

Estudio Físico, Químico y Microestructural De Geopolímeros Base Ceniza Volante

Rosas-Cásarez, C.¹, Arredondo-Rea, S.¹, Corral-Higuera, R.¹, Almaral-Sánchez, J. ¹, Medina-Serna, T.¹, Gálvez-López, M. ¹, Gómez-Soberón, J. ².

¹Universidad autónoma de Sinaloa, Facultad de ingeniería Mochis. Fuente Poseidón y prolongación A. Flores S/N, fraccionamiento las fuentes, CU Los Mochis Sinaloa México.

²Departamento de Construcciones Arquitectónicas II, Av. Doctor Marañón 44-50, 08028. Barcelona. España.

*E-mail: carlos.arc@uas.uasnet.mx

RESUMEN

En este trabajo se analizó el comportamiento físico, químico y microestructural de la ceniza volante activada alcalinamente. Para ello fueron utilizados diferentes tamaños de partícula de ceniza volante (CV), obtenidos por molienda manual, mezcladas con NaOH y curadas durante 7, 14 y 28 días. Las técnicas de caracterización utilizadas fueron: TGA, FTIR, MEB, adsorción física de gases y pruebas de resistencia a compresión, además del software NIVision Assistant.

Los resultados muestran que la disminución de tamaño de partículas, favoreció la geopolimerización del gel N-A-S-H y mejoró las propiedades cementantes en los geopolímeros, logrando resistencias a compresión hasta de 23 MPa, por otro lado, se indica mediante análisis de imagen, que los porcentajes de porosidad en cada uno de los morteros evaluados disminuyen conforme se alejan de la zona de transición interfacial (ZTI), los cuales se corroboran con los resultados de porosimetría.

Palabras Clave: microestructural, geopolimerización, porosidad, zti.

ABSTRACT

In this paper was analyzed the physical, chemical and microstructural behavior of alkali activated fly ash. This comparison was used with different particle sizes of fly ash (CV), obtained by manual milling, mixed with NaOH and cured for 7, 14 and 28 days. The characterization techniques used: TGA, FTIR, SEM, physical adsorption of gases and compressive strength tests, as well NIVision Assistant software.

The results show that decreasing particle size favored NASH gel Geopolymerization and improved cementitious properties in geopolymer, achieving compressive strengths up to 23 MPa. On the other hand, indicated by image analysis, the percentages of porosity in each of the mortars evaluated decrease as they move away from the interfacial transition zone (ZTI), these results are corroborated by porosimetry method.

Key Words: microstructural, geopolymerization, porosity, zti.

1. INTRODUCCIÓN

El concreto es un recurso sumamente utilizado debido a sus características como material de construcción, ya que es usado para el desarrollo de infraestructura y necesidades que demandan la creciente población mundial, por lo que para cubrirla es necesaria la producción masiva de cemento, el cual es el componente cementante que proporciona las principales propiedades en el concreto. La producción de CP es un proceso de alto consumo energético que libera una muy grande cantidad de gas de efecto invernadero a la atmósfera, ya que por cada tonelada producida de cemento se contamina con una tonelada de CO₂ [1, 2]. Por lo tanto, se han hecho esfuerzos para promover el uso de puzolanas que lo reemplace parcialmente en la producción de concreto. Otros esfuerzos buscan reemplazarlo totalmente con otros tipos de materiales cementantes, como por ejemplo, los materiales geopoliméricos. Un cemento geopolímero o alcalino-activado es un material inorgánico, básicamente formado por aluminosilicatos [3-5]. Es por esta razón que en el presente trabajo se obtienen, estudian y analizan las propiedades físico-químicas, microestructurales y mecánicas del geopolímero base CV.

2. EXPERIMENTAL

A la ceniza volante de origen (CV N) se le redujo el tamaño de partícula por molienda mecánica mediante un molino de bolas, posteriormente se establecieron tres tamaños: tamiz No. 200 (CV-200) y tamiz No. 325 (CV-325). La distribución de tamaños de partícula se observa en la figura 1. La ceniza se activó con solución alcalina de NaOH, con una molaridad de 8 M, la relación solución/ceniza fue de 0.4, así se colocaron en moldes de plástico y se colocaron en horno a 80 °C, se desmoldaron a las 24 horas y se introdujeron en bolsas herméticas por el método de inmersión, se mantuvieron con una humedad relativa del 99 %. Cabe señalar que la nomenclatura de los geopolímeros obtenidos fueron GN; para las pastas y morteros que fueron creados por CV N, G200; por CV 200 y G325 por CV 325.

