

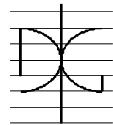

Trabajo de Investigación CST/MIH

**UTILIZACIÓN DE CEMENTOS ACTIVADOS
ALCALINAMENTE PARA LA MEJORA DE LAS
PROPIEDADES DE MORTEROS CAL-PUZOLANA**

Por:

Ariel Rey Villca Pozo

Julio 2016

| | | |
|---|-----------------------------|--|
| Autor / Author: Ariel Rey Villca Pozo | Fecha / Date: 20/07/2016 | |
| Título / Title Utilización de Cementos Activados Alcalinamente para la Mejora de las Propiedades de Morteros Cal-Puzolana | | |
| Directores del trabajo / Supervisors: Prof. Dra. Lourdes Soriano Martínez Prof. Dr. José María Monzó Balbuena | Código / Code: CST/MIH | Nº páginas / Pages: 99 |
| Departamento / Department: INGENIERÍA DE LA CONSTRUCCIÓN Y PROYECTOS DE INGENIERÍA CIVIL | | |
| Universidad / University: UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA | |   UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA |
| Palabras clave / Keywords: Morteros de cal-puzolana, Geopolímeros, Activación Alcalina, Sostenibilidad | | |
| Código Unesco: 3305.05 Tecnología del hormigón | | |

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

DEPARTAMENTO DE INGENIERIA DE LA CONSTRUCCIÓN



**Utilización de Cementos Activados Alcalinamente para la
Mejora de las Propiedades de Morteros Cal-
Puzolana**

Ariel Rey Villca Pozo

Dirigida por:

Prof. Dra. Lourdes Soriano Martínez

Prof. Dr. José María Monzó Balbuena

VALENCIA, 2016



Agradecimientos

Con mucho respeto, afecto y sinceridad deseo expresar mis más sinceros agradecimientos a las siguientes personas e instituciones que me brindaron su apoyo incondicional:

A mis estimados tutores los profesores Dra. Lourdes y Dr. José María, que sin su ayuda este trabajo no hubiese salido a la luz, también por su comprensión, colaboración, corrección y por su valerosa revisión como aprobación del mismo.

A mis padres y hermanos por el apoyo a lo largo de este trabajo, como su ejemplo de vida a seguir.

A la Cátedra de Empresa Construcción Sostenible y Avanzada (CSA) y la empresa Edificaciones Castelló, S.A. (ECSA), por fomentar la participación de los alumnos en el desarrollo de ideas para la innovación, investigación en el sector de la construcción.

A la Universitat Politècnica de València y el Departamento de Ingeniería de la Construcción y Proyectos de Ingeniería Civil, por cobijarme en sus aulas e instalaciones.

Al Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón (ICITECH), lugar donde se realizó todo el trabajo de laboratorio e investigación.

A Lourdes que con cariño la llamamos jefa por tener paciencia para enseñarme a utilizar los equipos e instrumentos del laboratorio.

Al Grupo de Investigación en Química de los Materiales de Construcción (GIQUIMA), en especial a los profesores Dr. Jordi Paya, Dra. M. Victoria Borrachero y demás miembros los cuales se encuentran entre los mejores investigadores de España.

A mis amigos del instituto Alba, João, Amín y todas esas personas que de alguna u otra manera, contribuyeron en la elaboración y culminación de este trabajo de investigación.

Muchas gracias.....!

RESUMEN

Actualmente una de las mayores preocupaciones mundiales es el calentamiento global del planeta, debido a la enorme contaminación de la población mundial en las emisiones de CO₂ a la atmósfera conocido como emisiones de gases de efecto invernadero. Varios investigadores afirman que la construcción es uno de los sectores que más influye en este proceso, fundamentalmente en la fabricación del cemento portland, para tener una idea de magnitud del daño provocado se menciona que por cada tonelada de clinker producido, se emite alrededor de 1T aproximadamente de CO₂ a la atmósfera.

Una de las posibilidades de reducir la huella de carbono de este proceso, es la utilización de mezclas cal-puzolana como conglomerante en lugar de cemento portland. Por lo tanto, la utilización de conglomerantes cal-puzolana, tendría ventajas desde el punto de vista medioambiental, pero presenta una serie de inconvenientes desde el punto de vista técnico, debido a que las resistencias mecánicas obtenidas por las mismas son inferiores a las que ofrecería el cemento portland como conglomerante, sobre todo a tiempos cortos de curado.

Por otro lado, diferentes investigaciones sobre morteros de reparación para el patrimonio arquitectónico mencionan que, los morteros de cemento portland presenta fenómenos de expansión, exfoliación, eflorescencias salinas, etc. Advirtiendo de los inconvenientes mencionados, no cabe duda alguna que la mejor opción para la fabricación de morteros de reparación sería el uso de los morteros de cal, considerando que la restauración de edificios antiguos está creciendo últimamente en el sector de la construcción.

Por todo lo mencionado anteriormente, el presente estudio pretende mejorar la resistencia mecánica a tiempos cortos de curado de los morteros cal-puzolana, mediante adiciones de cemento activado alcalinamente (geopolímero). Para la fabricación de estos morteros cal-puzolana-geopolímero este trabajo va a estudiar el efecto de la incorporación de dos residuos provenientes de la industria petroquímica y agrícola, por un lado el catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC) y por otro la ceniza de cascara de arroz (CCA). Se estudiara la evolución en el tiempo de dichos morteros estudiando el comportamiento mecánico, y microestructural.

La metodología empleada está conformada por tres etapas, las cuales corresponden a la estructura del trabajo y son las siguientes: revisión bibliográfica, procedimiento experimental y análisis de resultados y/o conclusiones.

En la parte experimental se ha elaborado pastas para el análisis microestructural, con las mismas dosificaciones que los morteros cal-puzolana-geopolímero utilizadas para determinar la resistencia mecánica. Para el caso del mortero que contiene FCC se emplea una relación cal/FCC de 1/1 mientras al emplear CCA la relación de cal/CCA es de 1/2, en ambos casos se emplea una relación agua/binder de 0,8. Las edades de curado escogidas para realizar ensayos fueron 1, 2, 3, 7, 28, 90, 180 y 270 días, hasta cumplir la fecha de ensayo las probetas son curadas en una cámara húmeda a una HR del 75% y una temperatura de 25°C.

En los morteros cal-puzolana (cal/FCC o cal/CCA) se ha realizado sustituciones en peso hasta un 50% de la mezcla cal/puzolana por geopolímero. El geopolímero es obtenido por una combinación de un precursor solido con una solución alcalina activadora. Como precursor solido se utiliza al FCC. Como activadores alcalinos del geopolímero se emplea la mezcla NaOH/Na₂SiO₃ (silicato sódico comercial) y la mezcla NaOH/CCA que forma una especie de silicato alternativo al silicato comercial (silicato sódico a partir de CCA).

En base a los resultados obtenidos podemos indicar, que al incorporar el geopolimero a la matriz cal-puzolana se observa un aumento significativo sobre la resistencia a compresión en edades muy cortas de curado. Los mejores resultados corresponden a las sustituciones de un 30 y 40% en peso de mezcla de cal-puzolana por geopolímero , ya sea utilizando el



siliato sodico comercial o el silitato sodico obtenido a partir de CCA, obteniendo con este ultimo mayores resistencias respecto a los morteros elaborados con silicato comercial en algunos casos.

De los estudios realizados podemos concluir indicando que, el empleo de estos dos residuos en los morteros mixtos cal-puzolana-geopolimero no solo mejora sus propiedades fisico-mecanicas, sino tambien contribuirán a la conservación y preservación del medio ambiente, añadiendole una segunda vida util a los residuos utilizados en este trabajo.

Finalmente los conglomerantes mixtos estudiados abren la posibilidad de uso no solo en los morteros de restauración, sino también en morteros de albañilería y hormigones que no requiriesen de resistencias muy elevadas.

ABSTRACT

Nowadays, one of the most important world concerns is the global warming due the massive pollution and CO₂ (also known as greenhouse gas) emissions in the atmosphere. Several researchers affirm that the construction industry is one of the most responsible of this process, mainly in the portland cement production. To have an idea of this magnitude, for every ton of clinker produced, about one tone of CO₂ is emitted.

One of the possibility to reduce the carbon footprint is the use of lime-pozzolan mixtures instead of portland cement blends. Those use have some environmental advantages, however, present some technical disadvantages, as the low compressive strength, especially at early curing time.

Different investigations about restoration mortars in architectural heritage affirm that portland cement mortars have phenomenon of expansion, exfoliation and saline efflorescence. The investigations warned about this problem and said that lime mortar is the best option to restoration of ancient construction.

The present study wants to improve the mechanical properties of lime-pozzolan mortars by using additions of alkaline activate cement (geopolymer). To produce this mortar lime-pozzolan-geopolymer, this work proposes the use of two residues: from petrochemical (FCC-fluid catalytic cracking residue) and agricultural (CCA- rice husk ash) industry. Therefore, it was studied the evolution of these mortars by assessing its mechanical and microstructural behaviour.

The employed methodology is formed by three steps: bibliography revision, experimental procedure and analysis of the results and conclusions.

In the experimental procedure, it was elaborated pastes for microstructural analysis with the same dosage than the mortars lime-pozzolan-geopolymer used from mechanical studies.



The mixtures with FCC had a ratio lime/FCC of 1/1, and the mixtures with CCA presented a ratio of 1/2, where in both cases the ratio water/binder was 0,8. The curing ages studied were 1, 2, 3, 7, 28, 90 and 270 days. The mixtures were cured in a humidified chamber at 75% RH and temperature of 25°C.

The replacement percentages of lime/pozzolan by geopolymer were until 50% by weight. Alkali activated cements are obtained by the combination of a solid precursor and an alkaline activator solution. The precursor utilised in geopolymer was the FCC. Regarding to alkaline activator, it was employed NaOH/Na₂SiO₃ as a commercial waterglass solution and the mixture NaOH/CCA as an alternative waterglass.

With the incorporation of geopolymer, it was observed a increase in the mechanical resistance at early curing time. The best results were obtained with the mixtures containing 30 and 40% of geopolymer. In addition, the results obtained with the alternative waterglass are comparable to the commercial one.

Therefore, it was concluded that the use of these two residues (FCC and CCA) in the mortars lime-pozzolan-geopolymer contribute to a second useful life to them.

Finally the mixed binders studied are a new material that could be employed in restoration mortars, masorny mortars and concretes with low mechanical strength.

ÍNDICE

| | |
|---|----|
| 1 INTRODUCCIÓN..... | 12 |
| 1.1 Aspectos históricos y actuales de la cal | 12 |
| 1.2 Morteros de cal para restauraciones..... | 14 |
| 1.3 Aspectos normativos de la cal..... | 15 |
| 1.4 Huella de carbono | 16 |
| 1.5 Justificación del problema | 17 |
| 1.6 Revisión bibliográfica..... | 19 |
| 1.6.1 Materiales | 19 |
| 1.6.1.1 Ceniza de cascara de arroz (CCA) | 19 |
| 1.6.1.2 Catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC)..... | 22 |
| 1.6.1.3 La cal..... | 24 |
| 1.6.1.3.1 Tipos de cal | 25 |
| 1.6.1.3.2 Propiedades de la cal | 27 |
| 1.6.1.3.3 Aplicaciones y usos de la cal | 32 |
| 1.6.2 Activación alcalina..... | 32 |
| 1.6.2.1 Antecedentes | 32 |
| 1.6.2.2 Clasificación de los métodos de activación alcalina | 33 |
| 1.6.2.3 Proceso de activación alcalina | 33 |
| 1.6.2.4 Activadores alcalinos | 35 |
| 1.6.2.4.1 Activadores alternativos..... | 35 |
| 2 OBJETIVOS..... | 36 |
| 2.1 Objetivo general..... | 36 |
| 2.2 Objetivos específicos | 37 |
| 3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL..... | 38 |
| 3.1 Materiales..... | 39 |
| 3.1.1 Cal | 39 |



| | |
|--|----|
| 3.1.2 Catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC)..... | 39 |
| 3.1.3 Ceniza de cascara de arroz (CCA) | 39 |
| 3.1.4 Hidróxido de sodio (NaOH)..... | 40 |
| 3.1.5 Silicato de sodio (Na ₂ SiO ₃)..... | 40 |
| 3.1.6 Agua | 40 |
| 3.1.7 Arenas | 40 |
| 3.1.8 Otros reactivos químicos..... | 41 |
| 3.2 Equipos y procedimiento experimental | 41 |
| 3.2.1 Análisis termogravimétrico (TG)..... | 41 |
| 3.2.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)..... | 42 |
| 3.2.3 Preparación de la disolución activadora..... | 44 |
| 3.2.4 Dosificación de las mezclas empleadas | 46 |
| 3.2.5 Preparación de morteros y pastas..... | 47 |
| 3.2.5.1 Morteros | 47 |
| 3.2.5.2 Pastas..... | 49 |
| 3.2.6 Resistencia mecánica | 50 |
| 3.2.6.1 Resistencia a compresión | 50 |
| 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... | 51 |
| 4.1 Análisis termogravimétrico..... | 51 |
| 4.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)..... | 63 |
| 4.3 Resistencias mecánicas | 73 |
| 5 CONCLUSIONES..... | 90 |
| 6 FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN | 91 |
| 6 BIBLIOGRAFÍA..... | 92 |
| 7 ANEXOS..... | 97 |
| ÍNDICE DE FIGURAS | 97 |
| ÍNDICE DE TABLAS..... | 98 |

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Aspectos históricos y actuales de la cal

Son pocos los datos y resultan confusos los que se tiene sobre el uso inicial de la cal, pero algunos investigadores aproximan el comienzo de su uso sobre el año 6000 a.C., empleada por las culturas del Çatal Hüyük en Anatolia, la actual Turquía, y en Warka, antigua Uruk (Iraq) [1-2].

En épocas posteriores diferentes civilizaciones la han empleado en sus construcciones, entre las cuales podemos mencionar a los egipcios en la pirámide de Keops, los celtas, los griegos con revocos y enlucidos, los chinos en la gran muralla, etc. Pero en esas épocas esta técnica todavía se encuentra poco evolucionada.

Fueron los romanos quienes hicieron la mayor contribución a la tecnología de la cal mediante la adición de cenizas volcánicas ricas en sílice para mejorar sus propiedades. Con el uso de esta puzolana se obtenía un material que fraguaba bajo el agua a diferencia de la cal viva que sin ninguna adición únicamente fraguaba al aire [3], esta adición probablemente constituye el primer conglomerante hidráulico en la historia [2].

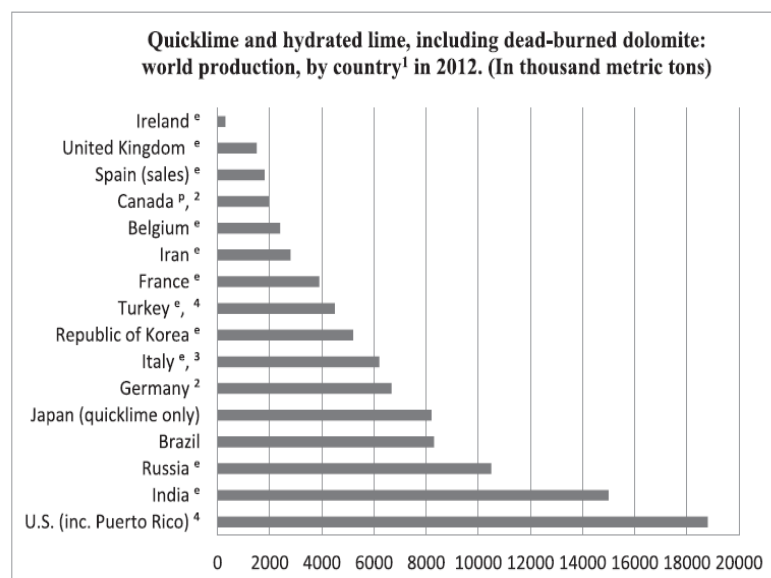
Durante la edad media, la técnica de los romanos fue parcialmente olvidada, el empleo de materiales puzolánicos se dió solo en lugares donde abundaban estos materiales. El concepto de la cal se empleaba solo para conglomerantes aéreos, todavía sigue inexplorado sus propiedades hidráulicas.

En la revolución industrial, exactamente el año 1756, tras los trabajos experimentales de John Smeaton para el faro de Eddystone en Cornwall, se abre nuevas posibilidades para el empleo de la cal, dando origen a dos corrientes. Por un lado, en Inglaterra con el descubrimiento del cemento portland (1824) y por otro lado, en Francia de la mano de Vicat con el perfeccionamiento de las cales hidráulicas. El descubrimiento del cemento hizo que los morteros de cal fueran casi olvidados, siendo la cal un material noble en la historia de la arquitectura con construcciones maravillosas existentes que han perdurado hasta nuestros días. Pese a la mejora de la cal en los últimos años y usada ampliamente en el patrimonio arquitectónico, todavía tiene una posición secundaria respecto del cemento e

incluso del yeso. Considerando que el cemento ofrece mayores resistencias a cortos tiempos, con propiedades hidráulicas superiores a diferencia de la cal que tiene un proceso lento de fraguado y endurecimiento.

No se conoce con exactitud la producción de cal a nivel mundial porque los datos de los distintos países son difíciles de obtener, tampoco se sabe si estos datos además de incluir a las grandes empresas, también consideran las producciones de cal en pequeña escala, en unidades de fabricación que operan en hornos simples para satisfacer la demanda local [4]. Las cifras estimadas demuestran que para el año 2012 se habían producido 346 millones toneladas de cal en todo el mundo, de las cuales 220 millones de toneladas se habían producido en China, 43 millones de toneladas la Unión Europea y 19 millones de toneladas se produjo en los Estados Unidos incluyendo Puerto Rico [5]. Si bien la industria española de la cal es una de las más avanzadas dentro del sector europeo, el consumo aproximado anual es de 45 Kg cal/ persona, mientras que en Alemania y otros países europeos es el doble.

En la figura 1 se muestra la producción mundial de cal y cal hidratada (incluida la dolomita calcinada), China no se representa en el gráfico para que la escala puede ser visible, teniendo en cuenta su gran producción.



World lime production by country 2012. Quicklime and hydrated lime production including dead-burned dolomite. China the top producer of lime (with approximately 220^ometric tons) has been removed in order to not skew the graph (Miller, 2013). ^e estimated, ^p preliminary, ¹ World totals, US data, and estimated are rounded to no more than three significant digits; may not add to totals shown. ² Reported figure, ³ Includes hydraulic lime, ⁴ Production estimate based on sales only; data may be incomplete.

Figura 1 Producción mundial de cal en el año 2012[4]

Según la Asociación Nacional de Fabricantes de Cales y Derivados España (ANCADE) el consumo de la cal en España se muestra en la figura 2. Los tipos de cales producidas en el territorio español están clasificados como cales aéreas, es decir, endurecen con el dióxido de carbono del aire y no con el agua, y para su fabricación exigen una materia prima de alta pureza, superior al 95% en carbonato cálcico para las cales vivas e hidratadas y en carbonato cálcico-magnésico para la dolomía calcinada.

En España, actualmente no se fabrican cales hidráulicas, las cuales se producen a partir de la calcinación de calizas con menor grado de pureza que las utilizadas para las cales aéreas y conteniendo mezclas de margas y arcillas ricas en hierro, alúmina y sílice [6].

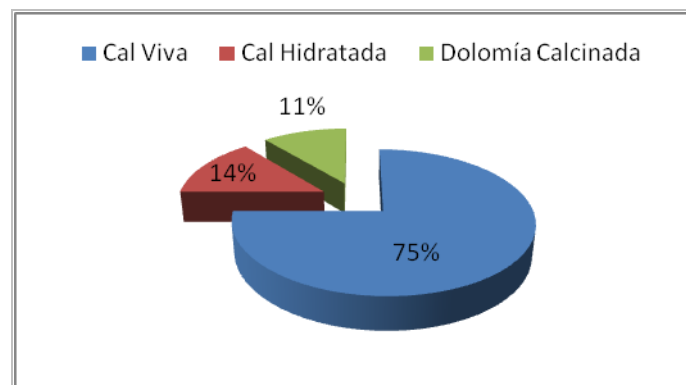


Figura 2 Distribución de los productos de la cal en las ventas Fuente: ANCADE 2011

1.2 Morteros de cal para restauraciones

Los usos de materiales sintéticos en la restauración dan una integración visualmente aceptable y de durabilidad razonable, pero los resultados han demostrado un peor comportamiento que los productos derivados de la cal, por lo cual el material y la técnica a emplear para los morteros de restauración debe ser el más parecido al original.

Por esta razón el reglamento de asistencia técnica relativa a la Conservación del Patrimonio Cultural Inmobiliario, del Consejo de Europa en 1984, tras haber analizado los problemas y causas que provocan las alteraciones atmosféricas en los morteros de reparación, extiende recomendaciones de las cuales podemos mencionar que: la cal grasa no crea sales que añadan más problemas a los producidos por otros agentes, el cemento si produce sales migrantes en los muros que atacan a los materiales pétreos, provocando

perdida de adherencia. Por el contrario, el comportamiento mecánico de la cal es armónico con los de otros materiales como ser: la piedra, la cerámica, tapiales, azulejos, etc. [1].

Por otro lado, los morteros de cemento son rígidos y de, elevada resistencia respecto de los materiales que aglutina, por ello se rompen, se desprenden, se agrietan y para evitar esto es necesario añadir caros aditivos. Sin embargo, los morteros de cal no necesitan aditivos, su porosidad deja transpirar el aire ocluido “respirar a las paredes”, es hidrófugo y tiene una gran plasticidad que evita la generación de grietas.

En las artes de la cal [1] al referirse sobre el documento “Consideración sobre la utilización de cemento portland en intervención de bienes culturales”, podemos extraer lo siguiente: el cemento portland presenta fenómenos de expansión, exfoliación, lixiviación de materias compositivas, reacciones árido-álcali, eflorescencias salinas, etc.

Advirtiendo de los inconvenientes mencionados, no cabe duda alguna que la mejor opción para la fabricación de morteros de reparación en el patrimonio arquitectónico es utilizar los morteros de cal. Considerando que la restauración de edificios antiguos está creciendo últimamente en el sector de la construcción, los morteros tradicionales de cal constituyen una solución adecuada para la rehabilitación edificios antiguos [4].

1.3 Aspectos normativos de la cal

Alrededor de este material tan tradicional como es la cal, a lo largo de la historia diferentes autores han presentado una amplia definición y una nomenclatura según la normativa de cada país debido a la diversidad de materias primas, y a las condiciones climáticas que hacen que existan diferencias en cuanto a sus características físicas y químicas.

En la Europa comunitaria se ha realizado un gran esfuerzo de normalización a partir de la directiva europea de productos para la construcción [7] y para las cales, la norma de referencia es la UNE EN 459-1:2011 Cales para la construcción.

Así mismo, hay que considerar que las llamadas cales hidráulicas artificiales con designación LH no necesariamente están ligadas a la calcinación de la piedra caliza, este tipo de cal no forma parte de la tradición histórica donde la cal siempre ha provenido de la

pedra caliza y cuya normativa la reconoce como cales hidrulicas naturales con las siglas LHN.

Pese a la confusi3n de los terminos pasta de cal y cal en pasta, consultando a diversos profesionales del sector, se ha simplificado a las dos expresiones siguientes:

- Cal en pasta, la que ha pasado directamente de 3xido a pasta y se ha conservado siempre con exceso de agua.
- Pasta de cal, la fabricada aadiendo agua a un hidr3xido mayoritariamente de calcio, en polvo [8].

Las formas provenientes de los productos de las cales hidratadas son de tres tipos: en polvo con el distintivo S, en pasta con el distintivo SPL y SML para suspensi3n o lechada.

1.4 Huella de carbono

La industria de la cal est incorporada al comercio de emisiones de gases de efecto invernadero por la directiva 2003/87/CE. Por el proceso mismo de obtenci3n de la cal la mayor cantidad de emisiones de CO₂ son irreducibles, solamente se puede reducir en la optimizaci3n del equipo de combusti3n [8].

Es decir que la mayora de las emisiones de CO₂ se producen durante la descarbonataci3n de la piedra caliza y el resto (30-40%) a partir de la quema de combustibles f3siles [9].

La producci3n de una tonelada de cal, considerando el proceso de transformaci3n mineral3gica y la energa utilizada, implica la emisi3n de alrededor de 1,2 tonelada de CO₂. [10-11].

A continuaci3n, en la figura 3 se muestra a los pases con los mayores niveles de emisiones de CO₂, de los cuales China aporta el 29%, Estados Unidos el 16%, La Uni3n Europea (11%), India (6%), Rusia (5%) y Jap3n (4%). Siendo el sector industrial es el responsable de 30-70% del consumo global de energa y de emisiones de CO₂ [12].

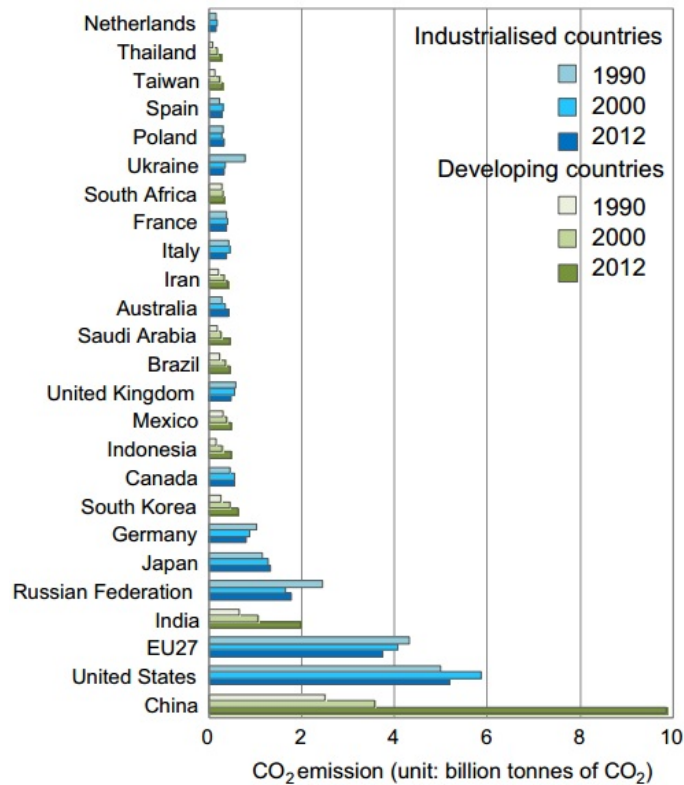


Figura 3 Países con mayores emisiones de CO₂ [12]

1.5 Justificación del problema

Actualmente la construcción tiene un papel fundamental en el desarrollo de la sociedad por que influye fuertemente en la actividad económica, sin embargo, es una actividad que impacta significativamente en el medio ambiente. La concentración de CO₂, alcanzó un máximo sin precedentes en 2013, con el mayor incremento anual en los últimos 30 años, además es el gas más importante y abundante a la contribución del fenómeno de calentamiento global [13].

La construcción está íntimamente relacionada con la producción del cemento portland, y es el segundo material más empleado en el mundo, siendo solo superado por el agua, debido a que este material posee una buena trabajabilidad, alta resistencia mecánica, coste relativamente bajo, etc.

Pero su fabricación aporta entre el 12-15% del consumo de energía total a nivel industrial [14], lo que supone un elevado coste energético, además consume gran cantidad de recursos naturales y durante su fabricación se liberan grandes cantidades de CO₂ a la

atmósfera. Este proceso de fabricación emite alrededor de 900 kg de CO₂ por cada tonelada de cemento producido [15], lo que constituye aproximadamente entre el 5-7% de la emisión mundial de CO₂ [16].

Una de las posibilidades de reducir la huella de carbono derivada del uso de los morteros y hormigones en base cemento, sería la utilización de mezclas cal-puzolana como conglomerante en lugar de cemento portland [17]. Considerando que para producirse la misma reacción de descarbonatación de la piedra caliza, se requieren temperaturas del orden de los 1450°C para la formación de los constituyentes del clinker, mientras que la descarbonatación de la caliza para la producción de cal se produce entre los 800°C y 1000°C, necesitando menor energía para alcanzar dichas temperaturas.

Existen pruebas históricas y experiencia pasada de las construcciones con morteros de cal, pero el conocimiento incompleto y la falta de ensayos de albañilería son las principales causas para la reducción del uso de morteros de cal.

El uso de estos morteros de cal puede verse muy favorecido con el empleo de materiales puzolánicos que aporten mejores prestaciones mecánicas y mayor durabilidad. Si, además, se consigue que estos materiales puzolánicos sean de materiales residuales estaremos obteniendo un beneficio medio ambiental y económico, al utilizar un residuo que de otro modo aparecería como un material inerte sin ningún uso ni valor añadido, provocando contaminación.

Dentro de estos materiales residuales con propiedades puzolánicas se encuentra el residuo del catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC). Varios investigadores han demostrado que el residuo de catalizador gastado del proceso de craqueo catalítico (FCC), es un material de carácter puzolánico muy activo, es decir, posee la capacidad de reaccionar con el hidróxido de calcio liberado en la hidratación del cemento portland, así como con la cal comercial para formar compuestos de carácter hidráulico [18].

