

Tabla de Contenido

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN	1
1.1. PRODUCCIÓN CIENTÍFICA DEL PROYECTO DE INVESTIGACIÓN5	
1.1.1. Artículos publicados:.....	5
1.1.2. Artículos aceptados:.....	6
1.1.3. Artículos enviados y en estado de revisión:.....	6
1.2. ESTRUCTURA DE LA MEMORIA.....	6
1.3. BIBLIOGRAFÍA.....	8
CAPÍTULO 2: ESTADO DEL ARTE	11
2.1. HUMO DE SÍLICE.....	13
2.1.1. Obtención del humo de sílice.....	14
2.1.2. Normativas.....	17
2.1.3. Efecto del Humo de sílice en sistemas basados en cemento Pórtland.....	19
2.1.4. Humo de sílice densificado (DSF).....	21
2.2. NANO-SÍLICE Y MICRO-SÍLICE COMO ADICIONES ACTIVAS EN SISTEMAS CONGLOMERANTES DE CEMENTO PÓRTLAND.....	25
2.3. SISTEMAS CONGLOMERANTES BASADOS EN LA ACTIVACIÓN ALCALINA DE MINERALES NATURALES, DESECHOS O SUB- PRODUCTOS INDUSTRIALES.....	26
2.3.1. Activador Alcalino.....	30
2.3.2. Precursores de aluminosilicatos.....	32
2.3.3. Factores que afectan el desempeño de sistemas geopoliméricos.....	36
2.4. CONCLUSIONES.....	38
2.5. BIBLIOGRAFÍA.....	39
CAPÍTULO 3: OBJETIVOS	53
3.1. OBJETIVO GENERAL.....	53
3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	53

CAPÍTULO 4: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	55
4.1. TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CARACTERIZACIÓN EN MORTEROS Y HORMIGÓN	55
4.1.1. Determinación de la Resistencia a Compresión	55
4.1.2. Porosimetría por Intrusión de Mercurio (MIP)	56
4.2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CARACTERIZACIÓN EMPLEADAS EN LAS MATERIAS PRIMAS	57
4.2.1. Granulometría Láser	57
4.2.2. Determinación del Potencial Z en suspensiones	58
4.3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CARACTERIZACIÓN EN PASTAS	59
4.3.1. Análisis Termogravimétrico (TGA/DTG)	59
4.3.2. Difracción de Rayos X (XRD)	60
4.3.3. Microscopia Electrónica de Barrido y Análisis de Electrones Secundarios (SEM/EDS)	61
4.3.4. Microscopia Electrónica de Transmisión (TEM)	62
4.3.5. Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)	63
4.3.6. Florescencia de Rayos X (XRF)	63
4.3.7. Resonancia Magnética Nuclear (NMR)	64
4.4. PROGRAMA EXPERIMENTAL	65
4.5. PROGRAMA EXPERIMENTAL EN EL ESTUDIO DE SISTEMAS TRADICIONALES DE CEMENTO PORTLAND	77
4.5.1. Activación del Humo de Sílice mediante tratamientos de Sonicación	78
4.5.2. Evaluación del humo de sílice sonicado como adición activa en conglomerantes tradicionales basados en cemento Pórtland.	82
4.5.3. Comparación de la eficacia del Humo de Sílice Densificado y Humo de Sílice Sonicado con micro- y nanoadiciones basadas en SiO ₂	83
4.6. PROGRAMA EXPERIMENTAL EN EL ESTUDIO DE SISTEMAS DE CENIZA VOLANTE ACTIVADA ALCALINAMENTE.	84
4.7. BIBLIOGRAFIA	86
CAPITULO 5: INCREMENTO DEL GRADO DE REACTIVIDAD DEL HUMO DE SÍLICE MEDIANTE TRATAMIENTOS DE SONICACIÓN. ESTUDIOS MICROESTRUCTURALES.	89
5.1. COMPARACIÓN DEL EFECTO DEL TRATAMIENTO DE SONICACIÓN EN DIFERENTES TIPO DE HUMO DE SÍLICE	90
5.1.1. Metodología Experimental	90

5.1.2. Resultados y Discusión	91
5.2. ESTUDIO DE PASTAS DE CEMENTO CON HUMO DE SÍLICE SONICADO	107
5.2.1. Metodología Experimental	108
5.2.2. Resultados y Discusión	110
5.3. ESTUDIO DEL EFECTO DEL CONTENIDO DE PARTICULAS SUB-MICROMETRICAS EN EL DESEMPEÑO DEL HUMO DE SILICE SONICADO	124
5.3.1. Metodología Experimental	125
5.3.2. Resultados y Discusión: Resistencias Mecánicas	128
5.4. CONCLUSIONES	129
5.5. BIBLIOGRAFIA	130

CAPÍTULO 6: EFECTO DE LA INCORPORACIÓN DE HUMO DE SÍLICE SONICADO COMO ADICIÓN PUZOLÁNICA EN MORTEROS DE CEMENTO PÓRTLAND

