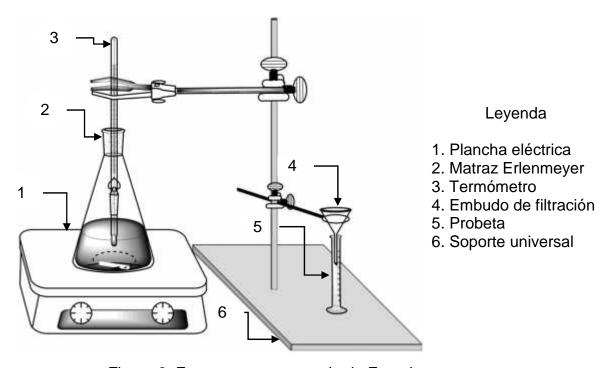


Figura 6: Esquema para montaje de Experimentos.

4.2.2 Etapa 2: Preparación y caracterización de pastas

De análisis gráfico y estadístico de los resultados de concentración de SiO_2 en solución se seleccionó la solución alternativa (SA) óptima, en adelante SA. Posteriormente se fabricaron pastas de ceniza de cascarilla de arroz (90 %p/p) y cal apagada (10 %p/p) y se activaron mediante la SA obtenida anteriormente, fraguándose a temperaturas de 80 o 100 °C por 60 o 180 minutos. Para comparación se fabricaron blancos 90% CCA-10% cal apagada y se activaron con soluciones de NaOH 16M. Para todos los casos se utilizó una relación de agua/ligante de 0.5 (p/p). En la Tabla 3 se presentan las condiciones de fabricación de las pastas.

Tabla 3: Condiciones de fabricación de pastas de CCA-cal apagada

Nomenclatura de la pasta	Temperatura-tiempo de fraguado
NaOH-80-60	80 °C-60 minutos
SA-80-60	80 °C-60 minutos
NaOH-100-60	100 °C-60 minutos
SA-100-60	100 °C-60 minutos
NaOH-100-180	100 °C-180 minutos
SA-100-180	100 °C-180 minutos

El procedimiento para la preparación y caracterización de las pastas fue el siguiente: 90% de CCA y 10% de cal apagada se mezcló en seco en una mezcladora planetaria por 2 minutos a velocidad baja, posteriormente se agregó la solución alternativa (SA) o bien la solución de NaOH 16M (pastas blanco) y mezcló por otros 3 minutos a velocidad media. Una vez homogenizada la mezcla, se vertió en moldes cúbicos de 5 cms por cada lado y se dejó endurecer en un horno a 80 o 100 °C por 60 o 180 minutos. Pasado este tiempo, se apagó el horno, y los especímenes cúbicos se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Una vez enfriados fueron desmoldados y curados en seco a temperatura ambiente hasta por 28 días. Se midió la resistencia mecánica a la compresión a 28 días de curado en seco acorde a la metodología de la Norma ASTM C 140-08 (Anexo C) y se reportó el promedio de 6 mediciones para cada pasta. Para efectos de comparación, las mismas pastas fueron activadas con soluciones de NaOH 16M (blanco), preparadas y caracterizadas también de igual manera.

La resistencia mecánica a la compresión (RMC) pudo estimarse a partir de la siguiente ecuación:

$$F = \frac{P_{\text{max}}}{A_n} \tag{3.1}$$

Donde:

F: Fuerza máxima de compresión (MPa)
P_{max}: Carga de compresión máxima (N)
A_n: Área neta promedio de la muestra (mm²)

Más aún, se dio seguimiento a la formación de productos de reacción de pastas selectas, mediante la técnica de FT-IR disponible en la Facultad de Ingeniería Química (FIQ)-UNI. La técnica de FT-IR se utilizó para medidas en el infrarrojo, obteniéndose espectros de absorción, emisión y reflexión, de especies moleculares, se asume que todos son el resultado de los distintos cambios energéticos producidos en las transiciones de las moléculas de unos estados de energía vibracional y rotacional a otros (Arias Jaramillo, 2013).

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Etapa 1: Obtención y caracterización de soluciones de SiO₂

5.1.1 Solución alternativa (SA) óptima

Se prepararon en total 9 soluciones siguiendo las especificaciones de concentración, tiempo y temperatura de la Tabla 2. Las soluciones filtradas fueron analizadas mediante espectrometría de absorción atómica, cuantificando la concentración de SiO₂ en mg/L. Utilizando el Software de análisis estadístico *Minitab 19*, se realizó un análisis a los resultados obtenidos experimentalmente, los cuales incluyeron efectos principales, análisis de varianza y valores pronosticados.

La Figura 7 muestra los efectos principales de los factores bajo estudio sobre la concentración de sílice en solución (mg/L).

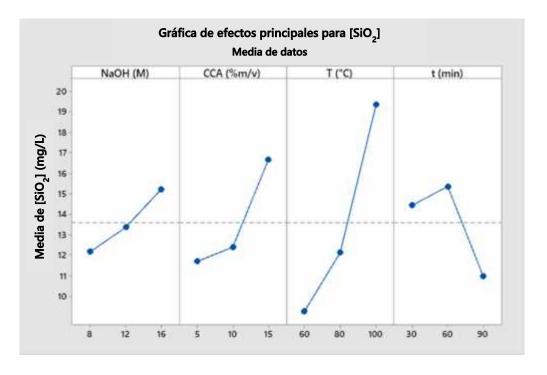


Figura 7: Efectos principales para Concentración de SiO₂

 Factor concentración molar de NaOH: En los niveles considerados se evidencia un incremento en la concentración final de SiO₂ a medida que incrementó la concentración molar de la solución alcalina. Se puede observar de la Figura 7 que, para valores de 8, 12 y 16M los valores medidos de sílice en solución fueron de 12.16, 13.36 y 15.23 mg/L, respectivamente. El nivel óptimo de este factor es de 16M. Los resultados observados concuerdan con la información reflejada en el marco teórico, es decir, un incremento en la concentración de iones OH- favoreció la solubilidad del ion silicio.

