

## Estudio de las condiciones de síntesis de geopolímeros con escoria de cobre, por activación con hidróxido de sodio

Hernández Guillén Gisel\*, García Mejía Tania Ariadna, Vázquez Soto Yang Alfonso, González Quiñonez Ana Patricia, Chávez García María de Lourdes

Universidad Nacional Autónoma de México, Departamento de química inorgánica y nuclear. Av. Universidad N° 3000, Coyoacán, Ciudad de México. C.P 04510. México.

\*Autor para correspondencia: intragisel636@hotmail.com

### Recibido:

13/mayo/2018

### Aceptado:

4/agosto/2018

### Palabras clave:

Activación alcalina, geopolímeros, escoria de cobre

### Keywords:

Alkaline activation, geopolymers, copper slag

### RESUMEN

El objetivo de este estudio es evaluar la susceptibilidad de la escoria de cobre (EC) a ser activada, con NaOH 12 M en la obtención de geopolímeros, GPs-EC; para su uso en la producción de materiales de construcción. Por medio del cálculo del *índice de basicidad*, las relaciones Si:Al y H<sub>2</sub>O:Na<sub>2</sub>O y, el módulo Na:Al. Para las condiciones de síntesis, se variaron la temperatura y el tiempo para la reacción; así como, las condiciones de precurado y de curado en un ambiente húmedo. La caracterización se siguió con FRX, DRX, FTIR y Microscopía Óptica. La consolidación de GPs-EC se obtuvo con un tiempo de reacción a 22°C, por 20 min y vibración de 10 min; precurado de 24 h y curado a 70°C por 24 h, en un ambiente húmedo. Los GPs-EC desarrollaron una resistencia a la compresión de 11 MPa similar a la de los paneles de construcción.

### ABSTRACT

The aim of this study is to evaluate the susceptibility of copper slag to be activated with sodium hydroxide at concentration of 12 M to obtain geopolymers, GPs-EC; for its use as construction materials. Through the calculation of its basicity index, the Si:Al and H<sub>2</sub>O:Na<sub>2</sub>O ratios and Na:Al module. In the conditions of synthesis were varied the temperature and time of the alkaline reaction. The precuring and curing conditions were developed in a humid environment. Finally, the compression resistance was evaluated. The characterization was followed with XFR, XRD, FRX FTIR, and Optical Microscopy. The consolidation of GPs-EC was obtained with a reaction time at 22°C, for 20 min and, vibration of 10 min; time of precuring at 24 h, in close molds and, the curing conditions at 70°C for 24h, in a humid environment. The GPs-EC developed a compressive resistance of 11 MPa, similar to panels of construction.

## Introducción

La industria del cemento Portland ordinario (CPO) es una fuente de contaminación a nivel mundial, debido a los efectos negativos asociados a su consumo energético y a sus efectos ambientales (Torres-Carrasco y Puertas, 2017). La producción de una tonelada de CPO libera alrededor una tonelada de  $\text{CO}_2$ , la cual contribuye con un aproximado del 5 %-8 % en peso de  $\text{CO}_2$  antropogénico total; por lo que, se ha incentivado el desarrollo de materiales con un efecto ambiental bajo, dentro de los cuales están los geopolímeros (GPs) (Neupane, 2016).

Joseph Davidovits acuñó el término **geopolímero** en 1979 para designar a polímeros inorgánicos sintéticos, con base en aluminosilicatos que proceden de la reacción química conocida como geopolimerización (Davidovits, 1994); en la cual, se emplea un activador alcalino que promueve una o varias reacciones a temperatura ambiente, sobre un sólido de origen inorgánico natural, como son los caolines y las puzolanas; o, artificial, como son las escorias y las cenizas volantes. Los cementos alcalinos se consolidan, con resistencias similares a las de los cementos y concretos, a temperaturas no mayores a los 90 °C (Chen *et al.*, 2016; Neupane, 2016).

Las variables para la consolidación de los GPs, se describen a continuación: a) la concentración del álcali, por su función en la disolución de los elementos que formarán la red geopolimérica. b) La relación  $\text{H}_2\text{O}:\text{Na}_2\text{O}$  que proporcionará el control sobre la trabajabilidad de la pasta (Duxson *et al.*, 2007). c) La relación Si:Al de 2:1, en función de los precursores; esta relación proporciona la estructura, del tipo polisialato-siloxo, funcional para la formación de cementos de rendimiento alto, con resistencias a la compresión, aproximadas de 30 MPa, similares a las del CPO (Davidovits, 1994). De forma similar, la relación Si:Al de 3:1 se ha mencionado que proporciona resultados con resistencias de 38 MPa; (Davidovits, 1994; Bernal *et al.*, 2012). d) La relación Na/Al ayuda en la neutralización de las cargas del GP, debido a la sustitución del  $\text{Si}^{4+}$ , por el  $\text{Al}^{3+}$ , en los tetraedros de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$  (Davidovits, 1994). e) las condiciones de reacción: la temperatura y el tiempo. Y finalmente, f) las condiciones de curado que para el trabajo presente se consideraron: la temperatura, el tiempo y la humedad.