Por lo tanto, la utilización de conglomerantes cal-puzolana, tendría ventajas desde el punto de vista medioambiental, pero tendría una serie de inconvenientes desde el punto de vista técnico [17, 19], porque las resistencias mecánicas obtenidas por estos conglomerantes son inferiores a las que ofrecería el cemento portland, sobre todo a tiempos cortos de curado.

Es por ello que la presente propuesta de trabajo, pretende estudiar el efecto de la incorporación de un material geopolimérico para mejorar las propiedades de los morteros de cal/puzolana, elaborando morteros mixtos cal-puzolana-geopolímero.

Además, el trabajo propone la utilización de dos materiales residuales para la fabricación de morteros. Los residuos a emplear provienen de la industria petroquímica (catalizador gastado de craqueo catalítico, FCC) y de la industria relacionada con el sector agrícola (ceniza de cascara de arroz, CCA). Se estudiará algunas de las propiedades del mortero cal-puzolana-geopolímero como el tiempo de la hidratación, la resistencia mecánica y la microestructura.

1.6 Revisión bibliográfica

La presente revisión bibliográfica se divide en distintos sub apartados dado que tenemos dos tipos de matrices, la matriz cal-puzolana y la matriz geopolimérica. A continuación, se comienza por analizar los distintos materiales que forman estas matrices. Por último, se hará una breve exposición sobre el proceso de activación alcalina.

1.6.1 Materiales

Los materiales empleados en la preparación de los morteros mixtos son la ceniza de cáscara de arroz, el residuo de catalizador gastado de craqueo catalítico, la cal y los activadores alcalinos. A continuación, se realizará una breve descripción de ellos.

1.6.1.1 Ceniza de cascara de arroz (CCA)

La producción de arroz tiene como subproducto la cascarilla de arroz (CA), que corresponde aproximadamente al 20% en peso de la producción y en España se producen aproximadamente 150.000 toneladas de CA. Al eliminar este residuo por combustión se genera aproximadamente entre un 13% a 29% de ceniza de cascarilla de arroz (CCA) en base al peso de CA [20].

La CCA generada de la combustión de CA está compuesta básicamente de sílice (87-97% en peso de CCA) con pequeñas cantidades de sales inorgánicas, y su calidad depende de

varios factores como son: la temperatura de calcinación, los pre-tratamientos químicos a la CA, el tiempo de combustión, la velocidad de calentamiento, el tipo de horno, etc. [20].

Actualmente se están buscando otros usos a la ceniza de cascara de arroz, existen varias referencias en las que estudia dicha ceniza como fuente de sílice en la elaboración del activador alcalino en morteros de activación alcalina. Se pretende sustituir el uso del silicato de sodio comercial por uno elaborado a partir de la CCA e hidróxido de sódico [21].

Un estudio donde se emplea la utilización de una ceniza de cascarilla de arroz (RHA) y humo de sílice comercial (SF) como fuentes alternativas de sílice para la preparación del activador alcalino, se presenta en el artículo “Evaluación microestructural de geopolímeros basados en metacaolín y fuentes alternativas de sílice expuestos a temperaturas altas” [22], donde el objetivo de estudio fue analizar el efecto de la exposición a temperaturas elevadas sobre las características estructurales de los materiales geopoliméricos, producidos a partir de un metacaolín (MK) como precursor y como activador alcalino una mezcla de hidróxido de potasio y fuentes alternativas de sílice. En la tabla 1 se puede observar los sistemas geopoliméricos elaborados en este estudio.

Tabla 1

Composición de los sistemas geopoliméricos en el estudio [22]

| Mezcla | Fuente(s) de SiO ₂ | Modulo | |
|--------|----------------------------------|---|-----------------------------------|
| | | SiO ₂ / Al ₂ O ₃ | K ₂ O/SiO ₂ |
| MK/SK | SK | 2.5 | 0.3 |
| MK/SF | SK+SF | 2.5 | 0.3 |
| MK/RHA | SK+RHA | 2.5 | 0.3 |

En la figura 4 se observa el análisis termogravimétrico de dichos sistemas estudiados, donde las curvas DTG presentan un único pico de elevada intensidad a temperaturas comprendidas entre 25° y 300°C. Los investigadores afirman que esta pérdida se atribuye a la evaporación del agua libre contenida en los poros más grandes (< 100°C), al agua adsorbida en los poros del gel y el agua enlazada en la estructura KA-S-H.

También se observa en todos los casos (SK, SF, RHA) que, con el incremento de la temperatura existe una reducción en las pérdidas de masa, es por ello que a los 1200°C desaparece el pico anteriormente comentado.

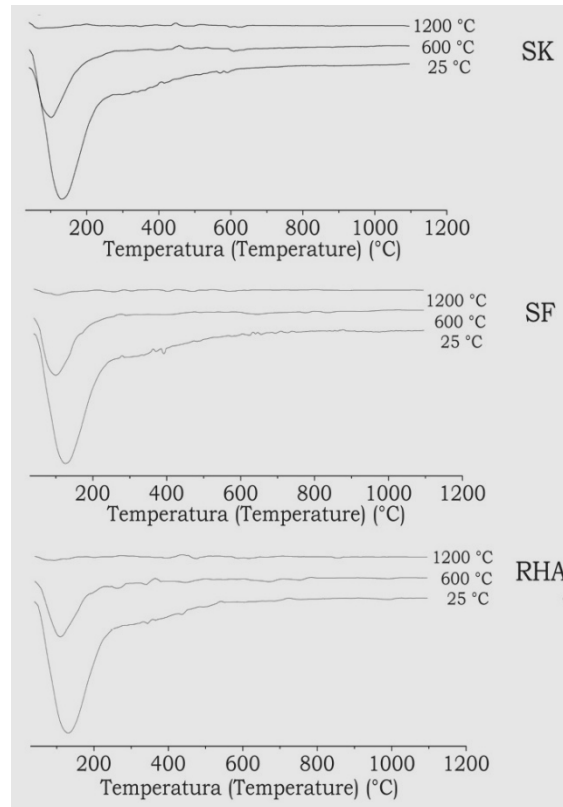


Figura 4 Análisis termogravimétrico de sistemas geopoliméricos (SK, SF, RHA) [22]

El estudio realizado por el grupo de investigación GIQUIMA, “Reflujo de suspensiones de cenizas de cascara de arroz / NaOH para elaboración de conglomerantes activados alcalinamente” [23], utiliza los mismos residuos que se emplea en este trabajo, el FCC como precursor y mezclas acuosas de CCA (molida y sin moler), NaOH y H₂O como activador alcalino, al mismo tiempo se estudia el porcentaje de sílice que se disuelve para obtener silicato sódico.

Los morteros se elaboraron con 450 g de FCC, relación agua/FCC y arena/FCC igual a 0,60 y 3 respectivamente, los morteros se curaron durante 1 día a 65°C con una humedad relativa del 95 ±5%. En la figura 5 podemos observar que durante los primeros 90 minutos tanto para la ceniza de cáscara de arroz original (0-RHA), como para la molida (G-RHA), el porcentaje de sílice disuelta se incrementa con el tiempo de reflujo. La resistencia a la flexión se observa en líneas de puntos y la de compresión en líneas continuas.

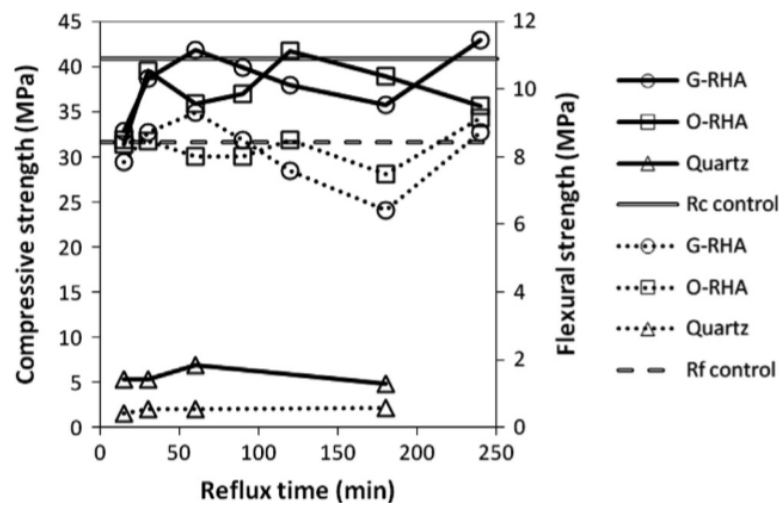


Figura 5 Influencia del tiempo de refluj o en la resistencia a la flexi3n y a compresi3n [23]

Es resultado m3s relevante de la investigaci3n fue que la activaci3n alcalina de una mezcla de CCA/NaOH, produce morteros con una resistencia a la compresi3n en el intervalo de 31 a 41MPa en un d3a de curado t3rmico a 65°C, valores similares a los obtenidos con el mortero control elaborado con una mezcla equivalente de NaOH y silicato de sodio comercial.

1.6.1.2 Catalizador gastado de craqueo catal3tico (FCC)

La simple destilaci3n del petr3leo no produce (ni en cantidad ni en calidad) todos los productos que el mercado necesita; normalmente se obtiene mayor cantidad de productos pesados y menor cantidad de livianos que los necesarios, por eso el objetivo principal del craqueo es transformar esos cortes pesados (que puede ser un crudo reducido o un gas 3il pesado) en otros m3s livianos como la gasolina, el gas3leo, que tienen mayor precio y demanda [24].

El craqueo catal3tico es un proceso de la industria petroqu3mica, cuyo objetivo es la modificaci3n de la estructura molecular de ciertos hidrocarburos, particularmente para obtener naftas con caracter3sticas antidetonantes deficientes y convertirlas en combustibles para automotores de calidad extra, o para producir compuestos arom3ticos, en especial de ocho 3tomos de carbono, as3 como benceno y tolueno a partir de naftas seleccionadas [25].

Existen tres tipos principales de craqueo (cracking/desintegraci3n) y son: pir3lisis, desintegraci3n catalítica e hidr3lisis [18]. Todos los procesos de craqueo catalítico que se utilizan hoy en día se pueden clasificar en unidades de lecho móvil o de lecho fluidizado (antiguamente también se presentaba un equipo de craqueo de lecho fijo, actualmente en desuso, porque se tenía que trabajar con tres reactores).

El catalizador usado para este proceso de craqueo es un material conformado por una zeolita tipo (Y), la cual es un aluminosilicato cristalino y microporoso constituido por tetraedros de $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Durante el proceso de ruptura catalítica, este catalizador experimenta tratamientos rigurosos en el regenerador que modifica su comportamiento, formando así un material amorfo con su consecuente pérdida de actividad para el proceso de craqueo [26].

En el campo de la construcci3n, en gran parte de los estudios sobre el FCC (por las siglas en inglés de Fluid Catalytic Cracking) se comparan sus propiedades con las del metacaolín, porque tienen una composici3n química similar (óxido de silicio y óxido de aluminio). Por otro lado, el FCC ya ha sido utilizado anteriormente como sustituci3n parcial del cemento portland, con resultados exitosos [27].

La inclusi3n del FCC como puzolana en matrices de cemento portland conduce a un incremento en la resistencia a compresi3n de morteros y a una mejora de la durabilidad de los mismos como consecuencia de su elevada reactividad con el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [21].

Tal como lo demuestra el “Estudio del comportamiento de diversos residuos de catalizadores de craqueo catalítico (FCC) en cemento portland” [27], este trabajo realiza un estudio comparativo sobre residuos de catalizador de distintos orígenes con morteros de cemento, para ello se elaboran morteros de cemento-FCC según la norma UNE-EN 196-1 [28].

En la elaboraci3n del mortero se utiliza una arena de origen silíceo de módulo de finura 3,34 y la relaci3n agua/conglomerante fue de 0,5. Los resultados obtenidos a la compresi3n se muestran en la tabla 2 donde se observa lo afirmado anteriormente, que el empleo de esta puzolana mejora las propiedades mecánicas en los morteros de cemento.

Tabla 2

Resistencia a la compresión de morteros de cemento y FCC [27]

Valores de resistencia a compresión de los morteros control y los morteros con los residuos de catalizadores (CATX-20).
Compressive strength values for control mortar and for mortars containing catalyst residue (CATX-20).

| | 3 días / 3 days | 7 días / 7 days | 14 días / 14 days | 28 días / 28 days |
|--------------------------|-----------------|-----------------|-------------------|-------------------|
| Control | 31.1±0.8 | 36.9±0.9 | 41.5±1.7 | 44.7±2.1 |
| CAT1 | 30.1±0.5 | 37.5±0.6 | 47.7±1.1 | 53.7±0.7 |
| CAT2 | 31.6±0.4 | 38.8±1.5 | 49.0±1.5 | 54.7±1.2 |
| CAT3 | 30.4±0.9 | 38.0±0.8 | 44.8±1.6 | 55.7±2.1 |
| CAT4 | 30.1±1.1 | 38.8±1.9 | 48.3±2.4 | 55.4±2.3 |
| CAT5 | 28.6±1.1 | 36.8±1.7 | 47.3±2.7 | 52.2±1.3 |
| Valor medio / Mean value | 30.1±1.1 | 38.0±0.9 | 47.4±1.6 | 54.3±1.4 |

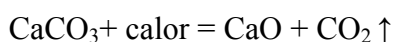
Por otro lado, esta puzolana (FCC) es también empleada como precursor de las reacciones de activación alcalina [29-31], dando lugar a conglomerantes activados alcalinamente mecánicamente estables y con matrices compactas, tanto si se realizan curados a temperatura ambiente como a elevadas temperaturas [21].

1.6.1.3 La cal

En la norma UNE-EN 459-1:2011 se define a la cal como “Óxido de calcio y/o hidróxido de calcio, y óxido de calcio y magnesio y/o hidróxido de calcio y magnesio, producidos por la descomposición térmica (calcinación) del carbonato de calcio natural (por ejemplo: caliza, creta, conchas) o del carbonato de calcio y magnesio natural (por ejemplo: caliza dolomítica, dolomita)” [32].

Se conoce bajo el nombre del ciclo se la cal a las transformaciones que sufre la piedra caliza para la producción de cal hasta concluida la formación de los compuestos conglomerantes en obra. En la figura 6 se muestra dicho proceso, pudiendo en teoría repetirse indefinidamente.

El elemento de partida es el carbonato cálcico (CaCO_3) que se calcina hasta unos 900°-1000°C para que se produzca la siguiente reacción, liberándose CO_2 :



Si la temperatura de calcinación sobre pasa los 1200°C, se forma la cal quemada, que es inactiva e incapaz de endurecerse. El óxido de calcio (CaO) se denomina cal viva. Es un

sólido amorfo con gran avidez por el agua, con la que reacciona para transformarse en un hidróxido que se denomina cal apagada:



Finalmente se usa la cal apagada $[\text{Ca(OH)}_2]$ para que reaccione con el CO_2 del aire, formando CaCO_3 que le confiere propiedades conglomerantes. Se trata de una reacción muy lenta, que produce endurecimiento a tiempos muy lagos.

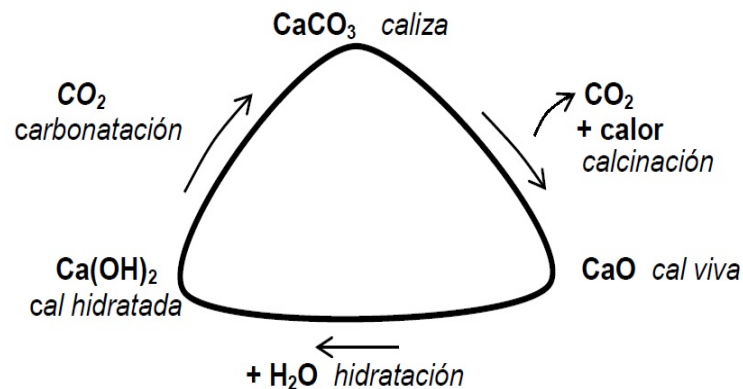
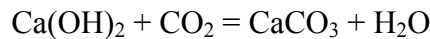


Figura 6 Ciclo de la cal

1.6.1.3.1 Tipos de cal

Los tipos de cales fundamentalmente depende de la materia prima empleada, siendo los más significativos el contenido de los compuestos de magnesio y de los compuestos arcillosos.

Si las cales tienen un contenido inferior al 5% de óxido de magnesio se denominan cales cálcicas o cales grasas (CL), y si el contenido es superior al 5% reciben el nombre de cales dolomíticas o cales magras (DL) [2]. En la norma UNE-EN 459-1:2011[32] solo recoge tres categorías CL (cales cálcicas), DL (cales dolomíticas) y HL (cales hidráulicas) con sus respectivas subdivisiones tal como se muestra en la figura 7.

La cal con propiedades hidráulicas se divide en tres subfamilias:

- Cal hidráulica natural (NHL)

Es una cal con propiedades hidráulicas producida por la calcinación de calizas más o menos arcillosas o silíceas (incluyendo la creta) con reducción a polvo mediante apagado con o sin molienda. Las propiedades hidráulicas son el resultado exclusivo de la composición química especial de la materia prima natural. Se permiten los agentes de molienda hasta el 0,1%. La cal hidráulica natural no contiene ninguna otra adición.

- Cal formulada (FL)

Es una cal con propiedades hidráulicas constituida principalmente por cal aérea (CL) y/o cal hidráulica natural (NHL) con material hidráulico y/o puzolánico añadido.

- Cales hidráulicas (HL)

Es un conglomerante constituido por cal y otros materiales tales como cemento, escorias de alto horno, cenizas volantes, filler calizo y otros materiales adecuados.

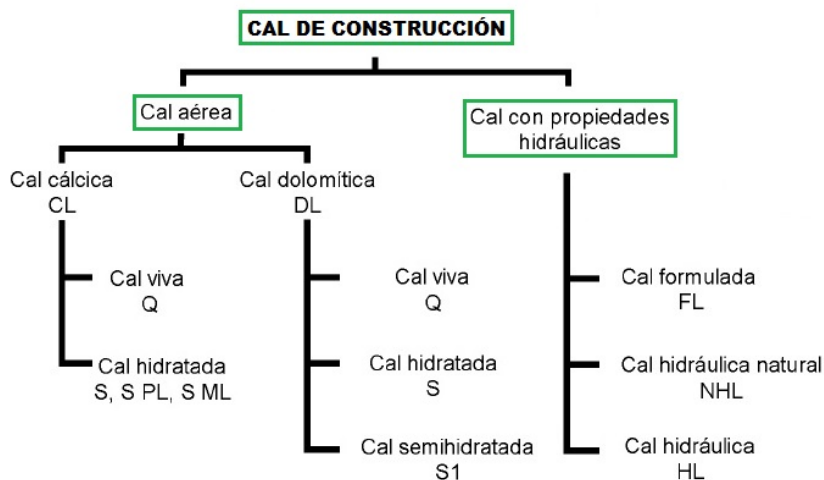


Figura 7 Clasificación de cales de construcción Adaptado de [32]

Se considera una cal cuando la formación de silicatos y aluminatos de calcio no eliminan la presencia de una cantidad importante de óxido de calcio libre (CaO), cuando esto ocurre dejamos de estar ante una cal y nos encontramos con un cemento [2]. Así pues, lo que definiría una cal es la presencia de óxido de calcio libre, independientemente de que junto a este existan otros compuestos de carácter hidráulico como son los silicatos u aluminatos, formados por la reacción del CaO con los óxidos ácidos de las arcillas.

1.6.1.3.2 Propiedades de la cal

Según la Asociación Nacional de Fabricantes de Cales y Derivados España (ANCADE) las ventajas de los morteros de cal son:

- Menor retracción
- Menor fisuración
- Menor rigidez mecánica
- Plasticidad superior a la del cemento
- Gran elasticidad que evita fisuras, permeabilidad apreciable al vapor de agua, buena resistencia a la penetración de agua de lluvia.
- Buen aislamiento térmico y acústico, ausencia de eflorescencia, producto desinfectante y fungicida natural.
- En general no necesita aditivos para su aplicación.

En la norma UNE 459 [32] para las cales con propiedades hidráulicas las resistencias a la compresión deber ser según la tabla 3, expresada como valores característicos, para una relación de arena 1:3.

Tabla 3

Resistencia a la compresión según la UNE 459-1:2011 Cales para la construcción

| Tipo de cal formulada | Tipo de cal hidráulica natural | Resistencia a compresión MPa | |
|-----------------------|--------------------------------|------------------------------|------------------------|
| | | 7 días | 28 días |
| FL 2 | NHL 2 | – | ≥ 2 a ≤ 7 |
| FL 3,5 | NHL 3,5 | – | $\geq 3,5$ a ≤ 10 |
| FL 5 | NHL 5 | ≥ 2 | ≥ 5 a ≤ 15 |

| Tipo de cal hidráulica | Resistencia a compresión MPa | |
|------------------------|------------------------------|------------------------|
| | 7 días | 28 días |
| HL 2 | – | ≥ 2 a ≤ 7 |
| HL 3,5 | – | $\geq 3,5$ a ≤ 10 |
| HL 5 | ≥ 2 | ≥ 5 a $\leq 15^a$ |

^a Si HL 5 tiene una densidad aparente inferior a 0,90 kg/dm³, se permite que la resistencia pueda llegar hasta 20 MPa.

El estudio que realizó J.S. Pozo Antonio [33] comparó la evolución en las propiedades mecánicas y la retracción por secado en morteros en base cal y cal–cemento, así mismo

estos morteros fueron elaborados con agregados de piedra caliza y empleando dosificaciones recomendadas por los trabajadores relacionados con la restauración y conservación del patrimonio cultural, cuya dosificación se observa en la tabla 4. Consideró la arena caliza porque en los resultados de otros investigadores se mencionaba que los morteros de cal hidráulica natural (NHL) con agregados calizos exhiben mayor fuerza que aquellos con agregados silíceos [34].

Tabla 4
Dosificación de los morteros de cal del estudio de J.S. Pozo [33]

Summary of prepared mixes.

| Sample | Binder/Ag by volume | Cement/lime by weight (%) | Aggregate (g) | NHL (g) | Cement (g) | Lime putty (g) | Water/binder by weight | Added water (g) |
|----------------|---------------------|---------------------------|---------------|---------|------------|----------------|------------------------|-----------------|
| NHL5 (1:1.75) | 1:1.75 | - | 1500 | 431 | - | - | 0.70 | 302 |
| NHL5 (1:2) | 1:2 | - | 1500 | 358 | - | - | 1.00 | 358 |
| NHL2 (1:3) | 1:3 | - | 1500 | 196 | - | - | 1.00 | 196 |
| 0.75L:0.25CV:2 | - | 73 | 1500 | - | 144 | 492 | - | 86 |
| 1L:2.5 | 1:2.5 | - | 1500 | - | - | 525 | - | - |
| 0.75L:3 | 0.75:3 | - | 1500 | - | - | 437 | - | - |

Los morteros estudiados fueron de 6 tipos, en los que se ha empleado cal hidráulica natural de resistencia a la compresión de 2 y 5 MPa (NHL2 y 5), cal-cemento-portland (pasta de cal apagada con cemento CEM V) y cal pura (pasta de cal apagada), la cantidad de agua en todas las mezclas se ajustó de tal forma que se pueda asegurar una suficiente trabajabilidad de los morteros, para así evitar fisuraciones de retracción, considerando que la presencia de grietas disminuye la resistencia del mortero.

Las probetas para las resistencias mecánicas fueron de 4x4x16cm, se curaron en cámara húmeda a una humedad relativa del 90±10% y 70±5%, para ambos casos a una temperatura 20°±5 °C.

En la figura 8 se presenta los valores de resistencia a la compresión obtenidos por los diferentes morteros a los 28 días de curado, en el cual se puede observar que los morteros de cal pura son los que obtuvieron las resistencias más bajas y como era de esperar los morteros NHL 2 dieran resistencias inferiores a los morteros NHL 5. Los morteros cal pura (1L:2,5); (0,75L:3) curados a 28/0 (28 días a HR 90%/0 días a HR 70%) tienen menor resistencia que los mismos morteros curados a 0/28, según el investigador del artículo esto podría ser debido a que en una humedad relativa de 90% no se produce la carbonatación de

la cal, tal como lo señalan otros investigadores. También se observa que los morteros de cal-cemento (0,75L :0,25CV:2) curado primero a 90% de HR durante 14 días y luego otros 14 días a 70% de humedad relativa, obtiene resistencia superior a los 5 MPa.

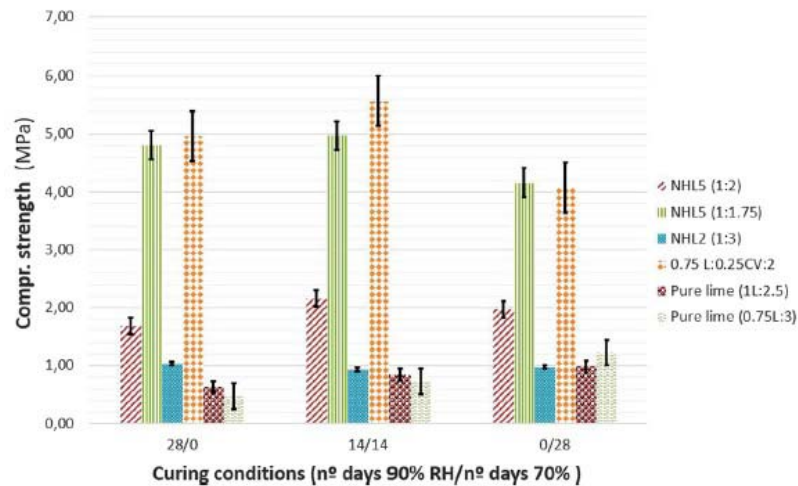


Figura 8 Resistencia a la compresión a 28 días de los morteros de cal [40]

Es de conocimiento dentro el campo de los materiales de construcción la capacidad que poseen las puzolanas de interactuar con portlandita para mejorar las propiedades cementantes de los morteros y hormigones, es por ello que a continuación se presentara algunas investigaciones empleando morteros de cal-puzolana.

Del trabajo de investigación del grupo multidisciplinar entre el Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón (ICITECH), Instituto de Ingeniería Energética (IIE) y otros, en su documento sobre: “Diseño de sistemas de combustión a partir de residuos agrícolas para uso en países en vías desarrollo, optimizando la producción energética y las propiedades puzolánicas de la ceniza obtenida en la combustión para el uso en materiales de construcción no convencionales”[35], para la elaboración de los morteros de cal-puzolana se emplean 3 tipos de puzolanas que corresponde a: catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC), ceniza de cascara de arroz (CCA) y ceniza de lodo de depuradora (CLD), las primeras dos puzolanas también se utilizan en el presente trabajo.

La relación puzolana/cal estudiada en este caso fue de 1 a 3, es decir que para algunos morteros habrá menor empleo de cal y mayor cantidad de puzolana o viceversa, las probetas fueron curadas a 20°C durante 28 y 90 días.

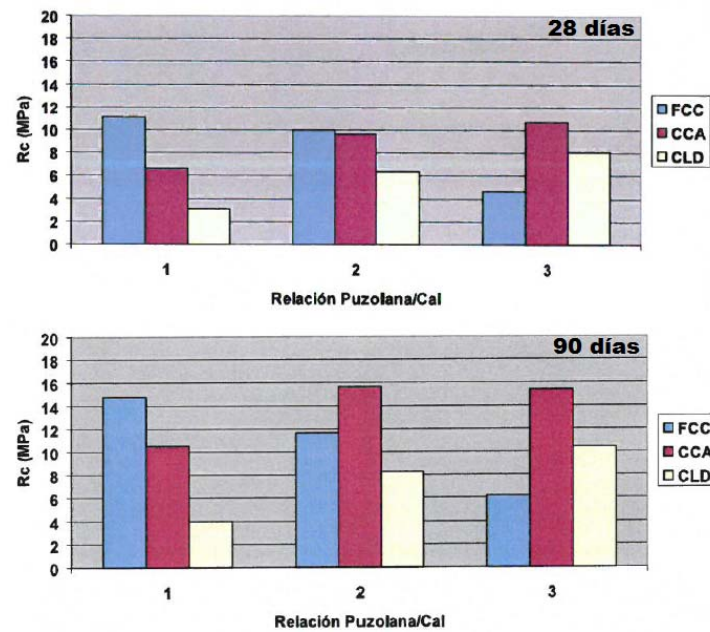


Figura 9 Resistencia a la compresión de los morteros de FCC, CCA, CLD [35]

En la figura 9 podemos observar que los morteros FCC/cal con relación 1:1 a los 28 y 90 días de curado alcanzan resistencias superiores a 10 y 14 MPa respectivamente, también se puede observar que los morteros CCA/Cal con relaciones 2 y 3 tienen resistencias y comportamientos muy similares para ambos días de curado.