- Factor concentración de CCA (% m/v): Siendo la CCA el material de partida que contiene SiO₂ en su estructura, lo esperado es un incremento en la concentración de SiO₂ en solución al incrementar el % m/v de CCA, lo cual pudo comprobarse de forma experimental al observar que al trabajar con una concentración de 5, 10 y 15% m/v se reportaron resultados crecientes de 11.7, 12.4, 16.6 mg/L de sílice, respectivamente. El nivel óptimo de este factor es de 15% m/v de CCA.
- Factor temperatura (°C): Gráficamente este factor tiene un efecto más marcado que los otros 3 factores, lo cual puede asociarse a un incremento en la solubilidad de la sílice en la solución al incrementar la temperatura de mezcla. Es necesario destacar que por la influencia de la temperatura es que se registró la concentración promedio máximo (19.36 mg/L), correspondiendo a una condición de disolución de 100 °C. Por otra parte, también se observa la menor concentración promedio (9.26 mg/L) la cual fue obtenida para una temperatura de 60 °C. Dicho de otro modo la temperatura jugó un papel fundamental en el proceso de digestión alcalina y la influencia de este factor afectó de manera significativa el resultado final de la concentración de sílice en solución. El nivel óptimo de este factor es de 100 °C.
- Factor tiempo (minuto): El efecto del tiempo presenta un caso singular, ya que en el nivel más bajo de tiempo (30 minutos) la concentración final de SiO₂ fue de 14.43 mg/L, luego, al incrementar el tiempo de disolución a 60 minutos se registró un ligero incremento en la concentración hasta 15.36 mg/L de sílice. Sin embargo, al aumentar aún más el tiempo de disolución hasta 90 minutos el resultado final sobre la concentración promedio de sílice fue de 10.97 mg/L. Este comportamiento podría explicarse por una posible precipitación de la sílice disuelta debido a largos tiempos a elevada temperatura. El nivel óptimo para este factor es de 60 minutos.

De la Figura 7 se puede observar que la mayor disolución de sílice de la estructura amorfa de la CCA mediante digestión alcalina viene dada por las siguientes condiciones: mezclado de 15 g de CCA en 1 L de Solución de NaOH 16M, calentamiento de la mezcla a 100 °C por 60 minutos, manteniendo la agitación constante durante todo el proceso.

A partir de los resultados obtenidos fue posible realizar una simulación del resultado óptimo de concentración de sílice. Para ello se consideraron los niveles óptimos de cada factor que exhibieron una mayor concentración de sílice (ver Tabla 4).

Tabla 4: Concentración de SiO₂ en la solución alternativa óptima según predicción de Minitab 19 y experimental.

NaOH (M)	CCA (%m/v)	T (°C)	t (min)	SiO ₂ (mg/L) Simulado	SiO ₂ (mg/L) Experimental
16	15	100	60	25.8687	27.1

Experimentalmente se pudo determinar que, para las condiciones óptimas de digestión alcalina, la concentración de sílice en solución fue de 27.1 mg/L, valor muy próximo al predicho mediante el software Minitab 19.

5.1.2 Análisis de varianza de los resultados de digestión alcalina

Se realizó un análisis de varianza (ANDEVA) para identificar los factores con una influencia significativa sobre la concentración final de sílice. En la Tabla 5 se presentan los resultados del ANDEVA.

Tabla 5: Análisis de Varianza

rabia 6.7 trianolo do Variariza.							
Fuente	GL	SC Sec.	%Contribución	SC Ajust.	MC Ajust.	F	Р
NaOH (M)	2	14.329	5.7%	14.329	7.1644	*	*
CCA (%m/v)	2	43.362	17.2%	43.362	21.6811	*	*
T (°C)	2	162.549	64.4%	162.549	81.2744	*	*
t (min)	2	32.249	12.8%	32.249	16.1244	*	*
Error residual	0	*	100.0%	*	*		
Total	8	252.489					

De la Tabla 5 se puede observar que el factor temperatura contribuye de manera significativa (64.4%) en la disolución de la sílice de la estructura amorfa de la CCA, seguido del factor % CCA con un 17.2%, el factor tiempo con un 12.8% y finalmente, el factor que menos contribuye a la disolución de la sílice es el % NaOH con un 5.7% de contribución. Sin embargo, este ANDEVA no es concluyente sobre la significancia de cada factor bajo estudio, por lo que se realizó un análisis de respuesta para medias, ver Tabla 6. Con el análisis de respuesta para medias es posible identificar los efectos relativos de cada factor en función de la clasificación asignada.

Tabla 6: Tabla de respuesta para medias.