El índice de basicidad de una escoria proporciona la relación de los constituyentes básicos y ácidos, presentes en ella; indica su predisposición a la activación alcalina y, se calcula con base en su composición química, según la relación  $(\text{CaO}+\text{MgO})/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ . Cuando la relación proporciona un valor mayor a 1, la escoria se clasifica

como básica, proclive a la activación; y, con un valor menor o igual a 1, se considera ácida, menos propensa a la activación (Al-Jabri *et al.*, 2009; Nazer *et al.*, 2016).

Los cementos alcalinos iniciaron su producción, con las escorias de acero a partir de 1960, obteniendo resistencias a la compresión a 28 días, de 50 y hasta 120 MPa; en comparación, con las del CPO, de 30 a 50 MPa. Al mismo tiempo, los GPs proporcionan ventajas, con respecto al CPO, por el empleo de subproductos industriales; la síntesis se realiza a temperatura ambiente, con un gasto energético menor; y, presentan resistencia mayor, a los ataques químicos de ácido nítrico y acético (Torres-Carrasco y Puertas, 2017).

Otras escorias, dentro de las que se citan las de cobre, se han investigado en la ciencia de los materiales, con relación al concreto auto compacto y los cementos especiales, como son los alcalinos, con dos décadas de desarrollo (Oluwasola *et al.*, 2014; Fadaee *et al.*, 2015). La EC se ha empleado en la sustitución parcial del CPO, como agregado fino, en un porcentaje de 5% hasta 50% en peso; en este último caso se obtuvo una resistencia a la compresión promedio de 43.7 MPa, a 28 días en comparación con la de CPO (Nazer *et al.*, 2016; Ganesh *et al.*, 2017).

Los estudios de la EC, en el efecto sobre el remplazo parcial o total del CPO y, la durabilidad del concreto no son suficientes o no están disponibles. Por ello, el interés de este estudio es evaluar la susceptibilidad de la escoria de cobre a ser activada con NaOH para su uso en la producción de materiales cementantes, con valores iguales o mayores a los del CPO a los 7 y 14 días (Standard, A.S.T.M, 2002). Para lo cual, se propone el desarrollo de las pruebas preliminares y, con base en éstas, las definitivas para obtener los factores que afectan la síntesis de los GPs-EC en sus propiedades de resistencia a la compresión. Para el desarrollo del estudio de las condiciones de la activación de la EC, con NaOH, se obtuvieron las relaciones Si:Al, Na:Al y  $\text{H}_2\text{O}:\text{Na}_2\text{O}$ , la velocidad y el tiempo de reacción; así como, las condiciones de precurado y curado: la temperatura y el tiempo, en un ambiente húmedo. Algunas de las condiciones se establecieron, con base en un estudio previo realizado por este grupo de trabajo (Cortés Salmerón, 2016) y en la literatura consultada (Davidovits, 1994; Duxson *et al.*, 2007; Al-Jabri *et al.*, 2009; Nazer *et al.*, 2016; Ganesh *et al.*, 2017). La caracterización de los precursores y los productos se analizaron por fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X de polvos (DRX), espectroscopía de absorción infrarroja (FTIR) y microscopía óptica (MO).

## Metodología

### Reactivos

Escoria de cobre

Hidróxido de sodio: NaOH 98.4% pureza, J.T.Baker.

Agua destilada

Aluminato de sodio: NaAlO<sub>2</sub> 65%, NaOH 15-20%, J.T.Baker.

### Técnicas de caracterización

#### *Espectrometría de fluorescencia de rayos X*

El análisis químico elemental se obtuvo en un espectrómetro X Siemens SRS 3000 con cátodo de Cu y ventana de Au.

#### *Difracción de rayos X de polvo*

La caracterización de las fases de los precursores y los productos se realizó, en un difractorómetro Bruker D8 con filtro de Ni, y radiación Cu Ka1 a  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ , con un tamaño de paso de  $0.02^\circ$  y tiempo de paso  $0.06s$ , en el intervalo de  $10-80^\circ$  de  $2\theta$ .

**Espectroscopía infrarrojo con transformada de Fourier.** Los grupos funcionales de los precursores y los productos se analizan en un espectrofotómetro de infrarrojo Spectrum 400 Perkin Elmer, en el infrarrojo medio ( $4000$  a  $400 \text{ cm}^{-1}$ ), con transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (ATR) en modo transmisión.