6.1. EFECTO DE LA RELACIÓN ÁRIDO/BINDER EN MORTEROS ADICIONADOS CON HUMO DE SÍLICE DENSIFICADO Y HUMO DE SÍLICE SONICADO.	139
6.1.1. Metodología Experimental	139
6.1.2. Resultados y Discusión	142
6.2. COMPARACIÓN DE LA EFICACIA ENTRE EL HUMO DE SÍLICE DE DIFERENTE DISTRIBUCIÓN GRANULOMÉTRICA CON NANO Y MICROSILICE COMO ADICIONES PUZOLÁNICAS EN SISTEMAS DE CEMENTO PÓRTLAND.....	145
6.2.1. Metodología Experimental	145
6.2.2. Resultados y Discusión	149
6.3. COMPORTAMIENTO DE MORTEROS ADICIONADOS CON MATERIALES BASADOS EN SÍLICE CUANDO SON EXPUESTOS A MEDIOS AGRESIVOS	155
6.3.1. Materiales y preparación de los morteros	156
6.3.2. Programa Experimental	157
6.3.3. Resistencia a compresión	157
6.3.4. Ciclos de hielo-deshielo	158
6.3.5. Inmersión en una solución de cloruro amónico	166
6.4. CONCLUSIONES	181
6.5. BIBLIOGRAFÍA	182

CAPÍTULO 7: INCORPORACIÓN DE HUMO DE SÍLICE SONICADO EN HORMIGONES CONVENCIONALES Y DE ALTAS PRESTACIONES ..	189
7.1. OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE SONICACIÓN DE HUMO DE SÍLICE CON LA UTILIZACIÓN DE UNA SONDA INDUSTRIAL DE ULTRASONIDOS.	190
7.1.1. Prueba 1: Efecto de la Presión en la Cámara de Sonicación.....	194
7.1.2. Prueba 2: Efecto de la Relación Humo de Sílice / Agua .	196
7.1.3. Prueba 3: Efecto del Volumen de Suspensión a Sonicar	200
7.1.4. Prueba 4: Efecto de la Potencia durante el Tratamiento de Sonicación.	202
7.2. APLICACIÓN DE TRATAMIENTOS DE SONICACIÓN A LAS ADICIONES PUZOLÁNICAS PARA INCREMENTAR SU GRADO DE DISPERSIÓN	205
7.2.1. Metodología Experimental.....	206
7.2.2. Resultados y Discusión.....	206
7.3. EFECTO DEL TIPO DE HUMO DE SÍLICE SOBRE LA RESISTENCIA MECÁNICA DE HORMIGONES	207
7.3.1. Metodología Experimental.....	207
7.3.2. Resultados y Discusión.....	212
7.4. EFECTO DEL CONTENIDO DE PARTÍCULAS SUBMICROMÉTRICAS DEL HUMO DE SÍLICE SONICADO EN LA RESISTENCIA DE HORMIGONES DE ALTO DESEMPEÑO.....	216
7.4.1. Metodología Experimental.....	216
7.4.2. Resultados y Discusión.....	218
7.5. EFECTO DEL INCREMENTO EN EL GRADO DE SUSTITUCIÓN DE CEMENTO POR HUMO DE SÍLICE.	219
7.5.1. Metodología Experimental.....	220
7.5.2. Resultados y Discusión.....	222
7.6. ESTUDIO DE LA ZONA DE TRANSICIÓN MATRIZ CEMENTICIA/ÁRIDO EN SISTEMAS CONSTITUIDOS CON HUMO DE SÍLICE.....	224
7.6.1. Metodología Experimental.....	224
7.6.2. Resultados y Discusión.....	226
7.7. CONCLUSIONES.....	236
7.8. BIBLIOGRAFIA.	238

CAPÍTULO 8: OPTIMIZACIÓN DE SISTEMAS GEOPOLIMÉRICOS DE CENIZA VOLANTE A PARTIR DE ALGUNOS CRITERIOS DE DISEÑO.....	243
8.1 EFECTO DEL CONTENIDO DE SiO_2 EN SISTEMAS GEOPOLIMERICOS BASADOS EN CENIZA VOLANTE.....	245
8.1.1 Síntesis y preparación de especímenes	246
8.1.2 Resultados y Discusión	248
8.2. CONCLUSIONES	260
8.3. BIBLIOGRAFÍA	261
CAPÍTULO 9: EFICACIA DE ACTIVADORES ALCALINOS BASADOS EN DIFERENTES FUENTES DE SÍLICE	267
9.1 EFECTO DE LA NATURALEZA DE LA FUENTE DE SÍLICE EN SISTEMAS GEOPOLIMÉRICOS BASADOS EN CENIZA VOLANTE.....	269
9.1.1 Geosíntesis y preparación de los especímenes.....	269
9.1.2 Resultados: Resistencia a Compresión.....	271
9.2 EFECTO DEL CONTENIDO DE AGUA DE AMASADO EN LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN DE SISTEMAS GEOPOLIMÉRICOS.....	273
9.2.1 Geosíntesis y preparación de los especímenes.....	275
9.2.2 Análisis de resultados.....	277
9.3 NATURALEZA DEL ION ALCALINO	280
9.3.1 Geosíntesis y preparación de los especímenes.....	281
9.3.2 Resultados y Discusión.	283
9.4 EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL	291
9.4.1 Difracción de Rayos X (XRD).....	292
9.4.2 Análisis Termogravimétrico (TGA/DTG).	299
9.4.3 Microscopia electrónica de barrido con análisis de energía dispersivas (SEM/EDS).	303
9.5 EVALUACIÓN DE ALGUNAS PROPIEDADES DE DURABILIDAD.	311
9.5.1 Metodología Experimental y Preparación de especímenes	312
9.5.2 Ciclos de Hielo/deshielo	313
9.5.3 Resistencia a la Inmersión en Cloruro amónico.....	319
9.6. CONCLUSIONES	335
9.7. BIBLIOGRAFÍA	336

