

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN AGUSTÍN DE AREQUIPA

FACULTAD DE INGENIERÍA DE PROCESOS

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA DE MATERIALES



APROVECHAMIENTO Y ESTABILIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS DE RELAVES MINEROS PARA LA FABRICACIÓN DE NUEVOS MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN MEDIANTE LA APLICACIÓN DE TECNOLOGÍA GEOPOLIMÉRICA

Tesis presentada por:

Cris Katherin Palomino Ñaupá

Para optar el Título Profesional de:

Ingeniera de Materiales

Asesor:

Prof. PhD. Fredy Alberto Huamán
Mamani

Arequipa - Perú

2022

DEDICATORIA

A mis padres Vilma Ñaupá y Raúl Palomino por, por inculcarme los valores, haberme forjado como la persona que soy en la actualidad, muchos de mis logros se los debo a ustedes en los que se incluye este. Me formaron con reglas y con algunas libertades, pero al final de cuentas, me motivaron constantemente para alcanzar mis anhelos y metas y a mis hermanos Diván Palomino A. Raúl Palomino por ser mis ejemplos y soporte en todo momento.

Gracias.

AGRADECIMIENTO

El agradecimiento inicial y principal es a Dios porque me permitió trabajar en este proyecto y poder conocer a personas maravillosas, que a pesar de las complicaciones y percances que tuvimos, por parte de la situación sanitaria, todo salió muy bien.

También agradecer a la oportunidad brindada por el Consejo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación Tecnológica (CONCYTEC), el Fondo Nacional de Desarrollo Científico, Tecnológico y de Innovación Tecnológica (FONDECYT); por el financiamiento otorgado, según contrato 1402020-FONDECYT.

A mi asesor, consejero, guía y amigo, Ph.D. Fredy Alberto Huamán Mamani, por brindarme la oportunidad de poder conocer esta etapa apasionante de la investigación, por la guía, por la motivación, impulso y nuevos aprendizajes de su parte. Todo ha sido un cumulo de nuevas experiencias y mucho crecimiento por lo que le estoy muy agradecida.

Al grupo de investigación en Ciencia y Tecnología de Materiales (CITEM), a la Universidad Católica San Pablo, a mis amigos Verónica Bringas, Denis Mayta, Paul Rodríguez, Miranda Benavides, Daily Gallegos; por acompañarme en este proceso día a día y hacer que los días en el laboratorio sean los mejores.

Este trabajo fue financiado por CONCYTEC y PROCIENCIA en el marco de la convocatoria E041 con contrato N° 140-2020-FONDECYT y fue ejecutado en los Laboratorios de la Universidad Católica San Pablo

RESUMEN

La finalidad de este trabajo de tesis es poder aprovechar relaves de la explotación de minería de oro para la fabricación de nuevos materiales de construcción mediante la aplicación de tecnología geopolimérica. En este trabajo se utilizó dos tipos de relaves como fuente de aluminosilicatos, una de la minería informal y otra de la minería formal. La investigación comenzó con el muestreo en campo de los dos tipos relaves mineros, siguiendo con la adecuación (homogeneización, molienda y tamizado) y caracterización (física, química, estructural y microestructural) de la materia prima, para comprender y validar las características de los relaves como fuente de aluminosilicatos en una reacción de geopolimerización. Para la fabricación de los morteros G se usó una solución alcalina de Na(OH), como compuesto endurecedor, y se fabricaron en dos etapas, en la primera, se fabricaron morteros de 20mm de diámetro y 40mm de altura donde se buscó evaluar el efecto de variables como (i) tipo de materia prima aglomerante, (ii) relación aglomerante: arena fina y (iii) concentración de la solución endurecedora en la respuesta mecánica en compresión uniaxial, y en una segunda etapa, y luego de evaluar los resultados de la primera para obtener los parámetros que nos permitirán realizar los ensayos posteriores, se fabricaron morteros geopoliméricos de 5x5x10mm que fueron evaluados en condiciones termomecánicas (ambiente, 200 y 500 °C), posteriormente se realizó la técnicas de caracterización física, química, estructural y microestructural de los morteros fabricados. Como resultados XRF, el relave de minería formal tuvo Si (22.86%) y Al (3.14%) como elementos de mayoritarios y en el relave de minería informal fueron Si (24.47%), Al (7.93%). Se pudo evidenciar un buen acuerdo entre la distribución de tamaños de partículas observados microestructuralmente y los resultados por granulometría de difracción laser de luz. Como resultados mecánicos encontrados en los morteros G fueron comparados con los encontrados en los morteros C , cuyos valores de las resistencias máximas a la compresión uniaxial a T° ambiente para los morteros G dieron un rango entre 4.42 a 11.99 MPa, a 200°C entre 32.36MPa a 36.25MPa y a 500°C desde 36.29 hasta 41.01MPa, encontrándose los mejores resultados al considerar una relación ligante:arena fina de 1:2 una molaridad de la solución endurecedora de 12 M y una relación solución endurecedora:ligante de 0,6.La microestructura encontrada para los dos tipos de morteros estudiados (C y G) consistió en una fase continua interconectada de ligante (cemento o estéril minero geopolimerizado) y otra discontinua de partículas de arena fina, situada dentro de la fase de ligante.

ABSTRACT

The purpose of this thesis work is to take advantage of tailings from gold mining exploitation for the manufacture of new construction materials through the application of geopolymer technology. In this work, two types of tailings were used as a source of aluminosilicates, one from informal mining and the other from formal mining. The research began with field sampling of the two types of mining tailings, followed by the adequacy (homogenization, grinding and sieving) and characterization (physical, chemical, structural and microstructural) of the raw material, to understand and validate the characteristics of the tailings as a source of aluminosilicates in a geopolymerization reaction. For the fabrication of the G mortars, an alkaline solution of Na(OH) was used as a hardener compound, and they were fabricated in two stages, in the first one, mortars of 20mm diameter and 40mm height were fabricated where we sought to evaluate the effect of variables such as (i) type of raw material binder, (ii) binder ratio: fine sand and (iii) concentration of the hardener solution on the mechanical response in uniaxial compression, and in a second stage, and after evaluating the results of the first stage to obtain the parameters that will allow us to perform subsequent tests, geopolymer mortars of 5x5x10mm were manufactured and evaluated under thermomechanical conditions (ambient, 200 and 500 °C), then the physical, chemical, structural and microstructural characterization techniques of the manufactured mortars were performed. As XRF results, the tailings from formal mining had Si (22.86%) and Al (3.14%) as majority elements and in the tailings from informal mining were Si (24.47%), Al (7.93%). A good agreement could be evidenced between the distribution of particle sizes observed microstructurally and the results by laser light diffraction granulometry. The mechanical results found in mortars G were compared with those found in mortars C , whose maximum uniaxial compressive strength values at ambient T° for mortars G ranged from 4.42 to 11.99MPa, at 200°C from 32.36MPa to 36.25MPa and at 500°C from 36.29 to 41. The best results were found when considering a binder:fine sand ratio of 1:2, a hardener solution molarity of 12 M and a hardener solution:binder ratio of 0.6. The microstructure found for the two types of mortars studied (C and G) consisted of a continuous interconnected phase of binder (cement or geopolymerized mining tailings) and a discontinuous phase of fine sand particles, located within the binder phase.

INDICE GENERAL

DEDICATORIA.....	2
AGRADECIMIENTO.....	3
RESUMEN.....	5
ABSTRACT.....	6
INDICE GENERAL.....	7
INDICE DE FIGURAS.....	9
INDICE DE TABLAS.....	13
CAPÍTULO 1. Generalidades.....	15
1.1. Antecedentes.....	16
1.2. Objetivos.....	19
1.3. Descripción general de la memoria.....	20
1.4. Justificación.....	21
1.5. Hipótesis.....	21
1.6. Alcances de la investigación.....	21
CAPÍTULO 2. Marco teórico.....	22
2.1. Definiciones importantes.....	23
2.1.1. Geopolímero.....	23
2.1.2. Geopolimerización.....	24
2.1.3. Morteros geopoliméricos y su respuesta mecánica.....	26
2.1.4. Materiales de partida.....	27
CAPÍTULO 3. Fabricación de los materiales.....	29
3.1. Introducción.....	30
3.2. Muestreo y homogeneización.....	30
3.3. Molienda y tamizado.....	40
3.4. Matriz de mezclas.....	42
3.5. Mezclado, moldeado y curado.....	44
CAPÍTULO 4. Caracterización física, estructural, microestructural, mecánica y termomecánica de los materiales.....	47
4.1 Introducción.....	48

4.2. Técnicas de caracterización.....	48
4.2.1. Densidad de los materiales.....	48
4.2.2. Análisis del tamaño de partícula.....	49
4.2.3. Difracción de rayos X.....	51
4.2.4. Fluorescencia de rayos X.....	53
4.2.5. Análisis por microscopía óptica y electrónica.....	54
4.2.6. Análisis térmico por DSC/TGA.....	57
4.2.7. Ensayos mecánicos y termomecánicos.....	60
CAPÍTULO 5. Resultados y análisis.....	63
5.1. Introducción.....	64
5.2. Resultados experimentales.....	64
5.2.1. Densidad real, aparente y porosidad.....	64
5.2.2. Distribución de tamaño de partículas.....	67
5.2.3. Identificación de fases cristalinas.....	68
5.2.4. Identificación de elementos químicos.....	71
5.2.5. Caracterización microestructural.....	74
5.2.6. Análisis térmicos.....	84
5.2.7. Comportamiento mecánico.....	87
5.2.8. Comportamiento termomecánico.....	94
CAPÍTULO 6. Conclusiones y recomendaciones.....	103
Conclusiones.....	104
Recomendaciones.....	106
Referencias bibliográficas.....	107

INDICE DE FIGURAS

Figura 1: Estructura básica de los geopolímeros.....	23
Figura 2: Proceso de síntesis de los geopolímeros	25
Figura 3: Proceso de geopolimerización	26
Figura 4. Puntos de muestreo de relaves de minería formal.....	34
Figura 5. Relavera de la planta beneficio minera paraíso.....	34
Figura 6. Procedimiento de excavación para toma de muestra	35
Figura 7. Medición de la profundidad para el muestreo por canales.....	35
Figura 8. Muestreo por canales y recolección de la muestra.....	36
Figura 9. Muestras etiquetadas	36
Figura 10. Punto de muestreo de relaves de minería informa	37
Figura 11. Remoción de relave para la toma de muestra de minería informal.....	38
Nota: Excavación de una calicata empleando pico y la pala.	38
Figura 12. Calicata para toma de muestra en el relave	39
Figura 13. Toma de muestra minería informal	39
Figura 14. Laboratorio de investigación de la Universidad Católica San Pablo	40
Figura 15. Proceso de homogeneización de muestra de relave formal e informal.....	41
Figura 16. Proceso cuarteo y selección de muestra representativa.....	41
Figura 17. Proceso de molienda de muestras de relave y arena fina	42
Figura 18. Proceso de medida de masas y mezclado en seco.....	45
Figura 19. Proceso de preparación de solución endurecedora y mezclado con mezcla de sólidos hasta formar una pasta plástica y trabajable.	45

Figura 20. Proceso de moldeado de pasta plástica	45
Figura 21. Muestras cilíndricas luego del proceso de curado.....	46
Figura 22. Equipo de Picnometría de Helio utilizado en este trabajo	48
Figura 23. Esquema de un equipo de medida de tamaño de partícula por Difracción Láser.	49
Figura 24. Equipos de difracción láser de luz Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) (Universidad de Sevilla-España).	50
Figura 25. Interacción de los rayos X con los átomos.....	52
Figura 26. Geometría Bragg-Brentano	52
Figura 27. Fotografía del difractómetro de rayos X utilizado en la caracterización estructural del polvo de relave.....	53
Figura 28. Fotografía del espectrómetro de fluorescencia de rayos x	54
Figura 29. Bases de la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	55
Figura 30. Sistema de formación de imágenes en SEM	56
Figura 31. Fotografía del microscopio electrónico de barrido	57
Figura 32. Curva termo-diferencial típica de un análisis por DTA	58
Figura 33. Curva termo-gravimétrica típica de un análisis por TGA.....	58
Figura 34. Termogramas diferencial (curva superior, eje derecho) y convencional (curva inferior, eje izquierdo).	59
Figura 35. Equipo de medidas térmicas SDT Q600 (Simultaneous DSC/TGA).	60
Figura 36. Etapas para la obtención de paralelepípedos: (a) aspecto macroscópico de una probeta cilíndrica, (b) corte paralelo a la sección transversal de los cilindros y (c) paralelepípedos obtenidos luego de cortes perpendiculares a la sección transversal.	61

Figura 37. Sistema integrado para la evaluación mecánica de materiales en compresión uniaxial y condiciones variables de temperatura y atmosfera	62
Figura 38. (a) Equipo de ensayo universal (b) configuración de las pruebas mecánicas en compresión uniaxial de paralelepípedos	62
Figura 39. Distribución de tamaños de partículas para polvo de relave de minería formal (en línea azul), relave de minería informal (en línea roja) y de arena fina (en línea verde)	68
Figura 40. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de polvo de relave de minería formal.....	69
Figura 41. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de polvo de relave de minería informal	70
Figura 42. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de arena fina	71
Figura 43. Micrografías por microscopia electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería formal.	74
Figura 44. Micrografías por microscopia electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería informal.	75
Figura 45. Micrografías por microscopia electrónica de barrido en modo de electrones retrodispersados de partículas de arena fina.	76
Figura 46. Micrografías por microscopia óptica de superficies pulidas de mortero control.....	79
Figura 47. Micrografías por microscopia óptica de mortero geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería informal	81
Figura 48. Micrografías por microscopia óptica de mortero geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería formal.....	82

Figura 49. Micrografías por microscopía óptica de morteros control y geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería formal e informal (2da. etapa).	83
Figura 50. Resultados de estudios térmicos para polvo de relave de minería formal. Variación de la masa (a) y del flujo de calor (b) en función del aumento de la temperatura.	84
Figura 51. Resultados de estudios térmicos para polvo de relave de minería informal. Variación de la masa (a) y del flujo de calor (b) en función del aumento de la temperatura.	85
Figura 52. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros control variando la relación aglomerante: arena fina.	87
Figura 53. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la relación aglomerante: arena fina	89
Figura 54. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la molaridad de la solución endurecedora	90
Figura 55. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la relación aglomerante : arena fina.	92
Figura 56. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la molaridad de la solución endurecedora. .	93
Figura 59. Curvas esfuerzo vs. deformación de morteros control (a), geopoliméricos de minería formal (b) y geopoliméricos de minería informal (c) ensayados a temperatura de 500 °C	98
Figura 60. Análisis comparativo de los valores de las resistencia máximas promedio de los tres tipos de morteros estudiados	101
Figura 61 Análisis comparativo de los valores de los módulos de young promedio de los tres tipos de morteros estudiados	101

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Puntos de muestreo de relave de minería formal, puntos de muestreo de relave de minería formal.....	33
Tabla 2. Ubicación de punto de muestreo para minería informal (RE-CA-01)	38
Tabla 3. Matriz de mezclas.....	44
Tabla 4. Matriz de mezclas de datos seleccionados idóneos.....	61
Tabla 5. Densidad real promedio de los materiales de partida.....	65
Tabla 6. Densidad real, aparente y porosidad de morteros control y geopoliméricos fabricados (primera etapa).....	66
Tabla 7. Densidad real, aparente y porosidad de morteros control y geopoliméricos fabricados (segunda etapa)	67
Tabla 8. Análisis semicuantitativo de elementos químicos mayoritarios por FRX de polvo de relave formal e informal	72
Tabla 9. Análisis por FRX de elementos traza presentes en polvo de relave de minería formal e Informal.....	73
Tabla 10. Análisis semicuantitativo por SEM-EDS de polvo de relave de minería formal	77
Tabla 11. Análisis semicuantitativo por SEM-EDX de polvo de relave de minería informal	78
Tabla 12. Valores de morteros control variando la relación aglomerante: arena fina.	88
Tabla 13. Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la relación aglomerante: arena fina.....	89
Tabla 14 . Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la molaridad de la solución endurecedora	91

Tabla 15 . Valores de morteros derivados de relave de minería informal, variando la relación aglomerante : arena fina.....	92
Tabla 16. Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la molaridad de la solución endurecedora.	94
Tabla 17 Valores del esfuerzo máximo de morteros control C , geopoliméricos de minería formal (GF) y geopoliméricos de minería informal (GI) ensayados a temperatura ambiente, 200°C y 500°C	99
Tabla 18 Valores del módulo elástico de morteros control C , geopoliméricos de minería formal (GF) y geopoliméricos de minería informal (GI) ensayados a temperatura ambiente, 200°C y 500°C	100

1. CAPÍTULO

1.1. Generalidades

1.1 Antecedentes

Hoy en día las actividades industriales minero-metalúrgicas, a nivel nacional e internacional, están en desarrollo y son de gran interés económico, debido al gran crecimiento que enfrentan estas industrias, el nivel de subproductos generados crece de igual forma, por esta razón las investigaciones referidas a la reutilización de estos subproductos mineros se han incrementado en gran número. Un gran porcentaje de estas investigaciones buscan la creación de nuevos materiales de construcción. Por otro lado, la industria de la construcción es una de las más grandes a nivel mundial, representa una parte importante en el desarrollo de los países. Se sabe, que la producción del cemento Portland (CEM) es responsable de al menos el 5% del total de dióxido de carbono emitido al medio ambiente, por lo tanto, constituye un gran agente del calentamiento global (World Business Council for Sustainable Development, C.T, 2019).

Una fracción importante en las actividades económicas en el Perú y el mundo están relacionadas a la minería, de la cual se obtiene los principales materiales metálicos como cobre, oro, plata, hierro, etc. En la minería se emplean una serie de procesos y etapas según el tipo de extracción y ubicación de estos minerales, siendo una de ellas la que da origen a los sub productos conocidos como relaves mineros, los cuales están constituidos por una serie de elementos y compuestos químicos como ácidos, reactivos químicos, metales en forma de iones, floculantes, aceites, solidos suspendidos, etc., y su eliminación ocupa una gran superficie de tierra. estos a su vez resultan perjudiciales para la conservación del medio ambiente. (Minería, M. G, 2017).

Cada año se genera una cantidad importante de relaves mineros, por otro lado, otros problemas medioambientales relacionados con estas actividades mineras son las corrientes de residuos que llegan a alcanzar más del 90% de la masa en total. Hoy en día, en nuestro país, existen pocas alternativas para poder reutilizar, disminuir o confinar estos desechos.

Alrededor del mundo se están sumando esfuerzos para desarrollar productos que sean amigables con el ecosistema. Diversas organizaciones están preocupadas de mostrar un desempeño ambientalmente correcto, controlando el impacto de sus actividades productivas desde el inicio de su ciclo de vida hasta el final de la misma, incluyendo en esto la reciclabilidad o degradación de sus productos y la disposición final de sus desperdicios. Debido a lo anterior, están involucrando el uso de tecnologías ambientalmente sustentables como también en los trabajos involucrados en estos procesos. Una de ellas es la tecnología geopolimérica que consiste de una reacción química entre un material puzolánico activo (como las cenizas volantes o el metacaolín) y una solución activadora (mezcla de hidróxido de sodio y un silicato alcalino, por ejemplo, de sodio o potasio) bajo condiciones altamente alcalinas. (María A & Tejada Fernández, E. G., 2017).

En el ámbito internacional, el estudio de la tecnología geopolimérica en la reutilización de relaves mineros, ha sido investigada ampliamente; así por ejemplo En el “Estudio de factibilidad de obtención de hormigones geopoliméricos a partir de desechos minerales” (Sossa, p. M, 2012), tuvo como objetivo principal determinar una dosificación que permita obtener geopoliméricos haciendo uso de subproductos de industrias a nivel local estudiando también los parámetros influyentes en la confección y desarrollo de propiedades de estos materiales. Siendo una investigación descriptiva, Sossa concluyó que los materiales geopoliméricos son técnicamente factibles de ser obtenidos, dichos relaves de cobre pueden ser incluidos como remplazo de la fuente de aluminosilicatos en mezclas geopoliméricas. Por ende, a medida que se aumenta el reemplazo de estos materiales se obtienen menores resistencias mecánicas, esto se debió a que los relaves en general son materiales cristalinos que no tienen la misma capacidad de disolución que los materiales amorfos.

En una revisión titulada “Geopolímeros basados en desechos de minas: Una revisión crítica”, donde presentó un documento crítico y actualizado de la literatura sobre geopolímeros, basados en residuos mineros, se centró principalmente en los comportamientos mecánicos de geopolímeros fabricados a partir de varios tipos residuos mineros, encontrando que estos presentaban propiedades mecánicas, físicas y durabilidad similares o mejores en comparación al cemento convencional. (Mabroum, S, 2020).

En Perú se realizaron investigaciones como es el proyecto titulada “Proyecto de inversión para la producción y comercialización de adoquines eco amigables hechos a partir de residuos mineros en la provincia de Arequipa al 2017”, buscó determinar la viabilidad de la puesta en marcha de una fábrica productora de adoquines en la ciudad de Arequipa, usando como materia prima fundamenta los relaves mineros y así poder dar reemplazo al cemento convencional. Siendo una investigación descriptiva se concluyó que efectivamente los materiales geopoliméricos son técnicamente factibles de ser obtenidos, y esta obtención es diferente de ser un proceso complejo y por lo cual, dadas las potenciales ventajas que se dan, ya sea a nivel industrial como ambiental, se considera que este material podría actuar como producto alternativo, ante los materiales de construcción que se emplean comúnmente. (María Tejada. 2017).