Nivel	NaOH (M)	CCA (%m/v)	T (°C)	t (min)			
1	12.167	11.700	9.267	14.433			
2	13.367	12.400	12.133	15.367			
3	15.233	16.667	19.367	10.967			
Delta	3.067	4.967	10.100	4.400			
Clasificar	4	2	1	3			

Así pues, de la Tabla 6 se puede observar que los efectos de cada factor pueden numerarse de la siguiente manera y en función de ella es posible reducir factores para simplificar el arreglo y maximizar la precisión del análisis:

- 1. Temperatura (°C)
- 2. CCA (%m/v)
- 3. Tiempo (min)
- 4. NaOH (M)

Reduciendo factores de manera descendente en función de la clasificación se obtienen los datos reflejados en la Tabla 7. Aunque ahora sí se reflejan datos para contrastar contra un valor p de 0.05, aún no hay ningún factor considerado con una influencia significativamente distinta.

Tabla 7: Análisis de Varianza excluyendo el factor [NaOH].

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	Р
CCA (%m/v)	2	43.36	43.36	21.681	3.03	0.248
T (°C)	2	162.55	162.55	81.274	11.34	0.081
t (min)	2	32.25	32.25	16.124	2.25	0.308
Error residual	2	14.33	14.33	7.164		
Total	8	252.49				

Si se reducen los factores analizados a la temperatura y el % de CCA (ver Tabla 8), es posible observar un valor p de 0.05 para el factor temperatura, lo cual lo define como un factor con un efecto significativo sobre la concentración de sílice, a como se observó en el gráfico de efectos principales (ver Figura 7).

Tabla 8: Análisis de Varianza excluyendo el factor Tiempo.

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	Р
CCA (%m/v)	2	43.36	43.36	21.68	1.86	0.268
T (°C)	2	162.55	162.55	81.27	6.98	0.050
Error residual	4	46.58	46.58	11.64		
Total	8	252.49				

5.2 Etapa 2: Preparación y caracterización de pastas

5.2.1 Formulación óptima de la pasta

En esta segunda etapa se prepararon y caracterizaron mecánicamente pastas elaboradas con la solución óptima obtenida en la primera etapa (también llamada solución alternativa y abreviada SA). Como blanco se prepararon pastas activadas con soluciones de hidróxido de sodio 16M. En la Tabla 9 se presentan los resultados de resistencia mecánica a compresión (RMC) medidos a 28 días de curado. Se reporta el promedio de seis mediciones por cada una de las pastas.

Tabla 9: Resultados de resistencia mecánica a compresión de pastas elaboradas.

Nomenclatura	Temperatura-tiempo de fraguado	RMC-28 días (MPa)	Desviación estándar
NaOH-80-60	80 °C-60 minutos	11.00	± 0
SA-80-60	80 °C-60 minutos	15.94	± 1.49
NaOH-100-60	100 °C-60 minutos	12.91	± 1.35
SA-100-60	100 °C-60 minutos	10.42	± 1.85
NaOH-100- 180	100 °C-180 minutos	14.56	± 0.59
SA-100-180	100 °C-180 minutos	14.65	± 2.04

Utilizando el software de análisis estadístico Minitab 19 se realizó una gráfica de efectos principales para observar el impacto de cada uno de los factores sobre la Resistencia mecánica a la compresión de pastas. Los resultados se presentan en la Figura 8.

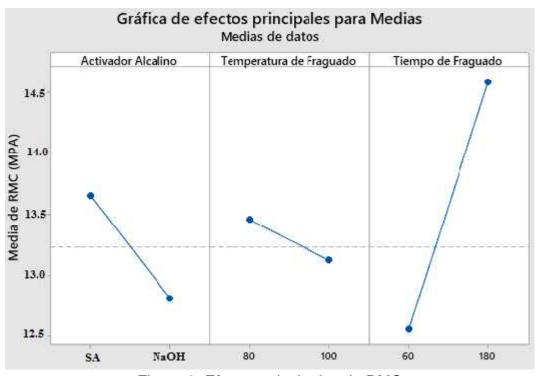


Figura 8: Efectos principales de RMC

Tipo de activador alcalino: Fueron considerados dos niveles, siendo SA la solución alternativa preparada a partir de la digestión alcalina de la ceniza de cascarilla de arroz, solución con la cual se reportan valores de RMC en el orden de 13.6 MPa, los cuales son superiores a los registrados con la solución de hidróxido de sodio 16M (NaOH) con valores promedios de 12.8

MPa. Aunque la diferencia entre ambas mediciones no es tan significativa (~6%), se puede decir que la SiO₂ solubilizada mejora la resistencia a compresión a 28 días, aunque no de la forma esperada.

- Temperatura de Fraguado: Este factor exhibe una relación inversamente proporcional según se desplaza del nivel inferior (80 °C) al nivel superior (100 °C), dicho de otro modo, conforme se incrementó la temperatura de 80 a 100 °C, el valor de RMC decreció de 13.47 a 13.14 MPa. Esta ligera disminución (~3%) en la RMC a 28 días podría atribuirse a pérdidas de humedad por evaporación. Al disminuir el agua disponible para las reacciones de hidratación, se dio la disminución de las propiedades mecánicas de las pastas.
- Tiempo de Fraguado: Contrario al comportamiento observado para el factor temperatura, este factor refleja una relación directamente proporcional entre el tiempo de fraguado y la RMC a 28 días, iniciando en un valor de 12.5 MPa a 60 minutos y alcanzando un valor máximo de 14.5 MPa a 180 minutos. El marcado incremento en la RMC (~14%) indica el efecto significativo del efecto del tiempo de fraguado sobre los valores medidos de RMC.