En el artículo cuyo título es “Resistencia a la compresión de morteros de cal con ceniza de cascara de arroz: Un estudio preliminar” [36], se elaboran morteros de cal/puzolana, pero previamente antes de emplear la puzolana (CCA) se sometió a un proceso de molienda durante 20 minutos para mejorar su reactividad puzolánica. Se prepararon morteros CCA/cal con relaciones de 1 a 3, las proporciones del árido/aglomerante y de agua/binder fue igual a 3 y 0,8 respectivamente. Las probetas fueron de 4x4x16cm, la resistencia a la compresión de las muestras fue a los 28, 90 y 180 días de curado a una temperatura de 20°C.

La figura 10 corresponde a los resultados obtenidos en este artículo, donde se puede observar que a medida que aumenta la relación CCA/cal aumenta la trabajabilidad (fig. 10-A), y al transcurrir la edad de curado aumenta la resistencia excepto para la relación CCA/cal igual a 3, las mejores resistencias se alcanzan con relaciones de 2, porque con

esta relación a los 180 días de curado se obtiene resistencias superiores a 18 MPa (fig. 10-B).

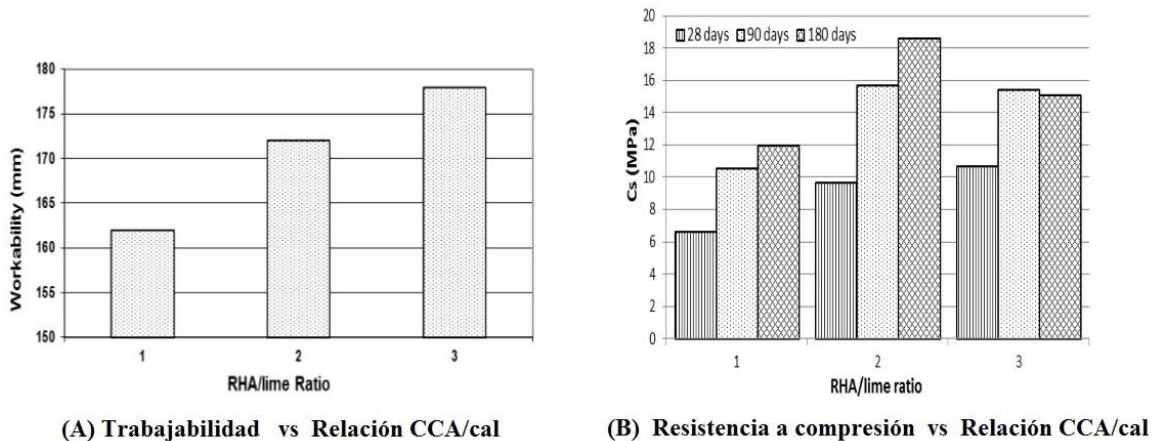


Figura 10 Trabajabilidad y resistencia a la compresión de morteros CCA/cal [36]

En este estudio también se pretendió elaborar tejas con el sistema TEVI diseñado por el Centro de Estudios de Construcción y Arquitectura Tropical que pertenece al Instituto Superior Politécnico José Antonio Echevarría en La Habana-Cuba, pero su fabricación no fue exitosa puesto que las tejas no resistieron el proceso de desmoldeo y se rompieron debido a la baja resistencia del mortero.

En el artículo “Aglomerante puzolánico formado por cal y ceniza de paja de caña de azúcar” [37], se elaboraron morteros de cal/puzolana con una relación 3/7, en este caso se empleo como puzolana la ceniza de paja de caña de azúcar, que también se sometió a un proceso de molienda en un molino rotatorio con bolas de cerámica durante una hora y luego se tamizó por una malla No.120 ($< 125 \mu\text{m}$). Se elaboraron probetas prismáticas de 4x4x16cm, para el mezclado y homogenizado de la cal-ceniza (500g) se utiliza un tambor rotatorio hermético donde ambos componentes se mezclan durante tres horas. El agregado empleado es arena caliza artificial (1350g) con una relación agua/binder igual a 0,5.

En la tabla 5 podemos observar que este mortero cal/puzolana obtiene como valor promedio a los 28 días de curado una resistencia a la compresión de 13 MPa.

Tabla 5

Propiedades mecánicas del aglomerante puzolánico cal-ceniza de paja de caña [37]

| Testigo | Resistencia a la flexión, MPa | | Resistencia a la compresión, MPa | |
|---------|-------------------------------|-------------|----------------------------------|--------------|
| | 7 días | 28días | 7 días | 28días |
| 1 | 1.1 | 3.6 | 8.8 | 13.1 |
| 2 | 1 | 3.8 | 9 | 13.7 |
| 3 | 1 | 3.4 | 8.7 | 12.7 |
| 4 | 1.1 | 3.5 | 9.4 | 13.2 |
| 5 | 1 | 3.6 | 9.2 | 13.1 |
| 6 | 1 | 3.5 | 9.2 | 13 |
| V.P | 1.03 | 3.57 | 9.05 | 13.13 |
| D.E. | 0.05 | 0.14 | 0.27 | 0.32 |

1.6.1.3.3 Aplicaciones y usos de la cal

Si bien el consumo de la cal es pequeño dentro el sector de la construcción, no ha perdido su importancia como producto industrial. La cal se emplea en agricultura, como enmienda de suelos, en la obra civil para estabilizar suelos; en la industria siderúrgica, que es su principal consumidor, en la industria química, como fuente de bases; en el saneamiento de aguas residuales, como regulador de pH, y en otros campos [2].

1.6.2 Activación alcalina

1.6.2.1 Antecedentes

Si bien el concepto de material activado alcalinamente se conoce aproximadamente desde el año 1908 (Patentado por el ingeniero alemán Kuhl) como una alternativa al cemento portland, las principales investigaciones respecto a los materiales activados alcalinamente han surgido de forma internacional a partir de los años 90 [38].

De un modo sencillo se puede decir que la activación alcalina es una reacción química de polimerización inorgánica donde un material sólido de tipo silicoaluminoso (precursor), mezclado con una solución de elevada alcalinidad (activador), forma un material cementante conocido como geopolímero o polímero inorgánico [39].

1.6.2.2 Clasificación de los métodos de activación alcalina

Centrando la atención en las características de los métodos de activación alcalina propuestos por Glukhovsky y Davidovits, se puede observar que las diferencias fundamentales existentes entre ambos son, por una parte, la composición química de la materia prima, y por otra la alcalinidad de la solución activante [40].

De manera simplificada, podemos clasificar los conglomerantes activados alcalinamente como:

- Materiales ricos en $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$: este grupo es el estudiado por Glukhosky y está representado principalmente por la activación alcalina de las escorias de alto horno. Las soluciones alcalinas presentan bajas concentraciones y los productos de reacción formados son fundamentalmente silicatos cálcicos hidratados (CSH).
- Materiales ricos en $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$: este grupo es el estudiado por Davidovits y en este caso las materias primas utilizadas en la activación alcalina son las cenizas volantes con bajo contenido en CaO y el metacaolín. Es necesaria la utilización de soluciones alcalinas muy concentradas y los productos de reacción son estructuras amorfas de tipo gel (N-A-S-H) y algunas estructuras de tipo zeolítico [41].
- Finalmente, una combinación de los dos anteriores. El principal producto de hidratación obtenido sería un nuevo conglomerante denominado cemento alcalino híbrido, formado a partir de la activación alcalina de materiales con contenidos de CaO , SiO_2 y $\text{Al}_2\text{O}_3 > 20\%$ [40].

Para nuestro estudio nos centraremos en el segundo grupo descrito, ya que es al cual pertenece el conglomerante activado alcalinamente del presente trabajo.

1.6.2.3 Proceso de activación alcalina

El modelo fue propuesto por Glukhosky en la década de 1950 [42] y consta de tres etapas:

- Destrucción/coagulación: esta primera etapa se caracteriza por la disolución y/o ruptura de los enlaces Si-O-Si, Al-O-Al y Al-O-Si de la materia prima de origen silicoaluminoso, provocado por el incremento del pH en el medio acuoso.

- Coagulación/condensación: en esta segunda etapa los productos disgregados se acumulan, formando una estructura de coagulación en la que se producen los procesos de policondensación.
- Condensación/cristalización: en esta etapa se genera el producto final de reacción. De esta manera, las partículas condensadas, así como el material silicoaluminoso sin reaccionar, precipitan para formar el conglomerante activado alcalinamente.

Fernández-Jiménez y A. Palomo en 2005 propusieron un modelo gráfico para describir el desarrollo microestructural de los conglomerantes activados alcalinamente basándose en los resultados obtenidos mediante RMN (Resonancia magnética nuclear) y FTIR, así mismo describe las diferentes etapas presentes en la activación alcalina de silicoaluminatos que son similares a la síntesis de las zeolitas y que están en concordancia con el modelo de Glukhovsky [40]. Este modelo propuesto se observa en la figura 11.

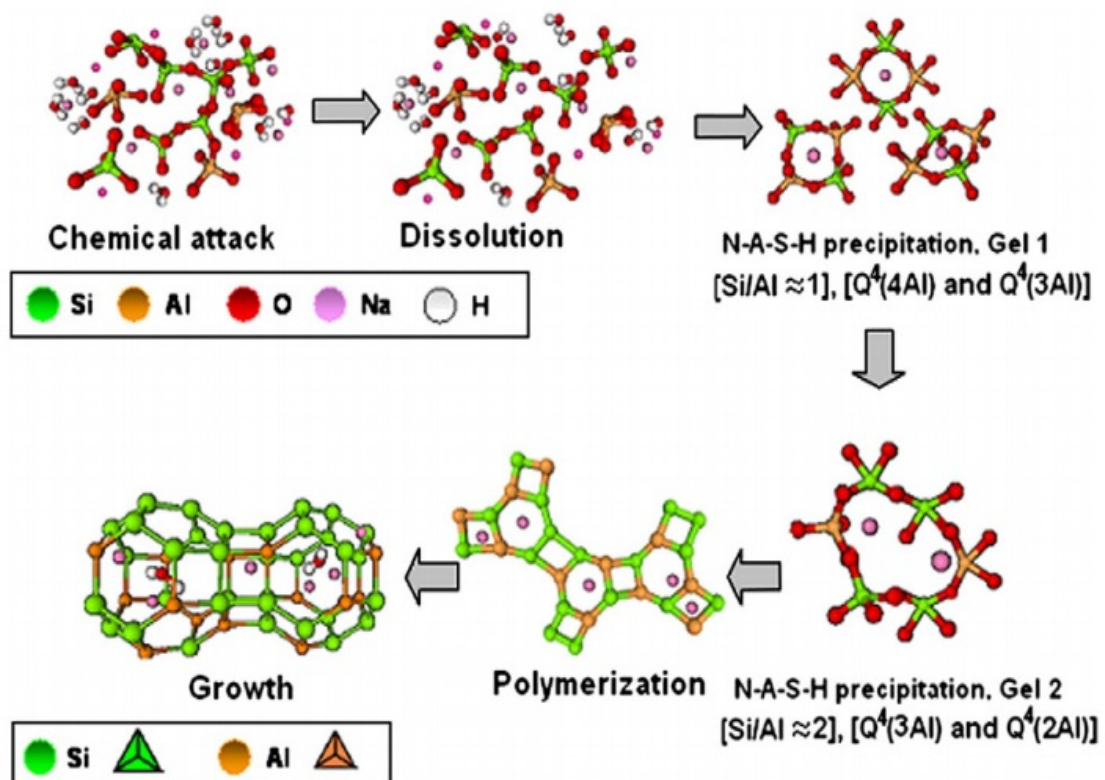


Figura 11 Modelo descriptivo de la activación alcalina de aluminosilicatos [40]

1.6.2.4 Activadores alcalinos

Los activadores alcalinos generalmente son sales alcalinas o soluciones cáusticas. Glukhovsky las clasifica en 6 grupos en función de su composición química [43].

- Disoluciones cáusticas: MOH
- Sales ácidas débiles: M_2CO_3 , M_2SO_3 , M_3PO_4 , MF
- Silicatos: $M_2O.nSiO_2$
- Aluminatos: $M_2O.nAl_2O_3$
- Aluminosilicatos: $M_2O.Al_2O_3.SiO_2$
- Sales de ácidos fuertes: M_2SO_4

Los más utilizados son la mezcla de hidróxido de sodio o potasio con silicato de sodio o potasio [44].

Las funciones de las sustancias activadoras deben ser las siguientes:

- Acelerar la solubilización de la materia prima
- Favorecer la formación de hidratos estables de baja solubilidad
- Favorecer la formación de una estructura compacta con estos hidratos formados

Solamente cuando el pH de los activadores alcalinos es superior a 12 se consigue, no simplemente la disolución de la materia prima, sino también la formación de compuestos hidratados estables [21].

1.6.2.4.1 Activadores alternativos

Para la fabricación del silicato de sodio se necesitan temperaturas que oscilan en torno a 1300° y 1500°C lo que implica grandes emisiones CO_2 [45], por lo que diferentes investigadores han estudiado otras fuentes de sílice a partir de subproductos industriales o desechos agrícolas para la elaboración del silicato de sodio/potasio, tal como se ha comentado en el apartado 1.6.1.1 del presente trabajo. Se propondrá la utilización de la ceniza de cascara de arroz como material activador en una parte del trabajo.

2 OBJETIVOS

En los últimos años, el interés en el estudio de nuevos materiales de construcción que ayuden a reducir el impacto ambiental de las emisiones de CO₂, ha despertado gran interés en diferentes investigadores, que proponen el uso de materiales alternativos, valorización de residuos, optimización de los procesos, etc.

Es por ello que en este trabajo se emplea dos residuos: el catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC) y la ceniza de cascara de arroz (CCA) en la fabricación de morteros.

Se realizan morteros cal/puzolana empleando como puzolanas tanto al FCC como a la CCA, con proporciones distintas cal-puzolana para optimizar las propiedades mecánicas. En los mencionados morteros cal-puzolana se ha realizado una sustitución creciente de hasta un 50% en peso, de la mezcla cal-puzolana por geopolímero.

Dicho geopolímero tiene como precursor al catalizador gastado de craqueo catalítico y como activador una mezcla de silicato sódico e hidróxido sódico. En una parte del trabajo se ha estudiado la utilización de un activador alcalino obtenido por la reacción de CCA (fuente de SiO₂ para la obtención de silicato sódico) con el hidróxido sódico

2.1 Objetivo general

Estudiar las propiedades de los morteros cal-puzolana-geopolímero siguiendo su evolución con el tiempo de curado mediante el estudio de las propiedades mecánicas y microestructurales de este tipo de mezclas.

2.2 Objetivos específicos

Para alcanzar el objetivo general, se plantean los siguientes objetivos específicos:

- Estudiar la compatibilidad en los conglomerantes cal-puzolana y conglomerantes activados alcalinamente (geopolímero) en distintas proporciones.
- Elaborar pastas con las mismas dosificaciones a las ensayadas mecánicamente para su caracterización microestructural.
- Estudiar la variación de las resistencias mecánicas con el tiempo de curado y el porcentaje de conglomerante activado alcalinamente (geopolímero) añadido al mortero de cal.
- Diseñar experimentalmente la preparación de los morteros cal-puzolana-conglomerante activado alcalinamente (geopolímero) y valorar sus propiedades.
- Utilizar un activador alcalino, de un menor coste económico y medio ambiental, obtenido a partir de CCA e hidróxido sódico en la preparación de morteros cal-puzolana.

3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología que propone está en función de los objetivos pretendidos y se desarrolló en las siguientes tres etapas: revisión bibliográfica e investigación, procedimiento experimental y análisis de resultados y/o conclusiones.

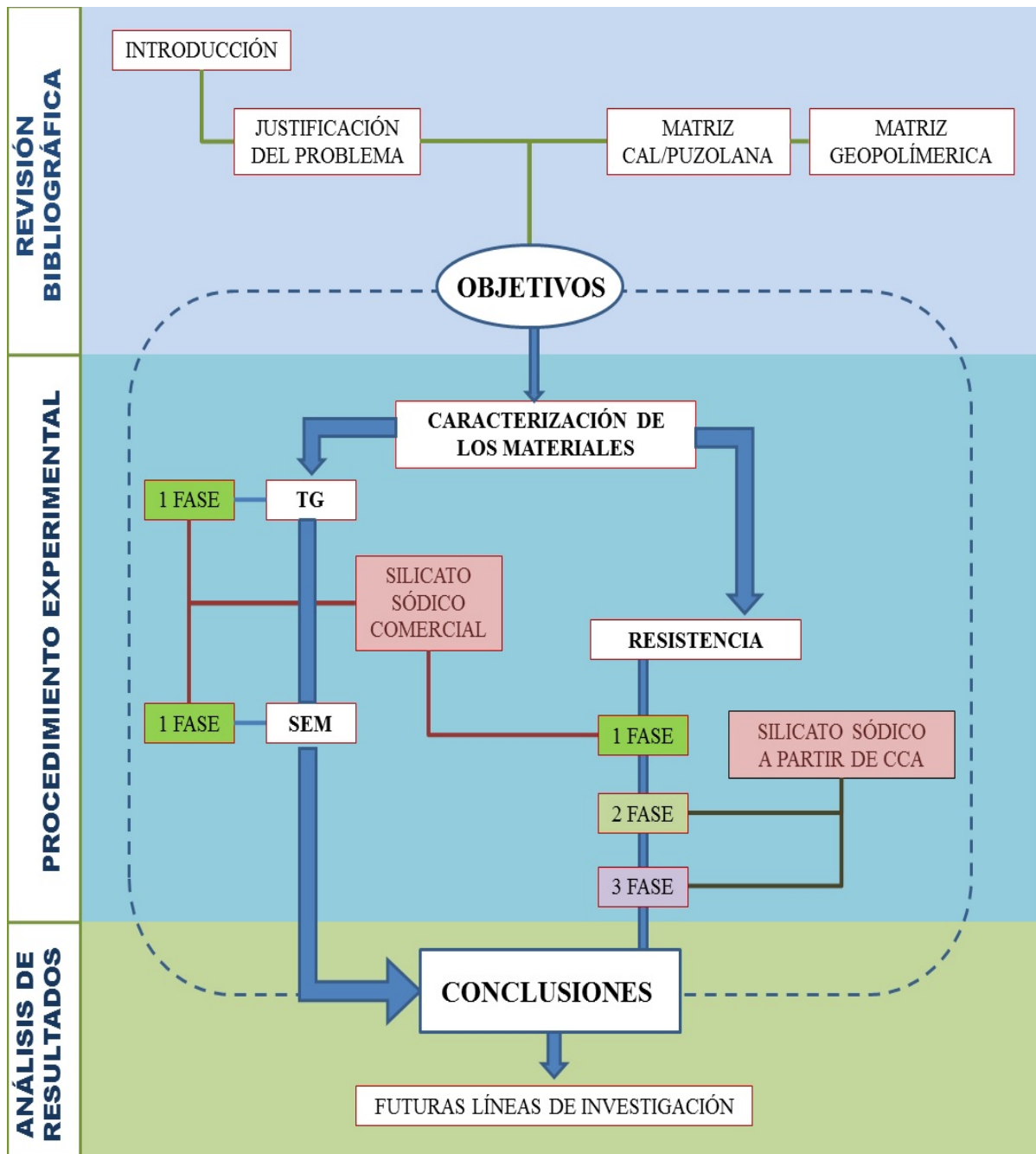


Figura 12 Esquema metodológico del trabajo

3.1 Materiales

A continuación, se describe las características de los materiales empleados.

3.1.1 Cal

El hidróxido cálcico con una pureza de 77% utilizado fue de la casa comercial Valenciana Cales Pascual S.L. con designación CL 80-S.

3.1.2 Catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC)

El FCC empleado fue suministrado por la empresa OMYA Clariana S.A. (Tarragona, España). El FCC tiene doble uso en este trabajo, por un lado, se emplea como puzolana reactiva en los morteros de cal/puzolana, y por otro lado, como material precursor en la reacción de geopolimerización. En la tabla 6 podemos observar sus propiedades químicas.

Tabla 6

Composición química del catalizador gastado de craqueo catalítico (%)

| SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | SO ₃ | K ₂ O | PF* | Na ₂ O | P ₂ O ₅ | TiO ₂ | Cl ⁻ |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|-----------------|------------------|------|-------------------|-------------------------------|------------------|-----------------|
| 47,76 | 49,26 | 0,6 | 0,11 | 0,17 | 0,02 | 0,02 | 0,51 | 0,31 | 0,01 | 1,22 | - |

* Perdida al fuego

Se observa que un 97% de su composición la forman el SiO₂ y Al₂O₃, por lo que se trata de un material de naturaleza silicoaluminosa.

3.1.3 Ceniza de cascara de arroz (CCA)

La ceniza de cascara de arroz fue proporcionada por la empresa Maicerías Españolas DACSA S.A. que procede del proceso de cogeneración. Se ha empleado como puzolana en los morteros cal/puzolana y también como parte del activador en la reacción de activación alcalina (geopolimerización) en la fase 2 del trabajo.

Tabla 7

Composición química de la ceniza de cascara de arroz (%)

| SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | SO ₃ | K ₂ O | PF* | Na ₂ O | P ₂ O ₅ | TiO ₂ | Cl ⁻ |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|-----|-----------------|------------------|------|-------------------|-------------------------------|------------------|-----------------|
| 85,58 | 0,25 | 0,21 | 1,83 | 0,5 | 0,26 | 3,39 | 6,99 | - | 0,67 | - | 0,32 |

* Perdida al fuego

Estas propiedades pueden variar según la variedad de arroz como también por el proceso de combustión.

3.1.4 Hidróxido de sodio (NaOH)

El hidróxido de sodio en formato de pellets, presenta una pureza del orden del 98% y es elaborado por la empresa Panreac Química S. A. Utilizado como reactivo químico en la preparación de las soluciones alcalinas/activadoras.

También se ha utilizado el hidróxido de sodio comercial (adquirido en el supermercado) en forma de perlas, cuya composición química supera el 75% en hidróxido de sodio.

3.1.5 Silicato de sodio (Na₂SiO₃)

El silicato de sodio fue suministrado por la empresa Merck, con la siguiente composición química: 8% Na₂O, 28% SiO₂ y 64% H₂O en masa, presentando una densidad de 1,35 g/cm³ y un pH entre 11-11,5.

3.1.6 Agua

Para las pastas y morteros de cal-puzolana se utilizó el agua de la red de distribución de agua potable de la Universitat Politècnica de València.

3.1.7 Arenas

La arena utilizada (10% arena fina, 12% arena media y 78% arena gruesa) tiene una granulometría similar a la arena normalizada CEN EN 196-1 citada en la norma UNE-EN 196-1 [28]. La arena empleada fue de origen silíceo, procedente de la empresa caolines La Piedra (Lliria, Valencia, España).

3.1.8 Otros reactivos químicos

También se empleó: vaselina y acetona suministradas por la empresa Panreac S. A.

3.2 Equipos y procedimiento experimental

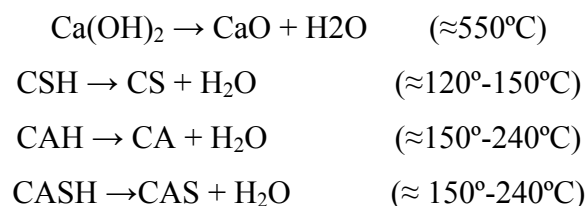
3.2.1 Análisis termogravimétrico (TG)

La termogravimetría es un método de análisis térmico en la que se registra continuamente el cambio en la masa de una muestra colocada en una atmósfera controlada en función de la temperatura o del tiempo, al ir aumentando la temperatura de la muestra (normalmente de forma lineal con el tiempo). La representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo o la temperatura se denomina termograma o curva de descomposición térmica [18].

La curva derivada termogravimétrica (DTG) suministra información sobre la velocidad de pérdida o ganancia de masa con la temperatura o tiempo. Nos permite identificar con mayor facilidad las variaciones de masa, especialmente si son pequeñas o si existen varios procesos en intervalos de temperatura muy cercanos.

El equipo empleado para el análisis térmico ha sido un módulo TGA 850 Mettler-Toledo (figura 13), que permite medir simultáneamente la curva termogravimétrica y la curva de análisis térmico-diferencial (DTA). Cuenta con una electrobalanza horizontal, un horno y sensores de temperatura que están en comunicación con un ordenador, donde se registran y se procesan los datos. La microbalanza tiene una resolución de 0.1 µg. Las condiciones de ensayo fueron según el tipo de ensayo a realizar según la tabla 8.

Normalmente, la pérdida por deshidratación que sufren las pastas de cal/puzolana son:



Dónde:

CSH son los silicatos cálcicos hidratados;

CAH son los aluminatos cálcicos hidratados;

CASH son los silicoaluminatos cálcicos hidratados.

Tabla 8

Condiciones experimentales del análisis termogravimétrico

| Método | I | II |
|-------------------------------------|----------------|------------------|
| Velocidad de calentamiento (°C/min) | 10 y 20 | 10 |
| Intervalo de temperatura (°C) | 35-1000 | 35-600 |
| Flujo de aire de nitrógeno (ml/min) | 75 | 75 |
| Tipo de crisol | Alúmina(70 µl) | Aluminio(100 µl) |



Figura 13 Equipo de termogravimetría TGA 850 Mettler-Toledo.

3.2.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

En el trabajo de investigación se ha utilizado esta técnica para seguir la evolución de las pastas cal/puzolana-geopolímero con el tiempo de curado. Esta técnica ayuda a caracterizar la naturaleza física y química de la superficie de los sólidos, así como visualizar posibles formaciones de estructuras cristalinas debido a las reacciones que pueden ocurrir en los procesos de hidratación de los conglomerantes.

Para obtener una imagen por microscopia electrónica, la superficie de una muestra sólida es barrida según un modelo raster con un haz de electrones muy fino. Un raster es un modelo de barrido similar al utilizado en un tubo de rayos catódicos, en el que un haz de electrones barre la superficie en línea recta, vuelve a la posición inicial y es desplazado hacia abajo una distancia establecida. Este proceso se repite hasta que el área deseada de la

superficie ha sido barrida. Al barrer la superficie con una pistola de electrones de energía elevada se producen diversos tipos de señales. Estas señales incluyen electrones retrodispersados y secundarios que sirven de base a la fluorescencia de rayos X, que se utiliza en el análisis con microsonda de electrones [18].

El equipo empleado es un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM) modelo ULTRA55 la marca ZEISS (Figura 14). Se trata de un instrumento que al igual que el SEM es capaz de ofrecer una amplia variedad de información procedente de la superficie de la muestra, pero con mayor resolución y con un rango de energía mucho mayor. Su funcionamiento es igual a SEM convencional, sobre la superficie de la muestra se barre un haz de electrones mientras que en un monitor se visualiza la información en función de los detectores del equipo.

El FESEM utiliza como fuente de electrones un cañón de emisión de campo que proporciona haces de electrones de alta y baja energía muy focalizados, lo que mejora notablemente la resolución espacial y permite trabajar en muy bajos potenciales, (3kV en nuestro caso); esto ayuda a minimizar el efecto de carga en especímenes no conductores y a evitar daños en muestras sensibles al haz electrónico. Otra característica muy destacable de los FESEM es la utilización de detectores dentro de la lente (in lens). Estos detectores están optimizados para trabajar a alta resolución y muy bajo potencial de aceleración, por lo que son fundamentales para obtener el máximo rendimiento [21].

Antes de emplear el equipo es necesario colocar las muestras en el porta muestras y hacerles un puente de plata seguido de un recubrimiento de platino con un tiempo de exposición de 30 segundos, luego se emplea un recubridor de alto vacío, modelo EM MED020 de la marca LEICA.



Figura 14 Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM)

3.2.3 Preparación de la disolución activadora

La preparación de la disolución activadora se va a realizar mediante dos formas en función de si se utiliza silicato comercial o si se emplea la ceniza de cáscara de arroz como fuente de sílice para la preparación del activador:

- **Primera forma:** Utilizando silicato sódico comercial suministrado por la empresa Merck, la dosificación de la disolución activadora se muestra en la tabla 9.

Tabla 9

Dosificación para el silicato sódico comercial

| SiO ₂ /Na ₂ O (moles) | [Na+] (molal) | Agua/FCC (en peso) | Agua/Na ₂ O (moles) | SiO ₂ /Al ₂ O ₃ (moles) |
|--|------------------|-----------------------|-----------------------------------|---|
| 1,17 | 7,5 | 0,6 | 14,81 | 2,30 |

Para la preparación de la disolución del silicato comercial se procedió de la siguiente manera: en un recipiente de plástico de 100mL de capacidad se pesa el agua y en un segundo recipiente se pesa el silicato comercial en función al cálculo del porcentaje de sustitución. Se pesa el hidróxido de sodio en forma de pellets según la cantidad de cálculo. Seguidamente al recipiente del silicato se le añade el agua y con la ayuda de un agitador magnético se mezclan ambos durante 30 segundos para luego añadir los pellets de hidróxido de sodio, hasta que este se haya disuelto completamente. Finalmente, una vez que la disolución este homogénea se cubre el recipiente con un film de plástico y se deja reposar hasta que la reacción exotérmica haya finalizado (aprox. 2 horas).

En la figura 15 se muestra el equipo y materiales empleados para la preparación de la solución activadora.



Figura 15 Equipo y materiales usados para el activador (comercial)

- **Segunda forma:** Preparación del activador alcalino partir de la ceniza de cascara de arroz (fuente de sílice para la preparación del silicato sódico) e hidróxido sódico, cuya dosificación se muestra en la tabla 10.