CAPÍTULO 10: CONCLUSIONES GENERALES347

ANEJO 1: Propiedades Mecánicas de Morteros de Ceniza Volante Activada Alcalinamente

ANEJO 2: Increase of the Reactivity of Densified Silica Fume by Sonication Treatment

ANEJO 3: Structure of Portland Cement Pastes Blended with Sonicated Silica Fume

ANEJO 4: Effect of nanosilica-based activators on the performance of an alkali-activated fly ash

Índice de Tablas

Tabla 2.1 Exigencias fisicoquímicas para la utilización de humo de sílice como adición puzolánica	18
Tabla 2.2. Factores que determinan la geopolimerización	29
Tabla 2.3 Especificaciones químicas y físicas recomendadas por la UNE-EN 450-1:2006 para cenizas volantes.	33
Tabla 4.1 Condiciones experimentales empleadas en el análisis termogravimétrico en la Universitat Politècnica de València.....	60
Tabla 4.2 Especificaciones físico-químicas de los humos de Sílice.	67
Tabla 4.3 Especificaciones técnicas de las nano-adiciones (CDS) y la microsilica (MS).....	70
Tabla 4.4 Cementos Pórtland empleados en la preparación de los sistemas conglomerantes tradicionales.....	72
Tabla 4.5 Composición química de la ceniza volante	73
Tabla 4.6 Distribución granulométrica y características físicas de los áridos empleados en la fabricación de hormigones.	77
Tabla 4.7 Especificaciones técnicas del sistema 2 de sonicación.....	81
Tabla 4.8 Composición química del hidróxido de sodio (NaOH) y el hidróxido de potasio (KOH).....	84
Tabla 5.1 Percentiles d(0.10); d(0.50) y d(0.90) de las distribución de tamaño de partícula para el SSF y SNSF.	94
Tabla 5.2 Potencia zeta y conductividad de las suspensiones sonicadas durante dos y ocho minutos.....	96
Tabla 5.3 Pérdida de masa total de pastas constituidas con humo de sílice sin tratar (DSF y NDSF), el humo de sílice sometido al	

tratamiento de sonicación (SSF y SNSF) y la pasta referencia sin adición mineral (OPC).....	102
Tabla 5.4 Resultados del análisis termogravimétrico en las pastas hidratadas con 28 y 60 días de curado.	113
Tabla 5.5 Longitud promedio de las cadenas de aluminosilicatos , tetraedros de SiO ₂ y la relación Al ³⁺ /Si ⁴⁺ para la fase C-S-H en las pastas hidratadas de DSF-ELK y SSF-ELK	118
Tabla 5.6 Contenido de partículas sub-micrometricas y percentiles d(0.10), d(0.50) y d(0.90) de las suspensiones después del tratamiento de sonicación.	127
Tabla 6.1 Características de los morteros producidos.....	141
Tabla 6.2 Dosificación de los morteros producidos con las adiciones basadas en SiO ₂	148
Tabla 6.3 Índice de actividad resistente para las adiciones de sílice.	152
Tabla 6.4 Porosidad Total obtenido mediante porosimetría por intrusión de mercurio de los morteros con un 10% de sustitución de cemento Portland.....	154
Tabla 6.5 Valores de resistencia a compresión y flexión de morteros adicionados con microsílíce, humo de sílice densificado (DSF), humo de sílice sonicado (SSF) y mortero referencia (OPC)	157
Tabla 6.6 Valores de resistencia a compresión de morteros expuestos a ciclos de hielo-deshielo y morteros referencia.....	164
Tabla 6.7 Pérdida de peso de los morteros adicionados después de haber sido sumergidos en una solución de NH ₄ Cl por 60 días..	169
Tabla 6.8 Valores de resistencia a compresión (MPa) de los morteros sumergidos en una solución de NH ₄ Cl 1M.	171
Tabla 6.9 Medidas del frente de revelado (mm) después de la aspersion de fenoftaleina en morteros sumergidos en la solución de NH ₄ Cl.....	172
Tabla 7.1 Condiciones experimentales para la optimización del tratamientos de sonicación en la sonda de ultrasonidos industrial Heilscher Ultrasonic	193