#### *Microscopía óptica (MO)*

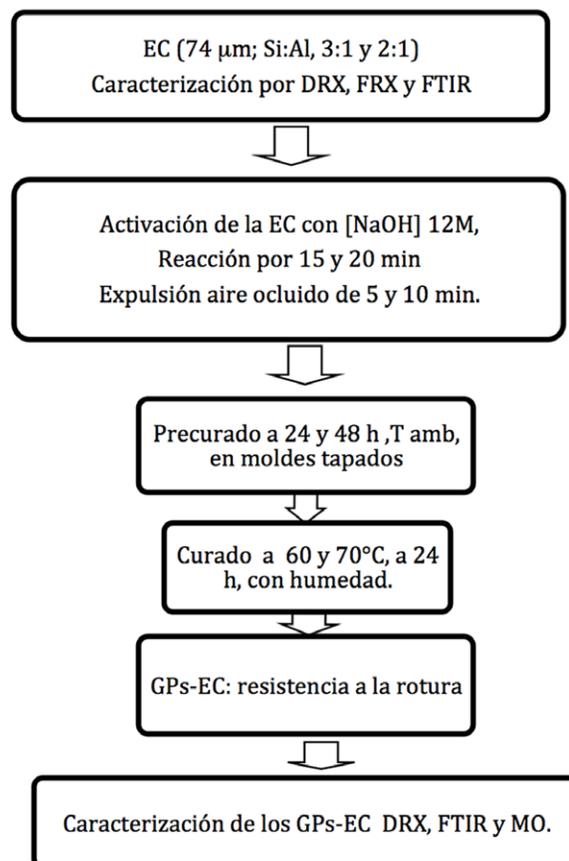
La inspección superficial de los GPs-EC se realizó en un microscopio óptico estereográfico marca Carl Zeiss.

### Desarrollo experimental de la síntesis de GPs-EC

#### *Síntesis de los GPs-EC*

#### *Pruebas preliminares*

La síntesis de los GPs-EC partió de la EC con un tamaño de partícula de  $74 \mu\text{m}$  y con la relación Si:Al de 3:1 y 2:1. La concentración del hidróxido de sodio de 12 M. La reacción se llevó a cabo de acuerdo, con el Esquema 1.



**Esquema 1.** Procedimiento de la síntesis de los GPs-EC (pruebas preliminares).

La molienda mecánica se realizó en un mortero de ágata a  $22^\circ\text{C}$ , con periodos de tiempo de a 10 y 20 min, hasta tener una pasta homogénea y manejable, la cual se trasladó a moldes para su vibración en vortex a 5 y 10 min, para liberarlos del aire ocluido. El tiempo de precurado se probó a 24 y 48 h a  $22^\circ\text{C}$ , con moldes cerrados. Las condiciones de curado fueron a  $60$  y  $70^\circ\text{C}$ ; a 24 h en un ambiente húmedo. A los 7, 14 y 28 días, se finalizó con las pruebas de resistencia a la rotura. En este estudio se diseñaron los moldes de silicón para las probetas cilíndricas con una longitud igual al doble de su diámetro (Standard, A.S.T.M, 2006).

#### *Pruebas finales*

Los GPs-EC se consolidaron de acuerdo con los resultados obtenidos en las pruebas preliminares. El ensayo de resistencia a la compresión se realizó a los 7 y 14 días.

## Resultados y discusión

### Escoria de Cobre

#### Fluorescencia de rayos X

El análisis químico elemental de la EC se obtuvo mediante fluorescencia de rayos X. Los componentes principales determinados fueron el Fe, Si y Ca, en su forma de óxido (Tabla 1).

Tabla 1. Fluorescencia de rayos X.

| Óx. | SiO <sub>2</sub> | TiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MnO  | MgO  |
|-----|------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|
| % p | 33.12            | 0.22             | 4.67                           | 45.46                          | 0.39 | 0.42 |

| Óx. | CaO   | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | P.P.C* | Total |
|-----|-------|-------------------|------------------|-------------------------------|--------|-------|
| % p | 11.68 | 2.64              | 0.77             | 0.10                          | 0.53   | 99.47 |

Óx. - Óxidos

% p. - % peso

\*P.P.C- Pérdidas por calcinación

#### Índice de basicidad

El índice de basicidad (Ib) para la EC, con base en su análisis de FRX, proporcionó un valor de 0.32; la cual es clasificada como ácida (Al-Jabri *et al.*, 2009; Nazer *et al.*, 2016).

$$Ib = \frac{CaO + MgO}{SiO_2 + Al_2O_3}$$

$$Ib = \frac{11.68 + 0.42}{33.12 + 4.67} = 0.32$$

#### Cálculo de las relaciones Si:Al, Na:Al y H<sub>2</sub>O:Na<sub>2</sub>O obtenidos a partir de FRX

Tabla 2. Relaciones de los elementos de la EC.

| Relación                            | Valor |
|-------------------------------------|-------|
| Si:Al                               | 6     |
| Na:Al                               | 0.96  |
| H <sub>2</sub> O: Na <sub>2</sub> O | 0.06  |

La relación Si/Al de la EC calculada, a partir de los datos de FRX, proporcionó un valor de 6, por lo que se ajustó para trabajar, con las relaciones molares deseadas de Si:Al, 2:1 y 3:1, por medio de la adición de NaAlO<sub>2</sub> (Tabla 3).

Tabla 3. Relaciones para la síntesis de los GPs-EC.

| Relación                            | Valor     |
|-------------------------------------|-----------|
| Si:Al                               | 3:1 y 2:1 |
| Na:Al                               | 1         |
| H <sub>2</sub> O: Na <sub>2</sub> O | 0.35      |

#### Difracción de rayos X en polvo

En la caracterización de la EC, por DRX, se identificó, como fases en proporción mayor, a la hedenbergita, fayalita y magnetita; como, menores a la cristobalita, alúmina, enargita y silicio (Tabla 4); y una fase amorfa, la cual se muestra, por la desviación de la línea base, el ruido de fondo y, el halo amplio que cubre el difractograma (Figura 1).