Tabla 10

Dosificación para el silicato sódico a partir de la CCA

| $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (moles) | [Na+] (molal) | Agua/FCC (en peso) | Agua/ Na_2O (molal) | % SiO_2 (pte. en CCA) | $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (moles) |
|---|------------------|-----------------------|--|-----------------------------------|---|
| 1,17 | 7,5 | 0,6 | 14,81 | 90 | 2,19 |

Para la preparación de esta mezcla se procedió de la siguiente manera:

En un recipiente de 100ml de capacidad se pesó el agua y en otro recipiente se pesó el hidróxido de sodio en función al cálculo del porcentaje de sustitución.

Se pesó la ceniza de cascara de arroz (CCA) según la cantidad de cálculo, teniendo en cuenta el porcentaje de SiO_2 (ver tabla 10).

A continuación, en un termo de 0,5L de volumen se añade la CCA, el hidróxido de sodio, seguidamente se agita manualmente durante 30 segundos para homogenizar la muestra en seco. A la muestra homogenizada se le añade el agua y con la ayuda de una varilla de vidrio se mezcla hasta que se haya disuelto completamente.

Finalmente, una vez que la disolución sea homogénea se deja la mezcla en reposo hasta 24 horas antes de su empleo. En la figura 16 se muestra el equipo empleado para la preparación de la solución activadora



Figura 16 Equipo y materiales usados para la preparación del activador a partir de CCA y el NaOH

3.2.4 Dosificación de las mezclas empleadas

En el presente trabajo se emplean dos tipos de mezclas cal/puzolana cada una de ellas con diferente relación cal/puzolana con el fin de optimizar las propiedades mecánicas de los morteros resultantes. En el caso del FCC se emplea una relación cal/FCC de 1/1 mientras al emplear CCA la relación cal/CCA es de 1/2. Se emplea más CCA que FCC porque éste último está demostrado que tiene una mayor reactividad puzolánica y por tanto necesita menor cantidad para reaccionar con una mayor cantidad de cal. Se emplea una relación agua/binder y binder/arena de 0,8 y 1/3 respectivamente, en ambos casos.

Para la preparación del cemento activado alcalinamente (geopolímero) siempre se emplea como precursor el FCC, y como activadores alcalinos la mezcla NaOH/Na₂SiO₃ y NaOH/CCA comentadas en el apartado anterior.

Se realizan morteros de cal/puzolana donde se sustituye desde un 0% (mortero solo de cal/puzolana) hasta un 50% de la mezcla cal/puzolana por geopolímero de FCC. En todos los casos la sustitución será en peso.

En la tabla 11 y 12 se muestra la dosificación de las mezclas cal-puzolana utilizada en el trabajo.

Tabla 11

Dosificación para los morteros de cal/puzolana-geopolímero comercial

| cal/FCC= 1/1 cal/CCA= 1/2 | Control [g] | % de Sustitución [g] | | | | |
|--|----------------|----------------------------|-----------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| | | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
| Mortero: cal/FCC o cal/CCA | 525 | 472,5 | 420,0 | 367,5 | 315,0 | 262,5 |
| Geopolímero: H ₂ O + Na ₂ SiO ₃ + NaOH y FCC | --- | 52,5* 48,5 ⁺ | 105,0* 97,0 ⁺ | 157,5* 145,5 ⁺ | 210,0* 194,1 ⁺ | 262,5* 242,8 ⁺ |
| Arena | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 |
| Agua | 420 | 378 | 336 | 294 | 252 | 210 |

* Precursor (FCC)

⁺ Activador (H₂O + Na₂SiO₃ + NaOH)

Tabla 12

Dosificación para los morteros de cal/puzolana-geopolímero obtenido a partir de CCA

| cal/FCC= 1/1 cal/CCA= 1/2 | Control [g] | % de Sustitución [g] | | | | |
|---|----------------|----------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| | | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
| Mortero: cal/FCC o cal/CCA | 525 | 472,5 | 420,0 | 367,5 | 315,0 | 262,5 |
| Geopolímero: H ₂ O + CCA + NaOH y FCC | --- | 52,5* 53,6 ⁺ | 105,0* 107,1 ⁺ | 157,5* 160,7 ⁺ | 210,0* 214,2 ⁺ | 262,5* 267,8 ⁺ |
| Arena | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 | 1575 |
| Agua | 420 | 378 | 336 | 294 | 252 | 210 |

* Precursor (FCC)

 + Activador (H₂O + CCA + NaOH)

También se ha realizado un mortero cuyo conglomerante utilizado era en su totalidad de tipo geopolimérico, es decir que este mortero no lleva cal en su matriz, cuya dosificación se indica en la siguiente tabla 13.

Tabla 13

Dosificación para el mortero geopolimérico

| Geopolímero [g] H ₂ O + Na ₂ SiO ₃ + NaOH y FCC | Arena [g] |
|---|--------------|
| 525* | 1575 |
| 482,3 ⁺ | |

* Precursor

+ Activador

3.2.5 Preparación de morteros y pastas

3.2.5.1 Morteros

El amasado de los morteros de cal-puzolana se ha realizado tomando como referencia la norma UNE-EN 196-1:2005 [28] y se realizó en 3 fases diferentes durante el desarrollo del trabajo y corresponde a los 3 tipos de amasados que son los siguientes:

- Amasado Tipo 1 (utilizando 2 amasadoras)

En una de las amasadoras se amasaba el geopolímero, donde primero se vertía la disolución activadora y a los 30s. se agregaba el precursor FCC hasta lograr una pasta homogénea a una velocidad lenta durante dos minutos.

Paralelamente en una segunda amasadora se vertía la cal y la puzolana (FCC ó CCA) a una velocidad lenta y a los 30s. se agregaba el agua hasta la obtención de una mezcla homogénea (aprox. 2min)

Seguidamente se juntaban ambas pastas en una sola amasadora, y a partir de 1,5 minutos se empieza a agregar la arena hasta que el mortero este perfectamente homogéneo, empleando un total de 5 minutos aproximadamente para todo el proceso de amasado.

- Amasado Tipo 2 (utilizando 1 amasadora)

En la amasadora a velocidad lenta se vierte el precursor (FCC), la cal y la puzolana (FCC ó CCA); a los 35 segundos se le añade el activador y el agua hasta lograr una pasta homogénea (2min). Seguidamente se va agregando la arena hasta que el mortero este homogéneo, haciendo un total de 4 minutos de mezclado aproximadamente.

- Amasado Tipo 3 (utilizando 1 amasadora)

Proceso muy similar al anterior pero ahora primero se vierte el agua y el activador, a los 35 segundos se le añade el precursor (FCC), la cal y la puzolana (FCC ó CCA) todos juntos ya mezclados previamente en seco, hasta lograr una pasta homogénea (2min).

Seguidamente se va agregando la arena hasta que el mortero este homogéneo, faltando 30 segundos para los 2 minutos de amasado se cambia a una velocidad rápida de amasado. El tiempo total de amasado empleado es de 4 minutos aproximadamente.

Independientemente del tipo de amasado el mortero se vierte a un molde cúbico de 4x4x4cm que previamente se han recubierto de vaselina para facilitar el desmoldeo, el molde con mortero se vibra en una mesa vibradora, terminando el vibrado con la ayuda de una regla metálica se procede a eliminar el exceso de mortero del molde.

Finalmente, los moldes de las probetas se llevan a una cámara húmeda con HR 75% y 25°C, una vez fraguado los morteros cal-puzolana-geopolímero se desmoldan, las probetas se pesan e identifican para posteriormente envolverlas con film y nuevamente regresan a la cámara húmeda hasta el día de su ensayo mecánico. En la figura 17 se observa el equipo y materiales utilizados.



Figura 17 Equipo y materiales usados en la preparación de morteros

3.2.5.2 Pastas

Para la preparación de pastas se empleó un bote de plástico de 50 ml de cierre hermético donde se añadió primero el activador seguido del precursor FCC, luego se añadió el binder (cal + puzolana) y con la ayuda de una varilla de vidrio se mezcló hasta tener una pasta homogénea, finalmente la pasta es curada en cámara húmeda con HR 75% y 25°C.

Una vez que la pasta cumple la edad escogida para realizar su ensayo, se muele una porción de la misma y se mezcla con acetona para detener el proceso de hidratación. Para realizar la molienda se emplea el mortero de ágata. Se filtra la mezcla de la pasta y la acetona mediante una bomba de vacío, luego la muestra se lleva a una estufa a 60°C y se seca durante 30 minutos para evaporar los restos de acetona.

Finalmente, la muestra pasa el tamiz de 125µm. y el material ya está listo para ser utilizado en las pruebas de ensayo.



Figura 18 Equipo para la elaboración de pastas

3.2.6 Resistencia mecánica

3.2.6.1 Resistencia a compresión

Para realizar los ensayos de resistencia mecánica a compresión se ha tomado como referencia la norma UNE-EN-196-1:2005 [28], los ensayos fueron para las edades de curado de 1, 2, 3, 7, 28, 90, 180 y 270 días. Para cada edad se rompieron 4 probetas en una prensa Instron 270 (figura 19).



Figura 19 Prensa Instron 270

Se empleará la ecuación de índice actividad resistente (IAR) para evaluar las ganancias o pérdidas de resistencia en los morteros cal/puzolana-geopolímero, la ecuación es la siguiente:

$$IAR = (R_{cS} / R_{cC})$$

Donde:

R_{cS} : Resistencia a compresión del mortero con sustitución de geopolímero.

R_{cC} : Resistencia a compresión del mortero control (cal/puzolana).

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presenta los resultados y discusión de los estudios realizados en el presente trabajo

4.1 Análisis termogravimétrico

En el presente apartado se realizará el análisis de las pastas preparadas durante la primera fase del trabajo, siguiendo las mismas dosificaciones empleadas en los morteros, pero sin incorporar árido.

Para la mejor comprensión de las gráficas y tablas presentes en este apartado, se denomina CTROL a las pastas cal/puzolana que pueden ser cal/FCC o cal/CCA, y GEOP al porcentaje de sustitución de mezclas cal/puzolana por geopolímero, así por ejemplo una pasta denominada 10 GEOP representa a la pasta con un 90% de binder cal/puzolana y un 10% de binder formado por geopolímero. Asimismo, este apartado consta de dos partes que corresponden, primero a las pastas cal/FCC-geopolímero y el segundo a las pastas cal/CCA-geopolímero.

Como se han considerado varias edades de curado, la representación y comentarios posteriores se dividirán en edades cortas y edades largas. Las edades cortas están comprendidas de 1 a 28 días y las edades largas de 28 a 180 días.

En la figura 20 se muestra a modo de ejemplo la representación gráfica de la curva derivada termogravimétrica (DTG) de la pasta control cal/FCC de relación 1/1 para los 28 días de curado. Se observan cuatro picos de pérdida de masa en un intervalo de temperatura de 35° a 600°C.

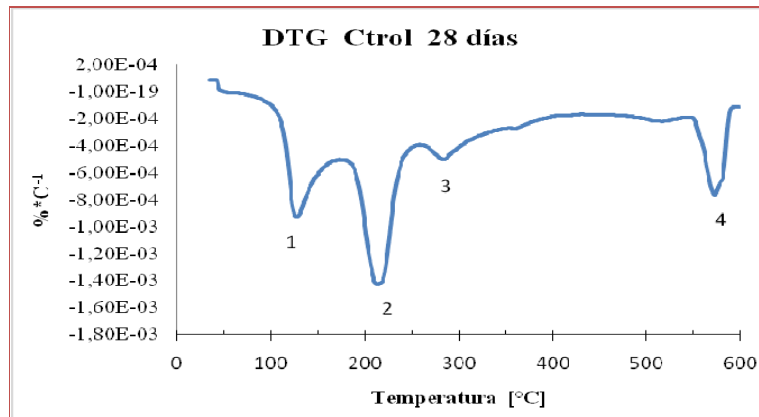


Figura 20 DTG para la pasta control cal/FCC a los 28 días de curado

En la gráfica la asignación de los picos es la siguiente:

El pico 1 corresponde a la deshidratación de los silicatos cálcicos hidratados SCH (100°-180°C), los picos 2 y 3 corresponden a las deshidrataciones de los silicoaluminatos cálcicos hidratados SACH y aluminatos cálcicos hidratados ACH (180°-300°C), por último, el pico 4 corresponde a la deshidroxilación de la porlandita (CH entre 520°-580°C).

Del mismo modo en la figura 21 se muestra también como ejemplo la curva DTG de una pasta 100% geopolímero a 28 días de curado, donde únicamente se observa un pico situado entre los 100°-250°C que se atribuye a los distintos geles de tipo N-A-S-H, y que denominamos pico 5 como número correlativo a los anteriormente designados.

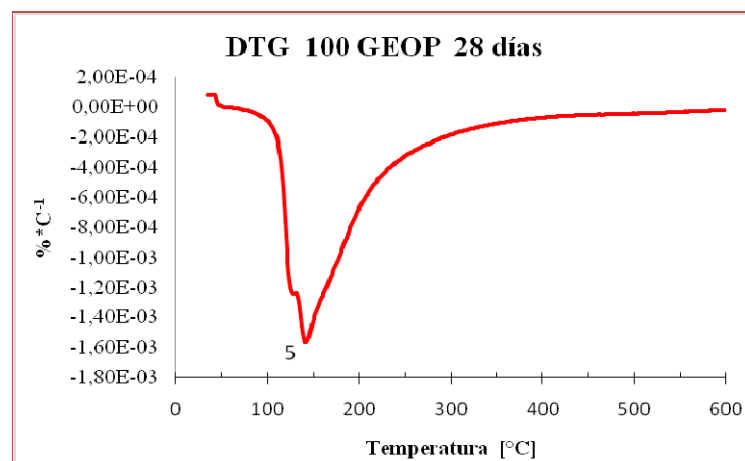


Figura 21 DTG para una pasta con 100% geopolímero a los 28 días de curado

Por lo tanto, cualquier pasta que presente la mezcla cal/FCC-geopolímero, debería tener un comportamiento intermedio entre las pastas anteriormente comentadas, pudiendo presentar los diferentes tipos de pérdida de masa correspondiente a los productos de reacción de ambas matrices.

- Primera Parte: Pastas cal/FCC-geopolímero.

En la figura 22 se muestran las curvas DTG de todas las pastas cal/FCC-geopolímero correspondientes a edades cortas de curado.

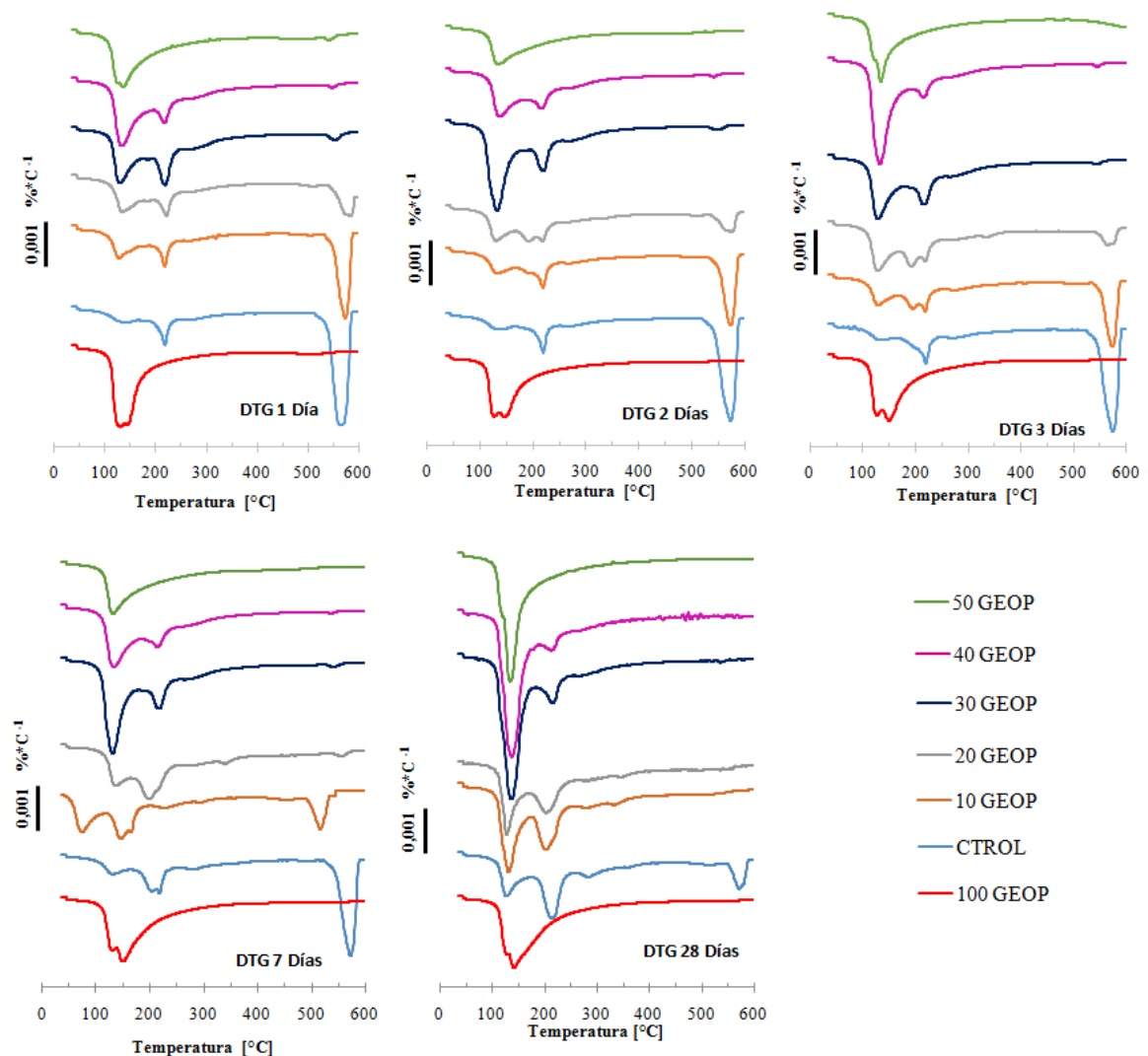


Figura 22 DTG para las pastas cal/FCC para edades cortas de curado

Se puede observar para la curva DTG a 1 día de curado, que la pasta CTROL, únicamente presenta los picos asociados a la deshidratación de SACH-ACH (pico 2) y a la deshidroxilación de la cal (pico 4). Al añadir la pasta geopolimérica hasta un 30% aparecen además de los picos anteriores, aparece el pico 5 (asignado a los geles N-A-S-H) que podría aparecer solapado con el pico 1 correspondiente al gel SCH y a partir del 40% desaparece el pico de la deshidroxilación de la cal (pico 4). Con un 40 y 50% de pasta geopolimérica se muestra mucho más desarrollado el pico correspondiente a los geles N-A-S-H, que podría estar solapado con los geles SCH (pico 1).

Un comportamiento similar al comentado para el DTG a 1 día de curado, presentan las curvas DTG para los 2 y 3 días de curado, pero para el caso del 40% de pasta geopolimérica a los 3 días presenta más desarrollado los geles N-A-S-H (pico 5), junto a los geles SCH (pico 1).

Conforme evoluciona el tiempo de curado en las pastas CTROL aparece el pico 1 correspondiente a la deshidratación de los SCH, que va creciendo con la edad de curado tal como se observa en el DTG 7 días y DTG 28 días, al mismo tiempo el pico 4 (deshidroxilación de la cal) se va reduciendo con la edad de curado producto del consumo de cal por parte de la puzolana.

En las pastas con un porcentaje de geopolímero de 30, 40 y 50% hasta los 7 días de curado apenas se puede apreciar la deshidroxilación de la cal (pico 4), con el 20% solo tiene este pico hasta los 3 días y con un 10 GEOP este pico 4 (CH) desaparece a los 28 días de curado. No se puede asegurar si esta pérdida de hidróxido de calcio corresponde solo a la reacción puzolánica ya que puede haber también una incorporación de calcio a los geles geopoliméricos.

La pasta 100% geopolímero para todas las edades presenta el único pico asignado a la deshidratación del gel N-A-S-H. En la tabla 14 se muestra los datos de pérdida de masa total para las edades de curado cortas.

Tabla 14

Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/FCC-geopolímero en edades cortas de curado

| Porcentaje de pérdida de la pasta cal/FCC-geopolímero [%] | | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| Días | 1 | 2 | 3 | 7 | 28 |
| CTROL | 14,79 | 15,48 | 15,88 | 17,42 | 20,60 |
| 10 GEOP | 14,22 | 15,21 | 15,44 | 18,77 | 23,05 |
| 20 GEOP | 14,19 | 15,41 | 17,60 | 18,30 | 19,87 |
| 30 GEOP | 16,11 | 19,87 | 17,37 | 20,18 | 23,59 |
| 40 GEOP | 15,77 | 15,13 | 19,23 | 17,05 | 22,92 |
| 50 GEOP | 12,87 | 11,21 | 13,16 | 12,77 | 18,75 |
| 100 GEOP | 13,83 | 13,65 | 14,08 | 14,43 | 15,50 |

Podemos apreciar que las menores pérdidas de masa se producen en las pastas 50 GEOP, menos para 28 días de curado, donde el 100 GEOP presenta una menor pérdida, además este 100 GEOP ocupa el segundo lugar con las menores pérdidas.

Este comportamiento es lógico puesto que el agua asociada a los geles N-A-S-H es inferior respecto de los geles SCH, SACH, ACH, lo que podría indicar que en la pasta 50 GEOP predomina la reacción geopolimérica frente la reacción puzolánica y únicamente se veía un pico a temperaturas más bajas que podría corresponder tanto a los geles N-A-S-H como al gel SCH.

La pérdida de masa aumenta a medida que aumenta la edad de curado, siendo mayor para el caso de la pasta CTROL a un día de curado (14,79% en 1d y 20,60% en 28d), que las pastas que contienen geopolímero, por ejemplo para el 50 GEOP tenemos 12,87% en 1día y 18,75% en 28 días de curado, pero en ambos casos desde 1 a 28 días tiene un rango aproximadamente de pérdida del orden de 6%.

Generalmente, la pasta donde mayores porcentajes de pérdida de masa se observa, son las que corresponde a las pastas con un 30% de geopolímero, lo que podría estar indicando una mayor formación de productos de reacción en esta pasta.

A continuación, en la figura 23 se muestra las curvas DTG de las pastas control cal/FCC-geopolímero para las edades largas de curado, se vuelve a incluir 28 días de curado por ser la edad de transición entre las edades más cortas y largas de curado.

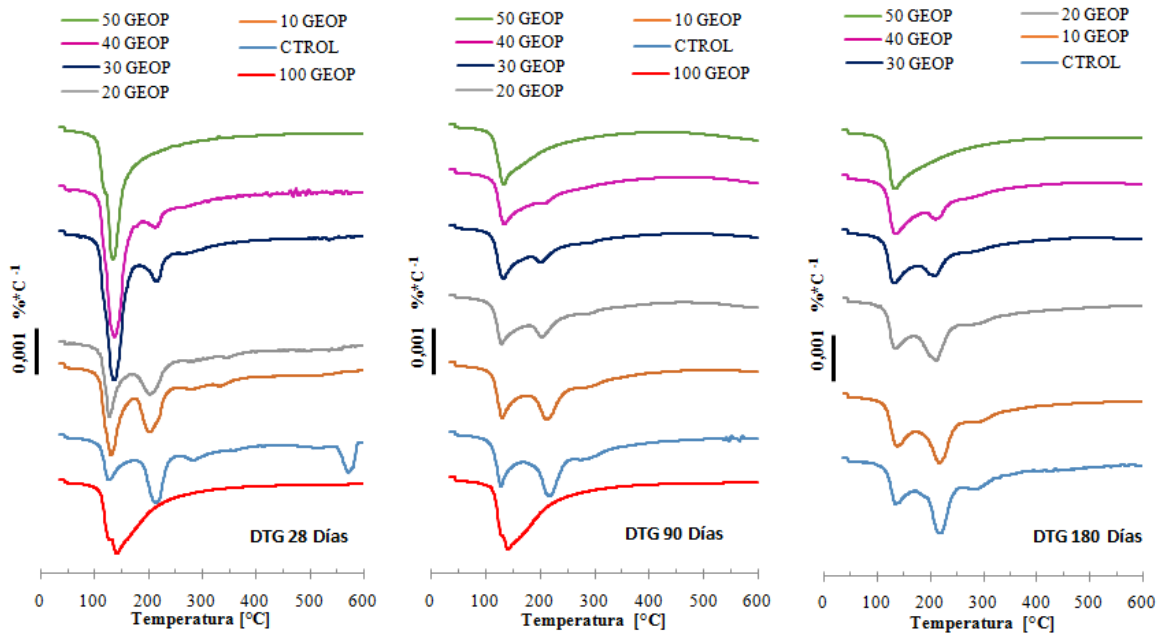


Figura 23 DTG para las pastas cal/FCC-geopolímero para edades largas de curado

Se puede observar que para un 50 GEOP solo aparecen los geles N-A-S-H posiblemente solapados con los geles SCH, es el mismo comportamiento que para las edades cortas de curado.

Para el CTROL el pico 4 (CH) desaparece a los 90 y 180 días de curado, lo que indica que la puzolana ha consumido toda la cal en estas edades.

Las pastas con geopolímero tienen un comportamiento muy similar, desde el 10 hasta un 40GEOP se observa el pico correspondiente a los geles SACH-ACH y el pico 5 (N-A-S-H) que estaría solapada con el pico 1 (SCH).

La pasta 100 GEOP presenta únicamente el pico correspondiente a los geles N-A-S-H, no se ha representado esta pasta a los 180 días de curado porque esta pasta se realizó posteriormente al resto de pastas y todavía no ha cumplido dicha edad de curado.

En la tabla 15 se presenta los datos correspondientes a la pérdida total de masa de las pastas cal/FCC-geopolímero para las edades largas de curado.

Tabla 15

Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/FCC-geopolímero en edades largas de curado

| Porcentaje de pérdida de las pasta cal/FCC-geopolímero [%] | | | |
|--|-------|-------|-------|
| Días | 28 | 90 | 180 |
| CTROL | 20,60 | 18,67 | 20,67 |
| 10 GEOP | 23,05 | 18,05 | 20,53 |
| 20 GEOP | 19,87 | 16,40 | 19,53 |
| 30 GEOP | 23,59 | 15,51 | 16,69 |
| 40 GEOP | 22,92 | 15,25 | 17,00 |
| 50 GEOP | 18,75 | 15,56 | 15,11 |
| 100 GEOP | 15,50 | 15,18 | --- |

La pérdida de masa para el CTROL (18,67% en 90d y 20,67% en 180d), no presenta mucha diferencia entre estas edades, porque el rango de pérdida es aproximadamente de 2%, un caso similar presentan las pastas con geopolímero (50 GEOP; 15,11% en 180d y 18,75% en 28d), en ambos casos las pérdidas son menores con respecto a las edades cortas (6%), lo que puede suponer una reconversión de productos de reacción con una consiguiente menor pérdida de masa. Este comportamiento se produce en general para todas las pastas ensayadas, teniendo pérdidas de masa inferiores a 180 días de curado que las correspondientes a los 28 días de curado.

- Segunda Parte: Pastas cal/CCA-geopolímero

Al igual que en la primera parte antes de analizar los resultados de las pastas se comienza poniendo un ejemplo de una pasta control cal/CCA con una dosificación 1/2, y una pasta 100% geopolímero, ambas curadas a los 7 días, para identificar los productos de reacción formados.

Se ha escogido la edad de 7 días de curado para el ejemplo porque en ella, la pasta control cal/CCA todavía se observa el pico 4 correspondiente a la deshidroxilación de la cal, pico que desaparece a los 28 días de curado en este tipo de pastas.

En la figura 24 podemos observar que la pasta control solo presenta el pico 1(100°-180°C) asociado a los geles SCH y el pico 4 (520°-580°C) que corresponde a la deshidroxilación de cal (CH), ambos picos ya fueron descritos en la parte primera del presente apartado. En

este caso el único producto resultante de la reacción puzolánica es el silicato cálcico hidratado puesto que la ceniza de cáscara de arroz apenas presenta óxido de aluminio en su composición y por lo tanto no se forman ni aluminatos ni silicoaluminatos cálcicos hidratados.

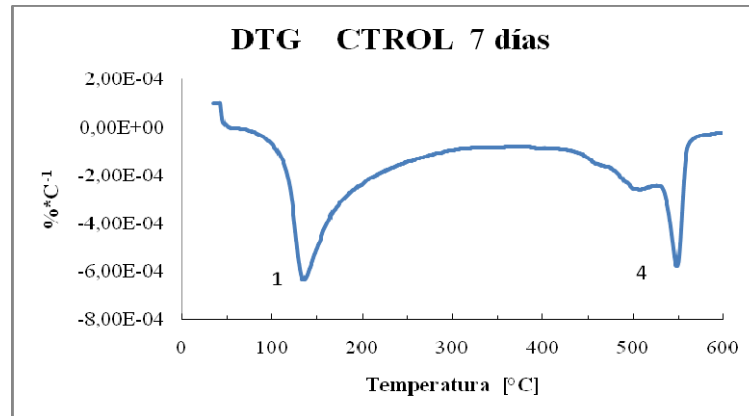


Figura 24 DTG para la pasta control cal/CCA para 7 días de curado

En la figura 25 se observa solo el pico 5 correspondiente asignado a los geles N-A-S-H, este pico ya se comentó anteriormente y es el único que se forma en la reacción del geopolímero de FCC.