Tabla 7.2 Diámetro medio de partícula (D[4,3]), volumen de partículas sub-micrométricas y percentiles (d(0.10), d(0.50) y d(0.90)) de tratamientos de sonicación con diferentes valores de presión.	196
Tabla 7.3 Tamaño medio de partícula (D[4,3]), volumen de partículas sub-micrométricas y percentiles (d(0.10), d(0.50) y d(0.90)) de tratamientos de sonicación en dispersiones con diferente relación humo de sílice / agua	199
Tabla 7.4 Tamaño medio de partícula (D[4,3]), volumen de partículas sub-micrométricas y percentiles (d(0.10); d(0.50) y d(0.90)) de tratamientos de sonicación en dispersiones con diferente volumen.....	204
Tabla 7.5 Tamaño medio de partícula (D[4,3]), volumen de partículas sub-micrométricas y percentiles (d(0.10), d(0.50) y d(0.90)) de tratamientos de sonicación con diferente potencia.....	206
Tabla 7.6 Condiciones experimentales de la sonicación de las adiciones puzolánicas.	208
Tabla 7.7 Condiciones experimentales empleadas en el tratamiento de sonicación de suspensiones de humo de sílice para la producción de hormigones normales.	210
Tabla 7.8 Contenido de partícula sub-micrométricas y percentiles d(0.10), d(0.50) y d(0.90) de los diferentes tipos de humo de sílice después de un tratamiento de sonificado durante 30 minutos. .	210
Tabla 7.9. Especificaciones de los hormigones producidos con los diferentes humos de sílice	211
Tabla 7.10 Volumen de poros permeables en hormigones con 28 días de curado y % de absorción.....	215
Tabla 7.11 Condiciones experimentales de sonicación del humo de sílice de Elkem para la producción de hormigones de altas prestaciones.....	216
Tabla 7.12 Resultados de ADL del humo de sílice de Elkem sometido a un tratamiento de sonicación	217
Tabla 7.13 Condiciones experimentales del tratamiento de sonicación del humo de sílice para la fabricación de hormigones con un 20% de sustitución de cemento.....	220

Tabla 7.14 Contenido de Si y Ca en pastas constituidas con DSF obtenidas a partir del análisis EDS de las microfotografías mostradas en la Figura 7.15.....	229
Tabla 7.15 Contenido de Si y Ca en pastas constituidas con SSF obtenidas a partir del análisis EDS de las microfotografías mostradas en la Figura 7.16.....	231
Tabla 7.16 Relación Si/Ca en pastas constituidas con DSF o SSF obtenidas a partir del análisis EDS de las microfotografías mostradas en la Figura 7.17.....	234
Tabla 7.17 Contenido de Si y Ca en pastas constituidas con SSF obtenidas a partir del análisis EDS de las microfotografías mostradas en la Figura 7.18.....	236
Tabla 8.1 Condiciones de activación para la preparación de los morteros de ceniza volante con diferente contenido de sílice. Dosificación de los morteros.....	247
Tabla 8.2 Bandas características de minerales silicoaluminosos y materiales activados alcalinamente detectadas a través de FTIR.....	254
Tabla 9.1 Composición química y características físicas de las fuentes de sílice para la producción de los activadores alternativos.....	269
Tabla 9.2 Condiciones de activación de la ceniza volante con la utilización de diferentes fuentes de sílice.....	270
Tabla 9.3 Criterios de dosificación de las mezclas de ceniza volante activada con los diferentes fuentes de sílice y contenido de agua de amasado.....	276
Tabla 9.4 Análisis termogravimétrico de pastas geopoliméricas de ceniza volante constituidas con diferentes fuentes de SiO ₂ y relación a/b a diferentes edades de curado.....	280
Tabla 9.5 Descripción de las mezclas de ceniza volante activadas con diferentes fuentes de SiO ₂ y ion alcalino.....	282
Tabla 9.6 Resistencia a Compresión de los morteros de ceniza volante activados con activadores de diferente tipo y naturaleza.....	283