Por otro lado, en la tesis titulada “Inmovilización de relaves de flotación de sulfuro de cobre de Tacna mediante el uso de geopolímeros”, buscó determinar y cuantificar las propiedades mecánicas óptimas de un geopolímero para la inmovilización de relaves mineros depositados en canchas de relaves, siendo una investigación de orden experimental, concluyó que los relaves de flotación de cobre, provenientes de la operación minera de Toquepala en el distrito de Llabaya- Tacna, son útiles para la fabricación y conformación de geopolímero, así se puso lograr obtener propiedades óptimas para la resistencia química y estructuralmente. Aranibar, C. G. (2019).

En otra investigación de (López, B. L, 2018), titulada “Fabricación de morteros geopoliméricos eco amigables a partir de residuos inorgánicos mineros como producto alternativo a morteros de cemento Portland”, buscó encontrar un metodología adecuada para la fabricación de morteros geopoliméricos a partir de residuos inorgánicos mineros, con resistencias a la compresión uniaxial mayores al 20% respecto de sus contrapartes de cemento Portland convencional, siendo una investigación de tipo cuantitativa, verificó que los morteros geopoliméricos estudiados superan ampliamente las resistencias mínimas requeridas según la NTP 3999.610 de los morteros de cemento Portland, superándolos en un 186% y estadísticamente el mortero inorgánico presentó mejores resultados mecánicos que las demás.

Así mismo, en la región de Arequipa se vienen realizando diversos estudios debido a que esta zona del país tiene diversas actividades mineras a su alrededor, por ello, una de

las investigaciones titulada “Evaluation of Creep Parameters in Geopolymers Derived From Mining Industry Waste”, (Huamán Mamani F.A, 2020), se estudió una propuesta de fabricación de concretos a partir de relaves mineros y evaluación de su comportamiento mecánico en fluencia (entre 500°C y 600°C), para su potencial uso como barreras térmicas geopoliméricas, que trabajen en condiciones de temperaturas intermedias hasta 600°C.

Así mismo (Merma Suni, M. C, 2015), en tu tesis titulada “Obtención de geopolímeros a partir de relave minero de cobre con ceniza volante y meta caolín”, estudió la obtención de un geopolímero a partir de mezclas de relave de una planta de flotación de cobre , ceniza volante y meta caolín, con resistencia a la compresión similar a la de morteros de cemento portland tipo IV, también estudió el efecto que produce esta mezcla en la propiedades mecánicas y micro estructurales de los geopolímeros resultantes, usando como solución activadora NaOH con concentraciones de 12 a 15 Molar, siendo una investigación de tipo experimental concluyó que los residuos de cobre y ceniza volante también son adecuados para producir geopolímeros para aplicaciones en la construcción.

1.2 Objetivos

Objetivo general

Aprovechar relaves de la explotación de minería de oro para la fabricación de nuevos materiales de construcción mediante la aplicación de tecnología geopolimérica.

Objetivos específicos

- Realizar el muestreo, recolección y adecuación de la materia prima principal (residuos inorgánicos de la minería formal e informal de oro) y su posterior caracterización físico-química y microestructural.
- Evaluar el efecto de la cantidad de materia prima (relave y/o arena) añadida a las mezclas estudiadas, sobre la respuesta mecánica de los materiales fabricados.
- Encontrar la relación existente entre las características físicas, químicas y microestructurales de la materia prima en el comportamiento mecánico de los productos fabricados.

- Evaluar el comportamiento mecánico y termomecánico de los materiales fabricados.

1.3 Descripción general de la memoria

Esta memoria consta de seis capítulos. Este capítulo 1 (Introducción) comienza con una breve descripción de los principales antecedentes respecto a los materiales geopoliméricos, su desarrollo e importancia dentro del campo de la investigación y su potencial ingreso en la industria de la construcción. A continuación, se describen los principales objetivos de este trabajo, finalizando con la descripción general de la memoria.

En el capítulo 2 (Marco teórico) se incluyen definiciones importantes para contextualizar la lectura del documento, se citan definiciones como geopolímero, geopolimerización, mortero geopolimérico y propiedades mecánicas de morteros geopoliméricos. También se indican definiciones para los tres precursores clave para la formación de geopolímeros en esta tesis: relave minero, agregados y solución activadora.

En el capítulo 3 (Fabricación de los materiales), se describen las etapas seguidas en la tesis para la obtención de los materiales, se hacen precisiones respecto a los parámetros utilizados en los procesos de muestreo, homogeneización, molienda, tamizado, mezclado, moldeado y curado.

En el capítulo 4 (Caracterización física, estructural, microestructural, mecánica y termomecánica de los materiales) se describen las técnicas, equipos y parámetros utilizados para la evaluación de la materia prima y los materiales fabricados.

En el capítulo 5 (Resultados y análisis) se presentan datos de la etapa de caracterización de la materia prima y de los materiales fabricados. Se enfatiza en la presentación de datos, tanto en condiciones normales de temperatura y atmosfera, como a temperaturas variables, este capítulo termina con una sección de análisis de los datos mecánicos y su relación con los datos encontrados en la etapa de caracterización física, química y microestructural de la materia prima y de los morteros fabricados.

Finalmente, el capítulo 6 (Conclusiones) recoge en breves párrafos los resultados, y su análisis, mas relevantes de la tesis, este capítulo busca incentivar a seguir en la línea del

aprovechamiento de residuos industrias para la fabricación de nuevos materiales de construcción.

1.4 Justificación

La demanda del cemento Portland como material esencial para la construcción está en el pico más alto, como resultado del crecimiento de la población y desarrollo económico. Así como otros materiales como la madera, entre otros; son fabricados a partir de materia prima extraída de la naturaleza y son no renovables. La materia prima pasa por una transformación que necesita una gran cantidad de energía, por ende, se genera mayores emisiones de gases efecto invernadero, los cuales son contraproducentes y dañinas para el medio ambiente, ya que consumen recursos y energía, afectando la calidad de vida de las próximas generaciones. La producción de cemento genera la emisión de gases tóxicos (CO₂, SO₂ y NO_x) (Gartner, 2004), y es responsable de 5-7% de emisiones antropogénicas globales de CO₂ (Laurent Barceló, 2014)

En este trabajo se buscó plantear una solución a uno de los problemas que aquejan a la población cercana a los proyectos mineros y de esta forma mitigar el impacto ambiental mediante la transformación de los subproductos de minería de oro en geopolímeros para su uso como materiales alternativos de construcción.

1.5 Hipótesis

Es posible obtener un material geopolimérico a partir de relaves mineros con resistencia de compresión similares a las del mortero del cemento convencional.

1.6 Alcances de la investigación

Esta investigación se realizará a nivel de laboratorio, usando como materia prima el subproducto minero de oro.

CAPÍTULO 2.

2. Marco teórico

2.1. Definiciones importantes

2.1.1. Geopolímero.

Los geopolímeros son macromoléculas de aluminosilicatos, que se forman en condiciones hidrotermales en un medio alcalino, la formación de los geopolímeros se da a partir de la fusión química de los materiales de aluminio y sílice en productos semejantes a los del hormigón (Davidovits, J. Geopolímeros, 1994). El nombre geopolímero se le denomina a un grupo de aglutinantes de aluminosilicatos activados con álcali que se forman dando lugar a una mezcla rica en sílice y alúmina con una solución de álcali o sales cristalinas, estas mezclas eventualmente se endurecen en una nueva matriz fuerte. Estos aluminosilicatos tienen la capacidad para ser utilizados en diversos campos, pero principalmente como sustituto del cemento Portland.

Una ventaja de estos materiales es su respuesta amigable ante las emisiones bajas de CO₂ que emite su producción, una mayor resistencia, mayor capacidad térmica y buenas propiedades mecánicas a temperatura ambiente o temperaturas extremas. (Ricardo A. M; Figueiredo, A. B, 2021)

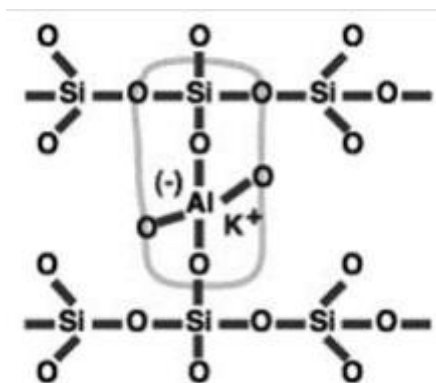


Figura 1: Estructura básica de los geopolímeros.

Fuente: : (Davidovits, 2009)

2.1.1.1. Propiedades de los geopolímeros

Actualmente existe gran cantidad de investigaciones respecto al rendimiento y propiedades de este material, siendo los más importantes:

- Alta Resistencia a la comprensión

- Buena resistencia a la abrasión
- Buena tenacidad, controlable a temperatura ambiente
- Resistencia al fuego hasta 1000°C y al calentarse no desprende humos tóxicos
- Nivel alto de resistencia a una gama de diferentes ácidos y soluciones alcalinas
- Buena adherencia a nuevos y viejos sustratos de acero, concreto, vidrio y cerámica.
- Buen acabo de superficie que reproduce los patrones del molde

Estas propiedades de los geopolímeros hacen que sean factibles para diferentes aplicaciones en la industria.

2.1.1.2. Aplicaciones de los geopolímeros

En general los geopolímeros cuenta con diversas aplicaciones, de acuerdo a la configuración química a la que se esté activando.

La aplicación de la tecnología geopolimérica actualmente está enfocada en el desarrollo de materiales de construcción con emisiones reducidas de CO₂, como alternativas a los morteros basados en el cemento convencional Portland (Arocutipa A. (2014). Esta línea de investigación se centra principalmente en la sustitución parcial o completa del cemento convencional, el cual hoy en día es el más comercializado he utilizado en el mundo, para la producción de concreto, puesto que presenta mejores propiedades mecánicas en su estado endurecido. (Huamán-Mamani, F.A. 2020).

2.1.2. Geopolimerización

La reacción química que produce un geopolimero se define como geopolimerización, este proceso se inicia al poner en contacto un material sólido de aluminio-silicato conjuntamente con una solución endurecedora (solución activadora alcalina), (Provis, J.L. 2014). La figura 2 nos muestra el mecanismo de la formación que empeisa por etapas esta setapas según planteadas por Gluhkovsky, la cual nos explica que la reacción comienza en principio por la disolución de la materia prima en otras palabras por el rompimiento de los enlaces Si-O-Si que están presentes en los aluminosilicatos (primera etapa), esta ruptura es causada por el ataque en los núcleos por los iones hidroxilos

presentes en la solución activadora, dándonos lugar a unidades de SiO_4^{4-} y AlO_4^{5-} diluido en el medio. La forma que toman estas estructuras son tetraédricas, pueden estar también como oligómeros pero en cadena corta, o simplemente pueden entrelazarse entre sí debido a alta concentración, posteriormente dando geles pequeños de aluminosilicatos y agua, llamada etapa B. Seguidamente se da el proceso de gelación para así alcanzar un tamaño específico, empezando la homogenización entre las moléculas y así empezar la etapa C. Para terminar el proceso de geopolimerización este gel formado desordenadamente va organizándose lentamente hasta alcanzar una forma cristalina.

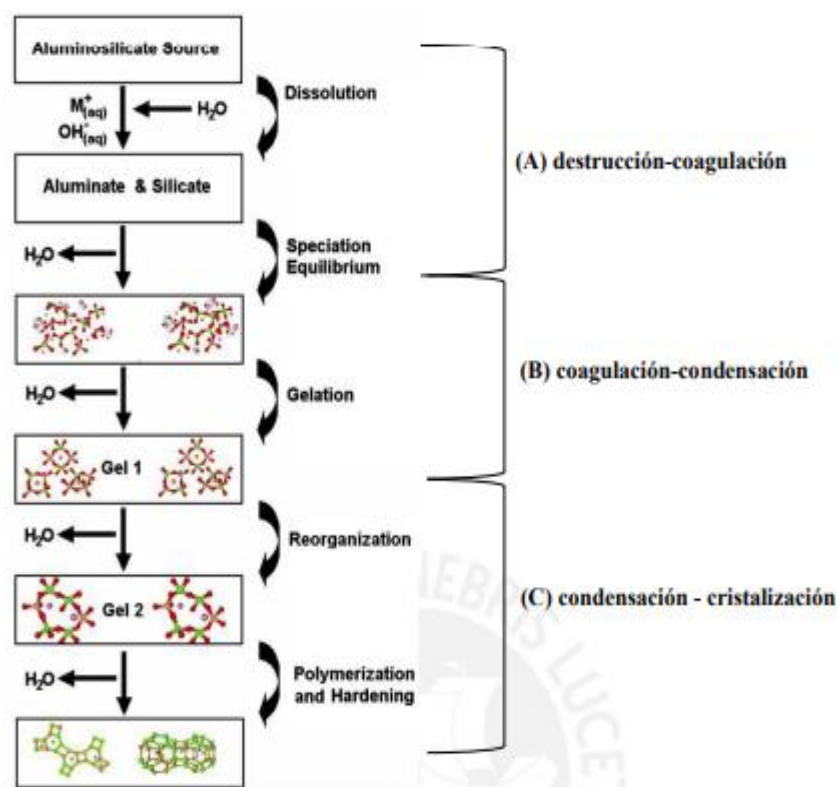


Figura 2: Proceso de síntesis de los geopolímeros

Fuente: Duxson, P.A.; Provis, J. L.; Lukey, G. C.; Palomo, A.; Van Deventer, Geopolymer Technology: The Current State of the Art. J. Mater, 2007

El proceso de geopolimerización ocurre en condiciones altamente alcalinas, entre una solución activadora (mezcla de hidróxido de sodio y silicato alcalino) y una fuente de aluminosilicatos a determinadas temperaturas produciendo un cambio entre estructuras poliméricas amorfas a semicristalinas las cuales consisten en enlaces Si-OAl y Si-O-Si-O-Si. (Robert Obenaus-Emler, M. I, 2019).

En consecuencia, de este contacto se produce como resultado la formación de cadenas poliméricas que son macromoléculas formadas por la unión de moléculas más pequeñas que son llamadas monómeras.

Generalmente los geopolímeros se forman en condiciones en medio de pH básico, a temperaturas relativamente bajas, es decir desde temperaturas ambiente hasta aproximadamente 90 °C como se muestra en la figura 3.

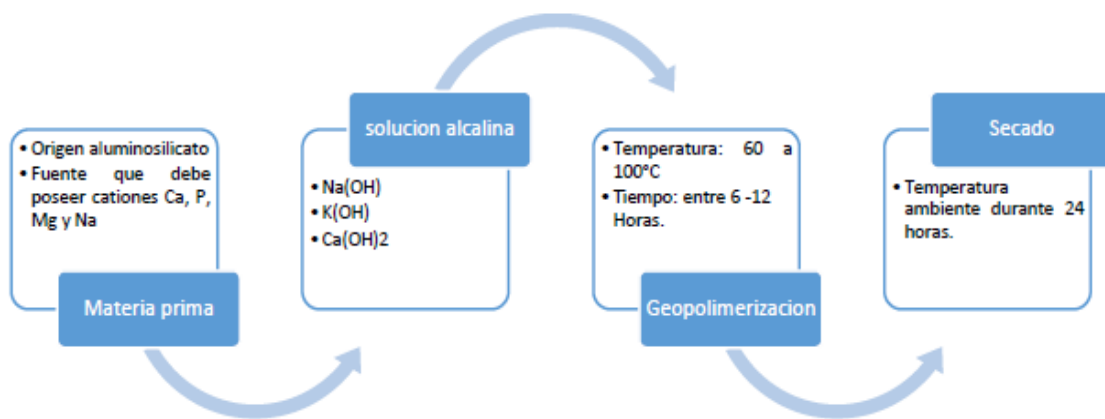


Figura 3: Proceso de geopolimerización
Fuente: (Davidovits, 2009)

2.1.3. Morteros geopoliméricos y su respuesta mecánica

2.1.3.1. Mortero geopolimérico

Es un tipo de material álcali activado que está compuesto por materiales que contienen aluminio afluente y silicio la cual se activa usando una solución alcalina sirviendo, así como aglutinante. A comparación de la elaboración convencional respecto al cemento Portland, el mortero geopolimérico es elaborado con una importante reducción de emisiones de dióxido de carbono por lo que ya no depende de procesos de calcinación. (Palomo, A, O., Garcia, I, Fernández-J. A. 2021). Para la fabricación de estos materiales se pueden usar en diversos materiales reciclados de diferentes industrias. Hasta el momento se han construido proyectos de gran envergadura usando este tipo mortero como aeropuertos, edificios universitarios, entre otros (K. Komnitsas, D. Z. 2008).

2.1.3.2. Mecanismos de geopolimerización propuesto para los relaves mineros

Komnitsas y col, afirmaron que el contenido de agua, tiempo de reacción, temperatura de curado, composición y la concentración de la solución activante, conjuntamente con la relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ y el tamaño de partícula de la materia prima afectan las velocidades de dilución y precipitación de aluminosilicatos y el desempeño mecánico del geopolímero.

2.1.3.3. Encapsulamiento

Esta técnica es utilizada para controlar los metales, llamada también como fijación química, en este proceso se inmoviliza e insolubiliza a los metales pesados, este efecto se logra a través de una reacción química entre los componentes de metales pesados en la matriz del relave estudiado (Aranibar, C. G, 2019). Uno de los sistemas más comunes para encapsular son el cemento y escorias tal como se ha desarrollado en algunos países de Latinoamérica como ladrillos y baldosas a comparación del encapsulamiento de relaves que no son tan conocidos.

2.1.3.4. Alternativas para encapsular los metales en los relaves

De acorde con los diversos resultados sobre los relaves y de su caracterización, en esta materia prima se encuentra gran cantidad de contenidos, metálicos tóxicos, por ende, si se requiere utilizar estos relaves como material o agregado, es primordial neutralizar o encapsular los metales a fin de que no generen inconvenientes al consumidos en el futuro (Lianyang Zhang, P. P, 2012)

2.1.4. Materiales de partida

2.1.4.1. Relaves mineros

Los relaves mineros son un conjunto de desechos tóxicos subatómicos provenientes de procesos mineros y de concentraciones de minerales que básicamente están compuestos de tierra, minerales, agua y rocas. Estos relaves contienen altas concentraciones de químicas y elementos que agravan el medio ambiente, por ende, su

transporte y su disposición final debe ser estables en el transcurso del tiempo. (Ingemmet, I. G. Geocatmin sistema de información,2021)

Según el Instituto Geológico Minero y Metalúrgico (INGEMMET), actualmente, en el Perú, existen 281 compañías mineras autorizadas para procesar minerales metálicos con una producción de 1 a 548500 TM/día que genera relaves que son depositados en áreas que ocupan alrededor de 78 798.83 hectáreas (Minería, M.G, Ministerio de energía y minas, 2017). En este sentido, una de las principales estrategias para la valorización de los residuos industriales inorgánicos de la minería es la fabricación de morteros geopoliméricos (Provis, J.L. 2014).

2.1.4.2. Agregados

Para la obtención de la mezcla del mortero geopolimérico se utilizó el agregado fino (arena), que solo puede ser de río o cantera; mas no de playa, por su alto contenido de sal produciría que la mezcla sea salitrosa.

Para nuestro caso el agregado que se utilizo fue arena fina tamizada por malla ASTM #100 (150 micras)

2.1.4.3. Solución activadora

En la formación de geopolímeros, la solución alcalina actúa como un agente activador en el proceso de geopolimerización. Estas soluciones acuosas interactúan con los aluminosilicatos disolviendo así sus componentes en aluminatos (AlO_2^-), silicatos (SiO_3^{2-}) y sialatos ($-\text{Si-O-Al}-$), y así formar los polímeros.

Estas soluciones se generan al disolverse un hidróxido de un metal alcalino (MOH), como son el sodio (Na) y el potasio (K), para la formación de cationes de estos elementos alcalinos y aniones de hidróxido (OH^-), donde los responsables de la disolución de los aluminosilicatos de Si y Al para la formación de redes geopoliméricas son los aniones. (Thenmozhi R, S. V. 2018)

3. CAPÍTULO 3.

Fabricación de los materiales

3.1. Introducción

En este capítulo se detallan todas las etapas y los parámetros usados en la fabricación de los morteros estudiados en esta tesis, partiendo de la recolección (muestreo) de relaves de la minería formal e informal, hasta la etapa de curado de los morteros geopoliméricos fabricados. Además, con fines de comparación, en paralelo, se han fabricado morteros convencionales de cemento Portland.

3.2. Muestreo y homogeneización

El objetivo de esta etapa fue la recolección de la materia prima básica y necesaria para el desarrollo de las actividades siguientes de la presente tesis. Para la ejecución adecuada de un procedimiento de muestreo se deben considerar los siguientes conceptos:

3.2.1. Muestra

Es una parte o porción extraída de un conjunto por métodos que permiten considerarla como representativa del mismo (parte representativa de un todo), de tal forma que la proporción y distribución de la característica que se investiga, sean iguales en ambos.

3.2.2. Muestreo

Es la acción de recoger muestras representativas de la calidad o condiciones medias de un todo. El proceso del muestreo es un conjunto de trabajos encaminados a determinar la composición (cuantitativa y cualitativa) de los componentes útiles e impurezas del mineral.

Antes de emprender un programa de muestreo se debe tener en cuenta y haber definido los siguientes aspectos:

- El material a ser muestreado
- La cantidad a ser muestreada
- Los análisis requeridos
- La precisión requerida

- La logística necesaria durante la operación

3.2.3. Representatividad

Un plan de toma de muestra debe asegurar que la muestra obtenida refleje adecuadamente las propiedades que interesan del lote del que proviene.