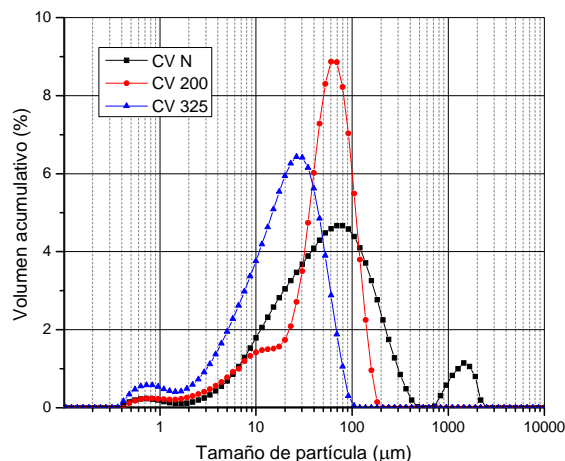


Figura 1. Distribución del tamaño de partículas de la CV.

Las pastas y morteros de geopolímeros

La composición química de CV 325 se obtuvo por fluorescencia de rayos x y los resultados aparecen en la tabla 1.

Tabla 1. Cuadro 1. Composición química de CV N (%wt.)

CV-N	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	TiO ₂	LOI*
	56.9	26.24	5.56	4.25	0.72	1.21	0.346	0.71	1.21	2.47

Se utilizaron las técnicas de espectroscopía de infrarrojo, análisis termogramivétrico, microscopía electrónica de barrido, además del software NIVision Assistant y una prensa universal para obtener la resistencia a compresión de los geopolímeros.

3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Resumen de resultados

FTIR

En el espectro de infrarrojo de la figura 4, existen diferentes bandas, las cuales son características en los materiales geopoliméricos. En lo que respecta a CV-N se tiene que su principal banda (marcada con el número 3), se ubica a los 1100 cm⁻¹, la cual se atribuye a enlaces de Si-O o Al-O presentes en los materiales amorfos de la ceniza. Un hallazgo importante aparece en las muestras activadas, ya que dicha banda se desplaza hacia números de onda menores, la cual aparece entre 900 y 1000 cm⁻¹, y se atribuye a una tensión asimétrica de Si-O ó Al-O, pero ya no del material amorfo, si no de enlaces que están presentes en el gel N-A-S-H, la magnitud de esta banda se asigna fundamentalmente a la naturaleza amorfa del material, así como al ordenamiento de corto alcance de los tetraedros de Si y Al. Por otro lado se puede decir que puede observarse una importante transmitancia en dicha banda, esto dependerá de factores como la edad de curado, grado de reactividad, entre otras [6].

Se muestran además bandas entre 600 y 650 cm⁻¹ y otras de 790 a 800 cm⁻¹, estas pueden atribuirse a los enlaces que están presentes en la ceniza volante de origen, principalmente en los compuestos cristalinos como el cuarzo y la mullita. Por otro lado se encuentra dos bandas más, la primera entre 1600 y 1650 cm⁻¹ y la segunda entre 3400 y 3500 cm⁻¹, dichas bandas pueden corresponder según la literatura a enlaces que están presentes en la hidratación del geopolímero, o en otras palabras corresponde a moléculas del agua presente en el material y en el gel NASH [7].

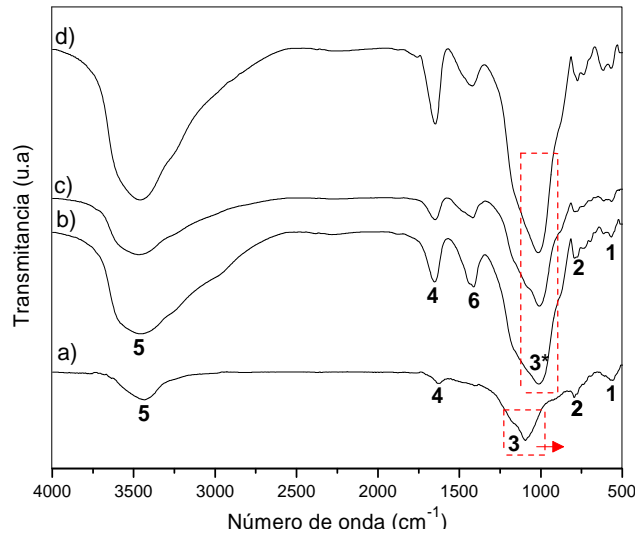


Figura 2. Espectroscopía de infrarrojo de geopolímeros a 28 días. a) CV N, b) GN, c)G200, d)G325.