Tabla 9.7 Descripción de las mezclas de ceniza volante activadas con diferentes fuentes de SiO ₂ y ion alcalino.	292
Tabla 9.8 Porcentajes de pérdida de peso de los sistemas geopoliméricos	301
Tabla 9.9 Morteros de ceniza volante activadas con diferentes tipos de activador alcalino y evaluados frente a ciclos de hielo/deshielo y ataque ácido.	312
Tabla 9.10 Resistencia a Compresión de morteros geopoliméricos producidos con diferentes tipos de activador alcalino basados en potasio.....	313
Tabla 9.11 Pérdidas de peso de los morteros de cemento Pórtland sometidos a ciclos de hielo deshielo.....	316
Tabla 9.12 Resistencia a compresión de los morteros de ceniza volante activada alcalinamente expuestos a ciclos de hielo/deshielo...	318
Tabla 9.13 Pérdida de peso de morteros de ceniza volante activada alcalinamente e inmersos en una solución de cloruro amónico.....	321
Tabla 9.14 Medidas del frente de revelado (mm) después de la aspersión de fenofaleina en los morteros sumergidos	323
Tabla 9.15 Resistencia a compresión de los morteros geopoliméricos inmersos en una solución de cloruro amónico.	324
Tabla 9.16 Cambio de resistencia de los morteros de ceniza volante activada alcalinamente e inmersos en una solución de cloruro amónico en porcentaje.	326
Tabla 9.17 Valores de resistencia a compresión de los morteros de cemento Pórtland sumergidos en una solución de NH ₄ Cl.....	327

Índice de Figuras

Figura 2.1 Emisión de humo de sílice de una industria de ferrosilicio en Estados Unidos antes de las regulaciones medi-ambientales durante los años setenta	14
Figura 2.2 Esquema del horno de arco eléctrico para la producción de silicio metálico.	16
Figura 2.3 Evidencia de la presencia de aglomerados de SF presente en las pastas de cemento hidratado.....	22
Figura 2.4 Modelo descriptivo de la activación alcalina de cenizas volantes	36
Figura 4.1 Prensas universales para la realización de ensayos mecánicos	56
Figura 4.2 Porosímetro de Mercurio. Autopore IV 9500.	57
Figura 4.3 Granulometría por difracción láser (ADL)	58
Figura 4.4 Determinación del Potencial Z.....	58
Figura 4.5 Análisis termogravimétrico.....	59
Figura 4.6 Difractómetro de Rayos X.	61
Figura 4.7 Microscopio electrónico de barrido.	62
Figura 4.8 Espectrómetro de Infrarrojo Mattson Genesis II.....	63
Figura 4.9 Espectrómetro de rayos X Philips MAGIX PRO, modelo PW2400	64
Figura 4.10 Resonancia Magnética Nuclear.....	65
Figura 4.11 Esquema general del programa experimental	66
Figura 4.12 Aglomerados de partículas de los humos de sílice.	68
Figura 4.13 Difracción de rayos X de los humos de sílice	69
Figura 4.14 Microfotografías de las nanoadiciones A. Microsilica y B. CDS-100.....	71

Figura 4.15 Efecto del tratamiento de molienda sobre la distribución de tamaño de partícula en la ceniza volante CVO: Ceniza volante original sin tratamiento. CVM: Ceniza Volante Molida.....	74
Figura 4.16 Cambio de la morfología de las partículas de ceniza volante como consecuencia del tratamiento de molienda.	74
Figura 4.17 Difracción de rayos X de la ceniza volante	75
Figura 4.18 Espectro Infrarrojo de la ceniza volante	76
Figura 4.19 Esquema del programa experimental desarrollado en el estudio de sistemas tradicionales de cemento Pórtland.....	78
Figura 4.20 Tratamiento de Sonicación Sistema MISONIX.....	80
Figura 4.21 Sistema de Sonicación 2. GMBH UIP 4000	80
Figura 4.22 Diagrama del sistema 2 de sonicación	82
Figura 4.23 Esquema del programa experimental desarrollado en el estudio de sistemas de Activación Alcalina	86
Figura 5.1 Efecto del tratamiento de sonicación sobre la distribución del tamaño de partícula A. Muestras de SSF B. Muestras SNSF.....	92
Figura 5.2 Efecto del tiempo de sonicación sobre el volumen de partículas sub-micrométricas	95
Figura 5.3 Imágenes de microscopia electrónica de transmisión (TEM) del humo de sílice DSF-ELK y después del tratamiento SSF-ELK	98
Figura 5.4 Curvas del análisis termogravimétrico (TG en el eje izquierdo y DTG en el eje derecho) para pastas con 7 y 28 días de curado. A. OPC; B. DSF-ELK y C. SSF-ELK.	100
Figura 5.5 Eficacia del tratamiento de sonicación para el humo de sílice densificado.	104
Figura 5.6 Microscopia electrónica de barrido (SEM/EDS) en pastas con DSF-ELK sin tratamiento de sonicación. A. Imagen de electrones secundarios de un aglomerado de humo de sílice. B. Imagen de electrones retrodispersados y análisis EDS de un aglomerado de humo de sílice.....	106

Figura 5.7 Microscopia electrónica de barrido (SEM/EDS) en pastas con HSS-ELK después del tratamiento de sonicación. A. Imagen de electrones secundarios de micro-partículas de humo de sílice dispersas homogéneamente. B. Imagen de electrones retro-dispersados y análisis EDS de la pasta SSF..... 107

Figura 5.8 Efecto del tratamiento de sonicación aplicado al humo de sílice densificado en la distribución de tamaño de partícula. (A). Imagen del humo de sílice sonicado (SSF-ELK) obtenido a través de TEM. (B). Imagen del humo de sílice densificado (DSF-ELK) obtenido por SEM; y (C) Distribución de tamaño de partícula de DSF-ELK y SSF-ELK 109