Finalmente, de la Figura 8 se puede concluir que los parámetros óptimos para la activación de las pastas 90% CCA-10% Ca(OH)₂ corresponden a la activación con la solución alternativa óptima descrita en la Tabla 4, fraguados a 80 °C por 180 minutos.

5.2.2 Análisis de varianza de los resultados de RMC

En adición al análisis gráfico presentado en la Figura 8, se realizó un análisis estadístico sobre los efectos principales siendo el objetivo maximizar el valor de la RMC (más grande es mejor). En la Tabla 10 se refleja la clasificación asignada la cual, de la mano con el análisis gráfico concluye que las diferencias más marcadas en los resultados de RMC son ocasionadas por efecto del factor de tiempo de fraguado, seguido del factor Tipo de activador alcalino y en última instancia el efecto de la temperatura de fraguado.

Tabla 10: Tabla de respuesta para medias.

Nivel	Activador	Temperatura	Tiempo de
	Alcalino	de Fraguado	Fraguado
1	1.366	1.346	1.256
2	1.281	1.312	1.459
Delta	0.085	0.033	0.204
Clasificar	2	3	1

5.2.3 Resultados de espectroscopia Infra rojo

En la Figura 9 se presenta el espectro infra rojo de la ceniza de cascarilla de arroz (CCA) sin ningún tratamiento químico (sólo acondicionamiento previo de secado y tamizado) y de la pasta SA-80-60 de mayor RMC (90% CCA-10% cal, activada con solución alternativa producto de la digestión alcalina de la CCA, fraguada a 80 °C por 60 minutos, con una RMC de 15.94 MPa a 28 días). En el espectro de la CCA se observan bandas alrededor de 3420 cm⁻¹, 1629 cm⁻¹, 1091 cm⁻¹, 795 cm⁻¹, 612 cm⁻¹ y 468 cm⁻¹.

La banda alrededor de 3420 cm⁻¹ se origina por la vibración del grupo OH⁻ del agua fisisorbida, esta banda indica la presencia de humedad en la CCA. La banda alrededor de 1629 cm⁻¹ indica la presencia de agua químicamente enlazada. En dicho espectro destacan dos bandas relacionadas con el SiO₂, donde la más importante es la que está ubicada alrededor de 1091 cm⁻¹ que indica la existencia de tetrámeros de siloxanos cíclicos; la presencia de estos tetrámeros se confirma por la banda ubicada alrededor de 795 cm⁻¹.

Al comparar el espectro infra rojo de pasta SA-80-60 con el de la CCA sin ningún tratamiento, se pueden observar las mismas bandas en ambos espectros, sin embargo, en el espectro infra rojo de la pasta disminuye la intensidad de la banda ubicada alrededor de 1091 cm⁻¹ y se desplaza ligeramente hacia valores menores de longitud de onda.

Algo similar ocurre con la banda ubicada alrededor de 795 cm⁻¹, en el espectro infra rojo de la pasta disminuye ligeramente su intensidad y se desplaza ligeramente hacia valores menores de longitud de onda. Dicho desplazamiento y disminución de la intensidad de ambas bandas podría indicar que la activación alcalina de la CCA con la solución alternativa favorece la transformación de los siloxanos cíclicos (795 cm⁻¹ y 1091 cm⁻¹) a tetrámeros de silicio unidos linealmente y a la conformación de una red tridimensional debido a la unión de los tetraedros de silicio, dando como resultado una nueva estructura de la red y una pasta con RMC de 15.94 MPa a 28 días de curado.

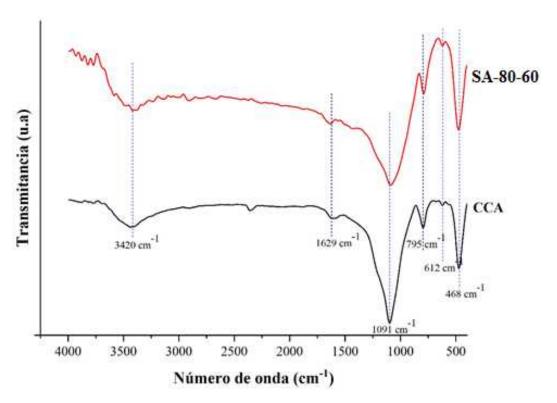


Figura 9: Espectro infra rojo de la ceniza de cascarilla de arroz (CCA) sin ningún tratamiento y de la pasta SA-80-60.

Para todas las pastas elaboradas según Tabla 3, se consideró probable la formación de gel de sílice amorfo como principal producto de reacción. Por otra parte, también es probable la formación de gel C-S-H amorfo (C: CaO, S: SiO₂ y H: H₂O), debido a la CCA y a la SA como fuente de Si⁴⁺, y a la cal apagada como fuente de Ca²⁺. La estructura molecular y los mecanismos de formación del gel C-S-H amorfo son diferentes de los del gel de sílice amorfo. La formación de este último está relacionada con un proceso sol-gel y las principales etapas de formación son las siguientes:

- 1. Disolución del precursor de SiO_2 : Consiste en la despolimerización de estructuras Si-O a un pH >9, comenzando normalmente en el orden de $Q^1 \rightarrow Q^2 \rightarrow Q^3 \rightarrow Q^4$; se promueve la disolución por la amorficidad del precursor y tamaños de partículas más finos. Para Q^n , n es el número de oxígenos puente alrededor del silicio, es decir, los que conectan 2 átomos de silicio (Si-O-Si), mientras que los oxígenos no puente son los que conectan el silicio a un hidrógeno o un catión.
- 2. Gelificación: Comienza cuando la concentración de (SiO₄)⁴⁻ en el sol es lo suficientemente alta como para condensarse en un orden superior, como dímeros/trímeros, y luego en oligómeros y estructuras poliméricas. La gelificación está influenciada por la carga efectiva y la concentración de cationes, el pH y la temperatura.