Microscopía electrónica de barrido

En la figura se pueden observar claramente las diferencias entre la pasta y el agregado fino (color gris homogéneo) que se encuentran dentro del mortero geopolimérico, a su vez se visualiza la adherencia que existe entre ellos y se observa en esta delimitación, la zona de transición interfacial (ZTI), la cual consiste en una región no uniforme, que divide la pasta del agregado, y es punto clave en el análisis de porosidad. Los estudios han manifestado que las microgrietas en la ZTI entre el agregado y la pasta del material cementante se manifiestan antes de las cargas de compresión, por tal motivo, se insinúa que estas condiciones apliquen para la ZTI entre el agregado fino y la matriz.

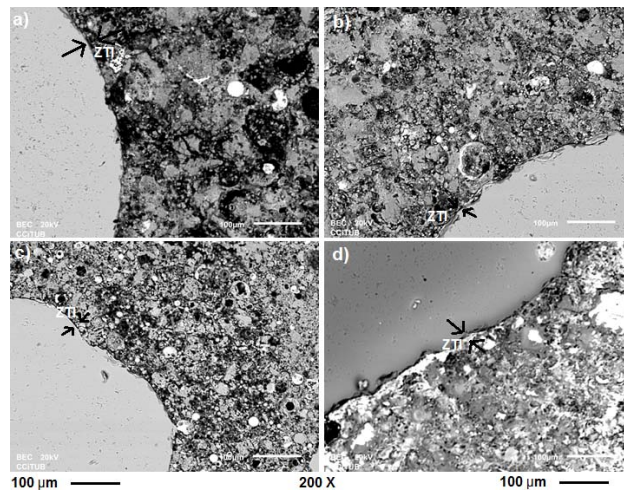


Figura 3. Micrografías de geopolímeros a 28 días. a) GN, b)G200, c)G325, d) CP.

Análisis de imagen

En la figura 4 se muestran los porcentajes de porosidad, material anhidro y productos de hidratación de los diferentes morteros analizados. Se observa que GN contiene un mayor porcentaje de porosidad y material anhidro, con respecto a G200 y G325, atribuido a que este mortero fue elaborado con partículas con menor área de contacto con el activador alcalino, lo que ocasiona que no se formen grandes cantidades de gel N-A-S-H o de otros productos de reacción, el cual es el indicativo principal de que GN obtuvo una $f'c$ menor en relación con los demás morteros geopoliméricos, además se aprecia que la muestra G325 tiene un menor porcentaje de porosidad y material anhidro, esto debido al proceso de molienda y tamizado, con tamaños de partícula menores de $45\mu\text{m}$, provocando una mayor área superficial, que se ve reflejado en el índice de reacción.

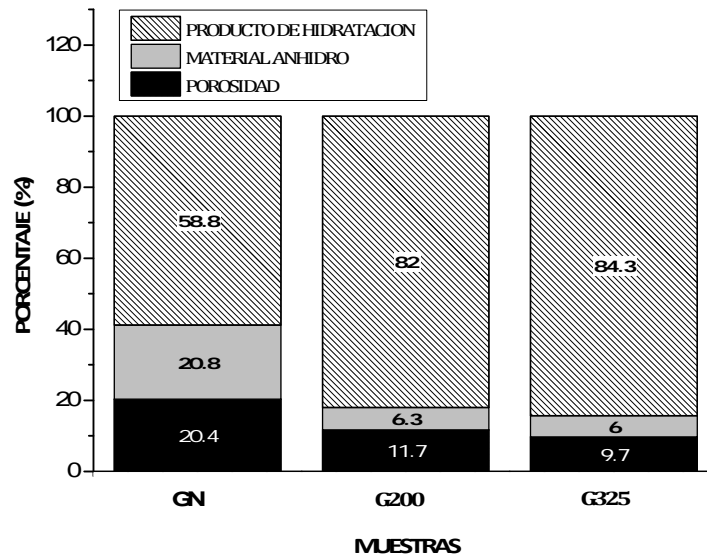


Figura 4. Porcentaje de porosidad total y material anhidro presente en los geopolímeros a 28 días.