Figura 5.9 Difracción de rayos X de la pasta referencia (OPC) y pastas con humo de sílice densificado (DSF-ELK) y humo de sílice sonicado (SSF-ELK) con (A) 28 y (B) 60 días de curado. 111

Figura 5.10 Análisis termogravimétrico (DTG) de pastas con humo de sílice densificado (DSF-ELK), humo de sílice sonicado (SSF-ELK) y la pasta referencia sin adición (OPC) a (A) 28 y (B) 60 días de curado. 112

Figura 5.11 Representación esquemática de cadenas de silicato basadas en el modelo dreierkette para la estructura del C-S-H [27]. 115

Figura 5.12 Espectros de resonancia magnética nuclear en estado sólido con núcleos de Si (^{29}Si -MAS NMR) en pastas con un 10% de (A) humo de sílice densificado o (B) humo de sílice sonicado con 28 días de curado. 117

Figura 5.13 Espectros en estado sólido de ^{27}Al -MAS NMR (14.1T, $\nu_R = 10.0\text{kHz}$) de cemento anhidro (CEM), cemento Portland hidratado (OPC) y pastas con un 10% de humo de sílice densificado (DSF-ELK) y humo de sílice sonicado (SSF-ELK) con 28 días de curado.. 120

Figura 5.14 Imágenes de microscopia electrónica de barrido de pastas con 28 días de curado. (A) SSF-ELK; (B) DSF-ELK y mapeo de Ca y Si a través de análisis de EDX. 123

Figura 5.15 Cambio en la distribución de tamaño de partícula en suspensiones de humo de sílice densificado de ELKEM (DSF-ELK) con una relación s/l de 0,40 por efecto de un tratamiento de

sonicación aplicado durante (A) 0; (B) 30; (C) 90 y (D) 120 minutos.	126
Figura 5.16 Resistencia a compresión de pastas adicionadas con diferentes adiciones activas de SiO ₂ de diferente distribución granulométrica y contenido de partículas sub-micrométricas después de 28 días de curado.....	129
Figura 6.1 Evolución del cambio de distribución del tamaño de partícula por efecto del tratamiento de sonicación a humos de sílice con diferente grado de aglomeración.	140
Figura 6.2 Resistencia a compresión de morteros adicionados con humo de sílice en su estado densificado y humo de sílice sonificado con diferentes relaciones árido/conglomerante.....	142
Figura 6.3 Índice de actividad resistente de morteros de cemento Portland adicionados con humo de sílice. Morteros con una relación árido conglomerante de A. 1:2; y B. 1:4	144
Figura 6.4 Índice de actividad resistente para la valoración del tratamiento de sonicación.	145
Figura 6.5 Cambio en la distribución de tamaño de partícula por efecto de tratamiento de sonicación en el humo de sílice de Elkem.	146
Figura 6.6 Resistencia a compresión de morteros con una sustitución de cemento Portland por diferentes adiciones activas basadas en SiO ₂ del A. 5%; B. 10% y C. 20%.	149
Figura 6.7 Volumen acumulado de mercurio intruido en función del tamaño de poro para morteros sin adición (OPC) y morteros con un 10% de sustitución de cemento por nano-sílice (CDS-100), micro-sílice (MS), humo de sílice densificado (DSF), no densificado (NDSF)y sonificado (SSF).....	154
Figura 6.8 Distribución de tamaño de poro obtenidas a partir de los datos de porosimetría por intrusión de mercurio para morteros con 28 días de curado.	155
Figura 6.9 Esquema de las condiciones experimentales usadas en el ensayo de hielo/deshielo	159

Figura 6.10 Pérdida de peso de especímenes expuestos a 100 ciclos de hielo/deshielo..... 161

Figura 6.11 Deterioro de los morteros A. referencia de OPC; morteros adicionados con B. micro-sílice (MS); C. con humo de sílice densificado, (DSF) y D. humo de sílice sonicado (SSF) después de haber sido sometidos a 0 y 100 ciclos de hielo/deshielo. 163

Figura 6.12 Cambio en la resistencia a compresión de morteros adicionados con micro-sílice (MS), humo de sílice densificado (DSF), humo de sílice sonicado (SSF) y morteros referencia (OPC) expuestos a 100 ciclos de hielo/deshielo 165

Figura 6.13 Pérdida de peso de morteros adicionados con humo de sílice densificado (DSF), sonicado (SSF) y micro-sílice (MS), así como morteros referencia OPC cuando son inmersos en una solución de NH₄Cl con una concentración 1M por 60 días 170

Figura 6.14 Pérdida de resistencia de morteros adicionados con humo de sílice densificado (DSF), sonicado (SSF) y micro-sílice (MS), así como morteros referencia OPC cuando son inmersos en una solución de NH₄Cl con una concentración 1M por 60 días 171