3. Envejecimiento y solidificación: La composición, la estructura y las propiedades del gel cambiarán con el tiempo en un proceso llamado envejecimiento, en el que más y más Si-O se unirán y entrecruzarán en una estructura cada vez más tridimensional. En algún momento, el sol se endurece hasta comportarse más como un sólido que un gel.

La formación de gel C-S-H también se da a partir de procesos sol-gel; sin embargo, la alta concentración de Ca²⁺ liberada por los precursores acelera drásticamente la precipitación de C-S-H. En el presente estudio, los bajos contenidos de Ca²⁺ (10% p/p de cal apagada) harían que el proceso de formación de gel de sílice fuese mucho más probable.

VI. CONCLUSIONES

- Los resultados obtenidos en la presente tesis de investigación demuestran la factibilidad de utilizar ceniza de cascarilla de arroz (CCA) tanto para la obtención de soluciones activadores de SiO₂, como para la obtención de pastas con propiedades cementantes.
- Se evaluó el efecto de variar la concentración de hidróxido de sodio, concentración de CCA, temperatura y tiempo de disolución sobre la concentración de sílice disuelta. Se determinó que la solución alternativa (SA) óptima se obtiene mediante digestión alcalina de la CCA bajo las siguientes condiciones: mezclado de 15 g de CCA en 1 L de Solución de NaOH 16M, calentamiento de la mezcla a 100 °C por 60 minutos, manteniendo la agitación constante durante todo el proceso. Con ello se logró obtener 27.1 mg/L de SiO₂ en solución.
- Se fabricaron pastas de ceniza de cascarilla de arroz (90 %p/p) y cal apagada (10 %p/p) activándolas con la solución alternativa (SA) óptima y se comparó su resistencia mecánica a la compresión (RMC) con la RMC de pastas activadas con soluciones alcalinas de hidróxido de sodio. Se obtuvo una RMC de 15.94 MPa a 28 días para la pasta activada con SA, y fraguada a 80 °C por 60 minutos, y un valor de RMC a 28 días de 11 MPa para la misma pasta, pero activada con solución de NaOH. Estos resultados demuestran que la SiO2 disuelta previamente tomó parte en las reacciones de precipitación de productos de reacción de carácter cementoso.
- Finalmente, mediante espectroscopia IR se identificó la formación de posibles productos de reacción en pastas activadas con SA óptima. Un ligero desplazamiento y una disminución de la intensidad de las bandas ubicadas a 795 cm⁻¹ y 1091 cm⁻¹ en el espectro IR, podría indicar que la activación alcalina de la CCA con la solución alternativa favoreció la transformación de los siloxanos cíclicos a tetrámeros de silicio unidos linealmente y a la conformación de una red tridimensional debido a la unión de los tetraedros de silicio, dando como resultado una nueva estructura de red y a una pasta con RMC de 15.94 MPa a 28 días de curado.

VII. RECOMENDACIONES

- Mediante digestión alcalina de la CCA se obtuvo un valor máximo de SiO₂ disuelta de 27.1 mg/L. Sin embargo, del análisis gráfico y estadístico de los resultados obtenidos se determinó que la variable más influyente en la disolución fue la temperatura. Por lo anterior se recomienda incrementar la temperatura de disolución a valores mayores que 100 °C. Sin embargo, para evitar pérdidas por evaporación se recomienda trabajar con soluciones sólidas, es decir, poner en contacto la CCA con el NaOH, ambos finamente pulverizados, a temperaturas superiores a 100 °C. Esto ya ha sido reportado en la literatura con excelentes resultados.
- Se recomienda trabajar con un diseño de experimentos más amplio en la preparación de pastas, cubriendo mayores rangos de mezcla CCA-cal apagada, e incrementando los % de cal apagada.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- Águila, I., & Sosa, M. (2008). Evaluación físico químico de cenizas de cascarilla de arroz, bagazo de caña y hoja de maíz y su influencia en mezclas de mortero, como materiales puzolánicos. Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela, 23(4), 55-66.
- Alujas, A., Fernández, R., Martirena, J. F., & Quintana, R. (2010). Empleo de arcillas caoliníticas de bajo grado activadas térmicamente como una alternativa para el reemplazo parcial de cemento Pórtland. *Revista CENIC. Ciencias Químicas*, 41, 1-10.
- Arena, A. P., Correa, É. N., & Rosa, C. d. (2002). Perfil ambiental del cemento pórtland producido en la región oeste Argentina, según la metodología del IPCC. Avances en Energías Renovables y Medio Ambiente, 6.
- Arévalo Martínez, M. F. (2013). Diseño de una caldera experimental para biomasa sólida.
- Arias Jaramillo, Y. P. (2013). Incidencia de la temperatura ambiente en la formación de compuestos cementantes mediante la activación alcalina de cenizas de carbón. Escuela de Ingeniería de Materiales.
- Arias Ortiz, R. A., & Meneses Cruz, J. D. (2016). Caracterización físico-química de residuos agroindustriales (cascarilla de arroz y cascarilla de café), como materia prima potencial para la obtención de bioetanol, Laboratorios de Química UNAN-Managua I-II semestre 2016. Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, Managua.
- BCN. (2019). Nicaragua en Cifras. Recuperado de Banco Central de Nicaragua website:

 https://www.bcn.gob.ni/publicaciones/periodicidad/anual/nicaragua_cifras/nicaragua_cifras.pdf
- BCN. (2020). Producción de granos básicos ciclos 2013/14 a 2019/20. Recuperado de Banco Central de Nicaragua website: https://www.bcn.gob.ni/estadisticas/sector_real/produccion/1-12.xls
- Cano Chávez, L. J. (2016). Cuantificación del porcentaje de humedad y cenizas contenidos en los residuos sólidos urbanos de la parroquia de Limoncocha.
- CEPAL. (2019). Tasa de crecimiento de la población total, nacional y por áreas urbana y rural. Recuperado de Comisión Económica para América Latina y el Caribe (CEPAL) website: https://cepalstat-prod.cepal.org/cepalstat/tabulador/ConsultaIntegradaProc_HTML.asp
- Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J. L., Lukey, G. C., Palomo, A., & van Deventer, J. S. (2007). Geopolymer technology: the current state of the art. *Journal of materials science, 42*(9), 2917-2933.
- Escalante-Garcia, J. (2015). Overview of potential of urban waste glass as a cementitious material in alternative chemically activated binders. *J. Chin. Ceram. Soc, 43*(10), 1441-1448.
- Fernández-Jiménez, A., Palomo, A., & Criado, M. (2005). Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model. *Cement and concrete research*, *35*(6), 1204-1209.

- Fernández-Jiménez, A., Palomo, Á., & Criado, M. (2006). Activación alcalina de cenizas volantes. Estudio comparativo entre activadores sódicos y potásicos.
- Hernandez Castro, J., & Lopez, M. A. (2010). Uso y manejo de Residuos Sólidos Urbanos en el centro educativo Tilburg de Educación Secundaria en Matagalpa durante el II semestre 2009. Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, Managua.
- Lopez, E., & Molina, J. (2014). Sintesis y caracterización físico-mecanica de geopolimeros a partir de Pumicita (Tesis de grado). *Universidad nacional de ingeniería, Managua, Nicaragua*.
- Minelli, M., & Praslin, C. (2012). Diagnóstico de la Cadena Productiva del Reciclaje de Desechos Sólidos en Managua. http://www.pasocierto.com.br/esp/assets/dd2-p3-diagnostico-cadena-de-valores-desechos-solidos---nicaragua.pdf
- Monteiro, P. J. (2001). P. Kumar Mehta Paulo JM Monteiro October 20, 2001.
- Monzó Fuster, M., Fernández Jiménez, A., Vicent Cabedo, M., Palomo, M., & Barba Juan, A. (2008). Activación alcalina de metacaolín. Efecto de la adición de silicato soluble y de la temperatura de curado.
- Ortíz, L. A. Q., Herrera, J., Corzo, L., & García, J. (2011). Relación entre la resistencia a la compresión y la porosidad del concreto evaluada a partir de parámetros ultrasónicos. *Revista ION*, 24(1).
- Pineda, B. I. G. C. (2005). Diagnóstico preliminar de la situación actual del reciclaje de residuos sólidos en la ciudad de Managua, 2004.
- Puertas, F., García-Díaz, I., Palacios, M., Martínez-Ramírez, S., Barba, A., Gazulla, M., & Goméz, M. (2007). Empleo de residuos cerámicos como materia prima alternativa para la fabricación de clínker de cemento portland. *Cemento-Hormigón*(907), 20-34.
- Rodríguez Martínez, E. D. (2011). Eficiencia de activadores alcalinos basados en diferentes fuentes de silice para la producción de sistemas geopoliméricos de ceniza volante.
- Rojas, M., & Wilson, J. (2014). Influencia del aditivo superplastificante en el tiempo de fraguado, trabajabilidad y resistencia mecánica del concreto, en la ciudad de Huancayo.
- Ruiz-Santaquiteria, C., Skibsted, J., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, A. (2012). Alkaline solution/binder ratio as a determining factor in the alkaline activation of aluminosilicates. *Cement and concrete research, 42*(9), 1242-1251.
- Ruiz Santa Quiteria Gómez, C. (2013). Materias primas alternativas para el desarrollo de nuevos cementos: activación alcalina de vidrios silicoaluminosos.
- Sakurai, K. (2000). Método sencillo del análisis de residuos sólidos. *Lima-Peru, CEPIS/OPS, Peru*.
- Torres, M., Puertas, F., & Blanco-Varela, M. (2012). PREPARACIÓN DE CEMENTOS ALCALINOS A PARTIR DE RESIDUOS VÍTREOS. SOLUBILIDAD DE RESIDUOS VÍTREOS EN MEDIOS FUERTEMENTE BÁSICOS.