3.2.4. Factores que influyen en la representatividad

Estado físico del lote número y tamaño de las porciones, fluctuaciones estacionales o temporales, manipulación, almacenamiento y transporte de las muestras.

3.2.5. Factores que determinan el tipo y cantidad de muestra

Tipo de depósito mineral, distribución del mineral útil y su tamaño, etapa de investigación en la que se efectúa el muestreo, la accesibilidad, la facilidad para la toma de muestra, el costo de la toma de muestra.

3.2.6. Toma de muestras sistemática

Cuando se trata de tomar muestras en grandes áreas, se establecen sobre ella patrones de toma de muestra en forma de W, X o S, útiles para lotes homogéneos o para una primera prospección.

3.2.7. Muestreo aleatorio

Consiste en la selección de fragmentos o unidades de lote donde las muestras no tengan la misma probabilidad de ser elegidas. Estas se toman en intervalos de tiempo o espacio distribuidos al azar.

3.2.8. Procedimiento para el muestreo en minería formal

En abril del 2021 se realizó la visita a la Planta Beneficio Paraíso, ubicada en la pampa La Aguada que se ubica a 4 Km al Noroeste del distrito de Chala, provincia de Caravelí,

departamento de Arequipa. Planta Beneficio Paraíso brinda un servicio de procesamiento de minerales auríferos que provienen de pequeños productores mineros y mineros artesanales de la región y de otras zonas del país.

Los datos del titular de la Planta de Beneficio Paraíso, son:

- Razón Social: Minera Paraíso S.A.C.
- RUC: 20502656334
- Inscripción: Pequeño Productor Minero N° 00130-2021

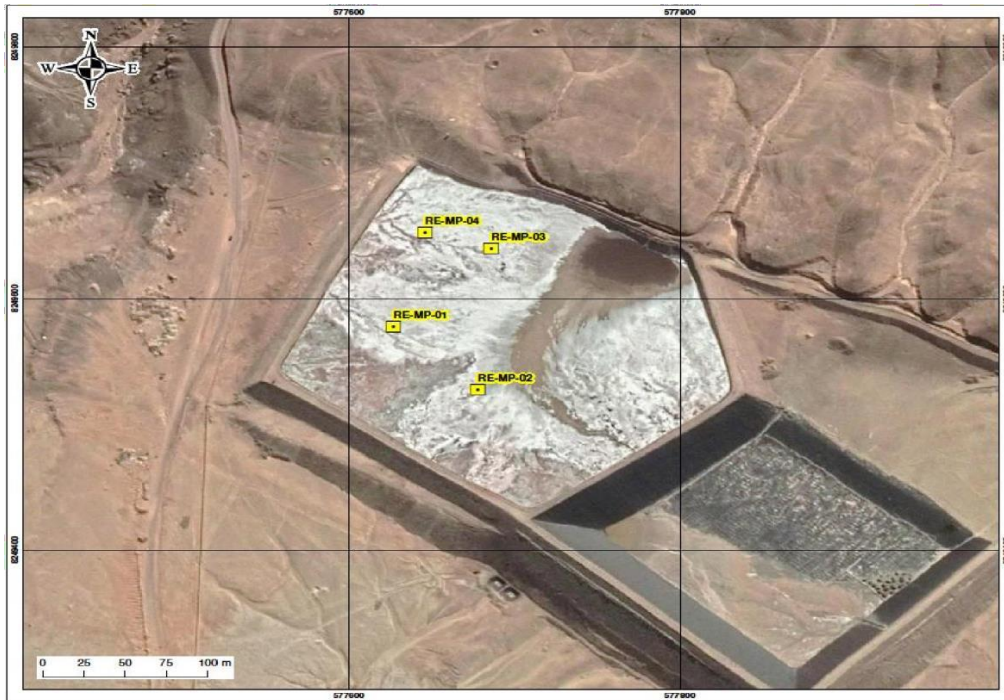
La ubicación y el acceso a la Planta de Beneficio Paraíso, donde se encuentra la Relavera Nro. 1, se describen a continuación:

- Ubicación Política: La Planta de Beneficio Paraíso se ubica políticamente en el Pueblo Joven Imperial de La Aguadita, distrito de Chala, provincia de Caravelí y departamento de Arequipa.
- Ubicación Geográfica: Geográficamente, la Planta de Beneficio Paraíso se encuentra emplazada en la pampa La aguada, abarcando ambas márgenes de la quebrada Totoral, a una cota promedio de 60 msnm, hacia el norte del Pueblo Joven Imperial de La Aguadita. De acuerdo al Instituto Geográfico Nacional (IGN) se ubica en la hoja 32ÑChala.
- Acceso al proyecto: El acceso desde la ciudad de Arequipa, se realiza por vía terrestre hasta llegar el distrito de Chala (Carretera Asfaltada 399Km), se continua al pueblo Joven Imperial de La Aguadita (Carretera Asfaltada 5 Km), luego el desvío hacia el noreste, mediante una vía asfaltada a 400m aproximadamente se encuentra la Planta de Beneficio Paraíso. Los muestreos se realizaron en cumplimiento de los procedimientos registrados en el Protocolo de Muestreo, previamente elaborado. A continuación de describe el proceso seguido durante el muestreo. En primer lugar, se realizó una inspección visual y se definieron los puntos de muestreo, detallados en la tabla 1 y la figura 4.

Tabla 1. Puntos de muestreo de relave de minería formal, puntos de muestreo de relave de minería formal

Nota: La tabla Nro. 1 presenta los puntos de muestreo.

N°	Ubicación Programada Coord. UTM WGS84		Ubicación Realizada Coord. UTM WGS84		Tipo de muestre o	Descripción
	Este	Norte	Este	Norte	Muestre o por canales	
1	577668	8249624	577627	8249578	✓	Se realizó la inspección en el terreno sin inconvenientes debido a la cercanía al borde de la relavera
2	577763	8249541	577678	8249528	✓	Se realizó la extracción de la muestra y se encontró que era consistente, no se tuvo problemas en la extracción de la muestra
3	577705	8249489	577686	8249640	✓	Lugar previsto muy próximo a la orilla de la laguna, por lo cual se intentaron realizar las excavaciones, pero no se consiguió, por lo cual se escogió un lugar más alejado de la orilla
4	577634	8249547	577646	8249653	✓	Se realizó la extracción de la muestra sin inconvenientes, pero se señala que, en este punto, la consistencia del suelo continuaba siendo lodosa.



*Figura 4. Puntos de muestreo de relaves de minería formal
Nota: Geografía de la Minera Paraíso*



*Figura 5. Relavera de la planta beneficio minera paraíso
Nota: En la figura 5 se puede apreciar la extensión de la relavera de la Planta Beneficio de la Minera Paraíso.*

Luego, el equipo encargado del muestreo se ubicó en los puntos seleccionados de la tabla 1, se colocaron sus implementos de seguridad respectivos y adecuados, y se procedió a cavar con ayuda de una pala. El sedimento era de contextura lodosa, sin embargo, no generó demasiados problemas al momento de la extracción (figura 6).



Figura 6. Procedimiento de excavación para toma de muestra

Se cavó aproximadamente 1 metro (figura 7) en cada punto, en el punto 3 y 5 según se indicó en la tabla 1 no se pudo llegar a cavar el metro que estaba provisto debido a la inestabilidad del suelo.



Figura 7. Medición de la profundidad para el muestreo por canales.

Luego se procedió al muestreo por canales en el que, con ayuda de la pala se realizó un canal vertical a lo largo de un lado de la pared de la calicata, con la finalidad de extraer una muestra representativa de todos los estratos (figura 8).



Figura 8. Muestreo por canales y recolección de la muestra

A continuación, se colocaron las muestras en bolsas de plástico gruesas y se etiquetaron con los datos más importantes para su identificación (figura 9).



Figura 9. Muestras etiquetadas

Procedimiento para el muestreo en minería informal

En gabinete se procedió a elaborar el mapa de ubicación y accesos de la muestra RE-CA-01 (único punto de muestreo) con sus respectivas coordenadas de ubicación UTM

datum WGS84, tal como se observa en la tabla 2 y figura 10. En la tabla 2 se presentan las coordenadas de la ubicación de la muestra RE-CA-01.



*Figura 10. Punto de muestreo de relaves de minería informal
Nota: Geografía de la relavera informal.*

Tabla 2. Ubicación de punto de muestreo para minería informal (RE-CA-01)

N°	Coordenadas UTM WGS 84		Descripción
	Este	Norte	
1	577668	8249624	Punto central aproximado de la Relavera

En el punto de muestreo, el personal procedió a excavar una calicata empleando pico y la pala. La calicata era de 1 metro de largo x 1 metro de ancho x 1 metro de profundidad (figura 11), se verificó las condiciones de seguridad que permitan la estabilidad de la calicata a fin de evitar el colapso de la misma. El material removido fue dispuesto a un lado de la calicata para que luego del muestreo ser tapado.



*Figura 11. Remoción de relave para la toma de muestra de minería informal
Nota: Excavación de una calicata empleando pico y la pala.*



Figura 12. Calicata para toma de muestra en el relave

Nota: La calicata permitió visualizar el perfil de los sedimentos a muestrear (figura 12).



Figura 13. Toma de muestra minería informal

Nota: Muestreo del relave informal.

- ✓ Se rotulo cada bolsa de muestreo con su respectiva codificación mediante plumón indeleble y su respectivo ticket de muestra. Se cerró y aseguró la bolsa.
- ✓ Se dispuso las ocho (08) muestras recolectadas en los sacos para su traslado.
- ✓ Se tapó la calicata con el material dispuesto a un lado y se niveló la superficie.

3.3. Molienda y tamizado

Luego del proceso de muestreo in situ, los dos tipos de relaves (de minería formal e informal) fueron trasladados a las instalaciones del laboratorio de Investigación del Dpto. de Ciencias Naturales de la Universidad Católica San Pablo (figura 14), donde fueron esparcidas sobre sacos de polipropileno, con el objetivo de que puedan secarse al aire, este proceso de secado al aire duró aproximadamente 3 semanas.



*Figura 14. Laboratorio de investigación de la Universidad Católica San Pablo
Nota: Área de laboratorio del Departamento de ciencias Naturales donde se realizaron las pruebas experimentales.*

Una vez que se las muestras se encontraron secas, se procedió a homogeneizarlas usando palas, tal como se aprecia en la figura 15. Las muestras homogeneizadas fueron luego cuarteadas (figura 16) y finalmente se seleccionó la muestra representativa y la muestra testigo.



Figura 15. Proceso de homogeneización de muestra de relave formal e informal.



Figura 16. Proceso cuarteo y selección de muestra representativa

La muestra representativa de cada tipo de relave fue molida en un molino planetario de bolas durante 5 min a 500 RPM (figura 17) y luego se tamizó por malla ASTM #100 (150 micras). El mismo proceso de molienda y tamizado se usó para la preparación del agregado usado para la fabricación de los morteros (arena fina).



*Figura 17. Proceso de molienda de muestras de relave y arena fina
Nota: La figura muestra el equipo empleado para la molienda de la arena.*

3.4. Matriz de mezclas.

Los materiales obtenidos en la etapa anterior (dos tipos de relaves mineros y arena fina), luego del proceso de tamizado por malla #100, fueron secados en horno a 80 °C por 24 horas y almacenados en bolsas herméticas, para su uso posterior en pruebas de caracterización y para la fabricación de morteros control y geopoliméricos.

En esta tesis se han estudiado, en una primera etapa, dos tipos de morteros: control (C) y geopoliméricos (G). Los materiales de partida para ambos tipos de morteros fueron:

- ✓ **Aglomerante:** Cemento tipo I (para C), residuos inorgánicos de la industria minera formal, (GF) y residuos inorgánicos de la industria minera informal (para GI).
- ✓ **Agregados:** Arena fina tamizada por malla ASTM #100 (150 micras).
- ✓ **Fase líquida activadora:** Agua potable (para C) y solución de Na(OH) (para G).

La tabla 3 presenta la matriz de mezclas utilizada en este trabajo. Las variables independientes consideradas fueron: (i) tipo de materia prima aligante, (ii) relación aligante: arena fina y (iii) molaridad de la solución endurecedora (para G) y como variables dependientes para C y G: (i) resistencia máxima a la compresión, (ii) rigidez (módulo de Young), (iii) densidad real y (iv) porosidad. Cabe señalar que, a efectos

comparativos, se fabricaron en paralelo, morteros control con relaciones aligante: arena fina de 1:2, 1:3, 1:4 y 1:5. En todos los casos se usó una relación fase líquida: aligante de 0.6.

Tabla 3. Matriz de mezclas

mezcla	relación entre aligante :arena fina	molaridad de la solución endurecedora
C-1	1:2	No aplica
C-2	1:3	
C-3	1:4	
C-4	1:5	
GI-1	1:2	12
GI-2	1:3	
GI-3	1:4	
GI-4	1:5	
GI-5	1:2	4
GI-6		8
GI-7		12
GI-8		16
GI-9		20
GF-1	1:2	12
GF-2	1:3	
GF-3	1:4	
GF-4	1:5	
GF-5	1:2	4
GF-6		8
GF-7		12
GF-8		16
GF-9		20

3.5. Mezclado, moldeado y curado

Luego de haber definido las mezclas a estudiar (tabla 3) se procedió con las actividades señaladas a continuación:

- (i) mezcla en seco (durante 5 minutos) del aligante y el agregado.



Figura 18. Proceso de medida de masas y mezclado en seco

- (ii) adición de la fase líquida activadora y mezclado durante 5 minutos para obtener una pasta plástica.

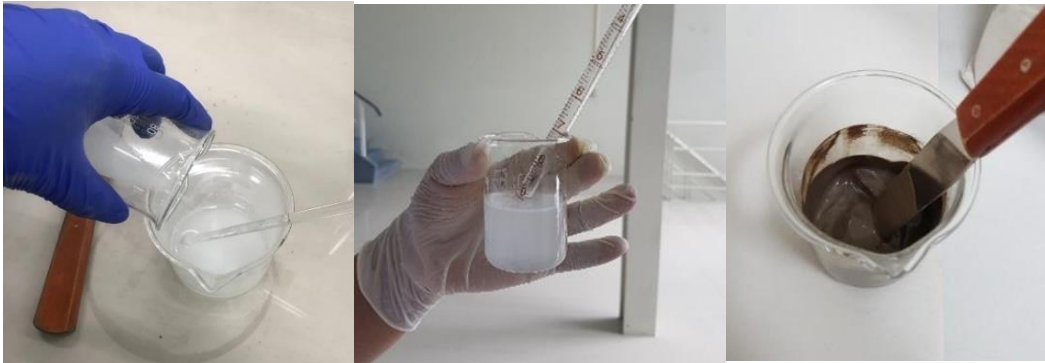


Figura 19. Proceso de preparación de solución endurecedora y mezclado con mezcla de sólidos hasta formar una pasta plástica y trabajable. Fuente: elaboración propia

- (iii) moldeado de la pasta plástica en un molde cilíndrico de 20 mm de diámetro a una presión nominal de 50 MPa (durante 2 minutos).



Figura 20. Proceso de moldeado de pasta plástica

(iv) desmoldeo y curado (en agua para morteros de control y en recipientes herméticos para morteros geopoliméricos).

Todos los morteros fabricados tuvieron un proceso de curado de 14 días previo a los ensayos de compresión uniaxial.



Figura 21. Muestras cilíndricas luego del proceso de curado

4. CAPÍTULO 4.

Caracterización física, estructural microestructural, mecánica y termomecánica de los materiales

4.1. Introducción

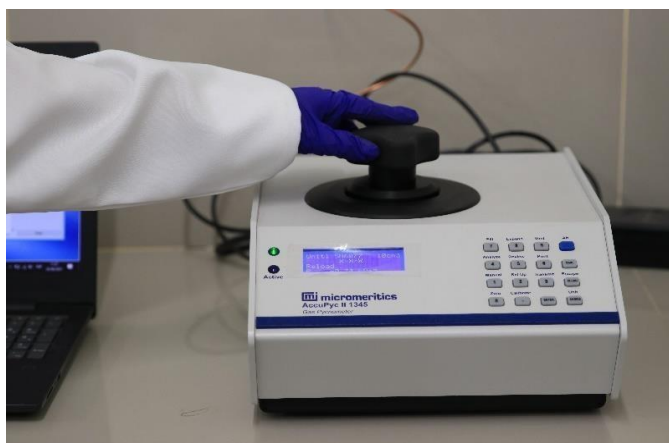
En este capítulo se describen las técnicas y parámetros usados en la caracterización de los materiales de partida y los morteros fabricados. Se presenta el fundamento de cada una de las técnicas y la información que se puede obtener de cada una.

4.2. Técnicas de caracterización

4.2.1. Densidad de los materiales

Fundamento de la técnica

La determinación de la densidad real de los materiales sólidos (materias primas y morteros fabricados) se realizó en un equipo de Picnometría de Helio marca Micromeritics, modelo AccuPyc II 1345. Esta técnica de caracterización de materiales se basa en el principio de Arquímedes. El picnómetro es un recipiente de volumen estable que se llena con un fluido de densidad conocida (He en este caso). Cuando posteriormente se introduce la muestra cuya densidad se quiere conocer, ésta desplaza un cierto volumen de fluido equivalente al volumen de la muestra objeto de estudio. Conocida la masa de la muestra con gran exactitud, es posible calcular su densidad.



*Figura 22. Equipo de Picnometría de Helio utilizado en este trabajo
Nota: La figura muestra el equipo empleado para la medición de la densidad.*

4.2.2. Análisis del tamaño de partícula

Fundamento de la técnica

La técnica utilizada en esta tesis fue de *Granulometría por difracción láser de luz*, ésta técnica se desarrolló hace más de tres décadas y su método se basa en que “el ángulo de difracción es inversamente proporcional al tamaño de la partícula”, un equipo de difracción por láser (figura 23) para medidas de tamaño de partículas, consiste de:

Un láser como fuente de luz coherente con una longitud de onda fijada. Los láseres de He-Ne ($\lambda = 0.63$ micras) son los más comunes, ya que proporcionan mayor estabilidad (especialmente respecto a la temperatura) y una mejor relación señal-ruido, que los láseres de diodo.

Un detector apropiado, normalmente suele ser una estructura fina tipo diapositiva de sílice fotosensible, que dispone de un gran número de detectores discretos. Se sabe que existe un número óptimo de detectores (16 - 50) y que incrementando éste, no se incrementa la resolución. Un polvo seco puede ser soplado a través del haz por medio de un compresor de presión y ser recogido con la ayuda de una aspiradora para evitar la contaminación del ambiente. Las partículas en suspensión pueden ser medidas con la ayuda de un sistema de recirculación, que haga posible pasarlas por el interior de la célula de medida, por donde pasa el haz del láser.

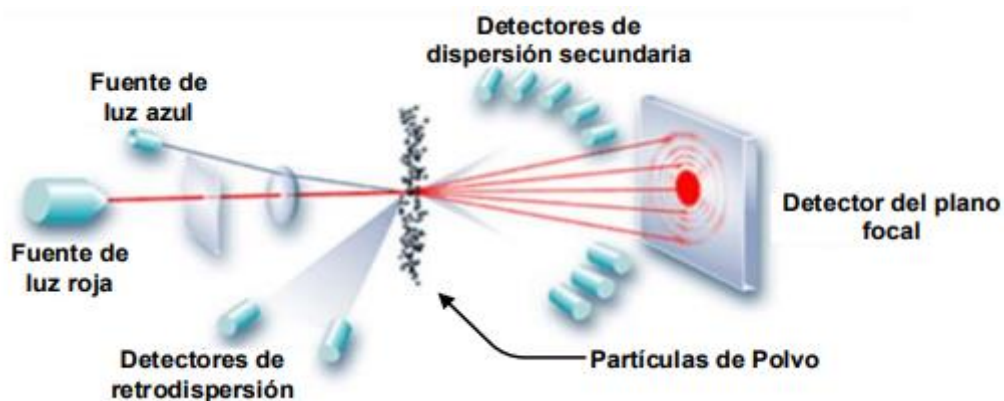


Figura 23. Esquema de un equipo de medida de tamaño de partícula por Difracción Láser.
(Assenheimer, 2010)

Los instrumentos antiguos y algunos actuales, aplican la teoría de Fraunhofer, que asume lo siguiente:

- Una partícula es mucho más grande que la longitud de onda de la luz empleada.
- Todos los tamaños de partícula dispersan luz con la misma eficiencia.
- Las partículas son opacas y no transmiten luz.

Estas suposiciones no son siempre correctas para muchos materiales y además para muestras con tamaños muy pequeños, pueden llegar a dar errores de hasta el 30 %, especialmente cuando el índice de refracción relativo de la partícula y el medio es cercano a la unidad.

El equipo utilizado en este trabajo, fue el Mastersizer 2000, modelo desarrollado por la casa Malvern Instruments, este equipo tiene la particularidad de incluir la teoría “Mie”, que resuelve completamente las ecuaciones para la interacción de la luz con la materia. Esto permite una total seguridad y precisión de la medida en el rango de tamaños de entre 0.02 y 2000 micras. La teoría “Mie” asume el volumen de la partícula en contraposición de la teoría “Fraunhofer”, que implica una predicción del área proyectada. El único inconveniente para esta completa precisión, es la necesidad de conocer el índice de refracción, (tanto de la partícula como del medio) y la parte de absorción del índice de refracción (absorbancia) o por lo menos suponerla. En la figura 24 se muestra una fotografía del equipo utilizado en esta tesis.



Figura 24. Equipos de difracción láser de luz Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) (Universidad de Sevilla-España).

4.2.3. Difracción de rayos X

Fundamento de la técnica

La difracción de rayos X es una técnica de caracterización estructural de alta precisión, versátil y no destructiva. Consiste en hacer incidir un haz de rayos X a través de un cristal o polvo cristalino de la sustancia estudiada.