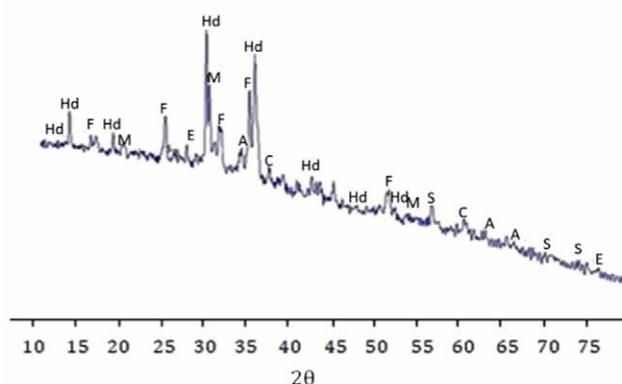


Figura 1. Difracción de rayos X de la EC.

Tabla 4. Fases presentes en la EC.

| Fase              | Fórmula                            |
|-------------------|------------------------------------|
| Alúmina (A)       | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     |
| Cristobalita (C)  | SiO <sub>2</sub>                   |
| Enargita (E)      | Cu <sub>3</sub> AsS <sub>4</sub>   |
| Fayalita (F)      | Fe <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>   |
| Hedenbergita (Hd) | CaFeSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> |
| Magnetita (M)     | Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>     |
| Silicio (S)       | Si                                 |

#### FTIR

La EC por FTIR (Figura 3; Tabla 5), registró actividad en el intervalo de 625 a 1048 cm<sup>-1</sup>. En donde las señales

en 1048  $\text{cm}^{-1}$ , 948  $\text{cm}^{-1}$  y 876  $\text{cm}^{-1}$ , se atribuyeron a los enlaces Si-O, asociadas a las fases silicatadas, como son la cristobalita ( $\text{SiO}_2$ ), la hedenbergita ( $\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$ ) y a la fayalita ( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ); la banda en 804  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente al enlace Al-O, relacionada al  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presente (Al-Jabri *et al.*, 2009; Nazer *et al.*, 2016). La identificación corroboró las fases identificadas, por DRX (Figura 1).

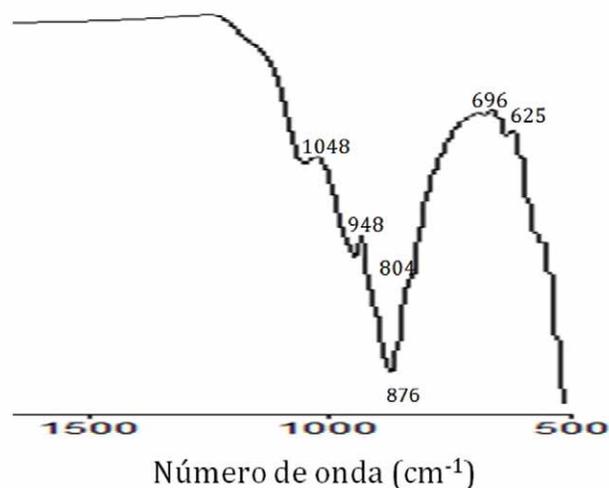


Figura 2. Espectro FTIR de la EC.

Tabla 5. Bandas FTIR de la EC (Nazer *et al.*, 2016).

| $\text{cm}^{-1}$ | Enlace  |
|------------------|---|
| 1048             | Extensión simétrica y asimétrica de Si-O.   |
| 948              | Extensión asimétrica de Si-O del modo $u_3$ en $\text{SiO}_4$ .                                       |
| 876              | Extensión asimétrica de Si-O del modo $u_3$ en $\text{SiO}_4$ .                                       |
| 804              | Enlaces Al-O.   |
| 696              | Vibraciones de flexión Si-O-Si, siendo característico de las cadenas de silicatos ( $\text{SiO}_3$ ). |
| 625              | Enlaces Al-O.   |

## Geopolímeros- Escoria de cobre (GPs-EC)

### Pruebas preliminares: Parte A

Los resultados de la reacción de la EC, con  $[\text{NaOH}]$  12 M, a 22°C, junto con sus pruebas de resistencia de rotura se muestran en la Tabla 5. En este trabajo la resistencia a la rotura de los GPs-EC, se realizó de forma manual a los 7, 14 y 28 días de curado. Para lo cual, se consideró una resistencia a la rotura baja, cuando se rompe fácilmente; una media, cuando la rotura se obtiene, con la aplicación

de una fuerza mayor y, alta cuando no fue posible romperla.

Para una relación Si:Al de 3:1, la variación de los factores fueron: un tiempo de reacción de 10 a 20 min; de vibración en vortex a 5 y 10 min; las condiciones de precurado a 24 y 48 h; y, las de curado a temperatura de 60 y 70°C, a 24 h, en un ambiente húmedo (Tabla 6).