Figura 6.15 Revelado del frente de ataque mediante la aspersion de una solución alcohólica de fenoftaleina en morteros inmersos en NH₄Cl durante 30 días. 172

Figura 6.16 Reducción en la alcalinidad del poro en los morteros como consecuencia del ataque químico con NH₄Cl. 173

Figura 6.17 Imágenes de microscopia electrónica de barrido en pastas inmersas en una solución de NH₄Cl 1M durante 30 días. 175

Figura 6.18 Análisis EDX de la pasta DSF inmersa en NH₄Cl durante 30 días..... 177

Figura 6.19 Mapeo elemental de (A) cloro; (B) silicio; y (C) calcio obtenido a través de análisis EDX en la (D) pasta DSF inmersa en NH₄Cl durante 30 días. 178

Figura 6.20 Análisis EDX de las pasta SSF inmersa durante 30 días en una solución 1M de NH₄Cl..... 179

Figura 6.21 Análisis termogravimétrico de pastas inmersas en una solución de NH₄Cl. 180

Figura 7.1	Sonicador industrial de Heilscher Ultrasonics Tech.....	191
Figura 7.2	Efecto de la presión en la cámara de sonicación sobre la eficacia en el proceso de sonicación de humo de sílice. A. Condiciones experimentales del Proceso B. Distribución del tamaño de partícula	195
Figura 7.3	Efecto de la relación humo de sílice / agua en la eficacia del proceso de sonicación: Condiciones experimentales del proceso de sonicación.....	197
Figura 7.4	Efecto de la relación humo de sílice / agua en la eficacia del proceso de sonicación: Distribución del tamaño de partícula ..	198
Figura 7.5	Efecto del volumen de la suspensión en la eficacia del proceso de sonicación de humo de sílice. A. Condiciones experimentales del proceso B. Distribución del tamaño de partícula	201
Figura 7.6	Efecto de la potencia del sonicador en la eficacia del proceso de sonicación de humo de sílice. A. Condiciones experimentales del Proceso B. Distribución del tamaño de partícula	203
Figura 7.7	Efecto del tratamiento de sonicación sobre la distribución de tamaño de partícula en una ceniza volante (CV), un metacaolín (MK) y un catalizador de craqueo catalítico molido (FCCm) y sin moler (FCC).....	207
Figura 7.8	Efecto del tratamiento de sonicación con la sonda industrial Heilscher en la distribución de tamaño de partícula de humos de sílice con diferente grado de aglomeración.	209
Figura 7.9	Resistencia a Compresión de hormigones adicionados con (A) humo de sílice densificado y (B) humo de sílice sonificado. ..	213
Figura 7.10	Resistencia a compresión de hormigones que contienen humo de sílice con diferente contenido de partículas sub- micrométricas.	219
Figura 7.11	Cambio en la distribución de tamaño de partícula después del tratamiento de sonicación para la fabricación de hormigones con un elevado porcentaje de sustitución.....	221

Figura 7.12 Resistencias a compresión de hormigones con un 20% de sustitución de cemento por humo de sílice en su estado densificado (DSF) y humo de sílice sonicado (SSF).....	223
Figura 7.13 Tratamiento de sonicación de humo de sílice en una sonda de ultrasonidos de 600W durante 60 minutos para la evaluación de la zona de transición.	225
Figura 7.14 Procedimiento para la preparación de las muestras para evaluar la zona de transición árido/pasta. A. Mezcla de la pasta y los áridos. B. Moldeo de la pasta en estado fresco para obtener especímenes cúbicos de 40mm. C. Especímenes extraídos de las muestras cubicas y posteriormente pulidos para su observación en microscopia electrónica de barrido.....	226
Figura 7.15 Microfotografías de la zona de transición entre un árido de naturaleza dolomítica y una pastas constituida con DSF después de 7 días de curado. A, B, C, D y E corresponden a diferentes zonas de interfase con diferente números de aumentos.	228
Figura 7.16 Microfotografías de la zona de transición entre un árido de naturaleza dolomítica y una pastas constituida con SSF después de 7 días de curado.	230
Figura 7.17 Microfotografías de la zona de transición entre un árido de naturaleza caliza y una pastas constituida con DSF (A, B y C) y pastas con SSF (D, E y F) después de 7 días de curado.	233
Figura 7.18 Microfotografías de la zona de transición entre un árido de naturaleza silíceo y una pastas constituida con SSF (A) y un análisis EDS lineal de los elementos de Ca y Si (B) de pastas con SSF después de 7 días de curado.	235
Figura 8.1 Efecto del contenido de Sílice en la solución activante sobre la resistencia a compresión de morteros de ceniza volante original (CVO) y ceniza volante molida (CVM) con 48h de curado a 65 °C.....	249
Figura 8.2 Difracción de rayos X de (A) la ceniza volante sin reaccionar y (B) el sistema geopolimérico activado al 12% de Na ₂ O y 10% de SiO ₂ (12N10S).	252