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda, del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Cuando los rayos X alcanzan un átomo interactúan con sus electrones exteriores. Estos reemiten la radiación electromagnética incidente en diferentes direcciones y con pequeños cambios en su frecuencia. Este fenómeno se conoce como “Dispersión de Rayleigh”.

Los rayos X reemitidos desde átomos cercanos interfieren entre sí constructiva o destructivamente. Cuando los rayos X atraviesan un material cristalino, los átomos al estar agrupados de manera ordenada, difunden la radiación simultáneamente, reforzando el frente de onda en algunas direcciones privilegiadas (interferencia constructiva). Este fenómeno es lo que se conoce como “Difracción” (figura 25).

La condición para que una familia de planos paralelos difracte un haz de rayos X, viene dada por la “Ley de Bragg”:

$$n\lambda=2.d.\text{sen } \Theta$$

Dónde:

n: es un número entero

λ : es la longitud de onda de los rayos X

d: es la distancia entre los planos de la red cristalina

θ : es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión

Trazando las posiciones angulares y las intensidades de los picos producidos por la radiación resultante se genera un espectro que es característico de la muestra y sirve para caracterizarlo estructuralmente.

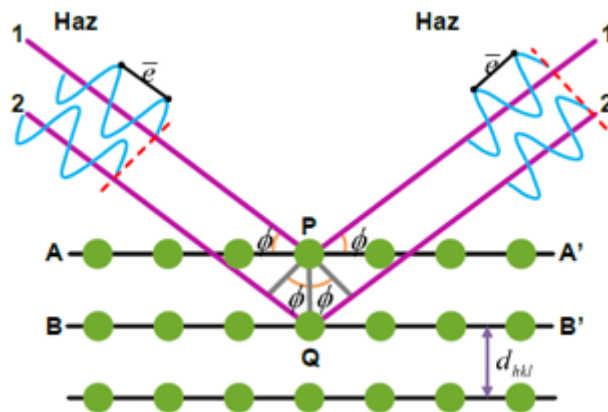


Figura 25. Interacción de los rayos X con los átomos.
Fuente: (Garraza, 2018)

Para la determinación de las fases cristalinas presentes en los materiales estudiados en este trabajo se ha empleado un difractómetro de rayos X con geometría Bragg-Brentano (figura 26), donde los rayos X filtrados divergen desde una línea origen e inciden sobre la muestra. Los rayos difractados por los planos cristalinos son recogidos por un detector y convertidos en impulsos eléctricos que se traducen en un gráfico característico.

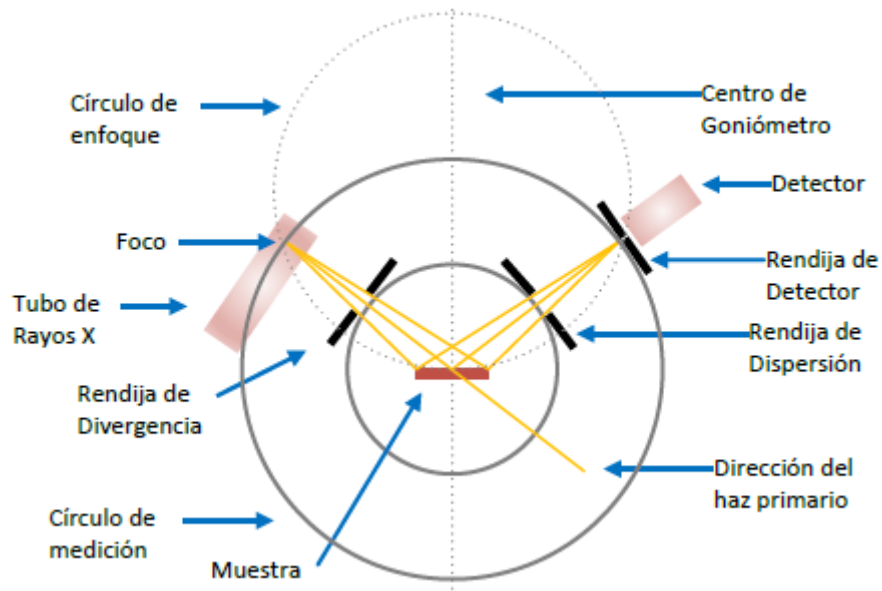


Figura 26. Geometría Bragg-Brentano
Fuente: Configuraciones ópticas (Chile, 2013)

El equipo utilizado en la caracterización estructural del polvo de relave de minería formal e informal, fue un difractómetro de la casa Bruker modelo D8 Advance A25 (figura 27). Se han empleado las siguientes condiciones de trabajo: configuración Bragg-

Brentano con radiación $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.5418$ angstroms), y filtro de Ni, con una tensión del tubo de rayos X de 40 kV y una intensidad de corriente de 30 mA, se empleó un modo de barrido angular continuo con un rango 2θ desde 10 a 120° en pasos de 0.015° con una velocidad de barrido de 1.8 °/min.

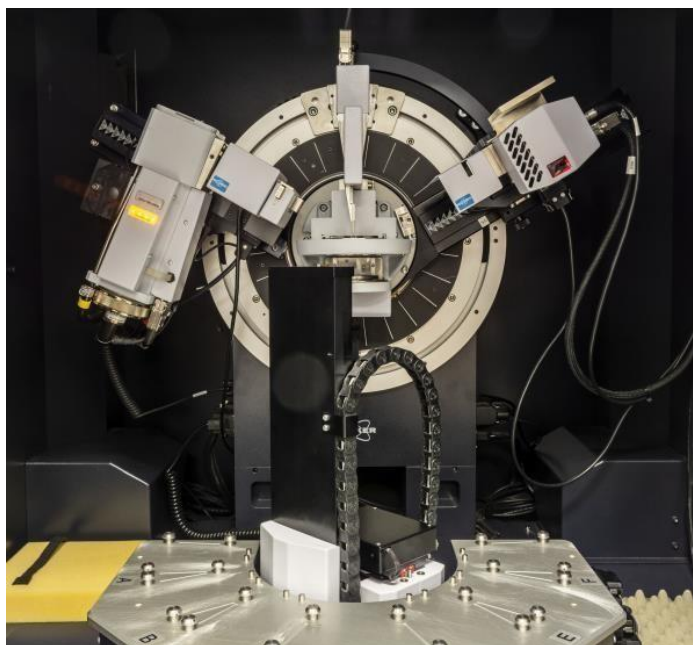


Figura 27. Fotografía del difractómetro de rayos X utilizado en la caracterización estructural del polvo de relave, Bruker D8 Advance A25 (Universidad de Sevilla).

4.2.4. Fluorescencia de rayos X

Fundamento de la técnica

La fluorescencia de rayos X (XRF) es una técnica analítica que se puede utilizar para determinar la composición química elemental de una amplia variedad de tipos de muestras, entre los que se encuentran sólidos, líquidos, lodos y polvos sueltos. El equipo utilizado en este trabajo fue un espectrómetro de fluorescencia de rayos x dispersión de longitudes de onda, marca PANanalytical, modelo ZETIUM Minerals (figura 28).



Figura 28. Fotografía del espectrómetro de fluorescencia de rayos x, marca PANalytical, modelo ZETIUM Minerals (Universidad de Sevilla)

Espectrómetro de fluorescencia de Rayos X por dispersión de longitud de onda de tubo de Rh para el análisis elemental de muestras sólidas y líquidas, está dotado de sistema robotizado para el cambio de muestras, lo que permite programar un gran número de análisis. Este equipo permite el análisis químico cualitativo y cuantitativo desde el O al U en un amplio rango de concentraciones desde componentes mayoritarios a trazas.

Los métodos implementados en Zetium incluyen:

- Análisis semicuantitativo sin estándares (OMNIAM)
- Análisis cuantitativo para 21 elementos mayoritarios en muestras minerales. (WROXI PRO) - Análisis cuantitativo para más de 40 oligoelementos en geología presentes en muestras minerales. (PROTRACE)
- Análisis cuantitativo para 10 elementos traza presentes en plásticos. (TOXEL)

En esta tesis se usó los métodos OMNIAM y PROTRACE para identificar mayoritarios y trazas respectivamente.

4.2.5. Análisis por microscopía óptica y electrónica

Fundamento de la técnica

Respecto al estudio por microscopía electrónica de barrido, cuando un haz electrones incide sobre un material, el haz puede interactuar tanto con el núcleo como con la nube

electrónica de los átomos constituyentes de dicho material. En el caso en que la interacción tenga lugar con el núcleo de los átomos, los electrones son “retrodispersados” por estos núcleos por la acción de las fuerzas coulombianas. Estos electrones pierden muy poca energía en la interacción y pueden alcanzar la superficie desde zonas profundas del material. Evidentemente el número de electrones retrodispersados dependerá del núcleo con el cual ha interactuado lo que nos permite obtener una “información del material a nivel de su composición elemental”.

Durante el proceso antes descrito, ocurre también que tanto los electrones incidentes como los retrodispersados interactúan con los electrones que forman los átomos del material, pudiendo originar la expulsión de electrones de las capas externas, lo que se conoce como “Electrones Secundarios”. Estos electrones poseen una energía reducida y sólo aquellos que estén próximos a la superficie podrán abandonar el material. Estos electrones salen en todas direcciones, permitiéndonos realizar un estudio de la morfología del material. Estos dos procesos descritos (figura 29), son las bases de la Microscopía Electrónica de Barrido” (SEM).

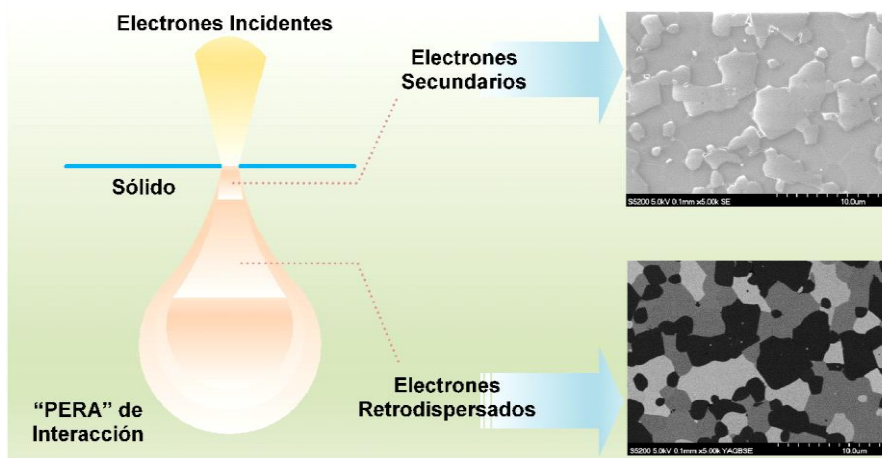


Figura 29. Bases de la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

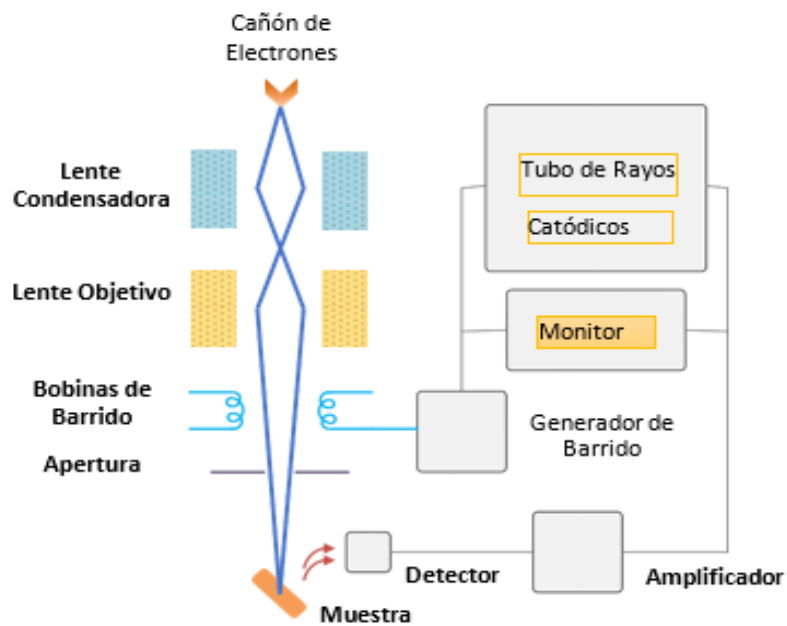
Fuente: (Miguel Ipohorski, 2013)

Un microscopio electrónico de barrido, consiste básicamente de una columna que debe estar en vacío, y es donde se encuentra el sistema de iluminación, a saber: cañón de electrones (Electron gun) y sistema de lentes electromagnéticas (condensadora y objetivo).

El haz de electrones pasa a través de las lentes condensadoras y de objetivo, y es barrido a lo largo de la superficie de la muestra por las bobinas de barrido, mientras que

un detector cuenta el número de electrones secundarios de baja energía emitidos por cada punto de la superficie. Al mismo tiempo se utiliza el foco de un tubo de rayos catódicos (TRC) para proporcionar contraste a la imagen. Tanto el haz de electrones que proviene del detector como el foco (TRC) son barridos de forma similar a la de un receptor de televisión dando lugar a la imagen ampliada. El voltaje de aceleración de un microscopio electrónico de barrido se encuentra entre 2 Kv y 50 Kv.

En la figura 30 se muestra un esquema del sistema de formación de imágenes en el Microscopio Electrónico de Barrido. En esta tesis se usó un microscopio electrónico de barrido de alta resolución marca FEI, modelo TENE0 (figura 31), para observar las partículas de los materiales de partida. Se tomaron micrografías en modo de electrones secundarios y retrodispersados. La morfología de los morteros fabricados se estudió mediante observaciones bajo un microscopio óptico Cooling-Tech modelo 1600X. Las muestras observadas fueron previamente pulidas con pasta de diamante (3 a 6 micras) y líquido lubricante.



*Figura 30. Sistema de formación de imágenes en SEM
Esquema del sistema de formación de imágenes en el Microscopio Electrónico de Barrido .*

*Fuente: Técnicas Microscópicas de Caracterización
<https://www.coursera.org/learn/tecnicas-microscopicas-caracterizacion>*

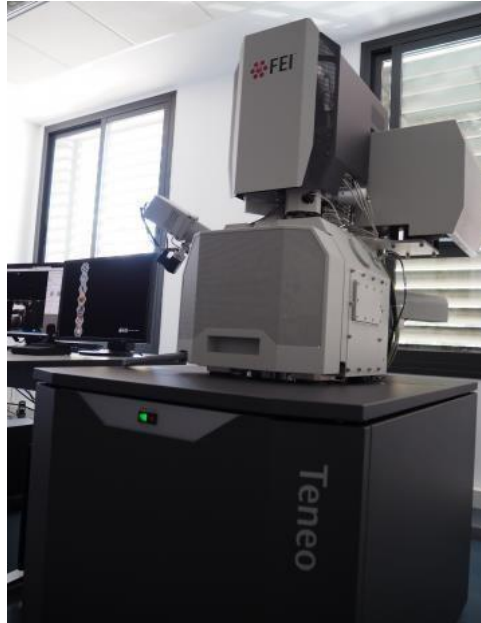


Figura 31. Fotografía del microscopio electrónico de barrido de alta resolución marca FEI, modelo TENE0 (Universidad de Sevilla)

4.2.6. Análisis térmicos por DSC/TGA

Fundamento de la técnica

El término análisis térmico engloba una serie de técnicas en las cuales algún parámetro físico del sistema es medido de manera continua en función de la temperatura.

El análisis térmico diferencial (DTA), es una técnica en la que se miden las variaciones de temperatura entre dos sustancias cuando ambas se someten a un calentamiento programado. Una de las sustancias es la muestra problema y la otra un material inerte de referencia, que suele ser corindón o platino. En el material inerte las variaciones de temperatura no se manifiestan, mientras que en la muestra problema se producen reacciones endotérmicas o exotérmicas que vendrán reflejadas en el gráfico correspondiente (figura 31).

Tanto el material inerte como la muestra problema, se colocan en sus respectivos portamuestras (crisoles de alúmina, Pt/Rh 18%, etc.) que llevan en su base un termopar de platino (tipo S). Al comenzar el ensayo, la señal que envían ambos termopares es la misma, pero en el momento en que en la muestra problema tiene lugar un proceso que

involucre transferencia de calor, se manifiesta una diferencia de señal respecto al termopar del material inerte. Así, si la temperatura registrada en la muestra problema está por encima de la del material inerte significa que están teniendo lugar procesos exotérmicos mientras que, por el contrario, si está por debajo los procesos son endotérmicos (figura 32).

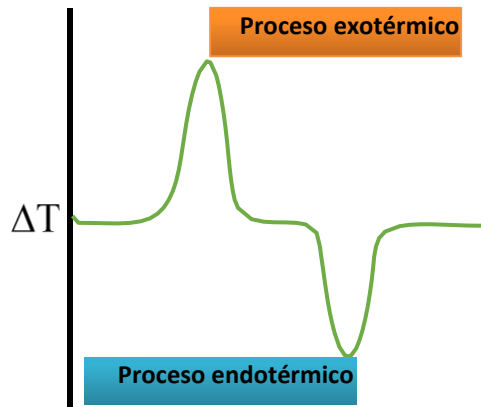


Figura 32. Curva termo-diferencial típica de un análisis por DTA

El análisis térmico gravimétrico (TGA), es una técnica que determina las variaciones de masa de una determinada muestra problema en función de la temperatura o del tiempo, en el primer caso (experimento dinámico) la temperatura de la muestra va aumentando de manera controlada (normalmente de forma lineal con el tiempo), y en el segundo (experimento isoterma), la temperatura se mantiene constante durante todo el experimento. La representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo o de la temperatura se denomina "termograma". En el registro de un termograma, la ordenada representa la variación de masa mientras que la abscisa refleja el incremento de temperatura o la variación del tiempo del ensayo (figura 33)

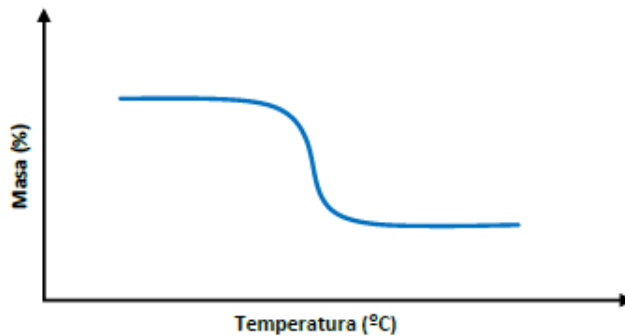


Figura 33. Curva termo-gravimétrica típica de un análisis por TGA.

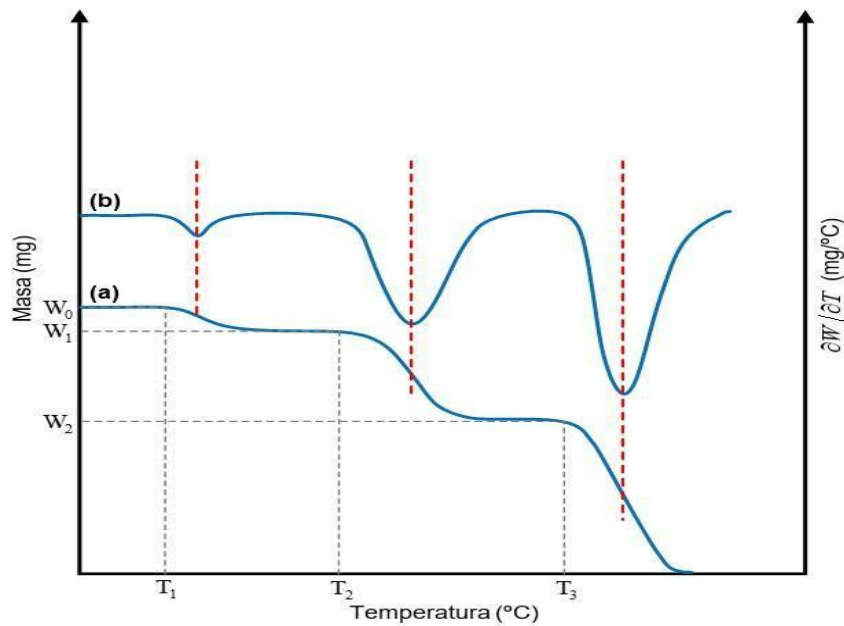


Figura 34. Termogramas diferencial (curva superior, eje derecho) y convencional (curva inferior, eje izquierdo).

Existen otros tipos de análisis denominados de termogravimetría diferencial donde se registra o representa la derivada de la variación de masa con respecto a la temperatura o respecto al tiempo dependiendo de que el experimento sea dinámico o isoterma respectivamente. En la figura 34 se representan los dos tipos de termogramas: a) convencional, b) diferencial.

En esta tesis se muestran los resultados de DSC y TGA de muestras en polvo de relave de minería formal e informal. El equipo utilizado para los estudios térmicos fue un SDT Q600 (Simultaneous DSC/TGA) (figura 35), de la casa TA Instruments, con el cual se han medido simultáneamente la diferencia de flujo de calor (DSC) y el cambio de masa (TGA).