- Tórrez-Rivas, B., Gaitán-Arévalo, J., Pérez, L. J. E., & García, J. I. E. (2014). Valorización de ceniza de bagazo de caña de la industria azucarera Nicaragüense como sustituto parcial al cemento Portland. *Nexo Revista Científica*, 27(2), 82-89.
- Valverde, A., Sarria, B., & Monteagudo, J. P. (2007). Análisis comparativo de las características fisicoquímicas de la cascarilla de arroz. *Scientia et technica*, 13(37), 255-260.
- Varas, M. J., Álvarez de Buergo, M., & Fort González, R. (2007). Piedras artificiales: morteros y hormigones. El cemento como máximo representante de estos materiales de construcción.
- Villaquirán-Caicedo, M. A. (2019). Studying different silica sources for preparation of alternative waterglass used in preparation of binary geopolymer binders from metakaolin/boiler slag. *Construction and Building Materials*, 227, 116621.
- Villeda, R. A. P. (2018). Evaluación del efecto de compositas de nanotubos de carbono sobre la resistencia mecánica de morteros de cemento Portland tipo I (PM).

IX. ANEXO

Anexo A: Materiales y Reactivos.

Equipos e Instrumentación	Materiales	Reactivos
1 balanza analítica Scout [™] Pro 6000g	Papel Parafilm	Agua de grifo
3 plancha eléctrica con agitador magnético CORNING PC-420D	9 papel filtro Whatman TM Cat No. 1002-125 8µm Calidad 2	2 160g de NaOH
3 termómetro	Papel Aluminio	450g de CCA seca
3 embudo de filtración		
3 soportes universales		
3 matraces de aforo 0.5L		
3 matraces erlenmeyer		
3 probeta		

Anexo B: Memoria de Cálculo

Tabla B.1: Base de Cálculo para la Preparación de Soluciones de NaOH.

Masa de NaOH	Concentración	Volumen	Peso Molecular
(g)	(mol/L)	(L)	(g/mol)
160	8	0.5	40
240	12	0.5	40
320	16	0.5	40

Tabla B.2: Base de Cálculo para Método de Cuarteo y Cálculo de %m/V.

Cuarteo 1	Cuarteo 2	Cuarteo 3	Masa de ceniza (g)	% m/v	Volumen (ml)
200	100	50	25	5	500
400	200	100	50	10	500
600	300	150	75	15	500

Anexo C: Norma ASTM C 140-08.

7. Fuerza de Compresión

7.1 Instrumental de Ensayo:

- 7.1.1 La máquina de ensayo deberá tener una precisión de ±1,0% sobre el rango de carga anticipado. La plancha superior debe ser un bloque de metal endurecido y sentado esféricamente y encontrarse firmemente fijado al centro de la cabeza superior de la máquina. El centro de la esfera deberá descansar en el centro de la superficie sujeta en su asiento esférico, pero deberá tener la libertad de girar en cualquier dirección, y su perímetro deberá tener al menos VA" (6,3mm) de espacio libre desde la cabeza para acomodar las muestras cuyas superficies de soporte no sean paralelas. El diámetro de la plancha superior deberá ser al menos de 6" (150mm). Una placa de apoyo de metal endurecido puede ser utilizada bajo la muestra para minimizar el desgaste de la plancha inferior de la máquina.
- 7.1.2 Cuando el área de apoyo de la plancha superior o inferior no es suficiente para cubrir el área de la muestra, se deberá colocar una placa de acero individual de un grosor equivalente al menos a la distancia del borde de la plancha a la esquina más distante de la muestra entre la plancha y la muestra tapada. El ancho y largo de la placa de acero debe ser al menos 14" (6mm) mayor que el ancho y largo de las unidades.
- 7.1.3 Las superficies de la plancha o placa destinadas al contacto con la muestra deberán tener una dureza no menor a 60 HRC (620 BHN). Las superficies de la plancha y placa no deberán apartarse de superficies planas por más de 0,001" (0,03mm) en cualquier dimensión de 6" (150mm).

NOTA 5—Investigaciones han demostrado que el espesor de las placas de apoyo tiene un efecto significativo sobre la resistencia a la fuerza de compresión ensayada de unidades de albañilería cuando el área de apoyo de la plancha no es suficiente para cubrir el área de la muestra. El doblamiento de la placa resulta en distribuciones de tensión no uniformes que pueden influir en los mecanismos de falla de las muestras ensayadas. La magnitud de este efecto es controlada mediante la rigidez de la placa, el tamaño de la muestra ensayada y la fuerza de la muestra. Las fuerzas de compresión ensayadas generalmente aumentan con el aumento del espesor de la placa y con la disminución de la distancia a la esquina más lejana de la muestra. Algunos laboratorios de ensayo presentan límites que restringen la viabilidad de la eliminación total del doblamiento de la placa. Por lo tanto, los requerimientos del espesor de la placa en 7.1 tienen como objetivo proveer de un nivel adecuado de precisión en los resultados del ensayo de compresión para ajustarse a los límites de viabilidad del laboratorio de ensayo.

NOTA 6—El Anexo incluye una guía para determinar el espesor de la placa requerido sobre la base de la configuración de la muestra del ensayo y la máquina del ensayo.

7.1.4 La máquina de ensayo deberá ser verificada de acuerdo con las Prácticas E 4 con una frecuencia definida por la Práctica C 1093.