Figura 8.3 Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier de la Ceniza volante (CVM) y sistemas geopoliméricos con diferentes contenidos de sílice.	253
Figura 8.4 Análisis Termogravimétrico de pastas geopoliméricas con 48h de curado a 65°C. A. 12N0S; B. 12N7S-SS; C. 12N10S-SS; D.12N12S-SS.	257
Figura 8.5 Microscopia Electrónica de Barrido de sistemas geopoliméricos de CV activada con NaOH (12N0S)	259
Figura 8.6 Microscopia Electrónica de Barrido de sistemas geopoliméricos de CV activada con NaOH y silicato de sodio (12N10S-SS).....	260
Figura 9.1 Valores de resistencia a compresión de morteros de ceniza volante activados con activadores alcalinos alternativos constituidos con diferentes fuentes de sílice.	272
Figura 9.2 Resistencia a compresión de morteros de ceniza volante constituidos con diferentes fuentes de SiO ₂ y relación a/b después de un curado de 65°C durante 48 horas.	278
Figura 9.3 Curvas DTG de pastas geopoliméricas de ceniza volante constituidas con diferentes fuentes de SiO ₂ y relación a/b a diferentes edades de curado.	279
Figura 9.4 Resistencia a compresión de morteros de ceniza volante activados con activadores alcalinos de diferente tipo y naturaleza.....	285
Figura 9.5 Volumen de mercurio intruido acumulado como función del tamaño de poro para los morteros A. S-Na; B. CDS300-Na; C. CDS300-K después de 28 días.....	288
Figura 9.6 Distribución de tamaño de poro obtenido de la intrusión de mercurio para los morteros de ceniza volante con 28 días de curado.	289
Figura 9.7 Difracción de rayos X de sistemas geopoliméricos activados con Na y con diferentes fuentes de Si.....	294
Figura 9.8 Difracción de rayos X de sistemas geopoliméricos activados con K y con diferentes fuentes de Si.	297

Figura 9.9 Termogravimetría de pastas de ceniza volante activadas con activadores alcalinos con diferente fuente de SiO ₂	300
Figura 9.10 Análisis termogravimétrico (DTG) de pastas activadas de ceniza volante y diferentes tipo de activadores alcalinos.	302
Figura 9.11 Micrografías de microscopia electrónica de barrido y análisis de energías dispersivas (SEM/EDS) de pastas activadas con silicato de sodio comercial (S-Na).	305
Figura 9.12 Micrografías de microscopia electrónica de barrido y análisis de energías dispersivas (SEM/EDS) de pastas activadas con un activador alcalino constituido con NaOH/nano-sílice (CDS300-Na).	307
Figura 9.13 Micrografías SEM/EDS de pastas activadas con un activador alcalino constituido con RHA-Na.	308
Figura 9.14 Micrografías de microscopia electrónica de barrido y análisis de energías dispersivas (SEM/EDS) de pastas activadas con A. silicato de potasio comercial (S-K) y B. KOH/nano-sílice (CDS300-K).	310
Figura 9.15 Microfotografías de microscopia electrónica de barrido y análisis de energías dispersivas (SEM/EDS) de pastas activadas con A. Humo de sílice (DSF-K) y B. Nano-sílice (CDS300-K). ...	311
Figura 9.16 Inspección visual de morteros geopoliméricos producidos con diferentes tipos de activador alcalino y sometidos hasta 90 ciclos de hielo/deshielo.	315
Figura 9.17 Pérdida de peso de morteros geopoliméricos producidos con diferentes tipos de activador alcalino y sometidos hasta 90 ciclos de hielo/deshielo.	316
Figura 9.18 Cambio en la resistencia a compresión en morteros de ceniza volante activados alcalinamente por efecto de la exposición de ciclos de hielo-deshielo	319
Figura 9.19 Fotografía de las muestras de morteros inmersos durante 30 días después de haber sido rociadas con una solución de fenoftaleína.	322
Figura 9.20 Pérdida de peso y pérdida de alcalinidad en la solución del poro en morteros geopoliméricos producidos con diferentes tipos de activador alcalino e inmersos en cloruro amónico.	324

Figura 9.21 Resistencia a compresión de morteros geopoliméricos producidos con diferentes tipos de activador alcalino e inmersos en cloruro amónico.....	325
Figura 9.22 Difracción de rayos X en pastas geopoliméricas producidas con S-K y DSFK.	328
Figura 9.23 Difracción de rayos X en pastas geopoliméricas producidas con MS-K y CSD300-K.	329
Figura 9.24 Termogravimetría de pastas geopoliméricas producidas con diferentes tipos de activador alcalino e inmersas en cloruro amónico.	332
Figura 9.25 Micrografías de electrones retrodispersados en pastas de ceniza volante después de ser inmersas en una solución de NH_4Cl por 60 días.....	333
Figura 9.26 SEM/EDS en la pastas CDS300-K después de haber sido inmersas en una solución de NH_4Cl por 60 días.	334