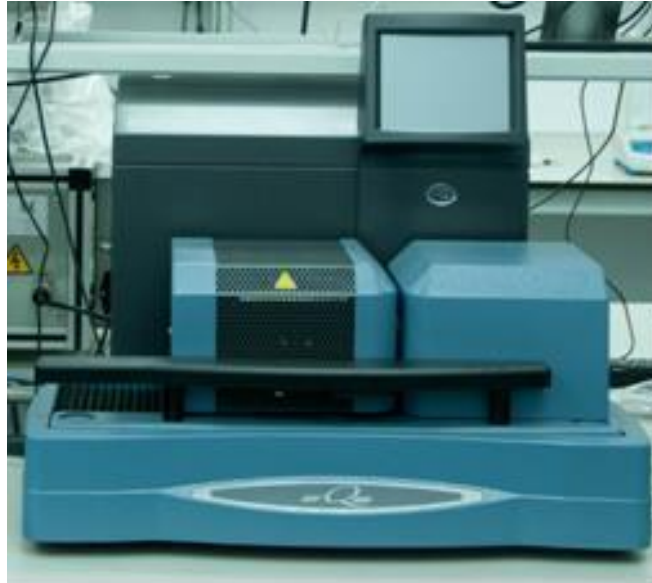


Figura 35. Equipo de medidas térmicas SDT Q600 (Simultaneous DSC/TGA), de la casa TA Instruments. (equipo de la universidad de Sevilla).

4.2.7. Ensayos mecánicos y termomecánicos

La caracterización mecánica y termomecánica se realizó mediante ensayos de compresión uniaxial a velocidades de compresión constante de 0.5mm/min y de 0.05 mm/min , hasta la fractura del material. Las pruebas de compresión a velocidades de 0.5 mm/min. se realizaron sobre muestras en forma de cilindros con un diámetro nominal de 20 mm y una altura de 40 mm, éstas pruebas permitieron, en una primera etapa, evaluar la influencia de variables de entrada como tipo de relave usado, relación aligante: arena fina y molaridad de la solución endurecedora, en propiedades físico-mecánicas como densidad real, porosidad, resistencia máxima a la compresión y módulo de Young.

Por otro lado, y luego de analizar los datos de la primera etapa de evaluación mecánica se procedió a fabricar un segundo lote de muestras, considerando las condiciones más idóneas de relación aligante : arena 1:3 para ambos tipos de muestras geopoliméricas y molaridad de la solución endurecedora de 12M la cual mostro una buena relación costo beneficio, tal como se muestra en la tabla 4

Tabla 4. Matriz de mezclas de datos seleccionados idóneos.

Mezcla	Relación aligante:arena fina	Solución endurecedora	Relación fase líquida
GF	1:2	12M	0.6
GI	1:2	12M	0.6

Para el segundo lote de muestras se realizaron pruebas mecánicas a temperaturas variables (ambiente, 200 °C y 500 °C) y velocidades de compresión de 0.05 mm/min., sobre muestras en forma de paralelepípedos de 5 x 5 x 10 mm (figura 36)

para lo cual se diseñó una nueva matriz de mezcla

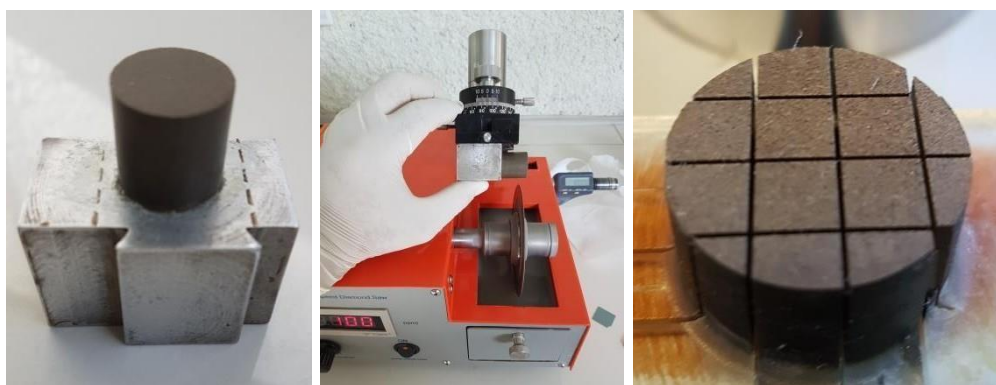


Figura 36. Etapas para la obtención de paralelepípedos: (a) aspecto macroscópico de una probeta cilíndrica, (b) corte paralelo a la sección transversal de los cilindros y (c) paralelepípedos obtenidos luego de cortes perpendiculares a la sección transversal.

En la figura 37 se muestra el equipo utilizado para las pruebas de compresión uniaxial, marca MICROTTEST, modelo EM1/FR y en la figura 38(b) se presenta la configuración de las pruebas mecánicas en compresión uniaxial de paralelepípedos y 38(a) el equipo de ensayos universales.



Figura 37. Sistema integrado para la evaluación mecánica de materiales en compresión uniaxial y condiciones variables de temperatura y atmosfera (Universidad Católica San Pablo)

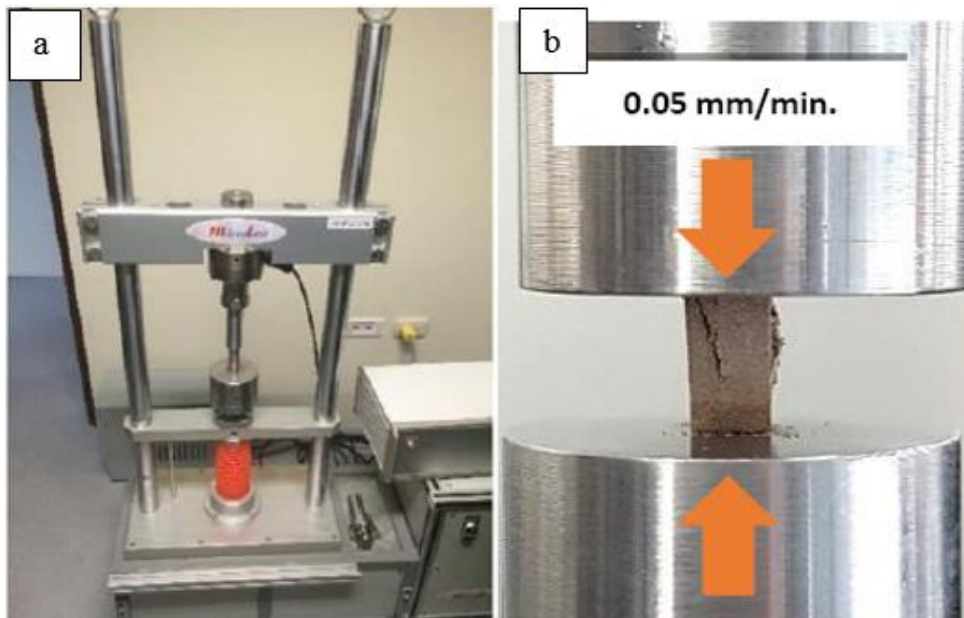


Figura 38. (a) Equipo de ensayo universal (b) configuración de las pruebas mecánicas en compresión uniaxial de paralelepípedos

5. CAPÍTULO 5.

Resultados y análisis

5.1. Introducción

En este capítulo se recogen los resultados encontrados durante el desarrollo del trabajo experimental programado. Los datos se agrupan por técnica de caracterización, empezando por la caracterización física, química, estructural, microestructural y térmica de la materia prima, seguido de los resultados de las pruebas de compresión uniaxial y de caracterización microestructural de morteros control y geopoliméricos fabricados.

La evaluación mecánica se realizó en dos etapas, en la primera, se usaron muestras cilíndricas de morteros fabricados y se evaluó el efecto del tipo de relaves usado (de minería formal e informal), relación aligante: arena fina y molaridad de la solución endurecedora, sobre los valores medios de resistencia máxima a la compresión uniaxial, módulo de Young, densidad real y porosidad.

En una segunda etapa, se realizaron prueba de compresión termomecánica a temperatura ambiente, 200°C y 500 °C, estas últimas pruebas mecánicas se realizaron sobre muestras paralelepípedicas de 5 x 5 x 10 mm, las cuales fueron obtenidas con los parámetros optimizados en la primera etapa, que fueron: relación aligante: arena fina de 1:2, molaridad de la solución endurecedora de 12M y relación fase líquida: aligante de 0.6.

5.2. Resultados experimentales

5.2.1. Densidad real, aparente y porosidad

La tabla 5 muestra los resultados, por Picnometría de Helio, encontrados para la densidad real de los materiales de partida, éstos fueron luego utilizados en el cálculo de las cantidades másicas necesarias en cada una de las mezclas estudiadas. Recordemos que para una correcta evaluación del efecto de la concentración de un componente de una mezcla en las respuestas mecánicas que ésta pueda tener, se debe realizar en base a la fracción volumétrica de cada componente en el volumen total del material a estudiar, en ese sentido, en este trabajo se han definido mezclas en función de los volúmenes de cada componente en la mezcla y luego estas fracciones volumétricas, con ayuda de la densidad real de cada componente, se pasaron a fracciones másicas y finalmente, a partir

de la masa total del material, se pudo obtener los gramos a medir por cada componente en cada una de las mezclas estudiadas.

Tabla 5. Densidad real promedio de los materiales de partida

Materia prima	Densidad real (g/cm³)
arena	2.7569
cemento	3.1236
relave minería formal	2.9191
relave minería informal.	2.7375

La tabla 6 recoge los datos de densidad aparente, densidad real y porosidad promedios, de cada uno de los tipos de morteros estudiados (control y geopoliméricos). De la revisión de los datos, se ha podido encontrar que en los morteros control, valores de porosidad se encuentran entre 19 y 29 %, mientras que en los morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería informal, los valores estuvieron entre 23 y 31%, por otro lado, los morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería formal tuvieron valores de porosidad entre 23 y 31%, similares a los morteros derivados de minería formal. De estos datos, se puede observar un menor grado de porosidad en morteros control, respecto a los morteros geopoliméricos estudiados.

Tabla 6. Densidad real, aparente y porosidad de morteros control y geopoliméricos fabricados (primera etapa)

Morteros fabricados	Densidad real (g/cm³)	Densidad aparente (g/cm³)	Porosidad (%)
C-1	2.62	2.11	19
C-2	2.65	1.98	25
C-3	2.64	1.94	26
C-4	2.70	1.91	29
GI-1	2.73	1.91	30
GI-2	2.75	1.96	29
GI-3	2.71	1.99	27
GI-4	2.72	2.10	23
GI-5	2.76	2.07	25
GI-6	2.72	1.98	27
GI-7	2.71	1.86	31
GI-8	2.62	1.99	24
GI-9	2.66	1.98	25
GF-1	2.73	1.98	27
GF-2	2.79	1.93	31
GF-3	2.77	1.96	29
GF-4	2.76	1.99	28
GF-5	2.81	2.02	28
GF-6	2.78	2.00	28
GF-7	2.75	1.99	28
GF-8	2.72	2.01	26
GF-9	2.68	2.07	23

En la tabla 6 se muestran los resultados de densidad real, densidad aparente y porosidad de morteros control y geopoliméricos, obtenidos en el segundo lote de fabricación de los materiales estudiados, es importante señalar que en este segundo lote se usaron los parámetros ideales y derivados del análisis de resultados mecánicos

obtenidos de los morteros fabricados en el primer lote. Los morteros de la tabla 6 fueron fabricados usando los dos tipos de relaves de esta tesis, con una relación aligante : arena fina de 1:2, molaridad de la solución alcalina endurecedora de 12 molar (usando Na(OH)) y relación fase líquida : aligante de 0.6.

Tabla 7. Densidad real, aparente y porosidad de morteros control y geopoliméricos fabricados (segunda etapa)

Morteros fabricados	Densidad real (g/cm³)	Densidad aparente (g/cm³)	Porosidad (%)
control	2.64	2.17	18
formal	3.04	1.96	35
informal	2.95	1.96	34

Los valores de porosidad de la tabla 7 están en buen acuerdo con lo encontrado previamente (tabla 5), con valores de porosidad promedio más bajos para morteros control (18%), respecto a los morteros geopoliméricos (34 a 35 %).

5.2.2. Distribución de tamaño de partículas

La figura 39 muestra el resultado de las pruebas de granulometría por difracción laser de luz, en esta figura se puede apreciar la distribución de tamaños de partículas de los dos tipos de relaves usados en la presente tesis (líneas azul y roja) y de la arena fina tamizada por malla ASTM # 100 (150 micras).

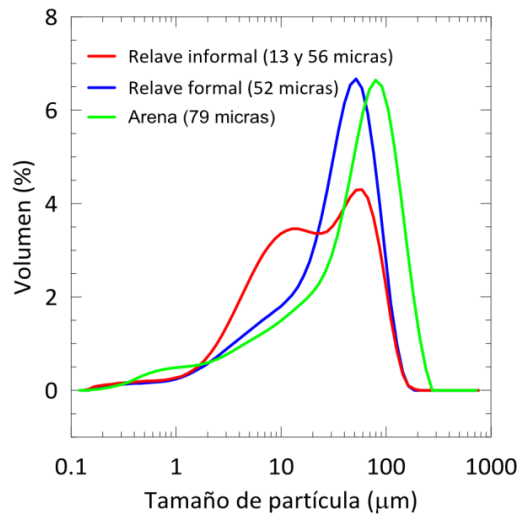


Figura 39. Distribución de tamaños de partículas para polvo de relave de minería formal (en línea azul), relave de minería informal (en línea roja) y de arena fina (en línea verde)

Los datos encontrados revelan valores de tamaño medio de partículas de 79 y 52 micras para partículas de arena fina y relave formal, respectivamente, en ambos casos con distribución de tamaños de partículas unimodales, mientras que para el relave informal se pudo apreciar una distribución bimodal, con valores de tamaño medio de partículas de 13 y 56 micras)

5.2.3. Identificación de fases cristalinas

En las figuras 40, 41 y 42 se pueden observar los difractogramas, incluyendo la identificación de fases cristalinas, para muestras de relave de minería formal, relave de minería informal y arena fina, respectivamente.

Para el caso del relave de minería formal se logró identificar picos de difracción de las fases cristalinas de Cuarzo (SiO_2), Pirita (FeS_2), Calcita (CaCO_3), Muscovita ($\text{K}_{0.77}\text{Al}_{1.93}(\text{Al}_{0.5}\text{Si}_{3.5})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), Clinocloro ($(\text{Mg,Fe})_6(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) y Yeso ($\text{Ca}(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})_2$).

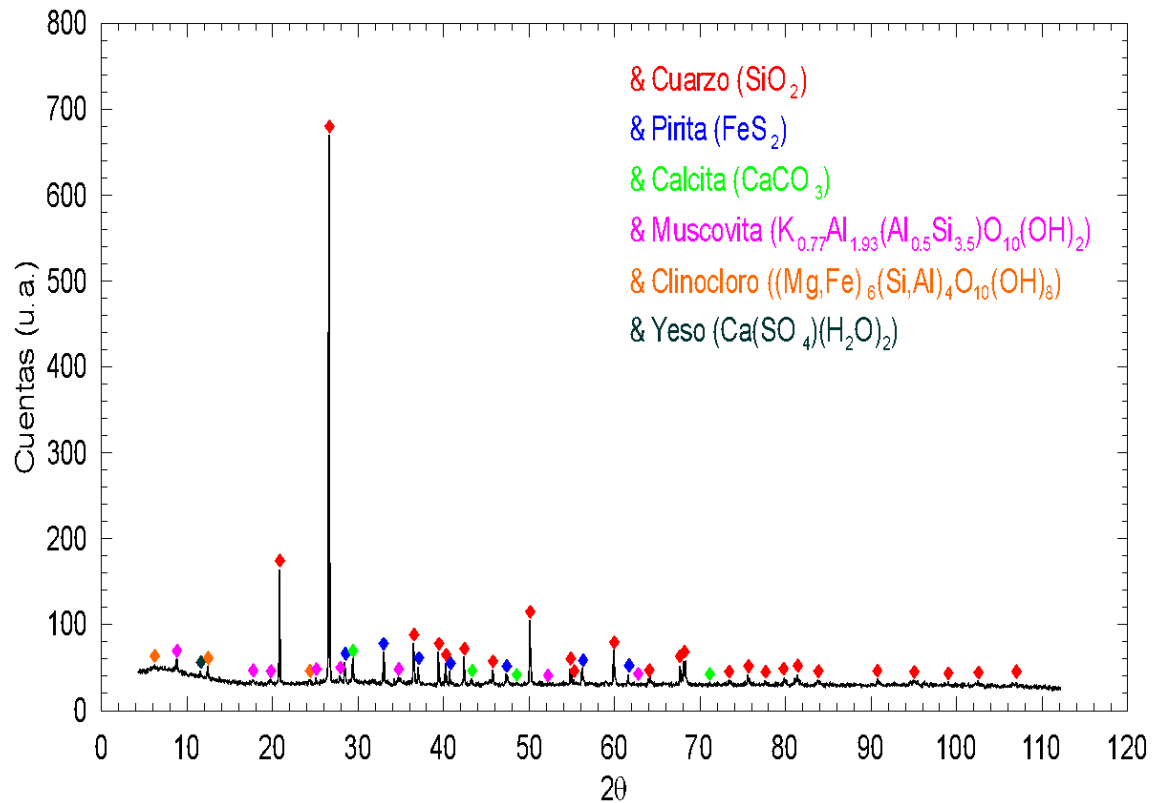


Figura 40. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de polvo de relave de minería formal.

Para el relave de minería informal se identificó picos de difracción de las fases cristalinas de Cuarzo (SiO_2), Albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), Calcita (CaCO_3), Muscovita ($\text{K}_{0.77}\text{Al}_{1.93}(\text{Al}_{0.5}\text{Si}_{3.5})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) y Clinocloro ($(\text{Mg,Fe})_6(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$). Y para el caso de la arena fina, se logró identificar picos de difracción de las siguientes fases cristalinas: Albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), Yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), Cuarzo (SiO_2), Silicato de Potasio- magnesio-aluminio y fluoro ($\text{KMg}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}\text{F}_2$), Fluoro-edenita ($\text{NaCa}_2\text{Mg}_5\text{Si}_7\text{AlO}_{22}\text{F}_2$)

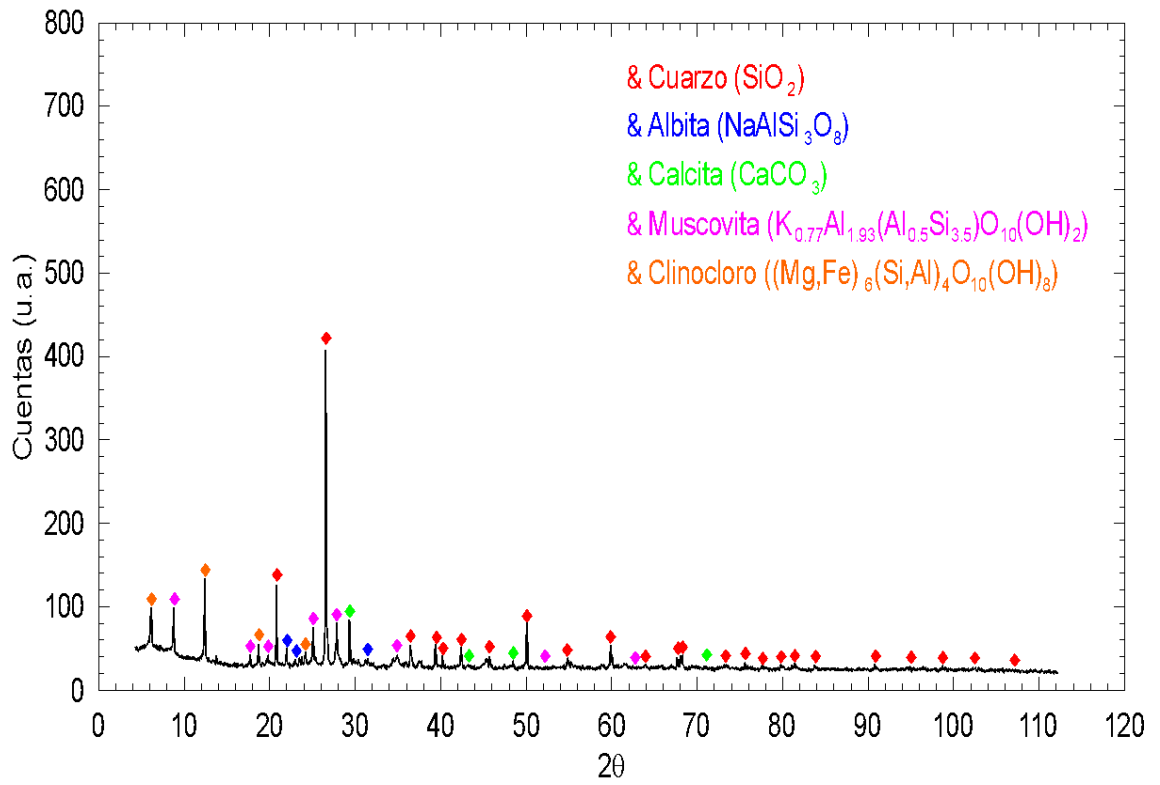


Figura 41. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de polvo de relave de minería informal

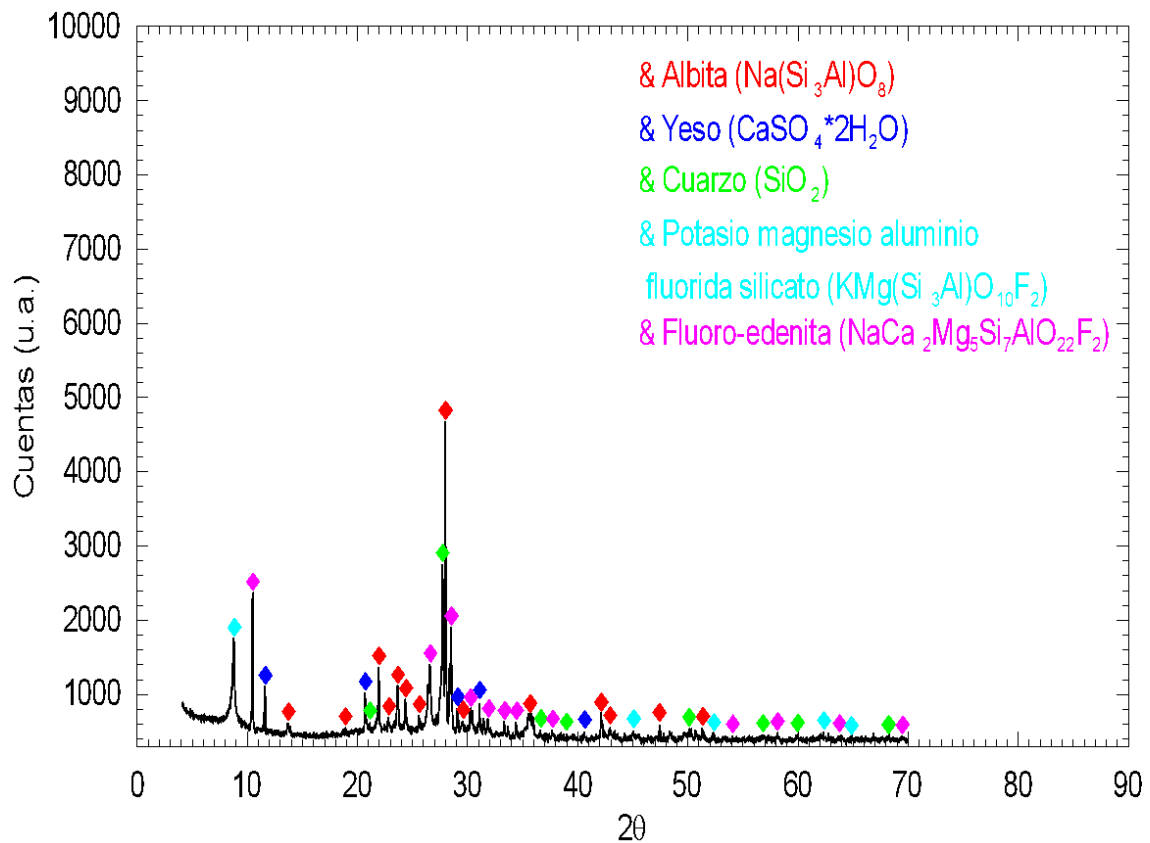


Figura 42. Difractograma con la identificación de picos cristalinos de arena fina
Fuente: elaboración propia

5.2.4. Identificación de elementos químicos

En las tablas 8 y 9 se presentan los resultados de fluorescencia de rayos X encontrados para relave de minería formal e informal, respecto a los elementos mayoritarios (tabla 7) y elementos traza (tabla 8). En el polvo de relave de minería formal, los elementos en mayor porcentaje fueron: Si (22.86%), Fe (7.95%), S (4.65%), Ca (3.37%) y Al (3.14%); mientras que, en el relave de minería informal, fueron Si (24.47%), Al (7.93%), Fe (6.07%), Ca (4.29%), Mg (2.7%) y K (2.66%).