Las condiciones para la relación Si:Al de 2:1 se realizaron con base, en los resultados obtenidos de la relación 3:1; para lo cual, se mantuvieron constantes el tiempo de reacción a 20 min, y vibración a 10 min, la temperatura de curado se llevó a 70°C, por 24 h; este ajuste se debió a los efectos del cambio del equipo (Tabla 6).

Tabla 6. Resultados preliminares.

| N.M.     | Si/Al | T.R. | T.A. | T.P. | T.C. | R.R. |
|----------|-------|------|------|------|------|------|
| EC1-01.0 | 3:1   | 20   | 10   | 48   | 60   | M    |
| EC1-01.1 | 3:1   | 20   | 10   | 24   | 60   | A    |
| EC1-01.2 | 3:1   | 15   | 5    | 48   | 60   | B    |
| EC1-01.3 | 3:1   | 15   | 5    | 24   | 60   | B    |
| EC1-02.0 | 3:1   | 10   | 10   | 24   | 60   | M    |
| EC1-03.1 | 3:1   | 10   | 10   | 48   | 60   | M    |
| EC1-02.1 | 3:1   | 20   | 10   | 48   | 60   | A    |
| EC1-03.0 | 3:1   | 20   | 10   | 24   | 60   | A    |
| EC1-04.0 | 2:1   | 20   | 10   | 24   | 60   | M    |
| EC1-05.0 | 2:1   | 20   | 10   | 48   | 60   | A    |
| EC1-04.1 | 2:1   | 20   | 10   | 24   | 70   | M    |
| EC1-05.1 | 2:1   | 20   | 10   | 48   | 70   | A    |
| EC1-06.0 | 2:1   | 20   | 10   | 24   | 70   | A    |
| EC1-06.1 | 2:1   | 20   | 10   | 48   | 70   | M    |

N.M.- Número de muestra.  
 Si/Al- Relación de Si/Al.  
 T.R- Tiempo de reacción (min.)  
 T.A- Tiempo de agitación en vortex (min.)  
 T.P- Tiempo de precurado (h.)  
 T.C- Temperatura de curado (°C)  
 R.R- Resistencia a la rotura.  
 B: Baja, M: Media, A: Alta

**Pruebas preliminares: Parte B**

Los resultados obtenidos en las pruebas preliminares de la síntesis de GPs-EC, tuvieron un efecto, en la disminución de las variables del sistema, de acuerdo con las pruebas de rotura (Tabla 5). Por lo cual, se decidió realizar una serie de pruebas denominadas B, antes de realizar las pruebas finales. Para las cuales, sus condiciones de síntesis fueron: el tiempo de reacción a 22°C, por 20 min y, con una vibración de 10 min para expulsar el aire ocluido; y, las condiciones de curado a 70°C por 24 h, con la variación del tiempo de precurado a 24 y 48 h (Tabla 7).

**Tabla 7.** Resultados preliminares B.

| N.M.       | Si/Al | T.P (h.) | R.R. |
|------------|-------|----------|------|
| EC1-01.2   | 3:1   | 48       | A    |
| EC1-01.2.1 | 3:1   | 24       | B    |
| EC1-03.0.1 | 3:1   | 24       | A    |
| EC1-03.1   | 3:1   | 48       | A    |
| EC1-04.0.1 | 2:1   | 24       | A    |
| EC1-04.1.1 | 2:1   | 24       | A    |
| EC1-05.0.1 | 2:1   | 48       | A    |
| EC1-05.0.2 | 2:1   | 48       | M    |

N.M- Número de muestra.  
 Si/Al- Relación de Si/Al.  
 T.P- Tiempo de precurado (h.)  
 R.R- Resistencia a la rotura.  
 B: Baja, M: Media, A: Alta

Los GPs-EC se sintetizaron, con base en los resultados, de las pruebas preliminares B (Figura 3). De tal forma que, se fijaron la temperatura de reacción a 22°C; con vibración durante 20 min, y 10 min; condiciones de curado a 70°C, por 24 h, en un ambiente húmedo (Tabla 8). Finalmente, los GPs-EC consolidados fueron ensayados para evaluar su resistencia a la compresión (Figuras 8 y 9).



**Figura 3.** Probeta de los GPs-EC para ser sometida a los ensayos de compresión.

**Tabla 8.** Resultados finales de los GPs-EC.

| Muestra    | Relación Si/Al | Resistencia a la rotura |
|------------|----------------|-------------------------|
| EC1-07.0   | 3:1            | Alta                    |
| EC1-07.0.1 | 3:1            | Media                   |
| EC1-07.1.0 | 3:1            | Alta                    |
| EC1-07.1.1 | 3:1            | Alta                    |
| EC2-2.0    | 2:1            | Alta                    |
| EC2-3.1    | 2:1            | Alta                    |
| EC2-3.1.1  | 2:1            | Alta                    |
| EC2-3.1.2  | 2:1            | Alta                    |

B: Baja, M: Media, A: Alta

**Microscopía óptica**

Los GPs-EC, con relaciones Si:Al, 2:1 y 3:1, por MO presentaron una superficie homogénea, con defectos propios del molde (Figura 4).