En la Figura 5 se observan los porcentajes de poros y material anhidro presentes en las muestras a diferentes espesores de la ZTI ($5, 10$ y $15\mu\text{m}$), para conocer la distribución de poros y material anhidro en función de la distancia. Los resultados están basados en la cantidad total de pasta de cada muestra, ya que cada imagen es diferente, los porcentajes de pasta cambian. La tendencia muestra que mientras exista menor distancia del agregado, la medida de la porosidad en la ZTI aumentará, lo cual se ve reflejado en los resultados obtenidos, ya que el sitio que contiene mayor porosidad es a $5\mu\text{m}$ y es el sitio más débil en todas las muestras. Esto se debe al efecto pared que existe entre las partículas, el cual afecta a distancias más cercanas de a la separación entre el agregado y la pasta. La muestra GN es la muestra que presenta mayor porcentaje de porosidad y material anhidro a una distancia de $0-5\mu\text{m}$, comparado con la G200 Y G325, donde la G200 presenta menor porcentaje de material anhidro (0.30%) comparado con la G325 (0.54%) a esta misma distancia. En las tres muestras se puede observar una disminución de porcentajes de porosidad y material anhidro a una distancia de $5-10\mu\text{m}$, teniendo la G200 menor porosidad comparado con la G325 con valores de 0.12% y 0.16% respectivamente.

A distancias de 10-15µm de la ZTI los tres morteros muestran una disminución en los porcentajes de porosidad y material anhidro, debido al efecto pared ocurrido principalmente en lugares más cercanos al agregado.

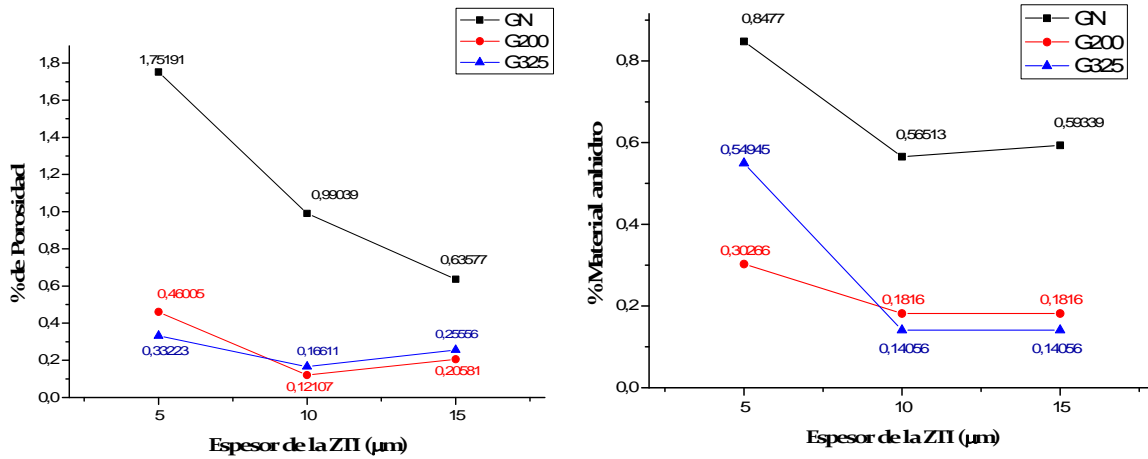
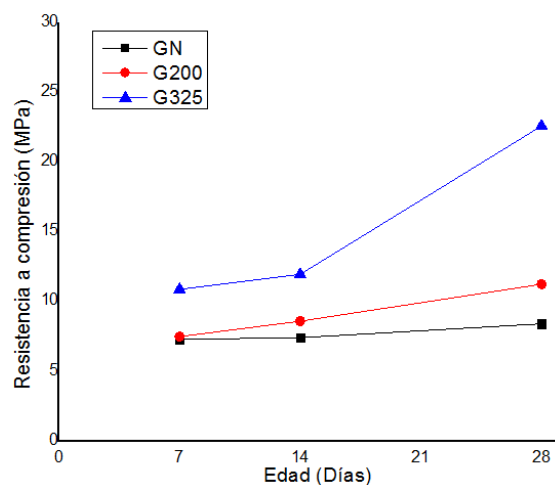


Figura 5. Porcentaje de porosidad total y material anhidro presente en la pasta a los 28 días.