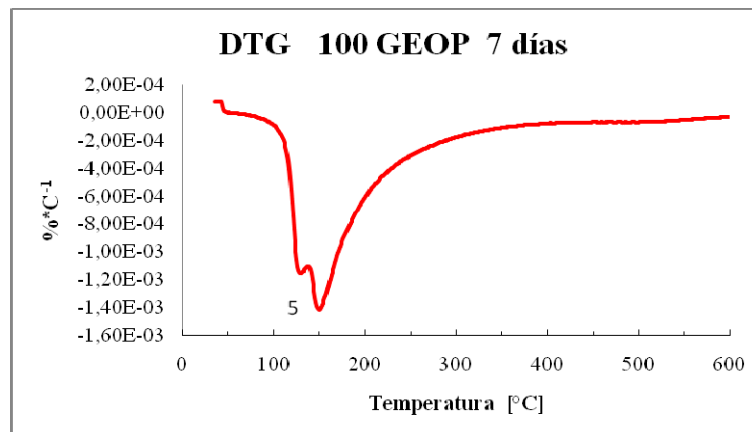


Figura 25 DTG para una pasta con 100% geopolímero a los 7 días de curado

A continuación, en la figura 26 se muestran las curvas DTG de todas las pastas cal/CCA-geopolímero correspondientes a edades cortas de curado.

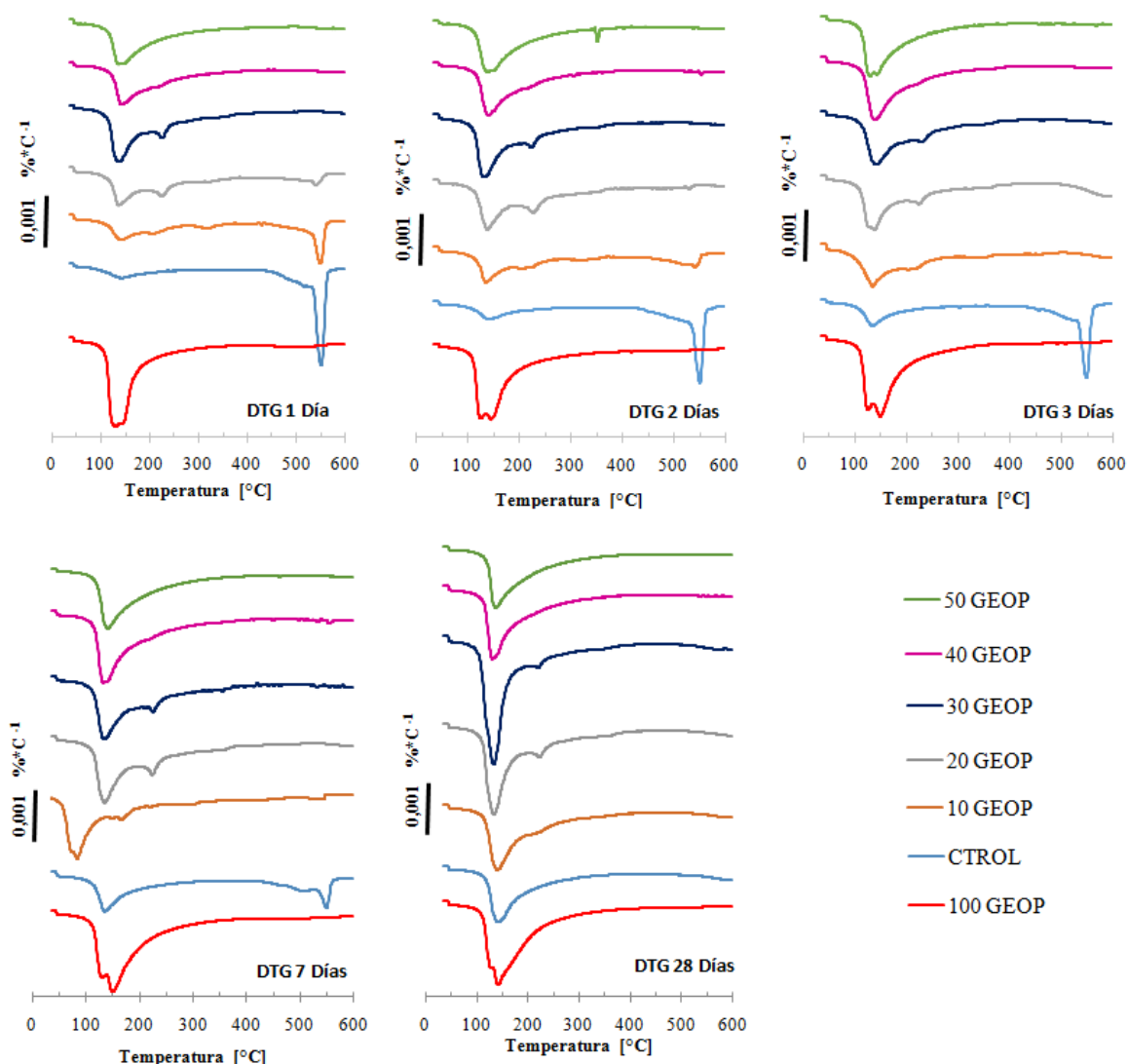


Figura 26 DTG para las pastas cal/CCA-geopolímero para edades cortas de curado

Para la pasta CTRL se puede observar que a medida que transcurre la edad de curado el pico 1 (gel SCH) va creciendo, a partir de 3 días de curado ya se distingue con mayor claridad este gel puesto que para 1 y 2 días de curado apenas es visible.

Asimismo, para la pasta CTRL cabe indicar que el pico 4 (CH) desaparece a los 28 días, lo que indicaría que la cal ha sido consumida por la puzolana a esta edad de curado, este comportamiento es previsible puesto que se ha puesto el doble de puzolana que de cal por

lo tanto es normal que a dicha edad la totalidad de la cal haya sido consumida en la reacción puzolánica.

La pasta 10 GEOP hasta los 2 días mantiene el pico 4 (CH) y luego desaparece, también a media que aumenta el tiempo se ve más desarrollado el pico 5 (N-A-S-H), que podría estar solapando a los geles SCH (pico 1), e incluso la aparición de un pequeño pico de SACH-ACH formado por la presencia de FCC proveniente de la matriz geopolimérica. Parte del FCC puesto en la matriz geopolimérica puede actuar como puzolana consumiendo también la cal.

Para un 20 y 30 GEOP apenas se puede observar un pequeño hombro correspondiente a los productos de reacción SACH-ACH, para las edades de 1 a 7 días, al mismo tiempo se observa el pico (N-A-S-H) solapado previsiblemente al pico de los SCH que va creciendo con el transcurso de la edad de curado.

Igual que ocurría para las pastas cal/FCC-geopolímero el comportamiento del 50 GEOP y 40 GEOP es similar, desarrollando únicamente los geles N-A-S-H, que podrían estar solapando a los geles SCH. En la tabla 16 se presenta los datos correspondientes a la pérdida total de masa de las pastas cal/CCA-geopolímero para las edades cortas de curado.

Tabla 16

Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/CCA-geopolímero en edades cortas de curado

| Porcentaje de pérdida de las pasta cal/CCA-geopolímero [%] | | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| Días | 1 | 2 | 3 | 7 | 28 |
| CTROL | 8,31 | 8,29 | 9,07 | 9,34 | 12,10 |
| 10 GEOP | 8,58 | 9,54 | 10,30 | 12,41 | 13,69 |
| 20 GEOP | 10,15 | 12,12 | 12,69 | 13,20 | 15,40 |
| 30 GEOP | 12,03 | 12,77 | 12,59 | 13,22 | 17,47 |
| 40 GEOP | 9,96 | 11,61 | 12,40 | 13,33 | 13,70 |
| 50 GEOP | 9,61 | 11,19 | 12,17 | 11,84 | 12,61 |
| 100 GEOP | 13,83 | 13,65 | 14,08 | 14,43 | 15,50 |

Podemos observar que las menores pérdidas se dan en todos los casos para la pasta CTROL y entre los 7 y 28 días se produce una mayor diferencia (de 9,34 a 12,10%), esto podría explicar lo que se observó en las curvas DTG que a los 28 días se pierde el pico 4 (deshidroxilación de la cal) y se forman más productos de reacción.

Las mayores pérdidas se dan con pastas 100 GEOP, con excepción de los 28 días donde la mayor pérdida es para la pasta 30 GEOP.

Las pastas cal/FCC-geopolímero tienen mayores porcentajes de pérdida que las pastas control cal/CCA-geopolímero, esta diferencia podría ser debido a la mayor variedad de productos de reacción que se producen en el primer tipo de pastas, ya que en ese tipo de pastas en la reacción puzolánica se forman como productos de reacción los SCH, ACH, SACH y los geles N-A-S-H en los que contienen geopolímero.

A continuación, en la figura 27 se muestra las curvas DTG para las edades largas.

Para el caso de las curvas DTG para las edades largas (figura 27) podemos observar que el CTROL únicamente presenta el pico correspondiente a los geles SCH (pico 1) como ya se había observado en edades más cortas de curado.

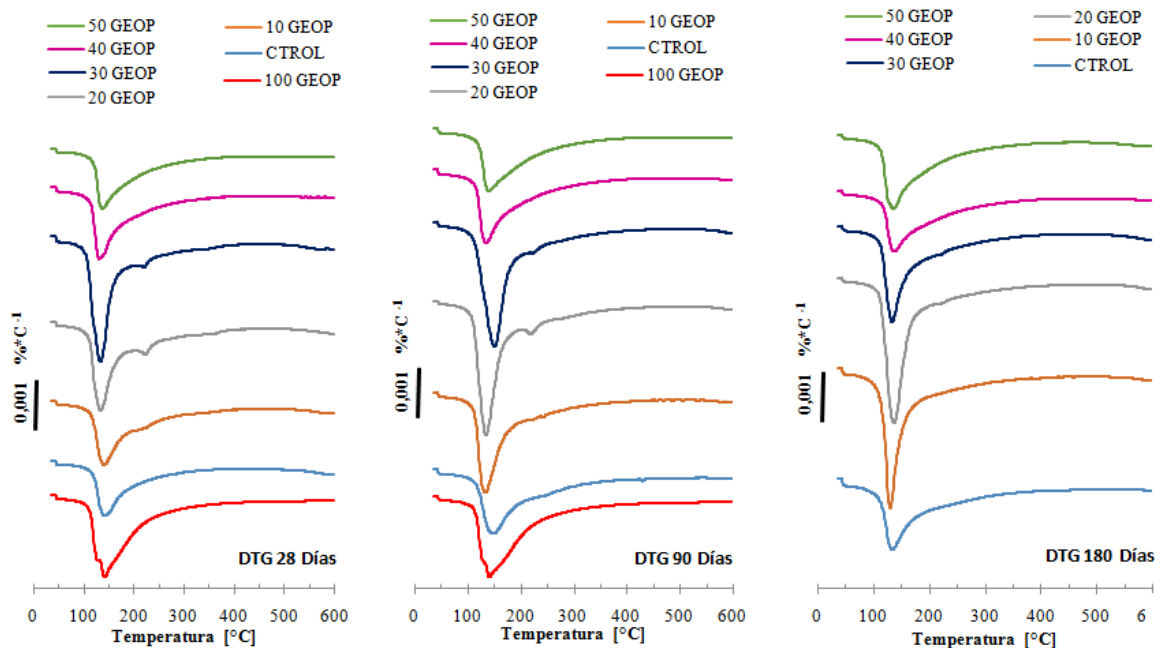


Figura 27 DTG para las pastas cal/CCA-geopolímero para edades largas de curado.

Las pastas con geopolímero de 10 hasta el 50 GEOP tienen, más o menos un comportamiento similar, pero para las pastas del 20 y 30 GEOP se puede apreciar mínimamente el pico asociado a los SACH-ACH a los 28 y 90 días de curado,

posiblemente como ya se ha comentado debido a la presencia del FCC proveniente del geopolímero, a los 180 días de curado desaparece dicho pico.

Para las pastas con un 40 y 50 GEOP se puede observar solo el pico correspondiente a los N-A-S-H (pico 5), que al igual que casos anteriores podría estar solapando a los geles SCH (pico 1).

En la tabla 17 se presentan los porcentajes de pérdida total de las pastas cal/CCA-geopolímero para las edades largas.

Tabla 17

Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/CCA-geopolímero en edades largas de curado

| Porcentaje de pérdida de las pasta cal/CCA-geopolímero [%] | | | |
|--|-------|-------|-------|
| Días | 28 | 90 | 180 |
| CTROL | 12,10 | 13,71 | 13,54 |
| 10 GEOP | 13,69 | 15,46 | 16,19 |
| 20 GEOP | 15,40 | 17,78 | 17,81 |
| 30 GEOP | 17,47 | 17,73 | 15,26 |
| 40 GEOP | 13,70 | 13,87 | 12,95 |
| 50 GEOP | 12,61 | 13,03 | 14,72 |
| 100 GEOP | 15,50 | 15,18 | --- |

En la tabla 17 se puede observar que las mayores pérdidas se encuentran para las pastas con un 20 GEOP, excepto para los 28 días de curado donde el mayor porcentaje se encuentra en la pasta con el 30 GEOP, siendo este último el segundo con las mayores pérdidas.

Al igual que las edades cortas, las menores pérdidas son para las pastas CTROL, en este caso en todas las pastas existe un mayor porcentaje de pérdida de masa conforme avanza la edad de curado.

Las principales conclusiones que se pueden extraer del estudio termogravimétrico de las pastas cal/FCC-geopolímero y cal/CCA-geopolímero se detallan a continuación:

- El consumo total de la cal producto de la reacción puzolánica se produce en un tiempo de curado más corto en las pastas cal/CCA debido a la mayor presencia de puzolana en esta pasta, relación 1/2 respecto a la pasta cal/FCC que únicamente tiene una relación 1/1.
- En las pastas donde existe presencia de geopolímero conforme aumenta el porcentaje de este último existe un mayor desarrollo del pico centrado sobre los 150°C, esta pérdida seguramente será debida al solapamiento de los picos correspondientes a los geles N-A-S-H y CSH.
- El porcentaje de pérdida total de las pastas cal/FCC-geopolímero es mucho mayor que en las pastas cal/CCA-geopolímero, ya que la variedad de productos formados en las pastas con FCC es mayor.
- En general, las pastas con un 30% geopolímero presentan las mayores pérdidas de masa, lo que podría indicar un mayor desarrollo de productos de reacción y un posible mejor comportamiento mecánico, datos que habrá que corroborar posteriormente en el apartado de evolución de resistencias mecánicas.
- En ambos tipos de matrices puede existir un posible consumo de cal en la reacción del geopolímero, parte del calcio de la cal se podría incorporar a la reacción de geopolimerización, esta hipótesis no se puede corroborar con los datos de termogravimetría puesto que tanto los geles N-A-S-H, como los geles SCH, así como un posible gel (C, N)-A-S-H aparecerían representados en un mismo intervalo de temperatura en la curva DTG.

4.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

En este apartado referente a la microscopia electrónica de barrido, primeramente se presentara a las pastas cal/FCC-geopolímero, y posteriormente las pastas cal/CCA-geopolímero, para ambos casos la edad de curado corresponden a los 3, 7, 28 y 90 días.

A continuación, se presenta las pastas cal/FCC-geopolímero.

En la figura 28 se puede observar a las pastas control (Ctrol) y 10 GEOP a los 3 días de curado presentan un aspecto muy similar, ambas matrices son muy porosas, donde además aparece la formación de unos pequeños cristales laminares probablemente de SACH y a un material más amorfo seguramente correspondiente al SCH.

En la pasta 20 GEOP se comienza a apreciar una matriz mucho mas densificada y con mayor formación de productos de reacción, el gran cambio producido por la presencia de geopolímero se observa a partir de la pasta 30 GEOP donde la matriz es mucho más densa respecto a las anteriores, en donde la presencia de cristales en forma de placas apenas es visible.

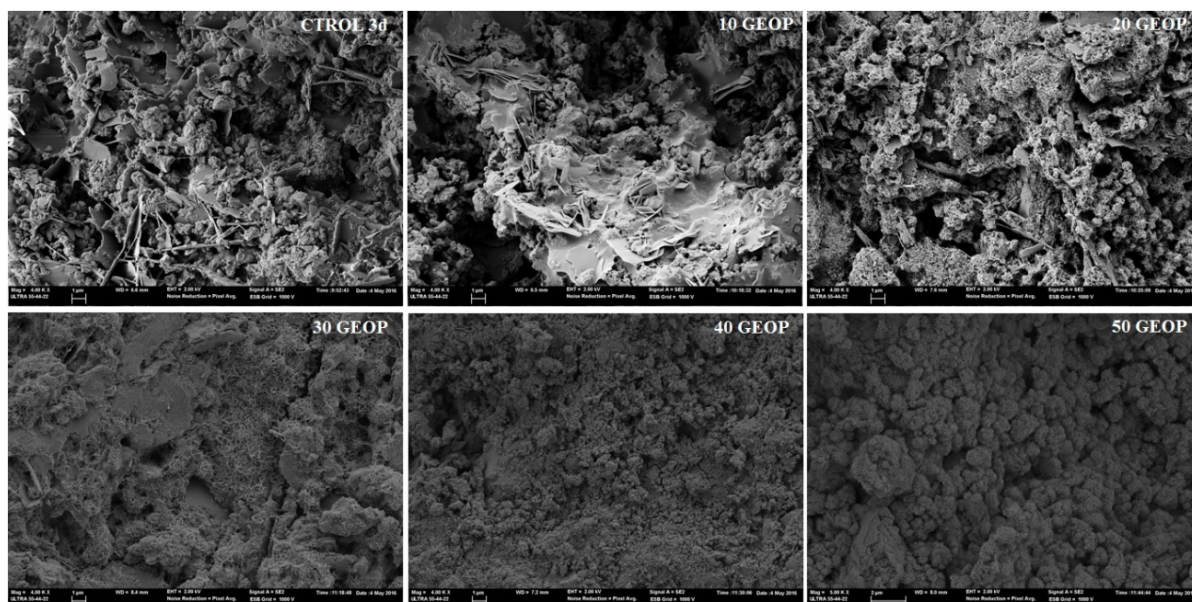


Figura 28 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 3 días de curado

En las pastas 40 GEOP y 50 GEOP presentan un aspecto totalmente distinto a las anteriores, apareciendo como matrices totalmente densificados con la formación de un producto amorfo atribuido al gel N-A-S-H que cubre toda la superficie de la muestra, también puede existir presencia de SCH.

En la siguiente figura 29 se muestran más imágenes a los 3 días de curado para las pastas cal/FCC-geopolímero, cuyas micrografías se ha realizado a un mayor número de aumentos y tiene por objetivo ver con mejor detalle los productos de la reacción. En la pasta control ahora podemos apreciar con mayor detalle los productos laminares comentados anteriormente, al igual que la pasta 10 GEOP.

En la pasta 20 GEOP se observa la formación de un producto amorfo que se atribuye normalmente al producto de hidratación SCH. En la pasta 30 GEOP se observa la formación de estructuras cristalinas que podrían tratarse de productos propios de la reacción de geopolimerización, puesto que este tipo de productos no se han observado en ningún caso para las pastas control. Estos mismos tipos de productos se observan con la pasta 40 GEOP. Por último, viendo en detalle la pasta 50 GEOP se observa la forma granular y compacta de los productos formados.

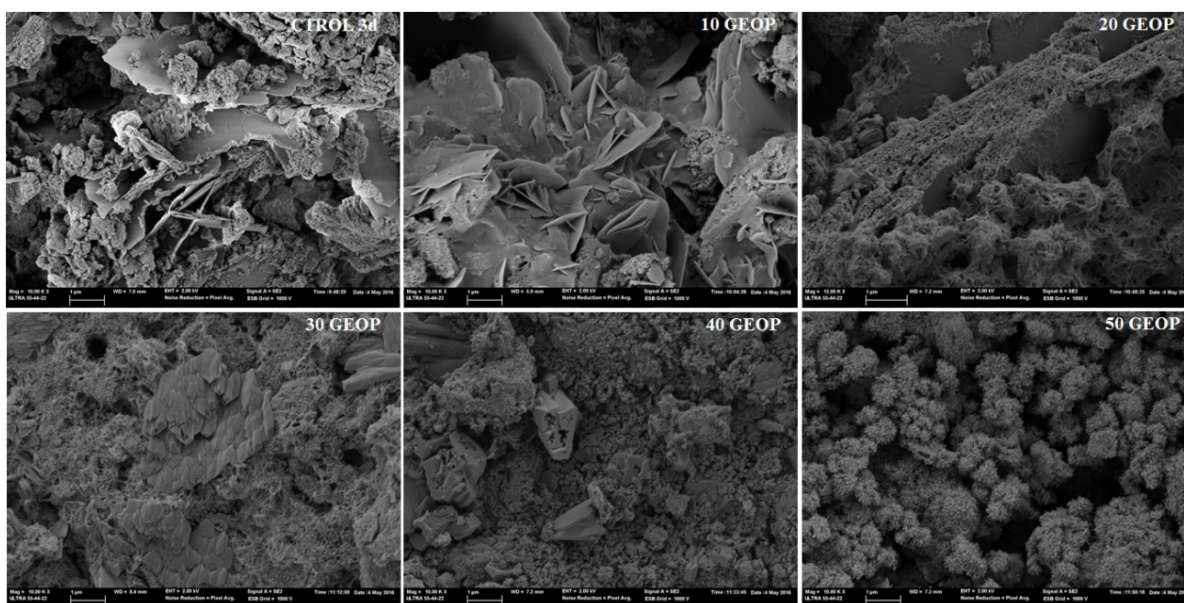


Figura 29 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 3 días de curado

Cuando aumenta la edad de curado hasta los 7 días (figura 30) se obtiene una mayor densificación en la pasta control, y en esta los productos observados son los mismos que a los 3 días. La pasta 10 GEOP presenta un aspecto intermedio entre la pasta de cal y las pastas con mayor porcentaje de GEOP, puesto que se ve la formación de algún microcristal que podría tratarse de una zeolita. En la pasta 20 GEOP se observa productos típicos de la reacción puzolánica viéndose los cristales planos atribuidos a los SACH- ACH.

En la pasta 30 GEOP se observa los cristales ya citados anteriormente típicos de la reacción de geopolimerización y que aparecen distribuidos a lo largo de una matriz muy densa. La pasta 40 GEOP es muy similar a la observada a los 3 días de curado, al igual que la 50 GEOP donde se observa claramente la formación de un gel amorfo que se distribuye en forma de agrupaciones circulares.

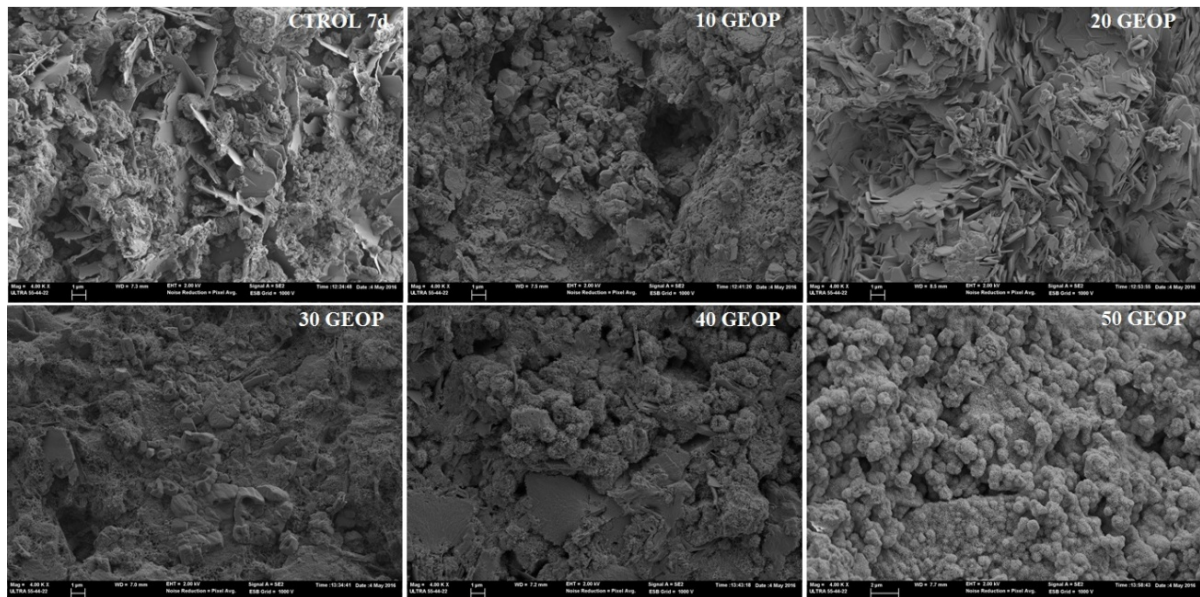


Figura 30 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 7 días de curado

Para la edad intermedia de 28 días de curado, en la figura 31 se ha escogido micrografías a un elevado número de aumentos para ver con detalle los productos de reacción, tanto para la pasta control como 10 GEOP y 20 GEOP se observa los cristales en forma laminar que se atribuye a los geles SACH-ACH. En la pasta control aparece un material más amorfo atribuido a los SCH. En el caso de la pasta 20 GEOP junto a los cristales laminares aparecen otros de un tamaño muy inferior y que seguramente se trate de productos de la reacción de geopolimerización.

Una ampliación hasta los 20000 aumentos en la pasta 30 GEOP nos muestra con detalle estos productos geopoliméricos. Se forman cristales que se agrupan formando estructuras mayores. Normalmente se trata de productos zeolíticos propios de la reacción de geopolimerización.

Hasta en la pasta 40 GEOP somos capaces de ver los productos típicos de la reacción puzolánica, como son los geles SACH-ACH, de hecho por los estudios de termogravimetría se observó la presencia de estos productos en todas las pastas excepto para la pasta 50 GEOP. Este resultado se ha comprobado por el estudio microscópico donde somos capaces de ver dichos productos en todas las edades vistas hasta ahora a excepción de dicha pasta 50 GEOP.

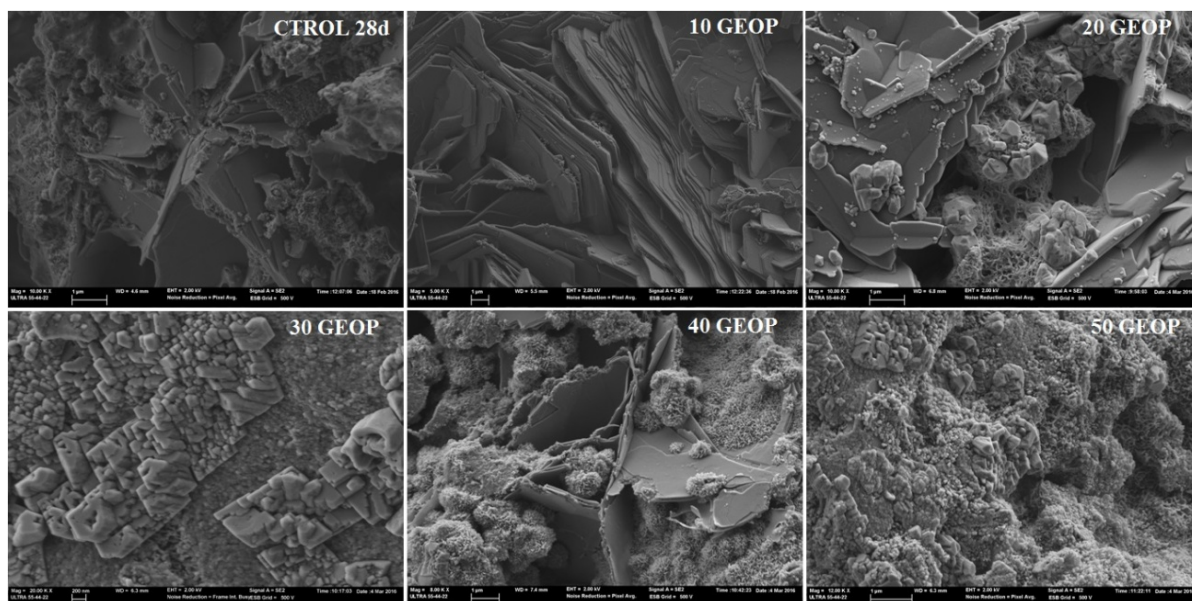


Figura 31 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 28 días de curado

En la figura 32 cabe destacar en primer lugar que la pasta control ha conseguido transformarse de una matriz muy porosa a 3 días de curado a una matriz muy densa a los 90 días de curado, como resultado de la continua formación de productos de hidratación.