**Figura 4.** Micrografía óptica de la muestra de GPs-EC, Si:Al, 2:1 y 3:1.

**Difracción de rayos X**

Los GPs-EC fueron analizados por DRX, a los 7 y 14 días de curado. Los resultados muestran la persistencia de las fases hedenbergita, fayalita y cristobalita, con disminución de su intensidad; mientras que las fases alúmina, enargita y magnetita desaparecieron y, la fase amorfa disminuyó, indicada por la disminución de la línea base del difractograma, quedando un halo ligero. Los difractogramas para las relaciones Si:Al (3:1 y 2:1) no mostraron cambios significativos entre ellos. Los resultados para los 14 días de curado se presentan en la Figura 5 y la Tabla 9.

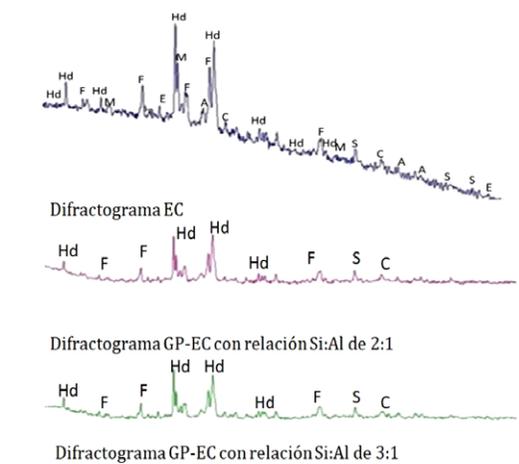


Figura 5. Difracción de rayos X de los GPs- EC, a 14 días de curado.

Tabla 9. Fases presentes en los GPs-EC para relaciones Si:Al, 2:1 y 3:1.

| Fase              | Fórmula                     |
|-------------------|-----------------------------|
| Hedenbergita (Hd) | $\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$ |
| Fayalita (F)      | $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$   |
| Silicio (S)       | Si                          |
| Cristobalita (C)  | $\text{SiO}_2$              |

### FTIR

Los GPs-EC fueron analizados por FTIR, a los 7 y 14 días de curado. El espectro mostró señales similares a las de la EC con desplazamientos ligeros. Y, señales nuevas situadas, en el  $1438\text{ cm}^{-1}$ ,  $1413\text{ cm}^{-1}$ ,  $863\text{ cm}^{-1}$  y  $823\text{ cm}^{-1}$ , relacionados a los enlaces O-C-O; y, la banda en  $943\text{ cm}^{-1}$ , se asoció al enlace Si-O. Los espectros de GPs-EC no mostraron cambios significativos en cuanto a la relación Si:Al (3:1 y 2:1). Los resultados para la relación 2:1 se presentan en la Figura 6 y Tabla 10, a los 14 días.

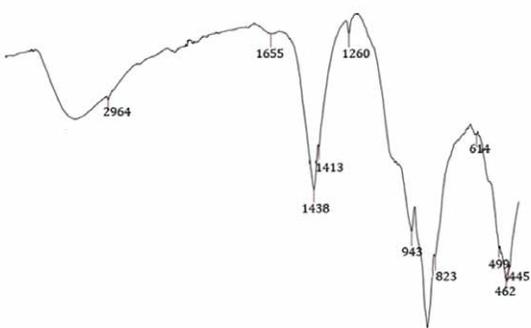


Figura 6. Espectro FTIR de los GPs- EC, Si:Al, 2:1.

Tabla 10. Bandas FTIR de los GPs-EC (Allahverdi *et al.*, 2010; Horgnies *et al.*, 2013; Nazer *et al.*, 2016).

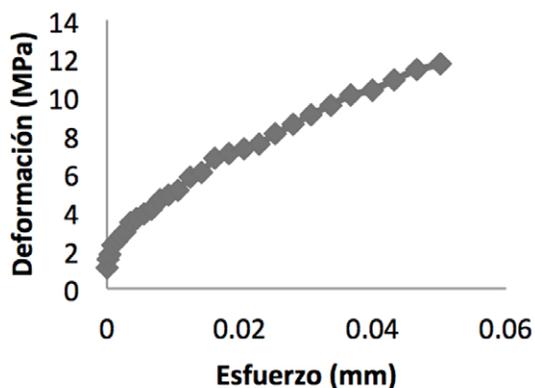
| $\text{cm}^{-1}$ | Enlace  |
|------------------|---|
| 2964             | -OH del agua  |
| 1655             | Extensión simétrica y asimétrica de Si-O  |
| 1438             | Vibraciones de deformación de los enlaces O-C-O debido a productos de carbonatación |
| 1413             | Vibración de flexión del grupo $\text{OH}^-$  |
| 1260             | Extensión simétrica y asimétrica de Si-O  |
| 943              | Extensión asimétrica de Si-O del modo $\nu_3$ en $\text{SiO}_4$                     |
| 863              | Vibraciones de flexión fuera del plano $\nu_2[\text{CO}_3]^{2-}$                    |
| 823              | Vibraciones de flexión fuera del plano $\nu_2[\text{CO}_3]^{2-}$                    |
| 614              | Enlaces Al-O  |
| 499              | División degenerada de $\nu_4$ vibraciones de flexión asimétricas de Si-O           |
| 462              | División degenerada de $\nu_4$ vibraciones de flexión asimétricas de Si-O           |
| 445              | Vibraciones de flexión de Si-O/Al-O   |