*Tabla 8. Análisis semicuantitativo de elementos químicos mayoritarios por
FRX de polvo de relave formal e informal*

Elemento químico	Relave de minería formal (%)	Elemento químico	Relave de minería informal (%)
Al	3.14	Al	7.93
As	0.66	Ba	0.05
Ba	0.05	Ca	4.29
Bi	0.01	Cl	0.07
Ca	3.37	Co	0.01
Cl	0.93	Cr	0.01
Co	0.02	Cu	0.07
Cu	0.22	Fe	6.07
Fe	7.95	K	2.66
K	1.38	Mg	2.70
Mg	0.89	Mn	0.10
Mn	0.13	Na	1.13
Na	1.22	Ni	0.01
O	42.47	O	42.76
P	0.04	P	0.09
Pb	0.48	Pb	0.02
Rb	0.01	Rb	0.01
S	4.65	S	0.15
Sb	0.02	Si	24.47
Si	22.86	Sr	0.02
Sr	0.01	Ti	0.53
Ti	0.2	V	0.04
V	0.01	Zn	0.02
Zn	0.24	Zr	0.01
Zr	0.01	P.C.	6.78
P.C.	9.03		
TOTAL	100		100

Respecto a los elementos traza (tabla 9) se puede evidenciar una mayor concentración de elementos pesados tóxicos (As y Pb) en relaves de minería formal, respecto a los valores encontrados en relaves de minería informal, para los mismos elementos.

Tabla 9. Análisis por FRX de elementos traza presentes en polvo de relave de minería formal e Informal

Elementos traza	Minería Formal (ppm)	Minería Informal (ppm)	Elementos traza	Minería Formal (ppm)	Minería Informal (ppm)
Ag	37.2	3.6	Co	42.6	12.8
As	6174	26.7	Cr	35.2	61.7
Ba	5528	10477	Cs	47.1	19.6
Bi	62.8	1.5	Cu	2752	672.1
Br	33.7	3.9	Ga	4.6	13.5
Cd	49.6	4.8	Ge	N.D.	N.D.
Ce	188.6	13.3	Hf	N.D.	N.D.
Co	42.6	12.8	I	N.D.	5.0
Cr	35.2	61.7	La	21.7	10.3
Cs	47.1	19.6	Mn	1579	832.8
Cu	2752	672.1	Mo	16.0	4.0
Ga	4.6	13.5	Nb	1.9	4.6
Ge	N.D.	N.D.	Nd	31.0	10.8
Hf	N.D.	N.D.	Ni	5.2	13.9
I	N.D.	5.0	P	546.1	646.5
La	21.7	10.3	Pb	4446	65.1
Mn	1579	832.8	Rb	37.9	64.1
Mo	16.0	4.0	Sb	176.4	1.4
Nb	1.9	4.6	Sc	12.2	19.8
Nd	31.0	10.8	Se	6.4	1.5
Ni	5.2	13.9	Sm	N.D.	0.5
P	546.1	646.5	Sn	9.0	5.8
Pb	4446	65.1	Sr	78.7	132.2
Br	33.7	3.9	Ta	N.D.	2.2
Cd	49.6	4.8	Te	13.4	6.3
Ce	188.6	13.3	Th	0.8	8.3
W	27.7	17.2	Tl	0.5	2.1
Y	18.8	16.2	U	N.D.	N.D.
Yb	N.D.	N.D.	V	119.1	236.5
Zn	3138	163.9	(F)	N.D.	N.D.
Zr	57.7	91.4	(Hg)	15	N.D.
(Cl)	9446	424	(S)	58617	1186

N.D. Valores no detectados

N.C. Valores no cuantificados (Los valores de Cl, F, Hg y S son sólo orientativos)

Nota: Los valores en rojo no son válidos por estar fuera del rango de concentraciones utilizadas para calibrar el método.

5.2.5. Caracterización microestructural

La figura 43 muestra micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería formal, a varias magnificaciones (130x, 250x y 1000x). De las observaciones microestructurales se pudo evidenciar el buen acuerdo entre la distribución de tamaños de partículas observados y los resultados por granulometría de difracción laser de luz. Otra observación importante es la forma angular y de superficies planas y amplias que presentan las partículas, lo que sugiere que han sufrido fractura frágil derivada de los procesos de molienda.

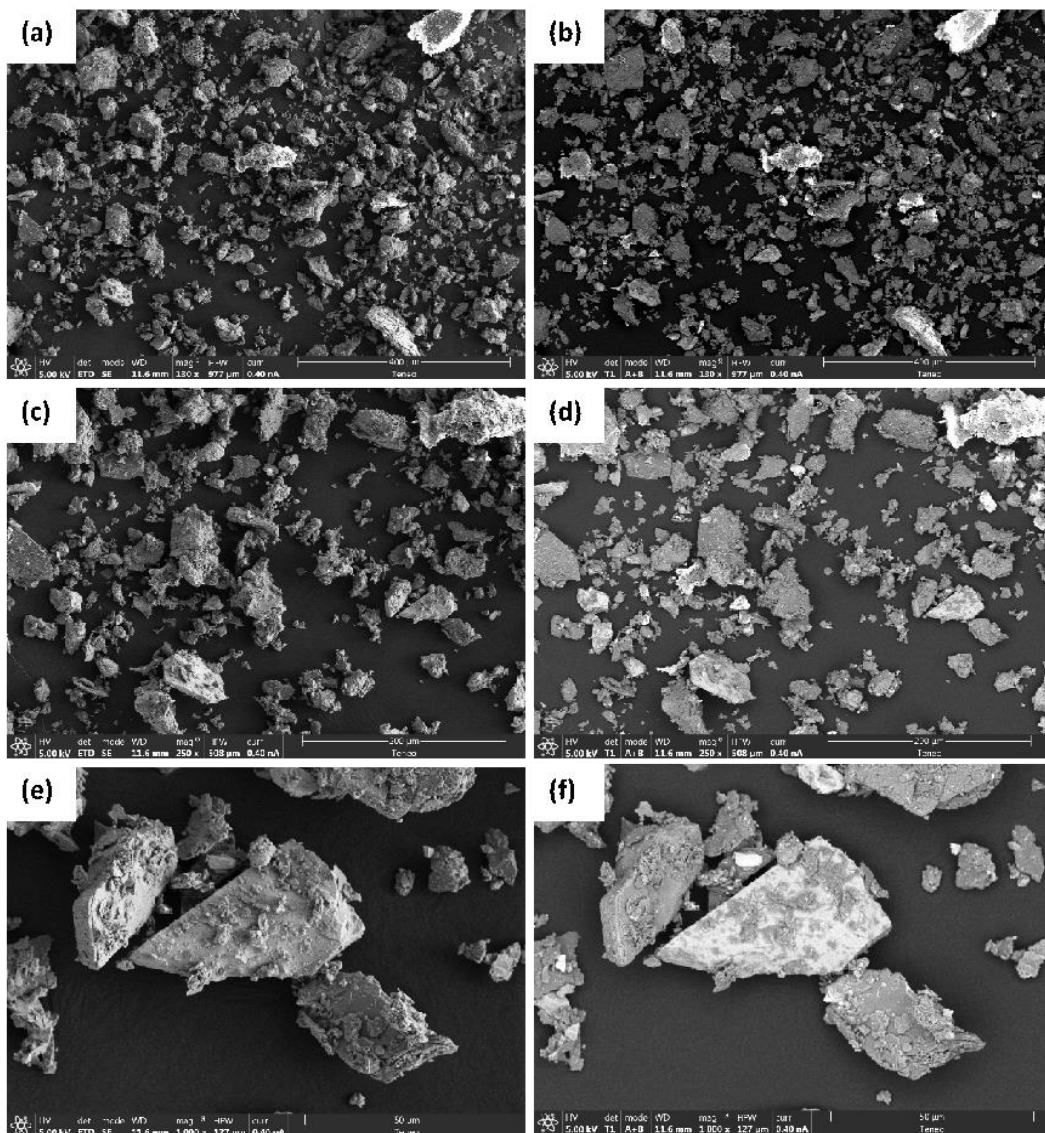


Figura 43. Micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería formal.

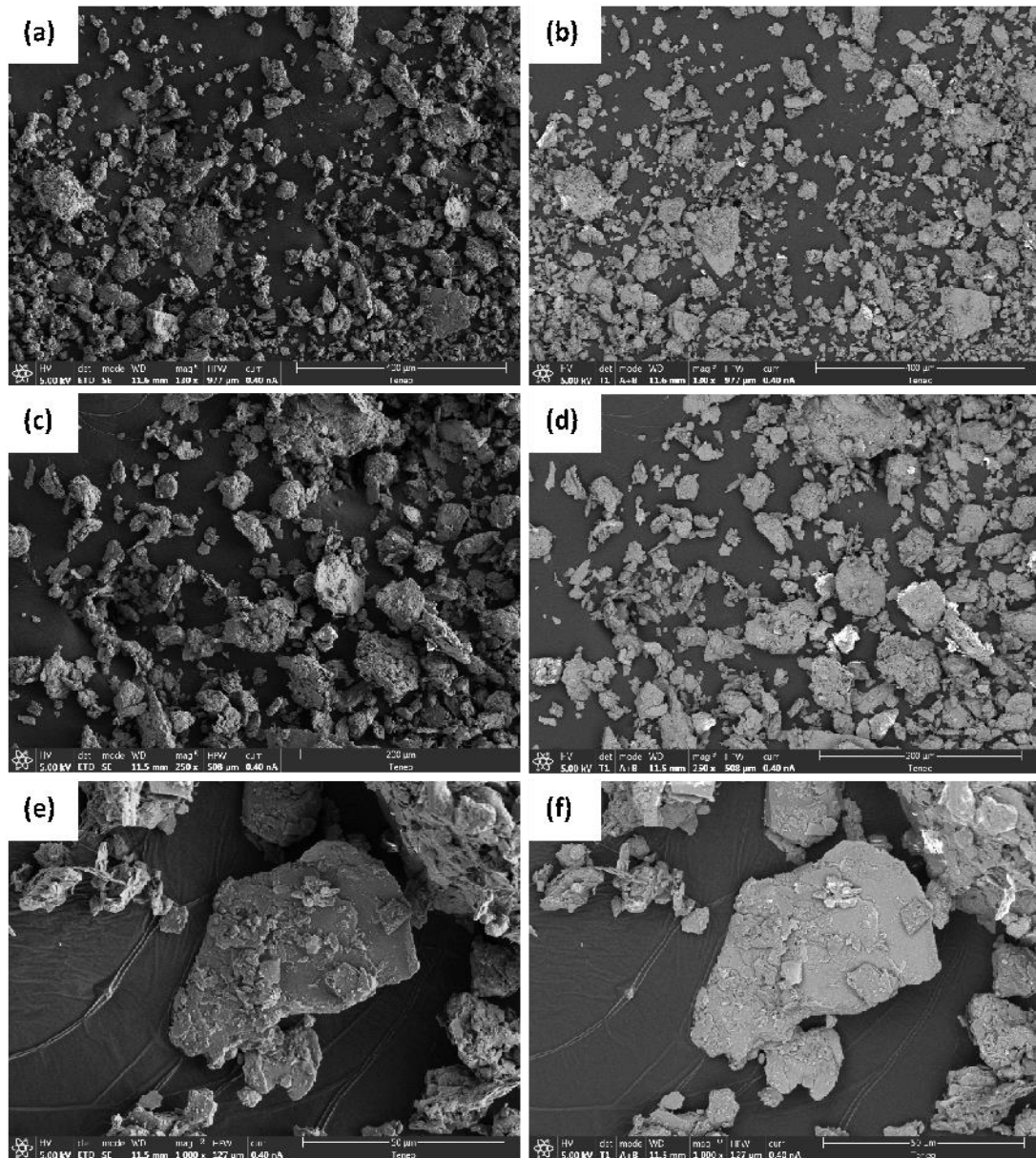


Figura 44. Micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería informal.

La figura 44 muestra micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de relave de minería informal, a varias magnificaciones (130x, 250x y 1000x). Las características observadas en las partículas de polvo de relave de minería informal, son similares a las encontradas en el relave de minería formal (figura 43), con un buen acuerdo entre los resultados de granulometría por difracción laser y la microestructura observada (figura 44). La forma de las partículas también es poligonal y angular, con superficies claras de fractura frágil, derivada de los procesos de molienda previos.

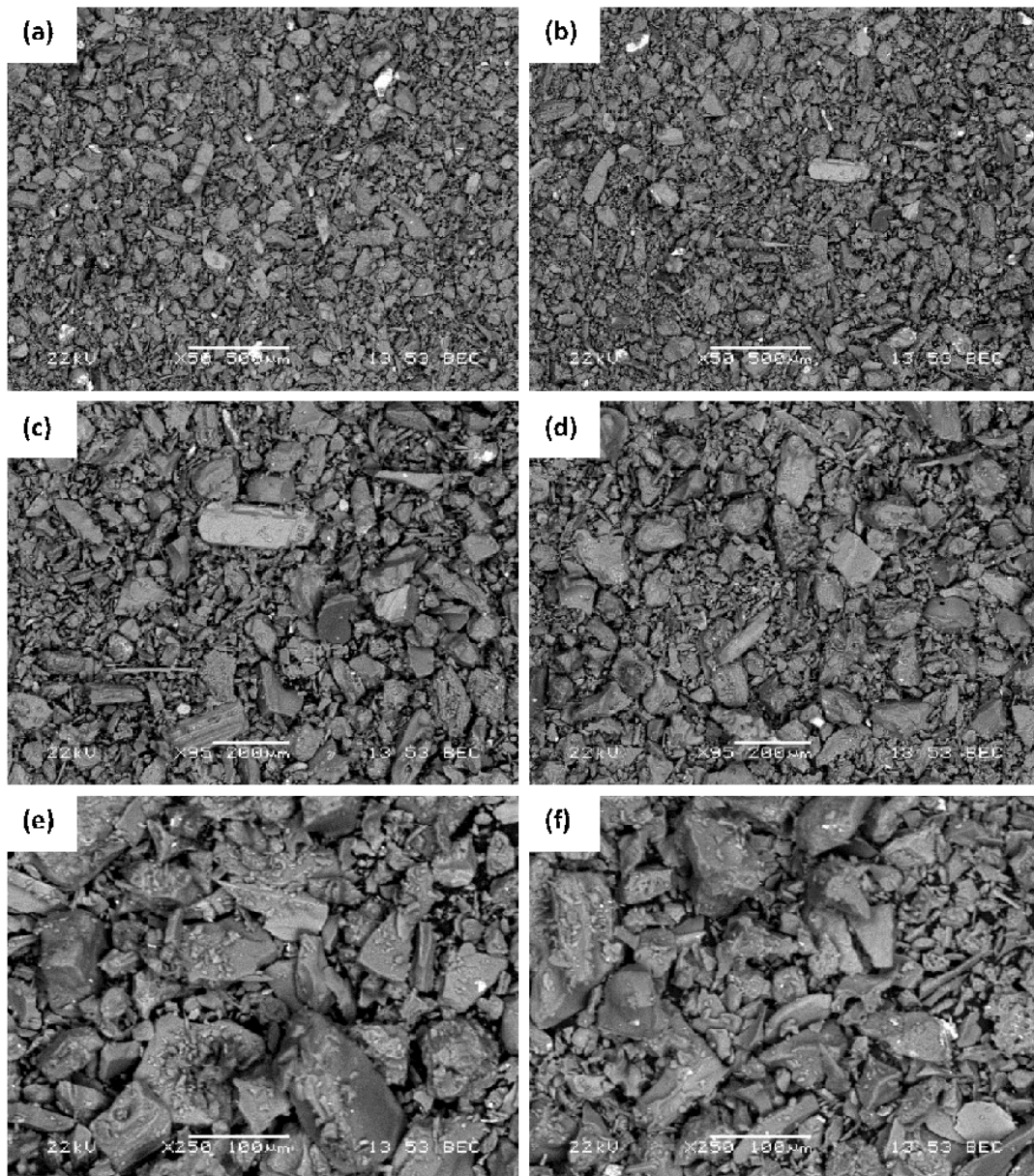


Figura 45. Micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones retrodispersados de partículas de arena fina.

Por otro lado, en la figura 45 se muestran micrografías por microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios (a, c, e) y retrodispersados (b, d y f) de partículas de arena fina, a varias magnificaciones (130x, 250x y 1000x). Se pudo evidenciar un buen acuerdo entre la distribución de tamaños de partículas de las micrografías con la encontrada en las pruebas por granulometría de difracción láser. La forma de las partículas revela que éstas sufrieron un fuerte proceso de trituración y molienda, ya que las partículas son de forma poliédrica y angular, con superficies de fractura planas y bien definidas, la mayor cantidad de caras en las partículas poliédricas

podrían sugerir la mayor dureza de estas, respecto a lo observado en las figuras 43 y 44 de partículas de relave formal e informal, respectivamente.

En las tablas 10 y 11 se muestran los resultados del análisis semicuantitativo por EDS de relaves de minería formal e informal, respectivamente. Se logró evidenciar una buena correlación entre la concentración elemental (Peso %) del Si y Al, con los encontrados por fluorescencia de rayos X. Para el relave de minería formal, la relación Si/Al encontrada por EDS fue de 5.70, mientras que la misma relación, pero por XRF fue de 7.28 (tabla 8). Por su parte, para el relave de minería informal, la relación Si/Al encontrada por EDS fue de 5.46, mientras que la misma relación, pero por XRF fue de 3.08 (tabla 9).

Tabla 10. Análisis semicuantitativo por SEM-EDS de polvo de relave de minería formal

Elemento	Peso%	Atómico%
C	58.06	68.44
O	30.12	26.66
Na	0.45	0.28
Mg	0.19	0.11
Al	0.78	0.41
Si	4.45	2.24
S	1.27	0.56
K	0.25	0.09
Ca	0.91	0.32
Fe	3.52	0.89

Tabla 11. Análisis semicuantitativo por SEM-EDX de polvo de relave de minería informal

Elemento	Peso%	Atómico%
C	47.77	58.81
O	36.77	33.98
Na	0.3	0.19
Mg	0.78	0.48
Al	2.88	1.58
Si	6.42	3.38
K	1.06	0.4
Ca	1.18	0.44
Fe	2.84	0.75

La figura 46 presenta micrografías por microscopía óptica de morteros control con relaciones aligante : arena fina variables. En todos los casos se pudo evidenciar la presencia de una fase continua y fina de aglomerante (cemento Portland tipo I) que rodea y envuelve a partículas poliédricas de mayor tamaño, correspondientes a arena fina.