El resto de las pastas que contienen geopolímero también presentan un aspecto denso y compacto. Se observa los productos laminares de SACH-ACH tanto en la pasta 10 GEOP como en la 20 GEOP, y en el resto de las pastas GEOP se observa la formación de productos amorfos y compactos, seguramente atribuidos a la mezcla de los productos resultantes tanto de la reacción puzolánica como de la reacción geopolimérica.

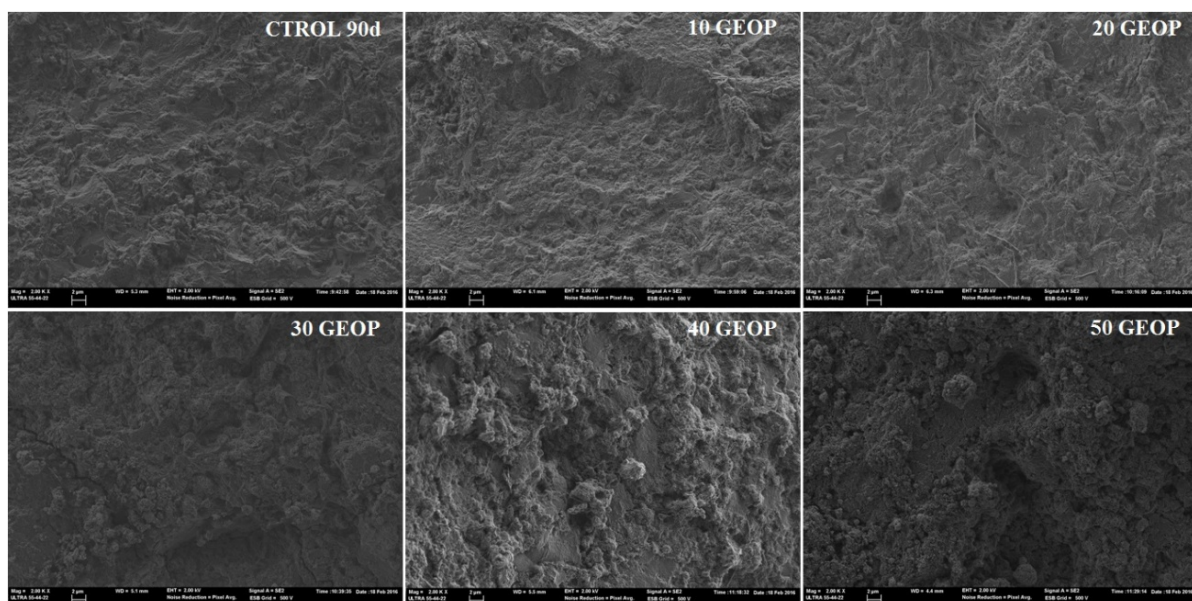


Figura 32 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 90 días de curado

A esta edad de curado (90 días) también se ha escogido una serie de micrografías tomadas a un elevado número de aumentos, y que se muestra a continuación en la figura 33.

Cuando se observan en detalle las micrografías de las pastas que contienen geopolímero en todos ellos se ve la formación de unos cristales de pequeño tamaño que a menudo tiene como forma cuadrada o alargada y que regularmente sean zeolitas producto de la reacción geopolimérica. Pero en la muestra 50 GEOP donde se observa menor formación este tipo de cristales.

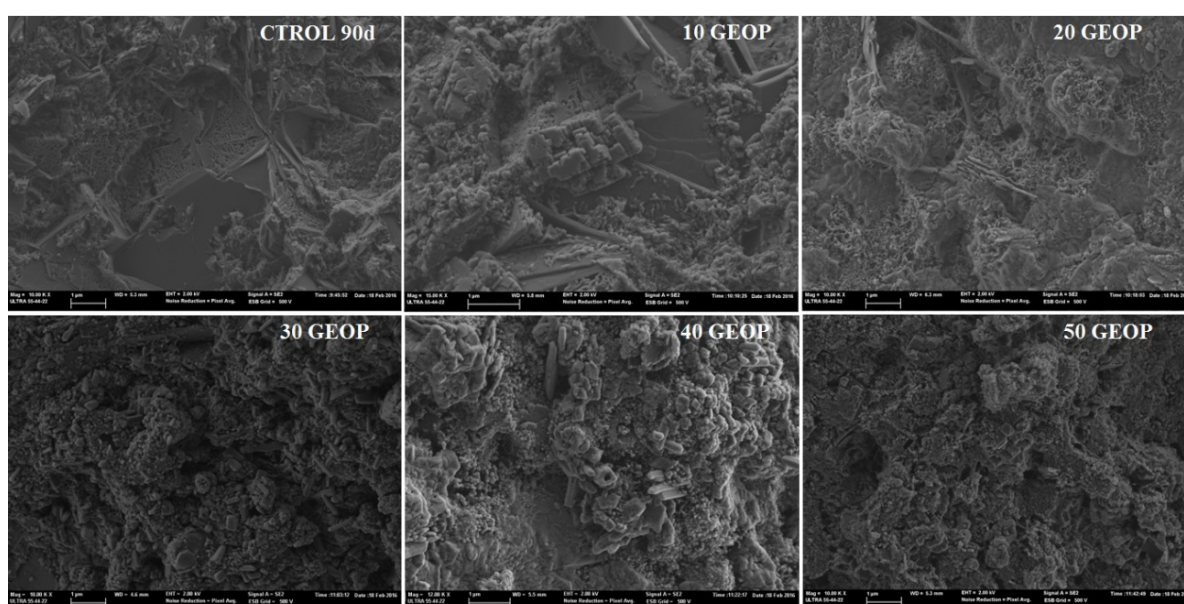


Figura 33 Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 90 días de curado

Continuando con el análisis de microscopía electrónica de barrido, a continuación describimos a las pastas cal/CCA-geopolímero. Hay que indicar que no se dispone de micrografía para la pasta control cal/CCA a 3 días de curado, porque ésta era demasiado blanda para conseguir un fragmento con la suficiente consistencia para su estudio por microscopía electrónica.

En la figura 34 aparecen las micrografías para las pastas cal/CCA-geopolímero, donde se puede observar que las pastas con presencia de GEOP cuyo precursor es el FCC, tienen una matriz muy densa para todas ellas. En general, el producto principal que se observa es un gel amorfo que será mezcla de los productos SCH y N-A-S-H. En algunas de las

micrografías se observa pequeñas placas correspondientes a los productos tipo SACH-ACH debido a la presencia del FCC aportado por la matriz geopolimérica.

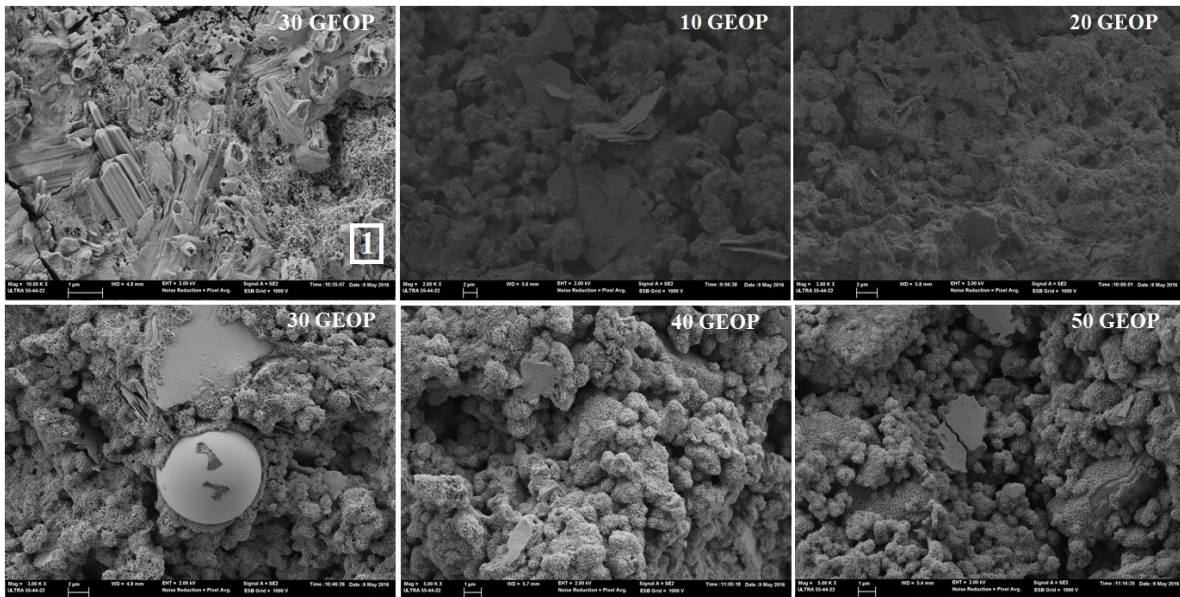


Figura 34 Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 3 días de curado

Para la pasta 30 GEOP se eligió también una micrografía donde se observan una especie formaciones planas separadas y productos redondeados con huecos que pueden ser productos zeolíticos (figura 34-1).

Continuando con las pastas cal/CCA-geopolímero en la figura 35 se muestran las micrografías para los 7 días de curado, donde la pasta control aparece presentando una superficie mas porosa formada por los geles amorfos de SCH. Las pastas con GEOP presentan una estructura más compacta y densa tal como se muestra por ejemplo la pasta con 10 GEOP. En la pasta 20 GEOP se observa la presencia de geles amorfos pero también la formación de cristales pequeños seguramente de naturaleza zeolítica, lo mismo sucede en la pasta 30 GEOP, para la cual se ha escogido un micrografía a mayores aumentos para observar con mayor detalle este tipo de formaciones (figura 36).

Las pastas 40 GEOP y 50 GEOP presentan una imagen con mayor cantidad de geles amorfos, seguramente representado tanto por el gel SCH como también por el gel N-A-S-H.

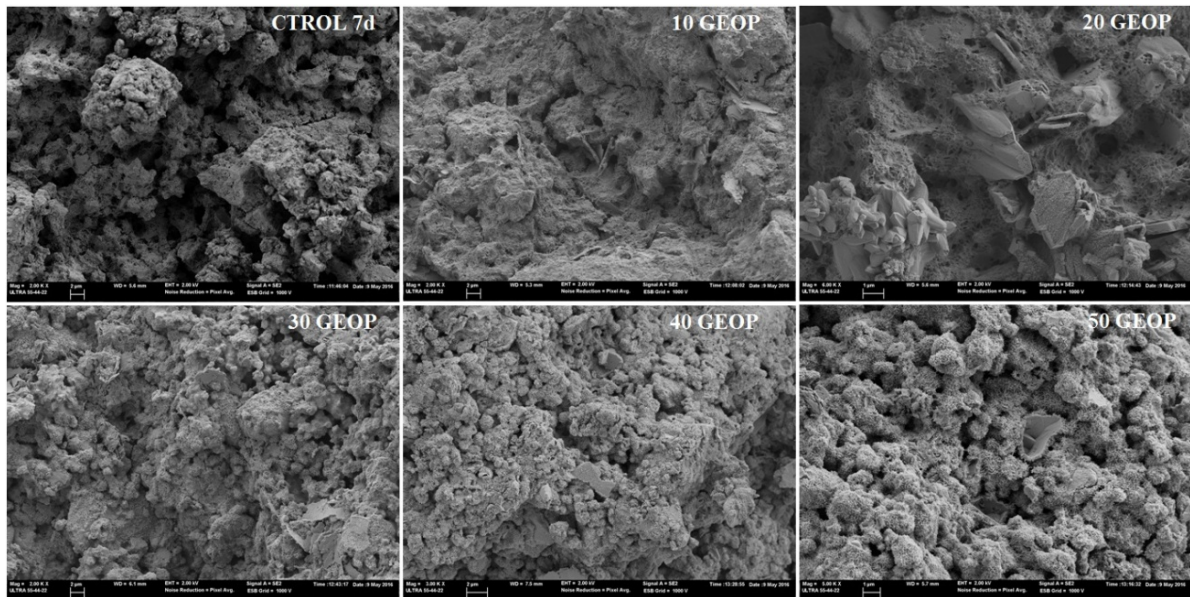


Figura 35 Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 7 días de curado

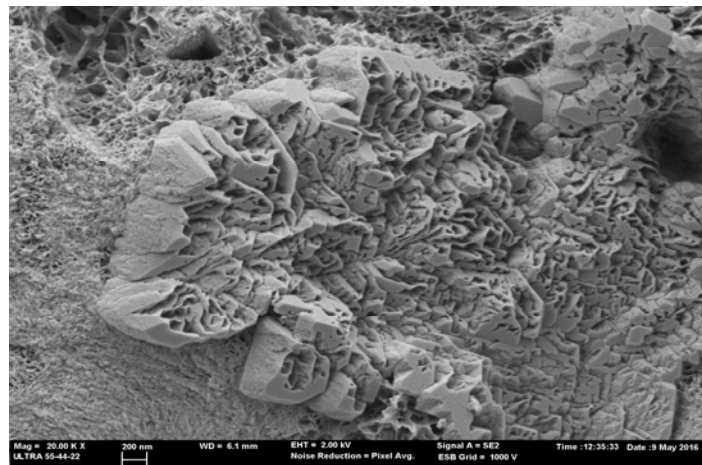


Figura 36 Micrografía 30 GEOP de la pasta cal/CCA-geopolímero a 7 días de curado

Las imágenes de las micrografías para las pasta cal/CCA-geopolímero curadas a 28 días se presenta en la figura 37.

La muestra control presenta el mismo tipo de comportamiento observado a los 7 días de curado, es decir, la presencia de los productos de reacción amorfos. En el apartado de termogravimetría ya se concluyó que el único producto formado en este tipo de mezclas es el silicato cálcico hidratado (SCH).

En la pasta 30 GEOP se observaron los cristales ya descritos en otras edades de curado que corresponden a la reacción de geopolimerización.

En las pastas 40 y 50 GEOP se observa la formación del gel amorfo distribuido en forma de esferas, en esta última pasta (50 GEOP) aparece como una esfera de FCC totalmente reaccionada.

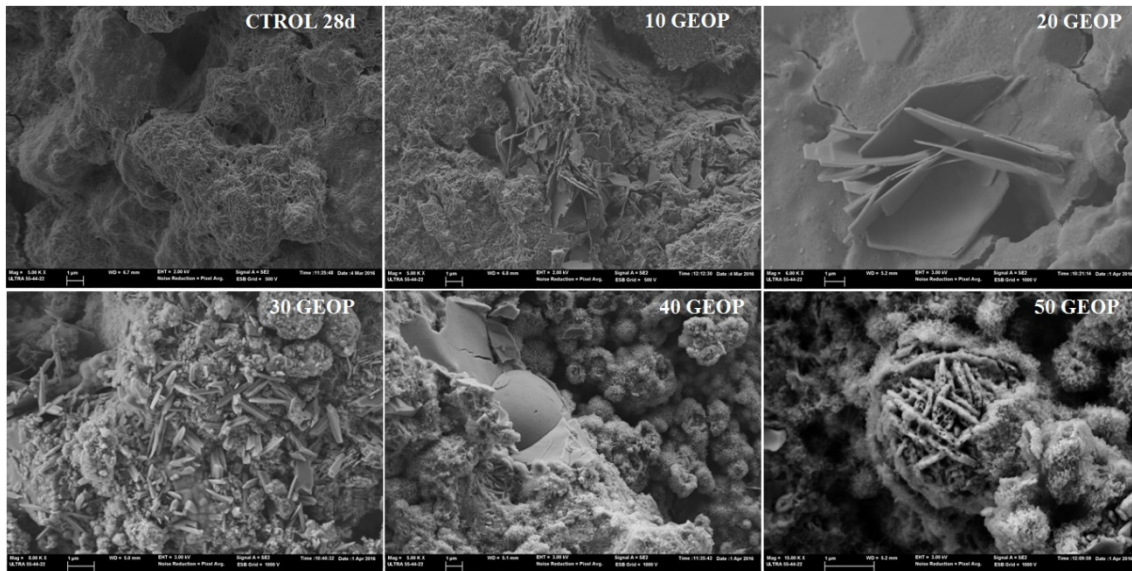


Figura 37 Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 28 días de curado

Por último y para terminar con la descripción de las pastas cal/CCA-geopolímero en la figura 38 se muestra las micrografías para los 90 días de curado.

En ellos no se observa prácticamente ningún cambio respecto a lo anteriormente comentado para los 28 días de curado. En las pastas que incluyen GEOP se obtiene una matriz más densa y compacta que respecto del control. Además deformarse estructuras cristalinas tipo zeolitas tal como se muestra en la micrografía de la pasta 20 y 30 GEOP.

Las micrografías se ven como ya ocurría para los 28 días de curado la formación de gels amorfos en forma esferoidal es más visible para las pastas 40 y 50 GEOP.

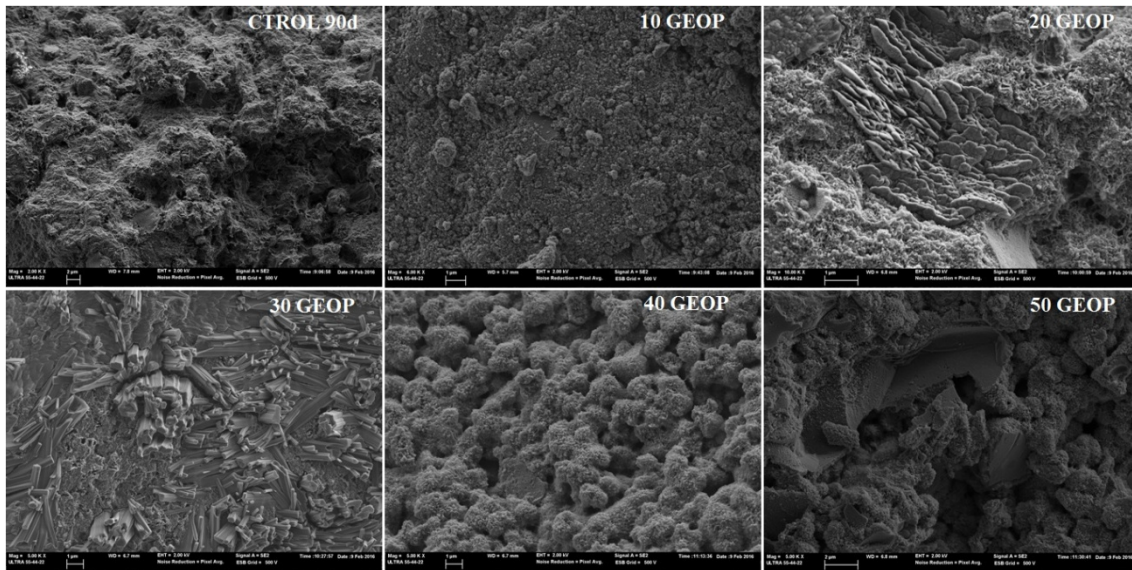


Figura 38 Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 90 días de curado

A continuación en el siguiente apartado del trabajo se explicara lo referente a la resistencia mecánica.

4.3 Resistencias mecánicas

Este apartado está estructurado en 3 fases desarrolladas durante el presente trabajo, y como se percibirá más adelante, cada fase lleva asociada un tipo de amasado diferente descrito anteriormente. Para mejor comprensión de las gráficas y tablas se utiliza la siguiente notación: tipo de amasado, puzolana utilizada, control o tipo de mezcla, % de sustitución.

Así, por ejemplo:

1 FCC Ctr0l 0 significa: amasado tipo 1, mortero de cal/FCC, control, 0% de geopolímero.

1 CCA GCom 10 significa: amasado tipo 1, mortero de cal/CCA con un 10% de sustitución en peso de mortero de cal/CCA por geopolímero con FCC, se utilizó como precursor FCC y una mezcla de silicato sódico comercial e hidróxido de sodio como activador alcalino.

3 CCA GRes 10 significa: amasado tipo 3, mortero de cal/CCA con un 10% de sustitución en peso de mortero de cal/CCA por geopolímero, se utilizó como precursor FCC y como activador alcalino una mezcla de CCA (fuente de sílice) e hidróxido de sodio para la obtención de silicato sódico.

A continuación, presentamos la primera fase de trabajo donde únicamente se utilizó como activador alcalino una mezcla de silicato sódico e hidróxido sódico.

- Primera Fase del trabajo.

Esta fase corresponde a la elaboración de los morteros cal-puzolana-geopolímero (cal/FCC-geopolímero o cal/CCA-geopolímero) amasados según el procedimiento tipo 1 y utilizando en la elaboración del geopolímero únicamente el silicato sódico comercial e hidróxido de sodio. Los morteros de curaron en cámara húmeda entre 1 y 270 días.

Iniciaremos diciendo que desde un principio los morteros de cal/CCA-geopolímero presentaron una mayor trabajabilidad respecto de los morteros de cal/FCC-geopolímero, para este último el mortero con el 50% de sustitución ya presentaba dificultad de amasado y vibrado. En la tabla 18 se representan los resultados de resistencia a la compresión obtenidos por los morteros cal/FCC-geopolímero, en la cual podemos observar que las sustituciones del 30 y 40% corresponden a las mayores resistencias obtenidas.

Tabla 18

Resistencia a la compresión de morteros cal/FCC-geopolímero y su desviación estándar para todas las edades de curado

| Resistencia a la compresión de morteros cal/ FCC-geopolímero comercial [MPa] | | | | | | |
|--|-----------------|------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Día de Curado | Mortero Control | % de Sustitución | | | | |
| | | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
| 1 | 1,43 ± 0,04 | 2,08 ± 0,05 | 5,41 ± 0,24 | 9,21 ± 0,13 | 14,90 ± 0,64 | 5,91 ± 0,35 |
| 2 | 1,66 ± 0,15 | 3,01 ± 0,20 | 8,08 ± 0,43 | 13,14 ± 0,35 | 19,57 ± 0,44 | 8,60 ± 0,27 |
| 3 | 1,94 ± 0,07 | 4,36 ± 0,15 | 10,02 ± 0,22 | 15,90 ± 0,27 | 19,90 ± 0,92 | 11,59 ± 0,64 |
| 7 | 3,59 ± 0,08 | 9,06 ± 0,13 | 14,56 ± 0,32 | 19,20 ± 0,85 | 24,65 ± 0,90 | 13,10 ± 0,16 |
| 28 | 10,44 ± 0,25 | 14,48 ± 0,77 | 17,48 ± 0,27 | 20,18 ± 0,88 | 25,56 ± 0,68 | 16,79 ± 0,13 |
| 90 | 14,27 ± 0,23 | 21,09 ± 1,02 | 20,53 ± 1,85 | 23,72 ± 1,06 | 25,64 ± 0,84 | 19,77 ± 0,47 |
| 180 | 14,27 ± 0,50 | 21,30 ± 1,13 | 22,47 ± 1,10 | 23,83 ± 0,90 | 26,46 ± 1,16 | 16,47 ± 0,78 |
| 270 | 14,33 ± 0,74 | 20,39 ± 1,22 | 20,70 ± 1,51 | 22,23 ± 0,61 | 25,47 ± 1,19 | 15,88 ± 0,85 |

Todos estos datos se han representado en la figura 39 donde se muestra la evolución de la resistencia a compresión de los morteros cal/FCC-geopolímero a medida que aumenta la edad de curado.

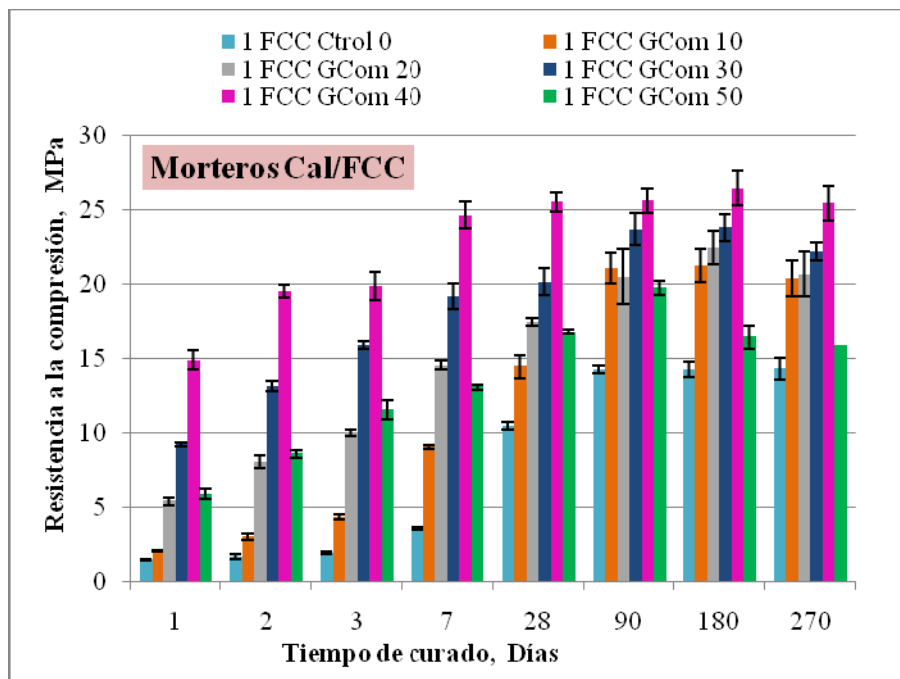


Figura 39 Resistencia a la compresión de los morteros de cal/FCC-geopolímero.

Las principales conclusiones que se extraen al analizar los datos de resistencia a compresión representados en la figura 39 son:

- Que sustituyendo un 40% de cal/FCC por geopolimero fabricado con silicato sodico comercial, a 1 día de curado se obtiene la resistencia de 14,90MPa, dato mayor que el obtenido por el mortero control a los 90 días (14,27MPa), y a partir de los 7 dias de curado este GCom 40 presenta resistencias mayores a los 25MPa.
- Con un GCom 20 y GCom 30 a los 7 y 3 días de curado respectivamente, se alcanzan resistencias superiores a las que presenta el mortero control a los 90 días.
- El GCom 10 a los 28 días de curado presenta una resistencia similar al mortero control a los 90 días de curado.
- Solo para el caso del GCom 50 que presento problemas durante el amasado, se observa que a partir de los 90 días de curado pierde resistencia, en cambio para las demas sustituciones del 10 hasta el 40% de geopolímero mantienen aproximadamente sus resistencias para todas las edades largas de curado.

Aplicando la ecuación del Índice de actividad resistente (IAR) ($R_{\text{GEOP}}/R_{\text{CTRL}}$) para los morteros cal/FCC-geopolímero en la tabla 19 observamos que, como era de esperar los mayores resultados se encuentran entre el 30 y 40% de sustitución tal como acabamos de concluir anteriormente. Resulta interesante destacar que los mayores valores corresponden a los menores tiempos de curado. Este hecho estaría relacionado con la mayor resistencia a tiempos cortos que ofrece la matriz geopolimérica frente a la matriz cal/FCC.

Cuando aumentan los tiempos de curado las resistencias de los morteros control aumentan, a la vez que las resistencias de los morteros mixtos cal/FCC-geopolímero se estabilizan este hecho hace que los valores de IAR se reduzcan. Se puso de manifiesto que en todos los casos los valores de IAR fueron superiores a la unidad.

Tabla 19

Índice de actividad resistente para los morteros cal/FCC-geopolímero

| Índice de actividad resistente [IAR] | | | | | |
|--------------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Días | 1 FCC GCom 10 | 1 FCC GCom 20 | 1 FCC GCom 30 | 1 FCC GCom 40 | 1 FCC GCom 50 |
| 1 | 1,45 | 3,77 | 6,43 | 10,40 | 4,12 |
| 2 | 1,81 | 4,87 | 7,92 | 11,80 | 5,19 |
| 3 | 2,25 | 5,17 | 8,20 | 10,26 | 5,98 |
| 7 | 2,52 | 4,06 | 5,35 | 6,87 | 3,65 |
| 28 | 1,39 | 1,67 | 1,93 | 2,45 | 1,61 |
| 90 | 1,48 | 1,44 | 1,66 | 1,80 | 1,39 |
| 180 | 1,49 | 1,57 | 1,67 | 1,85 | 1,15 |
| 270 | 1,42 | 1,44 | 1,55 | 1,78 | 1,11 |

En la figura 40 se muestra el IAR para los morteros cal/FCC-geopolímero.