### Resistencia a la compresión

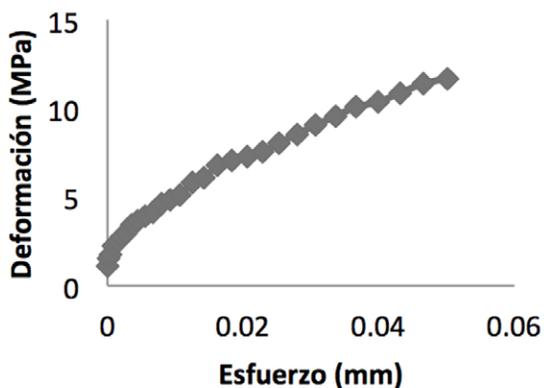
Los GPs-EC obtenidos, de las pruebas definitivas, a los 14 días de curado, fueron ensayados por compresión (Figura 7). Las gráficas de los GPs-EC mostraron un incremento en la deformación de los GPs-EC al aumentar el esfuerzo aplicado, hasta a la rotura de las probetas a 11 MPa (Figuras 8 y 9).



Figura 7. Muestra representativa de una probeta GPs- EC después del ensayo de compresión.



**Figura 8.** Gráfica del ensayo de la compresión, para el GPs-EC (Si:Al 3:1), a los 14 días de curado.



**Figura 9.** Gráfica de la deformación, con respecto al esfuerzo para el GPs-EC (Si:Al 2:1), a los 14 días de curado.

La caracterización de la EC, por FRX y DRX, permitió la predicción de su comportamiento, para ser susceptible a su activación. El índice de basicidad de la EC de 0.32, la clasificó, como ácida, de reactividad y susceptibilidad bajas a la activación (Al-Jabri *et al.*, 2009). La EC constituida, por las fases cristalinas con hedenbergita, fayalita y magnetita en proporción mayor; en menor de cristobalita, alúmina, enargita; con una fase amorfa adicional, la cual se considera termodinámicamente inestable, reactiva y susceptible para la activación alcalina (Nazer *et al.*, 2016).

La síntesis de los GPs-EC, en las pruebas preliminares y finales, en la preparación de las pastas, presentaron trabajabilidad, debido a su fluidez y sin apelmazamientos; lo que ayudó a la consolidación de los GPs-EC, después de los procesos de precurado y curado, para lo cual, su inspección visual no mostró agrietamiento. El análisis de los GPs-EC a 14 días, por DRX expuso la persistencia

de las fases relacionadas a la hedenbergita, la fayalita, la cristobalita y el silicio, con una disminución ligera en su intensidad, lo que indicó una reacción parcial de las mismas; la fases de la alúmina, enargita y magnetita, no persistieron lo que sugirió su reacción casi completa, de acuerdo con varias publicaciones (Duxson *et al.*, 2007; Al-Jabri *et al.*, 2009; Chen *et al.*, 2016; Nazer *et al.*, 2016). Así como, la disminución de la línea base, en el difractograma debida a la fase amorfa, quedando sólo un halo ligero, lo que indicó su reacción casi por completo, como lo indican algunos autores (Fadaee *et al.*, 2015; Nazer *et al.*, 2016).

El análisis del GPs-EC, por FTIR, mostró señales nuevas, con relación a la EC, situadas en el intervalo de 3274 a 445  $\text{cm}^{-1}$ : en 1438  $\text{cm}^{-1}$ , 1413  $\text{cm}^{-1}$ , 863  $\text{cm}^{-1}$  y 823  $\text{cm}^{-1}$ , relacionados a los enlaces O-C-O, indicativos de la presencia de los carbonatos en el GP. La banda en 943  $\text{cm}^{-1}$ , correspondió al enlace Si-O del  $\text{SiO}_4$ , lo cual hace suponer la formación de productos de hidratación, del tipo C-S-H, una de las fases presentes en el CPO; la responsable de proporcionarle propiedades de resistencia alta (Allahverdi *et al.*, 2010; Horgnies *et al.*, 2013).

La resistencia a la compresión de los GPs-EC (Si:Al 2:1 y 3:1) se evaluó a los 7, 14 y 21 días; con resultados similares. Las figuras 8 y 9 de esfuerzo vs. deformación, se muestran a los 14 días de curado. El valor de la resistencia a la compresión promedio fue de 11.68 MPa; con un desempeño menor en comparación con los 20 MPa, relacionado a la resistencia mínima para el CPO (Standard, A.S.T.M, 2004). Este valor sugirió la necesidad de mejorar los tiempos de reacción de la EC con el hidróxido de sodio, para evitar la carbonatación, al exponer las muestras al ambiente. La resistencia que presentan los GPs-EC es similar a los materiales usado como paneles de construcción (Luna *et al.*, 2015).