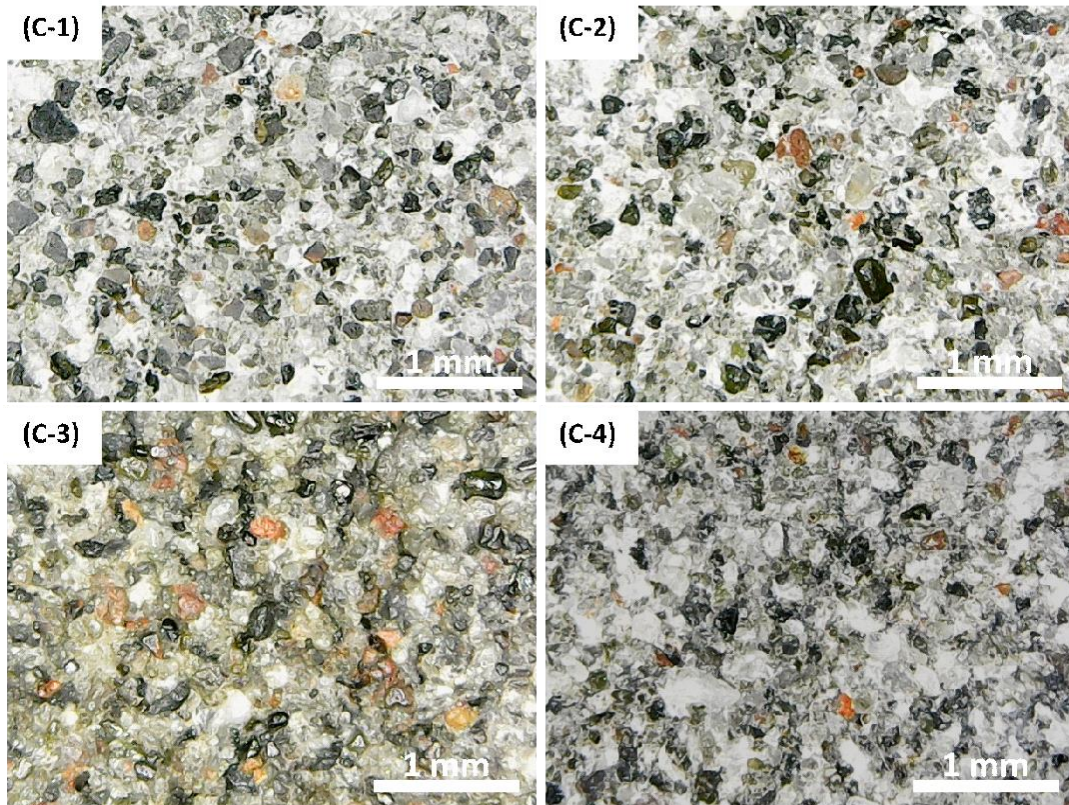


Figura 46. Micrografías por microscopía óptica de superficies pulidas de mortero control

Micrografías por microscopía óptica de superficies pulidas de mortero control

Las figuras 47 y 48 muestran micrografías por microscopía óptica de mortero geopoliméricos fabricados a partir de relaves de minería informal y formal, respectivamente. Microestructuralmente, los morteros geopoliméricos son muy similares a los de control de cemento Portland (figura 46).

Todos presentan dos fases bien diferenciadas, por un lado, una fase continúa interconectada que corresponde a la fase aligante (relave geopolimerizado en el caso de morteros geopoliméricos o cemento Portland en el caso de morteros control), y por otro, una fase discontinua de partículas poliédricas, correspondientes a arena fina (para ambos tipos de morteros).

En los morteros geopoliméricos se pudo observar una ligera mayor presencia de partículas de arena fina en morteros GI-4 y GF-4, respecto a sus pares GI-1 y GF-1,

respectivamente, este resultado era esperado por la mayor concentración volumétrica de arena fina en las mezclas GI4 y GF-4.

Los morteros geopoliméricos GI-5 a GI-9 fabricados usando relave de minería informal y los morteros geopoliméricos GF-5 a GF-9 fabricados usando relave de minería formal, son todos muy similares en su microestructura, no se pudo identificar alguna característica diferenciadora entre todos estos morteros.

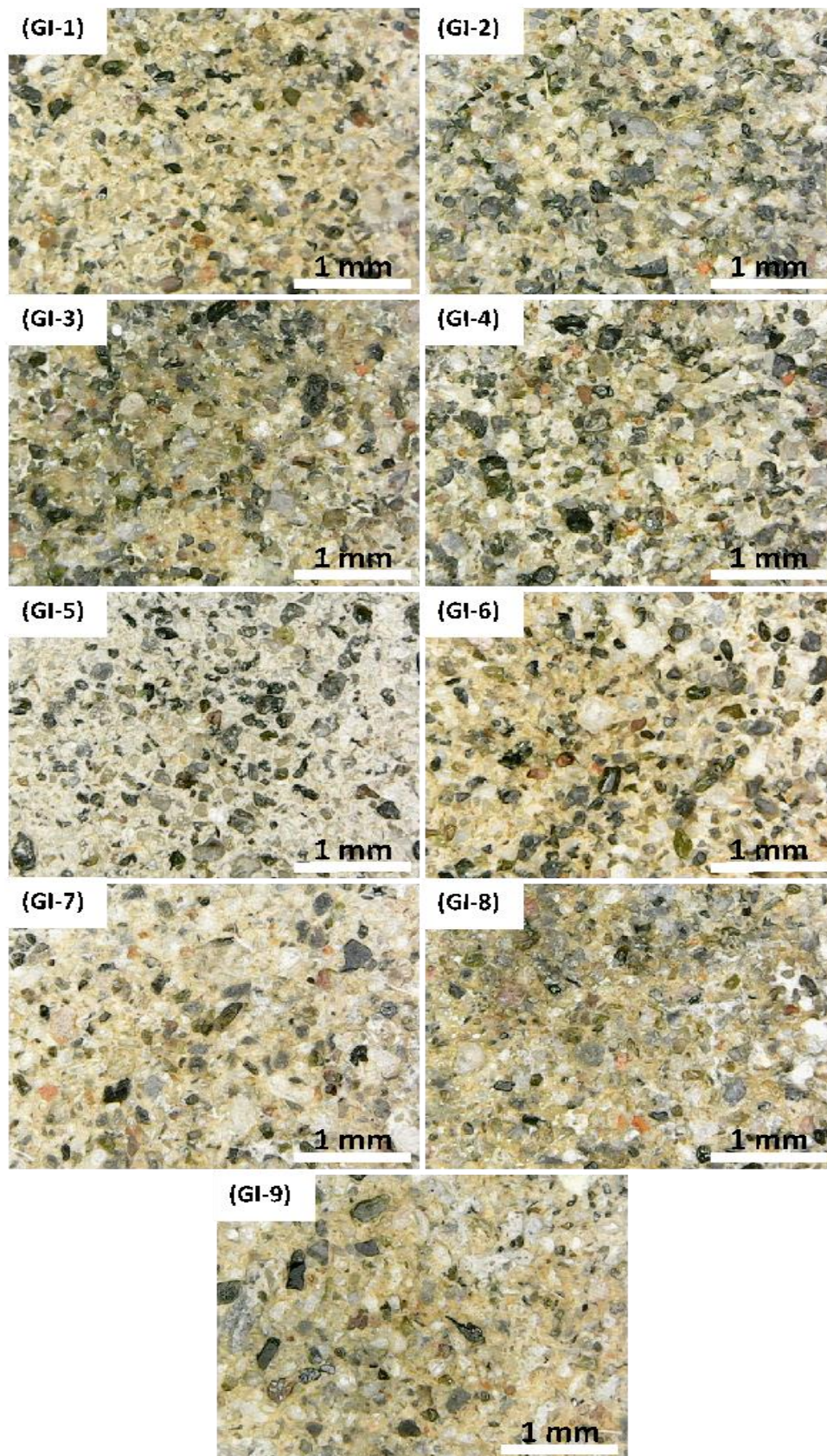


Figura 47. Micrografías por microscopía óptica de mortero geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería informal

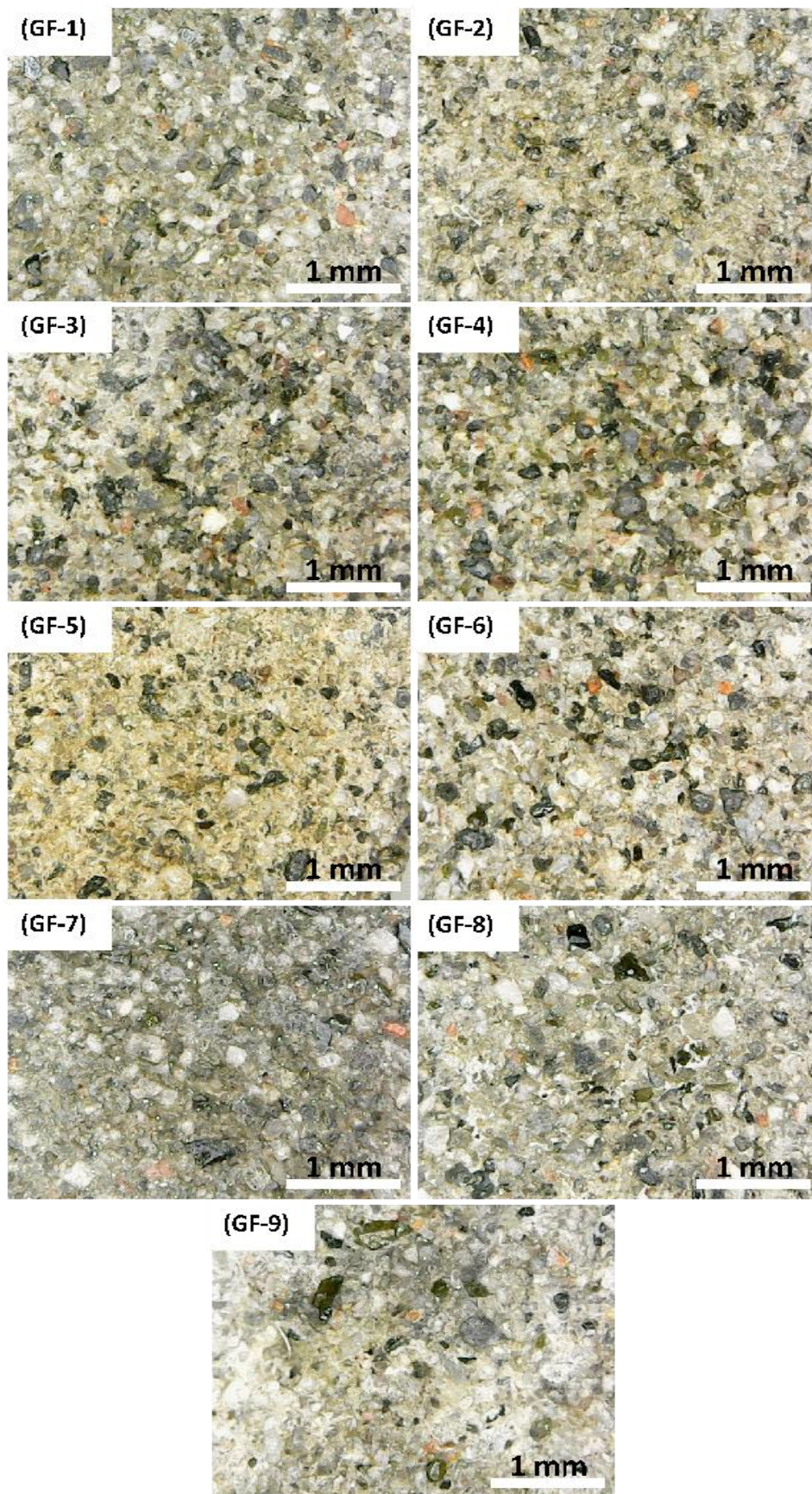


Figura 48. Micrografías por microscopía óptica de mortero geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería formal

La figura 49 presenta micrografías por microscopía óptica de morteros control y geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería formal e informal (2da. etapa), se evidencian las mismas características descritas anteriormente para los morteros fabricados en la primera etapa, con granos poliédricos de arena fina, dispuestos dentro de una fase continua e interconectada de fase aglomerante.

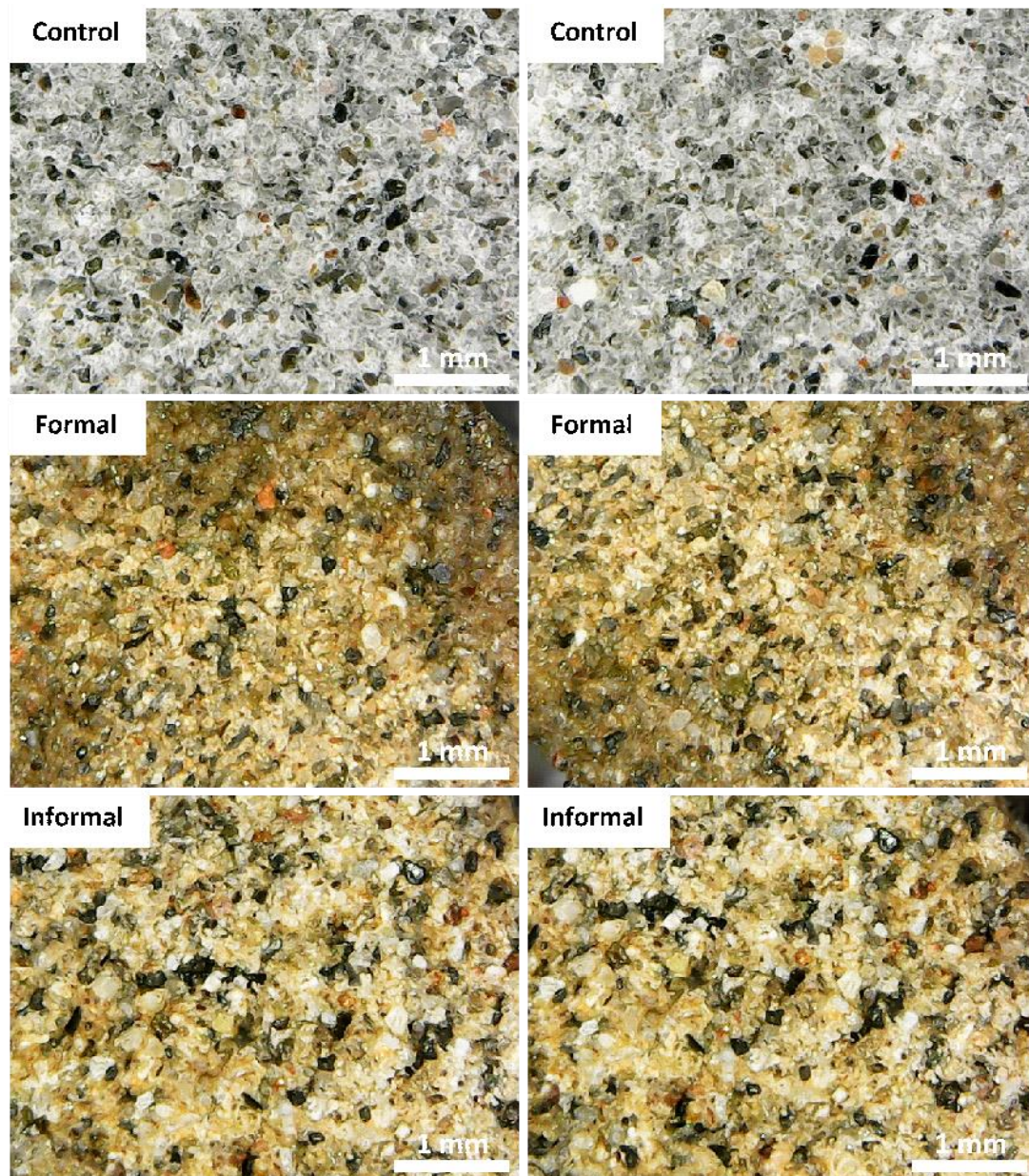


Figura 49. Micrografías por microscopía óptica de morteros control y geopoliméricos fabricados a partir de relave de minería formal e informal (2da. etapa).

5.2.6. Análisis térmicos

Las figuras 50 y 51 muestran los resultados de las pruebas de caracterización por DSC/TGA. Se observó una pérdida total de masa de alrededor del 7% para ambos tipos de relaves mineros.

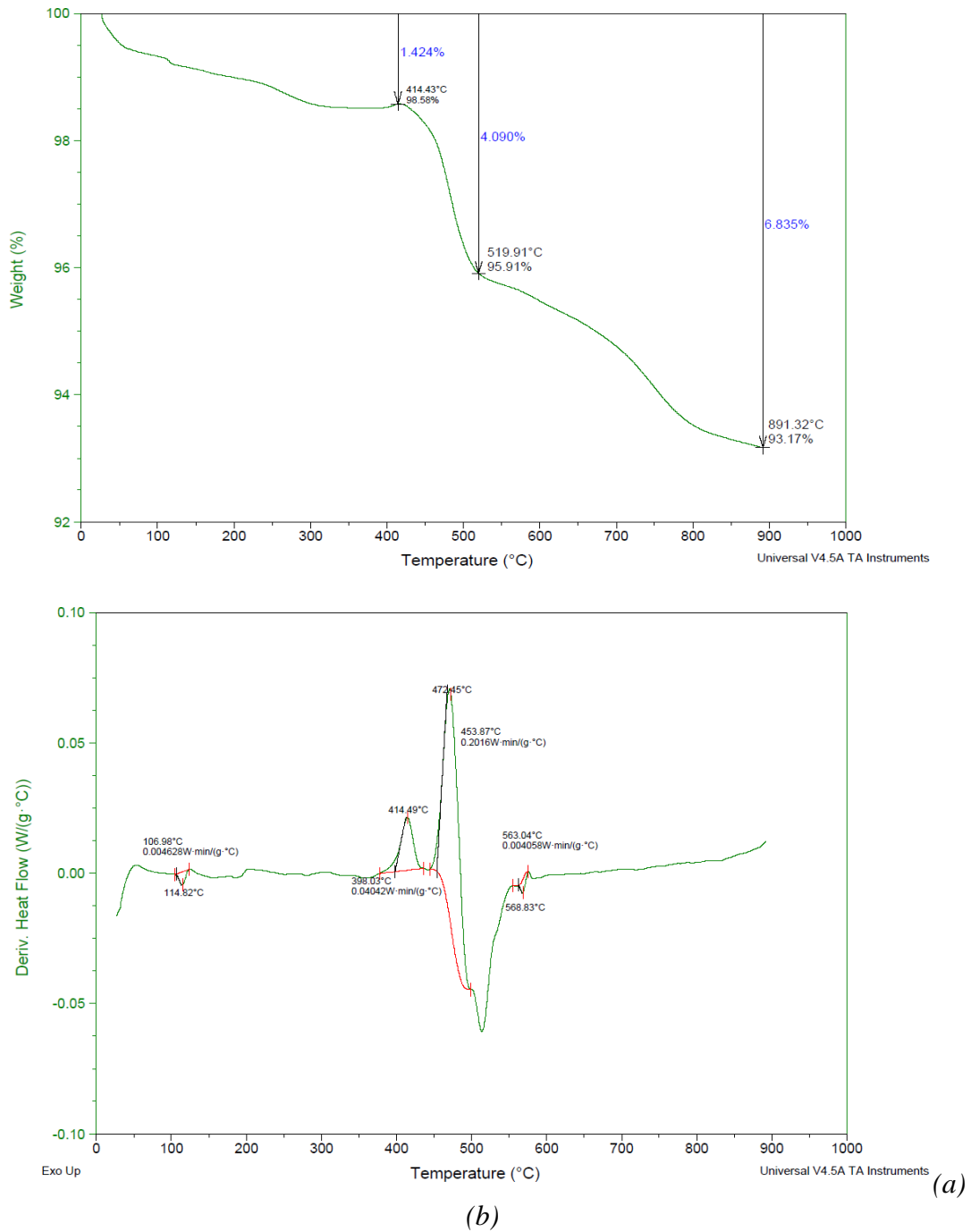


Figura 50. Resultados de estudios térmicos para polvo de relave de minería formal. Variación de la masa (a) y del flujo de calor (b) en función del aumento de la temperatura.