Resistencia a compresión

En la figura 6 se muestran los resultados obtenidos mediante resistencia a compresión. En primera instancia se observa que al disminuir el tamaño de partícula en la CV, se incrementa considerablemente la resistencia a compresión en los morteros, lo anterior se le puede atribuir al mayor producto de reacción generado al incrementar la superficie específica. Como se ha mencionado anteriormente el gel N-A-S-H es lo que proporciona las elevadas resistencias de los geopolímeros [8].

Se observa la resistencia a compresión a los 7, 14, y 28 días de los morteros GN, G200 y G325, destacando que los morteros G325 tuvieron resistencias de 14.31, 19.90, 22.6 y 25 MPa en los mismos días de curado, los morteros GN y G200 no tuvieron resistencias cercanas a G325, con resultados máximos de 13.24 y 11.4 MPa respectivamente a los 28 días de curado [9].



4. CONCLUSIONES

1. El proceso de molienda de la CV N tiene un efecto positivo en la estructura del geopolímero, disminución de la porosidad, y favorece la obtención del gel N-A-S-H.
2. En las muestras de geopolímero ocurre un desplazamiento de bandas en los espectros de FTIR (de los 1100 cm⁻¹ a 990 cm⁻¹), en relación con las muestras sin activar, lo cual obedece a la formación del gel N-A-S-H y las bandas que aparecen en dichos espectros son relacionados a los enlaces presentes en las fases cristalinas.
3. La técnica de análisis de imagen muestra que el mayor índice de porosidad en los morteros de geopolímero se encuentra en mayor porcentaje en zonas de 0 a 5 μm con respecto al agregado, debido al efecto pared producido, mientras que en zonas más alejadas al agregado, la porosidad disminuye.
4. La muestra G325 obtuvo el menor porcentaje de porosidad y mayor resistencia a compresión, en comparación con GN y G200, esto fundamentado por la técnica de análisis de imagen.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Sinaloa, al Centro de Investigación de Materiales Avanzados, a la Universidad Politécnica de Cataluña, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada y a los alumnos colaboradores del servicio social.

5. REFERENCIAS

- 1 Malhotra, V., High-performance high-volume fly ash concrete. *Concrete International*, 2002. 24(7): p. 30-34.
- 2 Escalante-García, J.I., Materiales alternativos al cemento Pórtland. *Avance y Perspectiva*, 2002. 21: p. 79-88.
- 3 Davidovits, J., *Geopolymer, Green Chemistry and Sustainable Development Solutions: Proceedings of the World Congress Geopolymer 2005*. 2005: Geopolymer Institute.
- 4 Hardjito, D., et al., On the development of fly ash-based geopolymer concrete. *ACI Materials Journal-American Concrete Institute*, 2004. 101(6): p. 467-472.
- 5 Bakharev, T., Geopolymeric materials prepared using Class F fly ash and elevated temperature curing. *Cement and Concrete Research*, 2005. 35(6): p. 1224-1232.
- 6 Fernández-Jiménez, A. and A. Palomo, Mid-infrared spectroscopic studies of alkali-activated fly ash structure. *Microporous and mesoporous materials*, 2005. 86(1): p. 207-214
- 7 Provis J.L., D.P., van Deventer J.S.J., Statistical thermodynamic model for Si/Al ordering in amorphous aluminosilicates. *Chemistry of Materials*, 2005. 17.
- 8 Nazari.A., Production geopolymers by portland cement, desening the main parameters effects on compresive strenght by Taguchi method. 2012.
- 9 DJ. wantero, H.D.M.J., Sumajow ,and vijaya Rangan on the development of fly Ash - besed Geopolymer concrete. *ACI. materiales journal*. 2004.