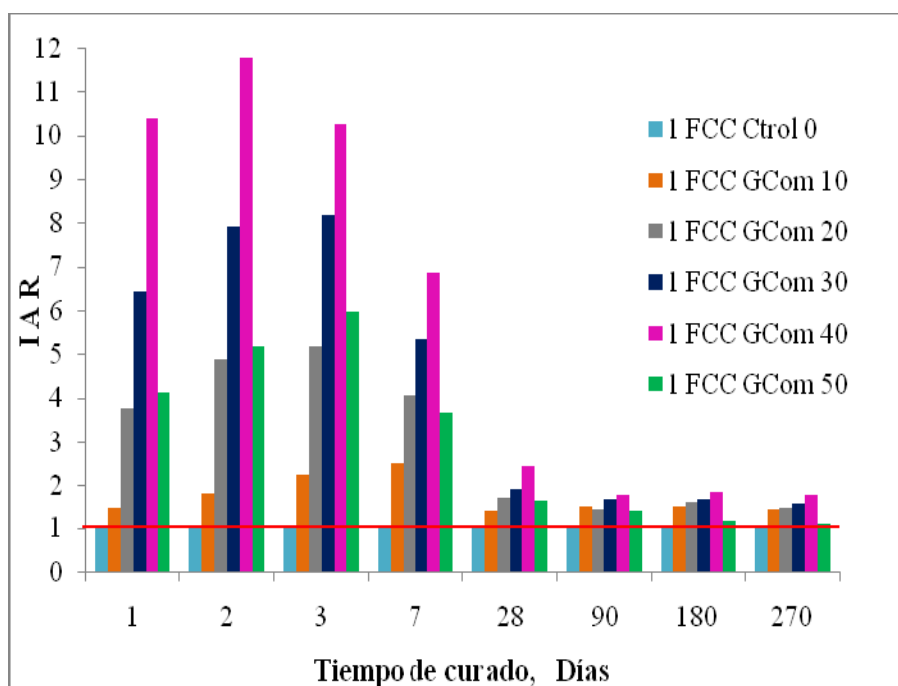


Figura 40 Índice de actividad resistente en los morteros cal/FCC-geopolímero.

El hecho de que los mayores valores de actividad resistente se presenten en las edades cortas de curado es un gran beneficio, puesto que uno de los puntos débiles de los morteros de cal/puzolana es precisamente la baja resistencia a compresión que presentan a edades cortas de curado, haciéndolos menos atractivos frente a otros tipos de conglomerantes como son los realizados en base cemento portland. Es muy significativo que se encuentren

valores de IAR de hasta casi 12 tal como sucede para el mortero con un 40% de geopolímero a los dos días de curado.

Los valores obtenidos en los morteros con un 50% de geopolímero son más bajos de lo esperado, viendo la evolución en ascenso de las resistencias conforme aumenta el porcentaje de geopolímero. Este comportamiento como ya se comentó anteriormente se puede deber a los problemas de compactación que presentó este tipo de mezcla.

A continuación, en la tabla 20 se representan las resistencias obtenidas para los morteros cal/CCA-geopolímero, en la que podemos observar un comportamiento similar a los anteriores morteros (cal/FCC-geopolímero), donde las mejores resistencias a compresión se dan en los morteros con sustituciones del 30 y 40% de binder cal/CCA por geopolímero. Mencionar también que el mortero control de cal/CCA ha presentado un fraguado lento respecto del mortero control de cal/FCC, es por ello que la resistencia a compresión a los 3 días no supera 1MPa. Este hecho es debido a que el FCC presenta mayor reactividad puzolánica a edades tempranas, en cambio las demás puzolanas empiezan a actuar entre los 3 días de curado, tal como señalan otros investigadores que han trabajado con FCC [27].

Tabla 20

Resistencia a la compresión de morteros cal/CCA-geopolímero y su desviación estándar para todas las edades de curado

| Resistencia a la compresión de morteros cal/CCA-geopolímero comercial [MPa] | | | | | | |
|--|-----------------|------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Día de Curado | Mortero Control | % de Sustitución | | | | |
| | | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
| 1 | 0,19 ± 0,01 | 1,23 ± 0,02 | 3,28 ± 0,04 | 7,05 ± 0,17 | 7,25 ± 0,10 | 4,07 ± 0,10 |
| 2 | 0,56 ± 0,02 | 2,23 ± 0,13 | 6,02 ± 0,08 | 9,91 ± 0,09 | 10,45 ± 0,13 | 6,98 ± 0,06 |
| 3 | 0,96 ± 0,06 | 2,90 ± 0,15 | 7,28 ± 0,11 | 10,84 ± 0,15 | 11,88 ± 0,47 | 8,62 ± 0,18 |
| 7 | 3,25 ± 0,09 | 4,73 ± 0,17 | 9,32 ± 0,29 | 14,13 ± 0,12 | 13,99 ± 0,14 | 15,90 ± 0,34 |
| 28 | 6,90 ± 0,49 | 6,60 ± 0,42 | 12,52 ± 0,20 | 16,99 ± 0,45 | 17,39 ± 0,39 | 20,81 ± 0,31 |
| 90 | 12,58 ± 1,51 | 13,49 ± 0,24 | 13,93 ± 0,97 | 19,28 ± 0,30 | 21,19 ± 0,44 | 18,56 ± 0,76 |
| 180 | 12,86 ± 0,39 | 12,33 ± 1,20 | 12,67 ± 0,70 | 19,14 ± 1,10 | 21,16 ± 0,91 | 17,49 ± 0,26 |
| 270 | 14,47 ± 1,66 | 12,83 ± 0,79 | 12,82 ± 0,48 | 18,43 ± 0,78 | 21,06 ± 1,44 | 17,50 ± 1,19 |

Para una mejor comprensión de los resultados obtenidos en la figura 41 se muestran todas la resistencias a compresión de los morteros cal/CCA-geopolímero, los resultados obtenidos ponen de manifiesto que:

- A partir de los 90 días de curado el mortero con un 40% de geopolímero alcanza resistencias mayores a los 20 MPa, datos inferiores a los obtenidos por su homólogo que utiliza cal/FCC donde estos valores alrededor de 20 MPa ya se obtenían prácticamente a los 3 días de curado
- Sustituyendo un 30% y 40% de cal/CCA por geopolímero, a los 7 días de curado ya tenemos aproximadamente la resistencia obtenida por el mortero control a la edad de 90 días de curado en la cámara húmeda. Con los mismos porcentajes de sustitución ocurre que a 1 día de curado se obtiene la resistencia de los 28 días del mortero control. Estos resultados ponen de nuevo de manifiesto la influencia que tendría el uso de una matriz geopolimérica sobre las resistencias a compresión de los morteros cal/CCA.
- Con GCom 10 y GCom 20 estos porcentajes a edades cortas tienen mayores resistencias que el mortero control, pero para las edades largas a partir de los 90 días se mantiene aproximadamente igual a la del mortero control.

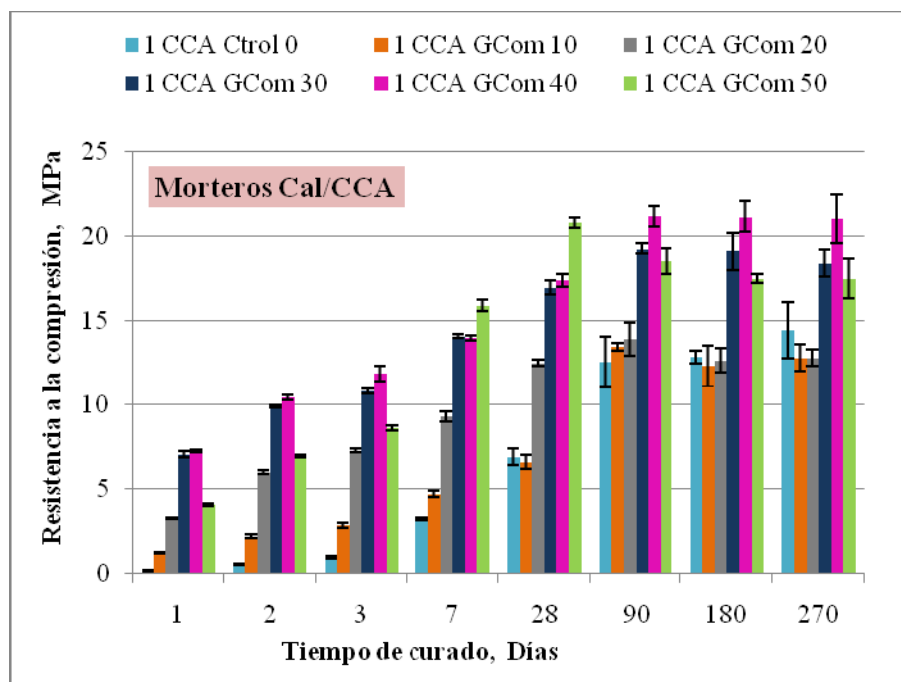


Figura 41 Resistencia a la compresión de los morteros de cal/CCA-geopolímero

Para finalizar el análisis de la primera fase del trabajo en la tabla 21 se presentan los resultados del índice de actividad resistente para los morteros cal/CCA-geopolímero, donde ocurre lo mismo que los morteros cal/FCC-geopolímero, es decir, los mejores

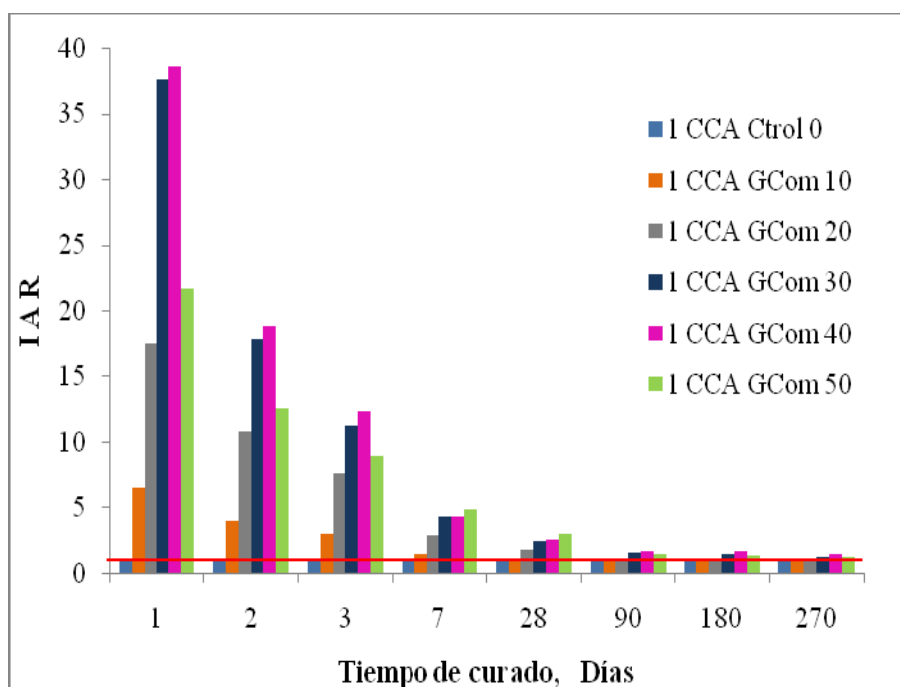
valores de IAR se obtienen para los porcentajes de 30 y 40% de sustitución de cal/CCA por geopolímero.

Tabla 21

Índice de actividad resistente para los morteros cal/CCA-geopolímero

| Índice de actividad resistente [IAR] | | | | | |
|--------------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Días | 1 CCA GCom 10 | 1 CCA GCom 20 | 1 CCA GCom 30 | 1 CCA GCom 40 | 1 CCA GCom 50 |
| 1 | 6,54 | 17,46 | 37,57 | 38,62 | 21,70 |
| 2 | 4,01 | 10,82 | 17,83 | 18,80 | 12,54 |
| 3 | 3,01 | 7,57 | 11,27 | 12,35 | 8,96 |
| 7 | 1,46 | 2,86 | 4,34 | 4,30 | 4,89 |
| 28 | 0,96 | 1,81 | 2,46 | 2,52 | 3,01 |
| 90 | 1,07 | 1,11 | 1,53 | 1,68 | 1,48 |
| 180 | 0,96 | 0,99 | 1,49 | 1,65 | 1,36 |
| 270 | 0,89 | 0,89 | 1,27 | 1,46 | 1,21 |

Para una mejor comprensión de la evolución de los índices de actividad resistente a medida que varía la edad de curado se ha representado en la figura 42 los valores mostrados en la tabla anterior.


Figura 42 Índice de actividad resistente en los morteros cal/CCA-geopolímero

Podemos ver que el IAR de los morteros cal/CCA-geopolímero tiene un comportamiento similar en cuanto a evolución con el tiempo a los morteros cal/FCC-geopolímero, es decir,

los mayores índices se dan en las edades cortas de curado y disminuye conforme avanza la edad de curado. Si bien es necesario indicar que estos valores son todavía más altos que los que se obtuvieron para el caso de los morteros cal/FCC-geopolímero, si en estos últimos el mayor valor de IAR estaba alrededor del valor 12, en el caso de los morteros con cal/CCA-geopolímero se obtienen valores próximos a 38 para las mezclas GCom 30 y GCom 40 a un día de curado. Este hecho es debido fundamentalmente a las bajas resistencias a compresión de los morteros control cal/CCA, que hasta los 3 días de curado están por debajo de 1MPa.

Una vez más se observa el gran beneficio que se obtiene al incorporar el geopolímero a la matriz cal/CCA sobre las resistencias de las mezclas a edades muy cortas de curado. Al igual que para los morteros cal/FCC-geopolímero los IAR fueron superiores a la unidad en todos los casos.

- Segunda Fase del trabajo

Esta fase corresponde a la elaboración de morteros cal-puzolana-geopolímero según el amasado tipo 2 en primer lugar. En segundo lugar empleando como disolución activadora la obtenida a partir de CCA e hidróxido de sodio que sustituirá la mezcla de silicato sódico comercial e hidróxido sódico.

Se empleó este segundo método de amasado para conseguir mejorar la trabajabilidad de los morteros, puesto que como ya se ha indicado los morteros cal/FCC-geopolímero presentan problemas para elevados porcentajes de sustitución.

Se escogió el mortero FCC GCom con un 30% de geopolímero para comparar ambos tipos de amasado. Como se puede observar en la figura 43 no hay diferencias significativas en las resistencias mecánicas entre los dos tipos de amasado, por lo tanto se continuara empleando el amasado dos en la fase experimental que supone el uso de la CCA como parte del activador alcalino al tener mejores trabajabilidades y no suponer pérdidas de resistencia mecánica.

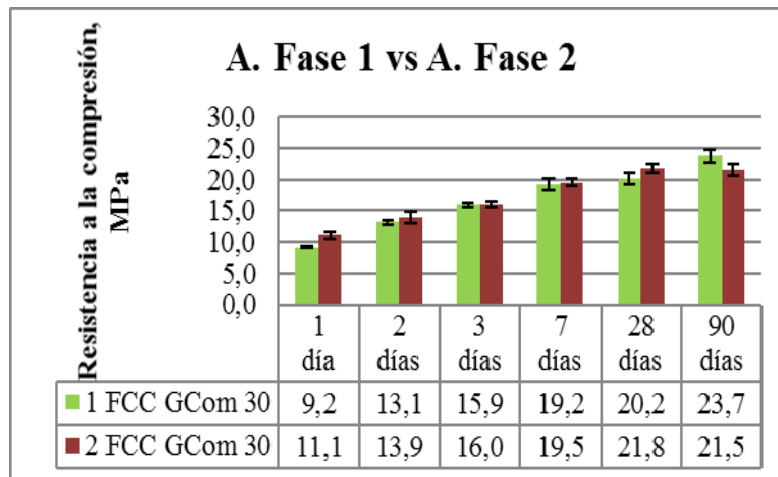


Figura 43 Comparación de resistencia entre el amasado tipo 1 y tipo

Los morteros que se van a ensayar utilizando el silicato sódico alternativo obtenido a partir de la CCA y su comparación con el silicato comercial son los que tienen un 10 y un 30% de GEOP en su composición. Se ha escogido estos dos porcentajes por suponer un porcentaje bajo y uno intermedio. Utilizando el silicato sódico formado a partir de CCA y el amasado tipo 2, se presenta los siguientes resultados:

- Primero para los morteros cal/FCC-geopolímero las sustituciones del 10 y 30% para las edades cortas de curado (1, 2, 3, 7 y 28 días), incluyendo además los 90 días.
- Segundo para los morteros cal/CCA-geopolímero se presenta todas las edades cortas de curado con sustituciones del 10 y 30% de geopolímero.

En ambos casos se compara los resultados con los datos obtenidos empleando el geopolímero obtenido a partir de reactivos comerciales de la primera fase puesto que hemos visto que el tipo de amasado no influye en términos de resistencia.

A continuación, en la tabla 22 se muestra la comparación de morteros cal/FCC-geopolímero elaborados con los diferentes silicatos (silicato sódico comercial y silicato sódico a partir de CCA) y con sustituciones de 10 y 30% de binder cal/FCC por geopolímero: Los resultados ponen de manifiesto que los morteros cal/FCC-geopolímero elaborados con silicato sódico obtenido a partir del residuo (CCA), tienen resistencias superiores a las de los morteros elaborados con silicato sódico comercial.

Tabla 22

Resistencia a la compresión de los morteros cal/FCC-geopolímero elaborado con diferente silicato sódico

| Resistencia a compresión de morteros cal/FCC-geopolímero [MPa] | | | | | |
|--|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Día de Curado | Mortero Control | G Comercial | | G Residuo | |
| | | Sustitución 10% | Sustitución 30% | Sustitución 10% | Sustitución 30% |
| 1 | 1,43 ± 0,04 | 2,08 ± 0,05 | 9,21 ± 0,13 | 3,96 ± 0,15 | 14,83 ± 0,30 |
| 2 | 1,66 ± 0,15 | 3,01 ± 0,20 | 13,14 ± 0,35 | 7,64 ± 0,13 | 14,20 ± 1,29 |
| 3 | 1,94 ± 0,07 | 4,36 ± 0,15 | 15,90 ± 0,27 | 11,31 ± 0,25 | 23,66 ± 1,23 |
| 7 | 3,59 ± 0,08 | 9,06 ± 0,13 | 19,20 ± 0,85 | 15,45 ± 0,35 | 26,68 ± 1,37 |
| 28 | 10,44 ± 0,25 | 14,48 ± 0,77 | 20,18 ± 0,88 | 22,13 ± 0,21 | 27,07 ± 0,98 |
| 90 | 14,27 ± 0,23 | 21,09 ± 1,02 | 23,72 ± 1,06 | 22,47 ± 0,99 | 27,21 ± 0,59 |

En la figura 44 se observa lo mencionado anteriormente (GRes > GCom).

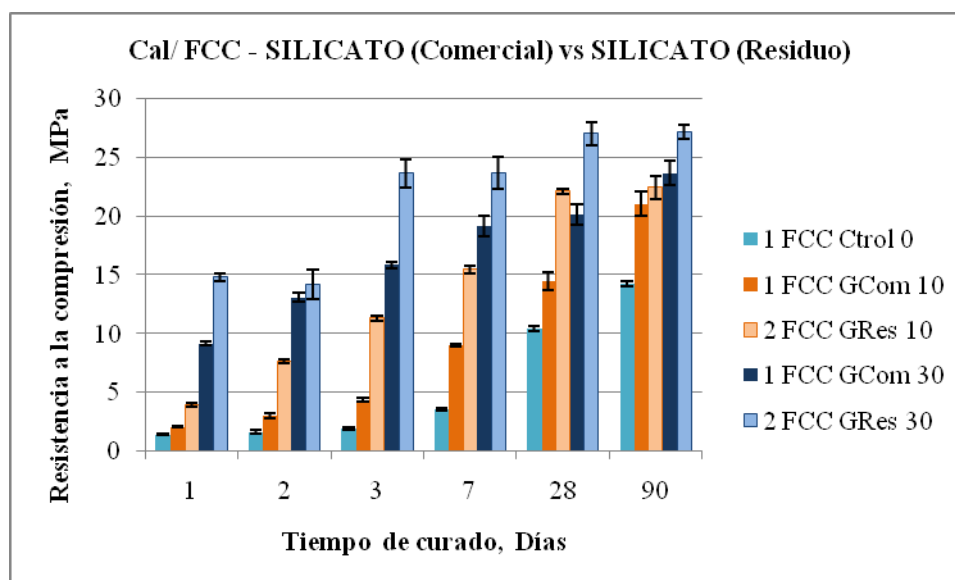


Figura 44 Resistencia a la compresión cal/FCC-geopolímero según el amasado tipo 1 y tipo 2

Además se puede extraer las siguientes conclusiones:

- El mortero que contiene el 30% de geopolímero preparado a partir del silicato sódico producido por reacción de CCA con NaOH, a 1 día de curado obtiene la misma resistencia del mortero control a los 90 días. Se constata que a partir de los 28 días de curado las resistencias a la compresión fueron superiores a los 25 MPa.

- Con un 10% de geopolímero en el que el activador alcalino ha sido producido a partir de CCA, a los 7 días de curado supera la resistencia que alcanza el mortero control a los 90 días.
- El mejor comportamiento del silicato sódico alternativo fabricado a partir de la ceniza de cáscara de arroz es generalizado para todas las edades de curado y para los dos porcentajes de geopolímero estudiados (10-30%).

En la tabla 23 se presenta índice de actividad resistente para los morteros cal/FCC-geopolímero elaborados con los diferentes silicatos (comercial y CCA+NaoH), en el cual podemos observar que el índice de actividad resistente es mayor en los morteros elaborados con silicato sódico obtenido a partir de CCA. En ambos morteros a medida que avanza la edad de curado se va reduciendo el IAR.

Queda demostrado que se puede emplear la CCA como fuente de sílice en la preparación de activadores alcalinos, consiguiendo en este tipo de materiales mejores comportamientos que los obtenidos con el silicato sódico comercial. Hay que destacar que el mayor valor del IAR se obtiene a los 3 días de curado siendo superior para el mortero con 30% de geopolímero.

Tabla 23

IAR para los morteros cal/FCC-geopolímero según el amasado tipo 1 y tipo 2

| Índice de actividad resistente [IAR] | | | | |
|--------------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Día de Curado | G Comercial | | G Residuo | |
| | 1 FCC GCom 10 | 1 FCC GCom 30 | 2 FCC GRes 10 | 2 FCC GRes 30 |
| 1 | 1,45 | 6,43 | 2,76 | 10,35 |
| 2 | 1,81 | 7,92 | 4,60 | 8,56 |
| 3 | 2,25 | 8,20 | 5,83 | 12,20 |
| 7 | 2,52 | 5,35 | 4,31 | 6,60 |
| 28 | 1,39 | 1,93 | 2,12 | 2,59 |
| 90 | 1,48 | 1,66 | 1,57 | 1,91 |

Continuando con la segunda fase del trabajo, ahora se presenta en la tabla 24 la resistencia a la compresión correspondiente a la comparación de los morteros cal/CCA-geopolímero de la primera fase y cal/CCA-geopolímero de la segunda fase, en la cual podemos observar el mismo comportamiento que en los morteros cal/FCC-geopolímero, donde el silicato

sódico obtenido a partir de CCA presenta mayores resistencias que los morteros elaborados con silicato sódico comercial.

Tabla 24

Resistencia a la compresión de morteros cal/CCA-geopolímero elaborado con diferente silicato sódico

| Resistencia a la compresión morteros cal/CCA-geopolímero [MPa] | | | | | |
|--|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Día de Curado | Mortero Control | G Comercial | | G Residuo | |
| | | Sustitución 10% | Sustitución 30% | Sustitución 10% | Sustitución 30% |
| 1 | 0,19 ± 0,01 | 1,23 ± 0,02 | 7,05 ± 0,17 | 1,35 ± 0,03 | 8,19 ± 0,39 |
| 2 | 0,56 ± 0,02 | 2,23 ± 0,13 | 9,91 ± 0,07 | 3,01 ± 0,04 | 11,09 ± 0,53 |
| 3 | 0,96 ± 0,06 | 2,90 ± 0,15 | 10,84 ± 0,15 | 3,91 ± 0,15 | 12,35 ± 0,18 |
| 7 | 3,25 ± 0,09 | 4,73 ± 0,17 | 14,13 ± 0,12 | 6,23 ± 0,23 | 14,56 ± 0,22 |
| 28 | 6,90 ± 0,49 | 6,60 ± 0,42 | 16,99 ± 0,45 | 10,03 ± 0,27 | 20,06 ± 0,49 |

En la figura 45 se representa los datos de la tabla 24, donde se puede observar que con sustituciones de 30% de cal/CCA por geopolímero comercial o por geopolímero obtenido a partir de CCA, a los 2 días de curado se obtiene una resistencia superior, que las resistencias obtenidas a los 28 días por los morteros Ctrl 0, GCom 10 y GRes 10.

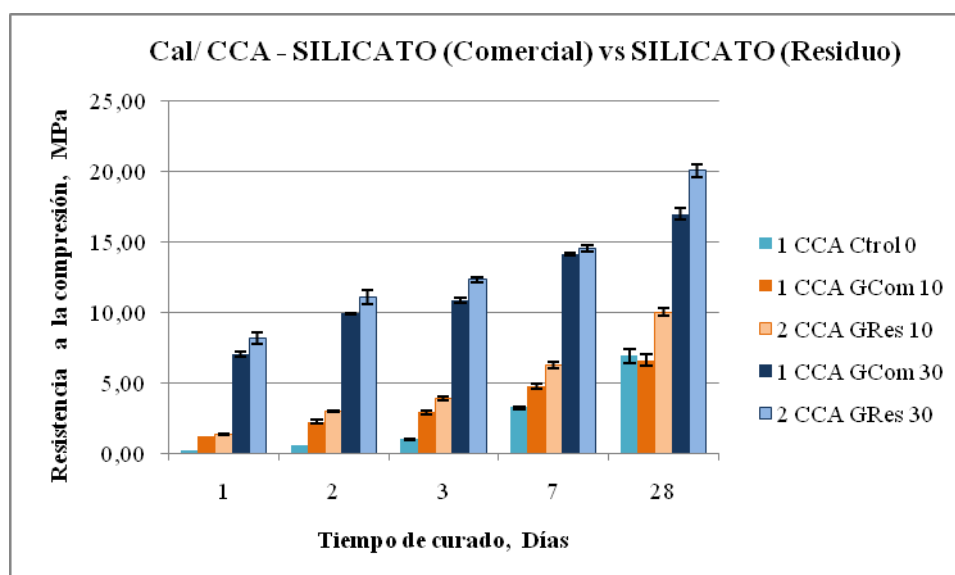


Figura 45 Resistencia a la compresión cal/CCA-geopolímero según el amasado tipo 1 y tipo 2

Empleando sustituciones del 30% de cal/CCA por geopolímero cuyo activador alcalino ha sido obtenido a partir del CCA como fuente de sílice en la fabricación de mortero-puzolana-geopolímero y con una edad de 28 días de curado, en los morteros cal/CCA-

geopolímero la resistencia a la compresión alcanza los 20 MPa, en cambio para los morteros cal/FCC-geopolímero presentan resistencias superiores a los 25MPa.

El porcentaje de un 10% de geopolímero obtiene mejoras de resistencia respecto a los morteros control, pero su comportamiento está muy por debajo del mortero con 30% de geopolímero.

Para finalizar la parte correspondiente a los morteros cal/CCA-geopolímero en la tabla 25 se presenta el índice de actividad resistente para estos morteros, donde se puede observar que empleando silicato sódico obtenido a partir de CCA, se obtiene mayores IAR que para los morteros con silicato sódico comercial, tal como ocurría en los anteriores casos el IAR se reduce conforme avanza la edad de curado.

Tabla 25

IAR para los morteros cal/CCA-geopolímero según el amasado tipo 1 y tipo 2

| Índice de actividad resistente [IAR] | | | | |
|--------------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Día de Curado | G Comercial | | G Residuo | |
| | 1 CCA GCom 10 | 1 CCA GCom 30 | 2 CCA GRes 10 | 2 CCA GRes 30 |
| 1 | 6,54 | 37,57 | 7,18 | 43,62 |
| 2 | 4,01 | 17,83 | 5,41 | 19,95 |
| 3 | 3,01 | 11,27 | 4,07 | 12,84 |
| 7 | 1,46 | 4,34 | 1,91 | 4,48 |
| 28 | 0,96 | 2,46 | 1,45 | 2,91 |

Como ya se observó en la primera fase de trabajo los índices de actividad resistente son superiores para las mezclas cal/CCA-geopolímero que para las mezclas cal/FCC-geopolímero, obteniendo en este caso valores superiores a 40 para el mortero fabricado con el silicato sódico alternativo y un día de curado.

- Tercera Fase del trabajo

Esta fase corresponde al amasado de morteros según el tipo 3 y surge ante la necesidad de mejorar el proceso de amasado de la mezcla con un 50% de geopolímero en los morteros cal/FCC-geopolímero

Por lo tanto, más allá de buscar el porcentaje óptimo de sustitución, se analizará la influencia del tipo de amasado.

En la figura 46 se observa que utilizando el 50 % geopolímero comercial con el amasado tipo 1 y 3, este último amasado produce morteros con mayores resistencias que el primer amasado, las menores resistencias obtenidas podría explicarse por la falta de trabajabilidad que presentó el amasado en la fase 1 con este 50% de sustitución cal/FCC por geopolímero, y no tanto por los productos de la reacción obtenidos.

Al mismo tiempo en la figura 46 se observa el mortero cal/FCC-geopolímero amasado con 50% de geopolímero cuyo activador alcalino fue obtenido a partir de CCA (3FCC GRes 50), cuyo porcentaje de sustitución en la fase 2 era imposible realizarlo.