7.2 Muestras de Ensayo:

- 7.2.1 En caso de que en el anexo pertinente no se especifique lo contrario, someta a ensayo tres muestras en compresión.
- 7.2.2 Cuando sea posible y en caso de que en el anexo pertinente no se especifique lo contrario, las muestras deberán ser unidades de tamaño natural. Cuando las unidades no puedan ser sometidas a ensayo en tamaño natural debido a los requerimientos de la máquina de ensayo o configuración de la muestra, reduzca el tamaño de la muestra.
- 7.2.3 Después de que sean entregadas al laboratorio, almacene las muestras de compresión (no apiladas y separadas por no menos de 0,5" (13mm)) continuamente en el aire a una temperatura de 75 ± 150 F (24 ± 80 C) y una humedad relativa no menor al 80% por no menos de 48hrs. Alternativamente, si se requieren los resultados de la compresión con anterioridad, almacene las unidades sin apilar en un ambiente como el mencionado anteriormente con una corriente de aire proveniente de un ventilador eléctrico que pase por encima de ellas por un período de no menos de 4 hrs. Continúe hasta que dos mediciones de peso sucesivas a intervalos de 2 hrs. muestren un incremento de pérdida no superior a 0,2% del peso previamente determinado de la muestra y hasta que no se vea humedad en ninguna superficie de la unidad. Las muestras no deberán secarse en un horno.

NOTA 7—En este método de ensayo, el área neta (para otras que no correspondan a unidades sólidas, véase 9.4) es determinada de las muestras que no han sido sometidas a ensayos de compresión. El método de fuerza de compresión se encuentra sobre la base del supuesto de que las unidades utilizadas para determinar el volumen neto (muestras de absorción) tienen el mismo volumen neto que las unidades utilizadas para los ensayos de compresión. Las unidades muestreadas de cara dividida, que tienen superficies irregulares, deberían ser divididas en el momento en que son sometidas a muestreo del lote, de tal modo que las muestras de ensayo de absorción tengan un volumen neto que sea visiblemente representativo y un peso que represente las muestras de ensayo de compresión.

7.2.4 Cuando la norma o el anexo pertinente permita o requiera cortes con sierra de muestras de ensayo, el corte con sierra deberá ser ejecutado de modo preciso y competente, sometiendo a la muestra a la menor vibración de la sierra posible.

Utilice una hoja de sierra de diamante de una dureza adecuada. Si la muestra se moja durante el corte, deje que ésta se seque con las condiciones del aire del laboratorio antes del ensayo, utilizando los procedimientos presentados en 7.2.3. 7.2.5 Si las muestras de ensayo de compresión han sido cortadas con sierra de unidades de tamaño normal y el área neta de las muestras de ensayo de compresión no se puede determinar mediante el punto 9.4.1, corte con sierra tres unidades adicionales a las dimensiones y configuración de las tres muestras de ensayo de compresión. El área neta promedio para las muestras de compresión cortadas con sierra deberá ser considerada como el área neta promedio de las tres unidades cortadas con sierra adicionales calculada de acuerdo a los requerimientos del punto 9.4. Los volúmenes netos calculados de muestras cortadas con sierra no deberán ser utilizados para calcular un espesor equivalente.

- 7.3 Cubierta—Cubra las muestras de ensayo de acuerdo con la Práctica C 1552.
- 7.4 Procedimiento de Ensayo de Compresión:

7.4.1 Posición de Muestras—Someta a ensayo a las muestras que tengan el centroide de sus superficies de apoyo alineado verticalmente con el centro de empuje del bloque de apoyo de acero sentado esféricamente de la máquina de ensayo (Nota 8). Someta a ensayo todas las unidades de albañilería de hormigón huecas con sus centros dispuestos verticalmente, excepto las unidades especiales que estén destinadas a ser utilizadas con su centro dispuesto horizontalmente. Someta a ensayo las unidades de albañilería que sean 100% sólidas y las unidades huecas especiales que estén destinadas a ser utilizadas con sus centros huecos dispuestos horizontalmente en la misma dirección que tienen cuando están en servicio.

NOTA 8—Para aquellas unidades de albañilería que sean simétricas respecto de un eje, la ubicación de dicho eje se puede determinar geométricamente, dividiendo la dimensión perpendicular a ese eje (pero en el mismo plano) por dos. Para aquellas unidades de albañilería que no sean simétricas respecto de un eje, la ubicación de dicho eje se puede determinar balanceando la unidad de albañilería en el filo de un cuchillo o una varilla de metálica dispuesta paralelamente a dicho eje. Si se utiliza una varilla metálica, ésta debe estar derecha, ser cilíndrica (debe rodar libremente en una superficie plana), tener un diámetro no menor a V" (6,4mm) y no mayor a %" (19,1mm) y su largo debe ser suficiente para extenderse más allá de cada extremo de la muestra cuando sea puesta sobre ésta. La varilla metálica debe ser puesta sobre una superficie suave, plana y nivelada. Una vez que se haya determinado el eje centroidal, éste deberá ser marcado con un lápiz o con un plumón que no tenga una superficie de marcado mayor a 0,05" (1,3mm). A menudo se usa una varilla compactadora, utilizada para consolidar hormigón y lechada para ensayos de asentamiento ejecutados de acuerdo con el Método de Ensayo C 143/C 143M, como varilla de balance.

- 7.4.2 Condiciones de Humedad de Muestras—Al momento de someter a las muestras a ensayo, deberán estar libres de humedad visible.
- 7.4.3 Velocidad de Ensayo—Aplique la carga (hasta la mitad de la carga máxima esperada) a cualquier índice conveniente, después de lo cual ajuste los controles de la máquina según lo requerido para brindar un índice uniforme de recorrido de la cabeza movible, de tal manera que la carga restante se aplique a no menos de 1 minuto ni a más de 2.
- 7.4.4 Carga Máxima—Registre la carga de compresión máxima en libras (newtons) como Pmax.