## Conclusiones

Se consolidaron GPs-EC, con resistencia a la compresión de 11 MPa, para lo cual se obtuvieron las condiciones para la reacción alcalina de la EC (Si:Al de 3:1 y 2:1) con NaOH a 12 M. Las cuales fueron a una temperatura de reacción de 22°C, durante 20 min; con vibración en vórtex durante 10 min; con unas condiciones de precurado a 22°C y 24 h; y de curado a 70°C y 24 h, en un ambiente húmedo.

Los GPs-EC presentaron una resistencia a la compresión de 11.6 MPa, similar a la, que presentan los paneles de construcción. Para mejorar la geopolimerización de la EC se eliminará la carbonatación al exponerse al ambiente, a través mejorar los tiempos de reacción, lo que favorecerá, al mismo tiempo, la resistencia a la compresión.

## Agradecimientos

Al financiamiento del proyecto PAIP 5000-9038 de la Facultad de Química, UNAM. Las autoras agradecen las facilidades del Laboratorio del Dr. David Díaz de la Facultad de Química, UNAM; a la M en C. Cecilia Salcedo (USAI, Facultad de Química, UNAM).

## Referencias

- Al-Jabri K. S., Hisada M., Al-Oraimi S. K., and Al-Saidy A. H. (2009). Copper slag as sand replacement for high performance concrete. *Cement and Concrete Composites*, 31: 483-488.
- Allahverdi B. Shaverdi, and E. Najafi Kani. (2010) Influence of sodium oxide on properties of fresh and hardened paste of alkali-activated blast-furnace slag, *Int. J. Civ. Eng.*, 4: 304-314.
- Bernal S. A., Rodríguez E. D., de Gutiérrez R. M., Provis J. L., and Delvasto S. (2012). Activation of metakaolin/slag blends using alkaline solutions based on chemically modified silica fume and rice husk ash. *Waste and Biomass Valorization*, 3: 99-108.
- Chen L., Wang Z., Wang Y., and Feng J. (2016). Preparation and Properties of Alkali Activated Metakaolin-Based Geopolymer. *Materials*, 9: 767.
- Cortés O. F. (2016). *Síntesis de geopolímeros por activación alcalina de escoria de acero*. Tesis para optar por el grado de licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.
- Davidovits J. (1994). Properties of geopolymer cements. In *First international conference on alkaline cements and concretes* Vol. 1: 131-149.
- Duxson P. S. W. M., Mallicoat S. W., Lukey G. C., Kriven W. M., and Van Deventer J. S. J. (2007). The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 292: 8-20.
- Fadaee M., Mirhosseini R., Tabatabaei R., and Fadaee M. J. (2015). Investigation on using copper slag as part of cementitious materials in self compacting concrete.
- Ganesh B., Bhaskara Rao C., and Rajesh K. (2017). Experimental Study on Lime Stone Powder & Copper Slag on Strength Properties in Concrete with Partial replacement Cement and Fine Aggregate. *International Journal of Mechanical Engineering and Computer Applications*, 5: 025-028.
- Luna Y., Cornejo A., Leiva C., Arenas L. V., and Pereira C. F. (2015). Properties of fly ash and metakaolin based geopolymer panels under fire resistance tests. *Materiales de construcción*, 319: 3.
- M. Horgnies, J. J. Chen and C. Bouillon. (2013). Overview about the use of Fourier Transform Infrared spectroscopy to study cementitious materials. *WIT Transactions on Engineering Sciences*, 77: 251-262.
- Nazer A., Payá J., Borrachero M. V., and Monzó, J. (2016). Use of ancient copper slags in Portland cement and alkali activated cement matrices. *Journal of environmental management*, 167: 115-123.
- Neupane K. (2016). Fly ash and GGBFS based powder-activated geopolymer binders: A viable sustainable alternative of portland cement in concrete industry. *Mechanics of Materials*, 103: 110-122.
- Oluwasola E. A., Hainin M. R., Aziz M. M. A., Yaacob H., and Warid M. N. M. (2014). Potentials of steel slag and copper mine tailings as construction materials. *Materials Research Innovations*, 18: S6-250.
- Puertas F., García-Díaz I., Palacios M., Martínez-Ramírez S., Barba A., Gazulla M. F., and Gómez M. P. (2007). Empleo de residuos cerámicos como materia prima alternativa para la fabricación de clínker de cemento portland. *Cemento y Hormigón*, 907: 20-34.
- Standard, A. S. T. M. C 150-04 (2004). *Standard Specification for Portland Cement*, ASTM Annual Book of Standards, 4.
- Standard, A. S. T. M. C 39/C 39M (2002). *Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens*. ASTM International.
- Standard, A. S. T. M. 31/C 31M-06 (2006). *Standard Practice for Making and Curing Concrete Test Specimens in the Field*, ASTM International, West Conshohocken, PA.,2.
- Torres-Carrasco M., and Puertas F. (2017). Alkaline activation of different aluminosilicates as an alternative to Portland cement: alkali activated cements or geopolymers. *revista Ingeniería de Construcción*, 32: 05-12.