Por ello y en base a los resultados obtenidos, podemos indicar que, con el amasado tipo 3 y utilizando tanto silicato sódico comercial como silicato sódico obtenido a partir de CCA podemos amasar sin ningún problema de trabajabilidad porcentajes elevados de geopolímero, pero es necesario indicar que en este caso (3FCC GRes 50), al contrario de lo que ocurría para los morteros 2FCC GRes10 y 2FCC GRes 30, el mortero con el silicato alternativo preparado a partir de la CCA se comporta peor mecánicamente que el mortero fabricado con el silicato sódico comercial. No es hasta 28 días de curado que logra alcanzar una resistencia similar a la obtenida con el uso del silicato sódico comercial.

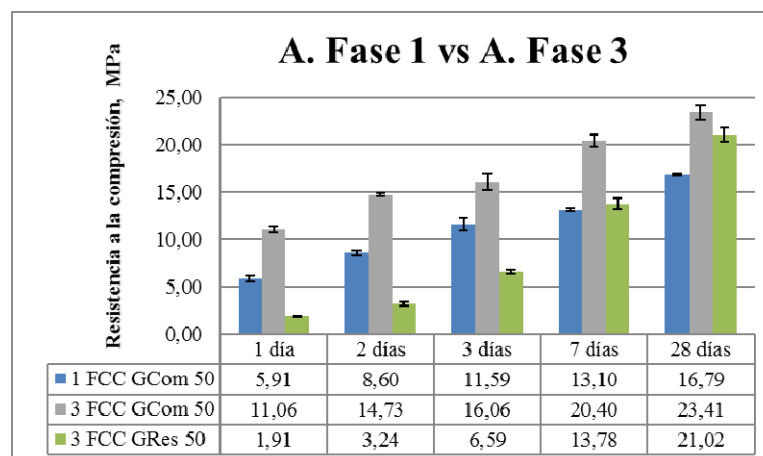


Figura 46 Resistencia a la compresión cal/FCC-geopolímero según el amasado tipo 1 y tipo 3

A continuación, y para tener un orden de magnitud de las resistencias obtenidas por un mortero 100% geopolimérico se presentan las resistencias del mismo desde un día hasta los

noventa días de curado (figura 47). Observamos tal como era de esperar que las resistencias están muy por encima de los conglomerantes cal-puzolana-geopolímero, obteniendo resistencias superiores a los 50 MPa desde los 7 días de curado.

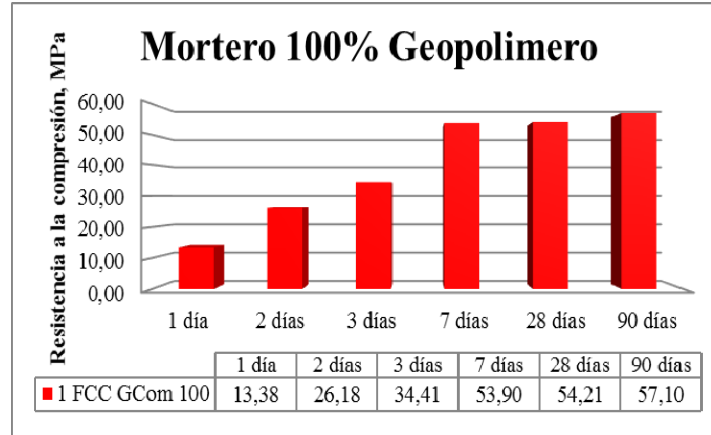


Figura 47 Resistencia a la compresión de un mortero 100% geopolimero

Para finalizar en la figura 48 se ha representado a modo comparativo los mayores valores obtenidos, de la resistencia a la compresión de los morteros cal/puzolana-geopolímero junto con los valores del mortero 100% geopolimérico.

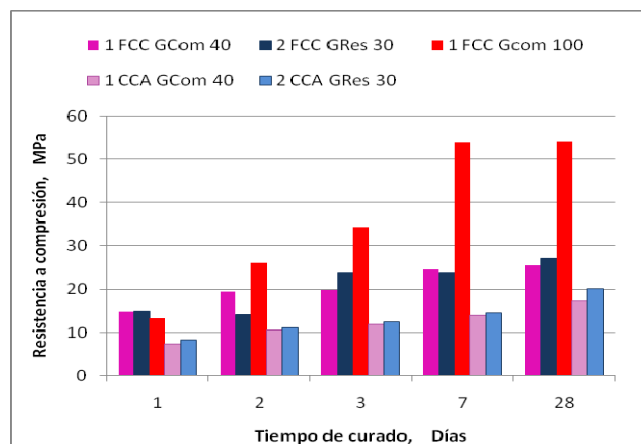


Figura 48 Resistencia a la compresión de los morteros cal-puzolana-geopolímero

En ella se puede apreciar que en las primeras edades de curado las diferencias no son tan acusadas como las que se presentan a partir de los 7 días de curado, pero en cualquier caso, estos valores son muy superiores a sus respectivos controles cal/puzolana por lo tanto se ha cumplido sobradamente el objetivo de mejorar las prestaciones mecánicas de este tipo de mezclas sobre todo a edades cortas de curado. Estos resultados abren una puerta a la

utilización de estos morteros mixtos para aplicaciones donde se necesiten resistencias medias en las primeras edades de curado, con un bajo coste económico y medio ambiental.

Para finalizar lo referente a las resistencias mecánicas de los morteros estudiados, extraemos las siguientes conclusiones:

- En la fase 1 empleando el silicato sódico comercial los morteros cal/FCC-geopolímero tienen mayor resistencia que los morteros cal/CCA-geopolímero, este resultado podría ser debido a la mayor formación de productos de reacción obtenidos en los primeros, hecho que ya se observó en el apartado de estudios por termogravimetría donde se mostraba que el porcentaje de pérdida total de masa en las pastas cal/FCC-geopolímero, era mucho mayor que en las pastas cal/CCA-geopolímero. Por otro lado la resistencia de los morteros cal/FCC podrían ser mayores que la de los morteros cal/CCA debido a que los valores del factor de eficacia cementante del FCC es mayor que el de la CCA, como queda de manifiesto en el artículo ventajas en el uso de puzolanas [46] donde compararon la eficacia cementante con resultados obtenidos en el siguiente orden: FCC>MK>RHA>HS.

- Para ambos tipos de morteros cal/FCC-geopolímero y cal/CCA-geopolímero elaborados con silicato sódico comercial o con silicato sódico obtenido a partir de residuo (CCA), las mayores resistencias a la compresión se encuentran en mezclas con porcentajes del 30 y 40% de geopolímero.

- Independientemente del tipo de amasado, en la fase 2 la utilización del geopolímero, cuyo activador se ha elaborado a partir de CCA, tanto para los morteros cal/FCC-geopolímero como los morteros cal/CCA-geopolímero en porcentajes de un 10 y un 30% de geopolímero, presenta mayores resistencias a compresión respecto a los morteros elaborados con silicato sódico comercial según el amasado de la fase 1, si bien el proceso de amasado fue distinto.

-Para todos los IAR de los morteros cal-puzolana-geopolímero ocurre una relación inversa, es decir a mayor edad de curado menor IAR y a menor edad de curado mayor IAR, mostrando que la presencia de geopolímero es especialmente beneficiosa en las edades de curado cortas, aportando un extra de resistencia a la mezcla cal/puzolana.



-Para terminar, indicar la importancia del tipo de amasado de los morteros, sobre todo en los morteros que presentan mayor porcentaje de geopolímero. El amasado tipo 3 produce mezclas con mayor trabajabilidad, permitiendo mejorar la resistencia de las mezclas. Si bien no se hicieron ensayos cuantitativos de trabajabilidad, un estudio de los sentidos de la vista y el tacto pusieron de manifiesto este hecho.

5 CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos al incorporar el uso de geopolímeros en una matriz cal/puzolana han demostrado ser muy positivos, sobre todo se obtiene un gran beneficio en las mejoras de resistencias mecánicas en las edades cortas de curado. Considerando que uno de los puntos débiles de los morteros de cal/puzolana es precisamente la baja resistencia a compresión que presentan a edades cortas de curado, haciéndolos menos atractivos frente a otros tipos de conglomerantes como son los realizados en base cemento portland, se ha conseguido uno de los objetivos más importantes del trabajo

Son muy significativos los resultados obtenidos en la resistencia a la compresión, para ambos morteros mixtos cal/puzolana-geopolímero, preparados con silicato sódico comercial se han llegado a alcanzar valores superiores de hasta 25 MPa y 21 MPa para los morteros cal/FCC-geopolímero y cal/CCA-geopolímero respectivamente a edades cortas de curado.

También ha quedado demostrado que se puede emplear la CCA como fuente de sílice en la preparación de activadores alcalinos, en el tipo de matrices estudiadas. Adicionalmente con este tipo de activador alcalino se consiguió resultados con mejores comportamientos que los obtenidos con el silicato sódico comercial en algunos de los casos estudiados.

El procedimiento de amasado si tiene un desempeño importante respecto a la trabajabilidad de los morteros cal-puzolana-geopolímero, y no tanto así en la resistencia mecánica.

Los resultados microestructurales nos han mostrado la formación de matrices más densas cuando se utiliza geopolímero y la posible formación de estructuras zeolíticas. En el caso de las pastas cal/FCC-geopolímero se observa la formación de SCH, ACH, SACH y N-A-S-H. Para las pastas cal/CCA-geopolímero los principales productos formados son los geles SCH y N-A-S-H.

Finalmente estos resultados abren una puerta a la utilización de estos morteros mixtos para aplicaciones donde se necesiten resistencias medias en las primeras edades de curado, con un bajo coste económico y medio ambiental.

6 FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

Durante el desarrollo de trabajo se ha manifestado algunas preguntas e interrogantes que se manifiestan a continuación, con el objetivo de mejorar, innovar y hacer accesible el empleo del mismo dentro el campo de la construcción. A continuación se presentan unas posibles líneas de investigación para dar continuidad al presente trabajo.

- Realizar estudios donde se modifique el tipo de árido empleado, diversas investigaciones relacionadas con el empleo de los morteros de cal hidráulica natural (NHL), indican que existe un mejor comportamiento para este tipo de morteros empleando arena de origen caliza y no así arena de origen silíceo.
- Realizar estudios de trabajabilidad, retracción, durabilidad, adherencia, conductividad térmica, etc., con el fin de estudiar cómo influye la presencia de geopolímero sobre las propiedades mencionadas.
- Realizar prototipos de prefabricados, verificando el cumplimiento de la normativa vigente, tanto en países desarrollados como en países en desarrollo.

6 BIBLIOGRÀFIA

- [1] Gárate Rojas, I. (2002) “Artes de la Cal” Instituto Español de Arquitectura de la Universidad de Alcalá 2ª ed. España –Madrid Edit. Munilla-Lería, ISBN 8489150508.
- [2] Arnesto Díaz, J.A.; Arilla Agórriz, E. (1999) “La Cal” España Edit. Servicio de Publicaciones Reproval,S.L. SPUPV-99.281.
- [3] Villarino Otero A. “La cal” Recuperado el 25/04/2016 de <http://ocw.usal.es/enseñanzas-tecnicas/ciencia-y-tecnologia-de-los-materiales/contenido/TEMA%202-%20LA%20CAL.pdf>
- [4] Dowling A.; O'Dwyer J.; Adley C. (2015) “Lime in the limelight” Elsevier Journal of Cleaner Production Vol. 92 Pág.13-22
- [5] Miller, M.M., 2013. Lime, United States Geological Survey, Minerals Yearbook. Date accessed 11/12/2014. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/lime/myb1-2012-lime.pdf>.
- [6] http://www.ancade.com/El-Sector-_es_26.html Recuperado el 12/06/2016.
- [7] Directiva 89/106/CEE (productos de construcción). DOCE, diario Oficial Comunidad Europea. Serie L, No 40.11/2/1989.
- [8] Alejandro Sánchez, F. J.; Flores Alés, V.; Blasco López, F. J.; Martín del Río, J. J. (2014) “La Cal Investigación Patrimonio y Restauración” España Edit. Secretariado de Publicaciones Universidad de Sevilla ISBN: 978-84-472-1507-2.
- [9] Licht, S.; Cui, B.; Wang, B. (2013) STEP carbon capture The barium advantage. J. CO2 Util. 2, pp.58-63.
- [10] Ochoa George, P.A.; Gutierrez, A.S.; Cogollos Martínez, J.B.; Vandecasteele, C. (2010) “Cleaner production in a small lime factory by means of process control” J. Clean. Prod. 18, 1171-1176.
- [11] Sagastume Gutierrez, A.; Van Caneghem, J.; Cogollos Martínez, J.B.; Vandecasteele, C. (2012) “Evaluation of the environmental performance of lime production in Cuba” J. Clean. Prod. 31, pp. 126-136.
- [12] Oh DY.; Noguchi T.; Kitagaki R.; Park J.W. (2014) “CO₂Emission Reduction By Reuse Of Building Material Waste In The Japanese Cement Industry,” Renewable and Sustainable Energy Reviews, vol. 38, pp. 796–810.
- [13] World Meteorological Organization, “Greenhouse Gas Bulletin” Fecha de publicación: 10/ Sep/ 2014.

- [14] Deja, J.; Uliasz Bochenczyk, A.; Mokrzycki, E. (2010) “CO₂Emissions From Polish Cement Industry” *International Journal of Greenhouse Gas Control*, vol. 4, no. 4, pp. 583–588.
- [15] Hasanbeigi, A.; Menke, C.; Price, L. (2010) “The CO₂Abatement Cost Curve For Thailand Cement Industry” *Journal of Cleaner Production*, vol. 18, no. 15, pp. 1509–1518.
- [16] Chen, C.; Habert, G.; Bouzidi, Y.; Jullien, A. (2010) “Environmental Impact Of Cement Production: Detail Of The Different Processes And Cement Plant Variability Evaluation” *Journal of Cleaner Production*, vol. 18, no. 5, pp. 478–485.
- [17] Martirena, J.F. (2004) “Una Alternativa Ambientalmente Compatible Para Disminuir El Consumo de Aglomerantes de Clínter de Cemento Portland: El Aglomerante Cal-Puzolana como Adición Mineral Activa” Universidad Central Marta Abreu de las Villas (UCLV).
- [18] Soriano Martínez, L. (2007). “Nuevas aportaciones en el desarrollo de materiales cementantes con residuo de catalizador de craqueo catalítico (FCC)” Trabajo de grado (Doctorado). Universidad Politécnica de Valencia Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil. España.
- [19] Mendez, R.; Tabora, J.; Borrachero, M.V.; Payá, J.; Monzó, J.M. (2010) “Optimización de Mezclas Cal-Puzolana destinadas a La Construcción de Materiales Prefabricados No Convencionales”. II Simposio Aprovechamiento de residuos agro-industriales como fuente sostenible de materiales de construcción. Valencia- España.
- [20] Bejarano, J.; Garzon, C.; Mejía de Gutierrez, R.; Delvasto, S.; Gordillo, M. “Obtención de Soluciones de Silicato de Sodio a partir de Cenizas de Cascarilla de Arroz.” II Simposio Aprovechamiento de residuos agro-industriales como fuente sostenible de materiales de construcción, Valencia, 2010.
- [21] Bouzón Orgeira, N. (2015). “Activadores Alcalinos Alternativos a partir de La Ceniza de Cáscara de Arroz para La Fabricación de Geopolímeros” Trabajo de grado (Doctorado). Universidad Politécnica de Valencia Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil España.
- [22] Villaquirán Caicedo, M. A.; Rodríguez Erich, D.; Mejía De Gutiérrez, R. (2013) “Evaluación microestructural de geopolímeros basados en metacaolín y fuentes alternativas de sílice expuestos a temperaturas altas” *Ingeniería Investigación y*

- Tecnología, volumen XVI (número 1), enero-marzo 2015: 113-122 ISSN 1405-7743 FI-UNAM
- [23] Bouzón, N.; Payá, J.; Borrachero, M. V.; Soriano, L.; M. Tashima, M. and Monzó, J. (2014) “Refluxed Rice Husk Ash/NaOH Suspension For Preparing Alkali Activated Binders” *Materials Letters*, vol. 115, pp. 72–74.
- [24] Craqueo catalítico Recuperado el 30/04/2016 de <http://www.modeloingenieria.edu.ar/mei/repositorio/catedras/pii/CRAQUEOCATALITICO.pdf>
- [25] Douglas, M.; Considine P.E. (1977) “Tecnología del Petróleo”, Publicaciones Marcombo.
- [26] Agámez, P.; Oviedo, L.; Navarro, U.; Centeno, M.; Odriozola, J. (2006) “Análisis de la microporosidad de catalizadores de FCC”, *Rev. Acad. Colomb. Cienc.*, Vol. 30, No. 115, pp. 271-278.
- [27] J. Payá, J.; Borrachero, M. V.; Monzó, J.M. y Soriano, L (2009) “Estudio del comportamiento de diversos residuos de catalizadores de craqueo catalítico (FCC) en cemento portland” *Materiales de Construcción* Vol. 59, 296, pp. 37-52 octubre-diciembre 2009 ISSN: 0465-2746 eISSN: 1988-3226 doi: 10.3989/mc.2009.48108
- [28] UNE-EN 196-1: 2005 Métodos de ensayo de cementos. Parte 1: Determinación de Resistencias mecánicas.” AENOR.
- [29] Pacheco, F.; Torgal, J.; Labrincha, A.; Leonelli, C.; Palomo, A. and Chindaprasirt, P. (2015) “Handbook Of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes” Woodhead Publishing.
- [30] M. Tashima, M.; Akasaki, M. J.; Melges, J. L.; Soriano, L.; Monzó, J.M.; Payá J.; and Borrachero, M. V. (2013) “Alkali Activated Materials Based On Fluid Catalytic Cracking Catalyst Residue (Fcc): Influence of SiO₂/Na₂O and H₂O/FCC ratio on mechanical strength and microstructure” *Fuel*, vol. 108, pp. 833–839.
- [31] Rodríguez, E.; Bernal, S.; Provis, J. L.; Gehman, J. D.; Monzó, J. M.; Payá, J. and Borrachero, M. V. (2013) “Geopolymers Based On Spent Catalyst Residue From A Fluid Catalytic Cracking (Fcc) Process” *Fuel*, vol. 109, pp. 493–502.
- [32] UNE-EN 459-1:2011 Cales para la Construcción. Parte 1: Definiciones, especificaciones y criterios de conformidad AENOR.
- [33] Pozo Antonio, J.S. (2015) “Evolution of mechanical properties and drying shrinkage in lime-based and lime cement-based mortars with pure limestone aggregate” *Construction and Building Materials*, vol. 77 pag.472–478.

- [34] Arizzi, A.; Martínez Huerga, G.; Sebastián-Pardo, E.; Cultrone, G. (2015) “Mineralogical, textural and physical-mechanical study of hydraulic lime mortars cured under different moisture conditions” *Materiales de Construcción* Vol. 65, Issue 318, April–June 2015, e053ISSN-L: 0465-2746.
- [35] Payá, J.; Borrachero, M. V.; Soriano, L.; M. Tashima, M. and Monzó, JM. (2015) “Diseño de sistemas de combustión a partir de residuos agrícolas para uso en países en vías desarrollo, optimizando la producción energética y las propiedades puzolánicas de la ceniza obtenida en la combustión para el uso en materiales de construcción no convencionales”.
- [36] Méndez, R.; Borrachero, M.V.; Payá, J.; and Monzó, J. (2012) “Mechanical Strength of Lime-Rice Husk Ash Mortars: A Preliminary Study” *Key Engineering Materials* Vol. 517 (2012) pp 495-499 Trans Tech Publications, Switzerland
- [37] Martínez Fernández, L.; Quintana Puchol, R.; Martirena Hernández J.F. (2007) “Aglomerante puzolánico formado por cal y ceniza de paja de caña de azúcar” Centro de Investigaciones de Soldadura, Universidad Central Marta Abreu de las Villas, Santa Clara, Cuba.
- [38] John L.; Jannie S.J.; Van Deventer (2014) “Alkali Activated Materials” State of the Art Report RILEM TC 224-AAM Springer.
- [39] Davidovits, J. (2008) “Geopolymer Chemistry And Applications” 2^a edition France.
- [40] Shi, C.; Jiménez, A.F.; Palomo, A. (2011) “New Cements For The 21st Century: The Pursuit Of An Alternative To Portland Cement” *Cement and Concrete Research*. Vol. 41 no 7 pp.750–763.
- [41] Mitsuuchi Tashima, M. (2012) “Producción y Caracterización de Materiales Cementantes a partir del Silicoaluminato Cálcico Vítreo” Trabajo de grado (Doctorado). Universidad Politécnica de Valencia Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil España.
- [42] V.D. Glukhovsky, *Soil Silicate Articles and Structures*, Budivelnyk Publisher, Kiev, 1967 156 pp. (in Ukrainian).
- [43] Pacheco, F.; Torgal, J.; Labrincha, A.; Leonelli, C.; Palomo, A. and Chindaprasirt, P. (2015) “Handbook Of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes” Woodhead Publishing.
- [44] M. Tashima, M.; Akasaki, M. J.; Melges, J. L.; Soriano, L.; Monzó, J.M.; Payá J.; and Borrachero, M. V. (2013) “Alkali Activated Materials Based On Fluid



Catalytic Cracking Catalyst Residue (Fcc): Influence of $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ and $\text{H}_2\text{O}/\text{FCC}$ ratio on mechanical strength and microstructure” Fuel, vol. 108, pp. 833–839.

- [45] Brykov, A. S.; Korneev, V. I. (2009) “Production and usage of powdered alkali metal silicate hydrates,” Metallurgist, vol. 52, no. 11–12, pp. 648–652, Apr. 2009.
- [46] Payá, J.; Monzó, J.; Borrachero, M.V.; Amahjour, F.; Girbés, I.; Velázquez, S.; Ordóñez, L.; (2002) “Advantages in the use of fly ashes in cements containig pozzolanic combustion residues: silica fume, sewage sludge ash, spent fluidized bed catalyst and rice husk ash”, Chemical Technology and Biotechnology, No. 77, 2002, pp. 331-335.

7 ANEXOS

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| <i>Figura 1</i> Producción mundial de cal en el año 2012[4] | 13 |
| <i>Figura 2</i> Distribución de los productos de la cal en las ventas | 14 |
| <i>Figura 3</i> Países con mayores emisiones de CO ₂ [12] | 17 |
| <i>Figura 4</i> Análisis termogravimétrico de sistemas geopoliméricos [22]..... | 21 |
| <i>Figura 5</i> Influencia del tiempo de reflujo en la resistencia a la flexión[23] | 22 |
| <i>Figura 6</i> Ciclo de la cal | 25 |
| <i>Figura 7</i> Clasificación de cales de construcción [32] | 26 |
| <i>Figura 8</i> Resistencia a la compresión a 28 días de los morteros de cal [40]..... | 29 |
| <i>Figura 9</i> Resistencia a la compresión de los morteros de FCC, CCA, CLD [35]..... | 30 |
| <i>Figura 10</i> Trabajabilidad y resistencia a la compresión de morteros CCA/cal [36]..... | 31 |
| <i>Figura 11</i> Modelo descriptivo de la activación alcalina de aluminosilicatos [40]..... | 34 |
| <i>Figura 12</i> Esquema metodológico del trabajo | 38 |
| <i>Figura 13</i> Equipo de termogravimetría TGA 850 Mettler-Toledo. | 42 |
| <i>Figura 14</i> Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM) | 43 |
| <i>Figura 15</i> Equipo y materiales usados para el activador (comercial) | 44 |
| <i>Figura 16</i> Equipo y materiales para la preparación del activador a partir de CCA | 45 |
| <i>Figura 17</i> Equipo y materiales usados en la preparación de morteros..... | 49 |
| <i>Figura 18</i> Equipo para la elaboración de pastas | 50 |
| <i>Figura 19</i> Prensa Instron 270 | 50 |
| <i>Figura 20</i> DTG para la pasta control cal/FCC a los 28 días de curado..... | 52 |
| <i>Figura 21</i> DTG para una pasta con 100% geopolímero a los 28 días de curado | 52 |
| <i>Figura 22</i> DTG para las pastas cal/FCC para edades cortas de curado | 53 |
| <i>Figura 23</i> DTG para las pastas cal/FCC-geopolímero para edades largas de curado..... | 56 |
| <i>Figura 24</i> DTG para la pasta control cal/CCA para 7 días de curado..... | 58 |
| <i>Figura 25</i> DTG para una pasta con 100% geopolímero a los 7 días de curado | 58 |
| <i>Figura 26</i> DTG para las pastas cal/CCA-geopolímero para edades cortas de curado | 59 |
| <i>Figura 27</i> DTG para las pastas cal/CCA-geopolímero para edades largas de curado. | 61 |
| <i>Figura 28</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 3 días de curado..... | 64 |
| <i>Figura 29</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 3 días de curado..... | 65 |

| | |
|--|----|
| <i>Figura 30</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 7 días de curado..... | 66 |
| <i>Figura 31</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 28 días de curado..... | 67 |
| <i>Figura 32</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 90 días de curado..... | 67 |
| <i>Figura 33</i> Micrografías de las pastas cal/FCC-geopolímero a 90 días de curado..... | 68 |
| <i>Figura 34</i> Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 3 días de curado | 69 |
| <i>Figura 35</i> Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 7 días de curado | 70 |
| <i>Figura 36</i> Micrografía 30 GEOP de la pasta cal/CCA-geopolímero a 7 días de curado ... | 70 |
| <i>Figura 37</i> Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 28 días de curado | 71 |
| <i>Figura 38</i> Micrografías de las pastas cal/CCA-geopolímero a 90 días de curado | 72 |
| <i>Figura 39</i> Resistencia a la compresión de los morteros de cal/FCC-geopolímero. | 74 |
| <i>Figura 40</i> Índice de actividad resistente en los morteros cal/FCC-geopolímero. | 76 |
| <i>Figura 41</i> Resistencia a la compresión de los morteros de cal/CCA-geopolímero..... | 78 |
| <i>Figura 42</i> Índice de actividad resistente en los morteros cal/CCA-geopolímero | 79 |
| <i>Figura 43</i> Comparación de resistencia entre el amasado tipo 1 y tipo..... | 81 |
| <i>Figura 44</i> Resistencia a la compresión cal/FCC-geop según el amasado tipo 1 y tipo 2 ... | 82 |
| <i>Figura 45</i> Resistencia a la compresión cal/CCA-geop según el amasado tipo 1 y tipo 2... | 84 |
| <i>Figura 46</i> Resistencia a la compresión cal/FCC-geop según el amasado tipo 1 y tipo 3 ... | 86 |
| <i>Figura 47</i> Resistencia a la compresión de un mortero 100% geopolímero..... | 87 |
| <i>Figura 48</i> Resistencia a la compresión de los morteros cal-puzolana-geopolímero..... | 87 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1 Composición de los sistemas geopoliméricos en el estudio [37] | 20 |
| Tabla 2 Resistencia a la compresión de morteros de cemento y FCC [38]..... | 24 |
| Tabla 3 Resistencia a la compresión según la UNE 459-1:2011..... | 27 |
| Tabla 4 Dosificación de los morteros de cal del estudio de J.S. Pozo [40]..... | 28 |
| Tabla 5 Propiedades mecánicas del aglomerante cal-ceniza de paja de caña [37]..... | 32 |
| Tabla 6 Composición química del catalizador gastado de craqueo catalítico (%) | 39 |
| Tabla 7 Composición química de la ceniza de cascara de arroz (%) | 40 |
| Tabla 8 Condiciones experimentales del análisis termogravimétrico | 42 |
| Tabla 9 Dosificación para el silicato sódico comercial | 44 |
| Tabla 10 Dosificación para el silicato sódico a partir de la CCA..... | 45 |
| Tabla 11 Dosificación para los morteros de cal/puzolana-geopolímero comercial..... | 46 |

| | |
|--|----|
| Tabla 12 Dosificación para los morteros de cal/ puzolana-geopolímero a partir de CCA.. | 47 |
| Tabla 13 Dosificación para el mortero geopolimérico | 47 |
| Tabla 14 Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/FCC-geopolímero en edades cortas de curado | 55 |
| Tabla 15 Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/FCC-geopolímero en edades largas de curado | 57 |
| Tabla 16 Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/CCA-geopolímero en edades cortas de curado | 60 |
| Tabla 17 Porcentaje de pérdida total para la pasta cal/CCA-geopolímero en edades largas de curado | 62 |
| Tabla 18 Resistencia a la compresión de morteros cal/FCC-geopolímero y su desviación estándar para todas las edades de curado..... | 74 |
| Tabla 19 Índice de actividad resistente para los morteros cal/FCC-ggeopolímero..... | 76 |
| Tabla 20 Resistencia a la compresión de morteros cal/CCA-geopolímero y su desviación estándar para todas las edades de curado..... | 77 |
| Tabla 21 Índice de actividad resistente para los morteros cal/CCA-geopolímero | 79 |
| Tabla 22 Resistencia a la compresión de los morteros cal/FCC-geopolímero elaborado con diferente silicato sódico | 82 |
| Tabla 23 IAR para los morteros cal/FCC-geopolímero según el amasado tipo 1 y 2 | 83 |
| Tabla 24 Resistencia a la compresión de morteros cal/CCA-geopolímero elaborado con diferente silicato sódico | 84 |
| Tabla 25 IAR para los morteros cal/CCA-geopolímero según el amasado tipo 1 y 2 | 85 |