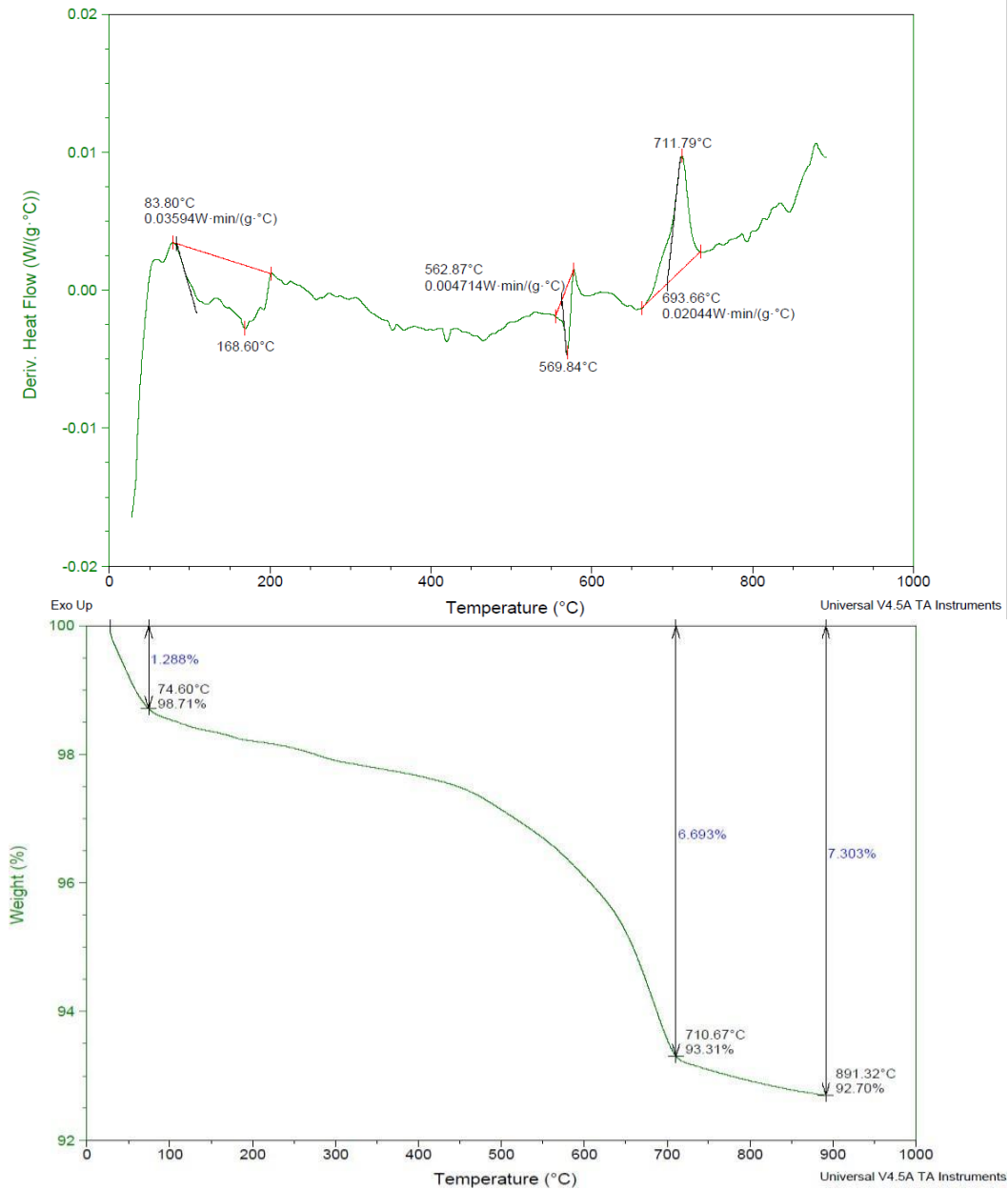


Figura 51. Resultados de estudios térmicos para polvo de relave de minería informal. Variación de la masa (a) y del flujo de calor (b) en función del aumento de la temperatura.

La pérdida inicial de la masa, para ambos tipos de relaves, se debió a la evaporación del agua absorbida por las muestras. Para la muestra de relave de minería formal, a alrededor de los 500 °C, se observó una pérdida brusca de masa y su correspondiente pico exotérmico en la gráfica de flujo de calor (figura 50(b)), que correspondería a la transformación alotrópica de alguna fase presente en el material.

Por otro lado, en el relave de minería informal, casi llegando a los 700 °C, se observó un cambio de pendiente en la gráfica de pérdida de masa en función de la temperatura (figura 51(a)), que es acompañada de un pico endotérmico más o menos a la misma temperatura (figura 51(b)).

5.2.7. Comportamiento mecánico

En la figura 52 se presentan curvas esfuerzo vs. deformación para morteros control (usando cemento Portland tipo I, como aligante) fabricados con relaciones aligante : arena fina de 1:2, 1:3, 1:4 y 1:5

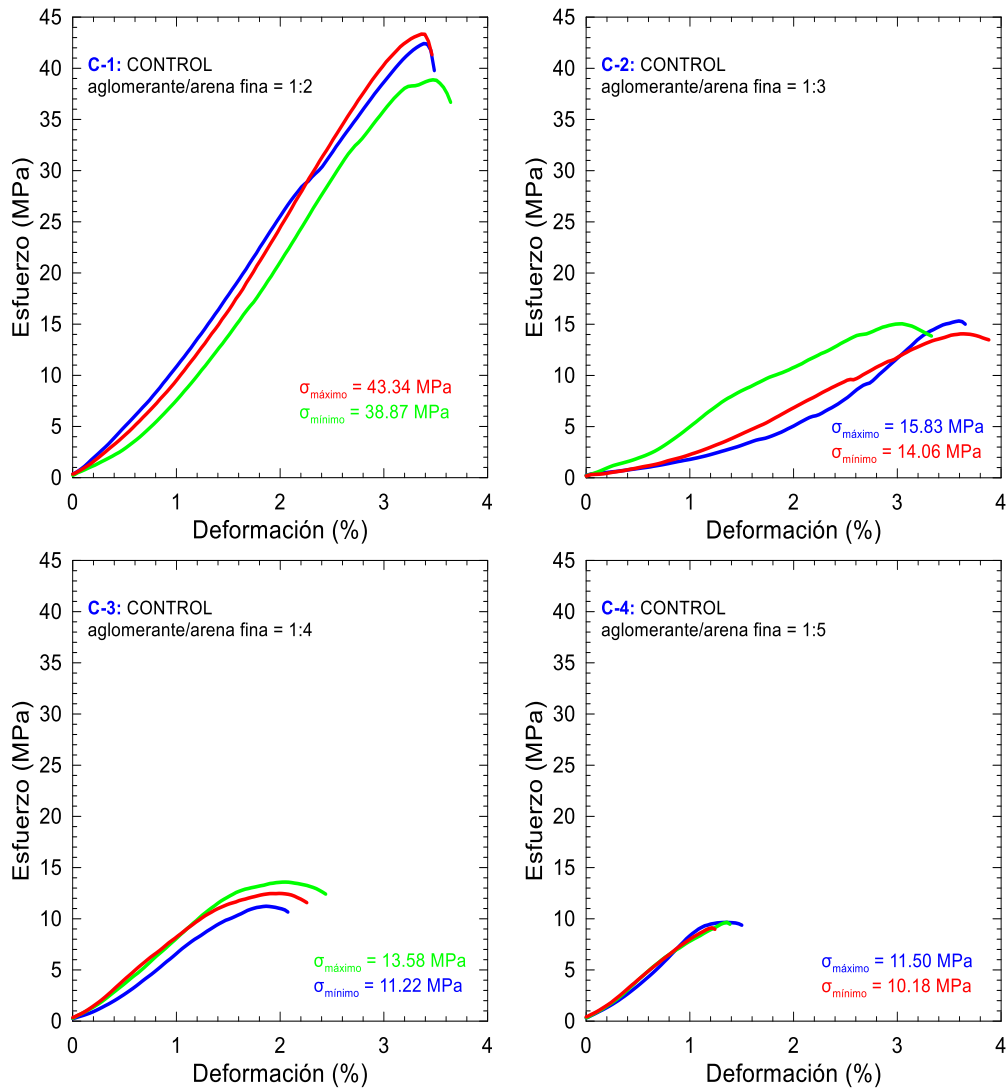


Figura 52. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros control variando la relación aglomerante: arena fina.

Tabla 12. Valores de morteros control variando la relación aglomerante: arena fina.

Tipo de mortero	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo máximo promedio (MPa)
C-1: CONTROL aglomerante/arena fina = 1:2	42.42 38.87 43.34	41.54
C-2: CONTROL aglomerante/arena fina = 1:3	15.83 15.05 14.06	14.98
C-3: CONTROL aglomerante/arena fina = 1:4	11.22 13.58 12.47	12.42
C-4: CONTROL aglomerante/arena fina = 1:5	11.50 10.86 10.18	10.85

Los valores de resistencia máxima promedio de las curvas de la figura 52, revelaron una reducción sistemática de la resistencia máxima a la compresión uniaxial con el aumento del volumen de arena fina en las mezclas estudiadas de morteros de cemento Portland. Este resultado sugiere que el control de la respuesta mecánica de estos morteros control recae principalmente en la fase de aligante e interface aligante-arena, ya que en estas regiones es donde empiezan a aparecer microgrietas al someter al material a proceso de compresión controlada. Los valores de resistencias máximas promedio pasaron de 41.54 a 10.85 MPa cuando la relación aligante : arena fina paso de 1:2 a 1:5. Como lo muestra la tabla 12.

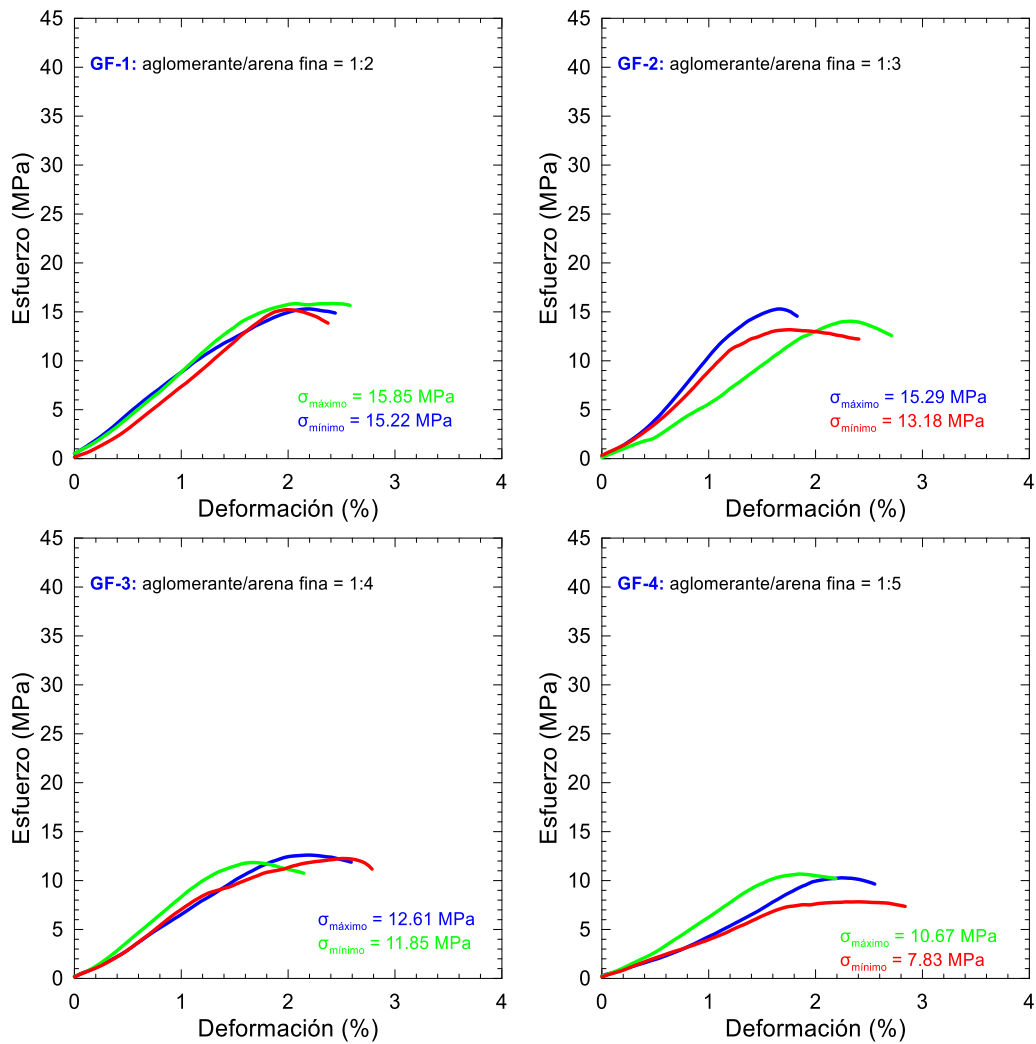


Figura 53. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la relación aglomerante: arena fina

Tabla 13. Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la relación aglomerante: arena fina

Tipo de mortero	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo máximo promedio (MPa)
GF-1: aglomerante/arena fina = 1:2	15.30	15.46
	15.85	
	15.22	
GF-2: aglomerante/arena fina = 1:3	15.29	14.17
	14.04	
	13.18	
GF-3: aglomerante/arena fina = 1:4	12.61	12.24
	11.85	
	12.26	
GF-4: aglomerante/arena fina = 1:5	10.28	9.59

La figura 53 muestra curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos fabricados a partir del uso de relaves de minería formal como materia prima aligante y variando la relación aligante : arena fina de 1:2 a 1:5

Los resultados encontrados revelaron una reducción sistemática de los valores de resistencia máxima a la compresión uniaxial, con el aumento del volumen de arena fina añadida a las mezclas geopoliméricas estudiadas (figura 53), este resultado es similar al obtenido en morteros control fabricados a partir de cemento Portland, donde también se evaluó el efecto del aumento del volumen de arena fina en mezclas de mortero (figura 52). Los valores de resistencia máxima a la compresión uniaxial variaron de 15.46 a 9.59 MPa cuando la relación aligante : arena fina cambio de 1:2 a 1:5, como se muestra en la tabla 13.

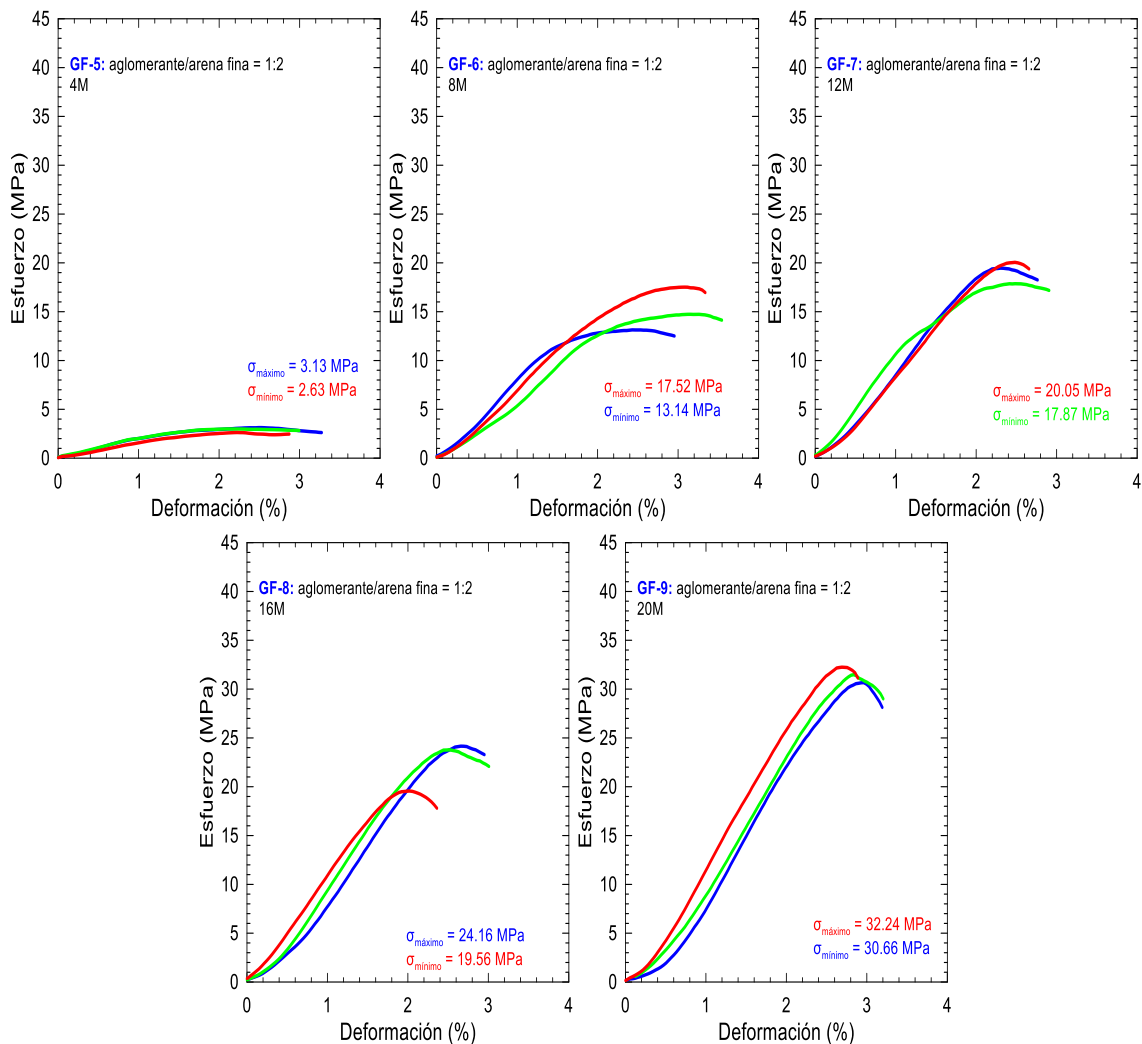


Figura 54. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la molaridad de la solución endurecedora

Tabla 14 . Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería formal, variando la molaridad de la solución endurecedora

Tipo de mortero	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo máximo promedio (MPa)
GF-5: aglomerante/arena fina = 1:2 4M	3.13 2.99 2.63	2.92
GF-6: aglomerante/arena fina = 1:2 8M	13.14 14.73 17.52	15.13
GF-7: aglomerante/arena fina = 1:2 12M	19.46 17.87 20.05	19.13
GF-8: aglomerante/arena fina = 1:2 16M	24.16 23.78 19.56	22.50
GF-9: aglomerante/arena fina = 1:2 20M	30.66	31.46

Por otro lado, en la figura 54, para el mismo tipo de morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería formal, se estudió el efecto la concentración molar de la solución endurecedora en la respuesta mecánica, encontrando valores de 2.92 a 31.46 MPa, cuando la molaridad de la solución cambio de 4 a 20 molar como se muestra en la tabla 14.

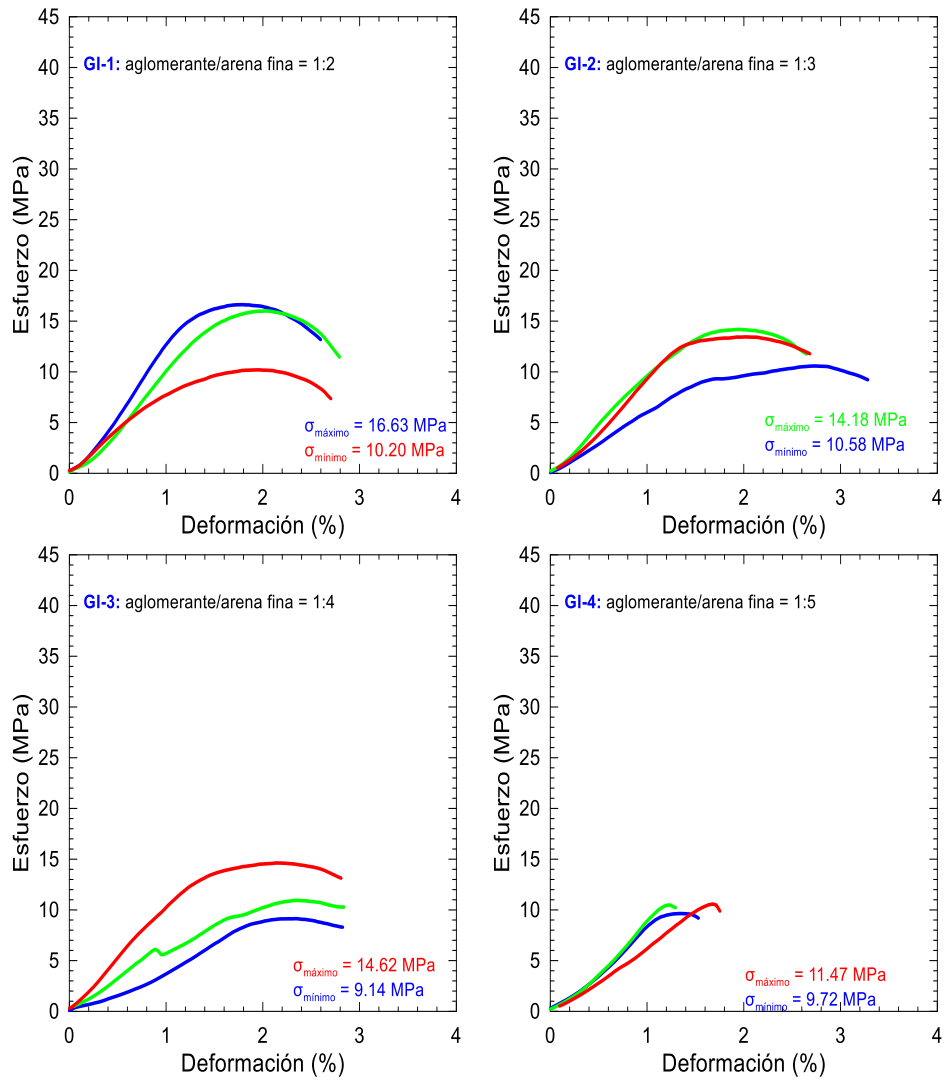


Figura 55. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la relación aglomerante : arena fina.

Tabla 15 . Valores de morteros derivados de relave de minería informal, variando la relación aglomerante : arena fina.

Tipo de mortero	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo máximo promedio (MPa)
GI-1: aglomerante/arena fina = 1:2	16.63	14.28
	16.01	
	10.20	
GI-2: aglomerante/arena fina = 1:3	10.58	12.74
	14.18	
	13.45	
GI-3: aglomerante/arena fina = 1:4	9.14	11.57
	10.95	
	14.62	
GI-4: aglomerante/arena fina = 1:5	9.72	10.59

La figura 55 y la tabla 15 nos muestra curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos fabricados a partir de la geopolimerización de relaves de minería informal y variando la relación aglomerante: arena fina. Los resultados mecánicos de estos encontrados fueron similares a los datos obtenidos en morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería formal (figura 53, tabla 13).

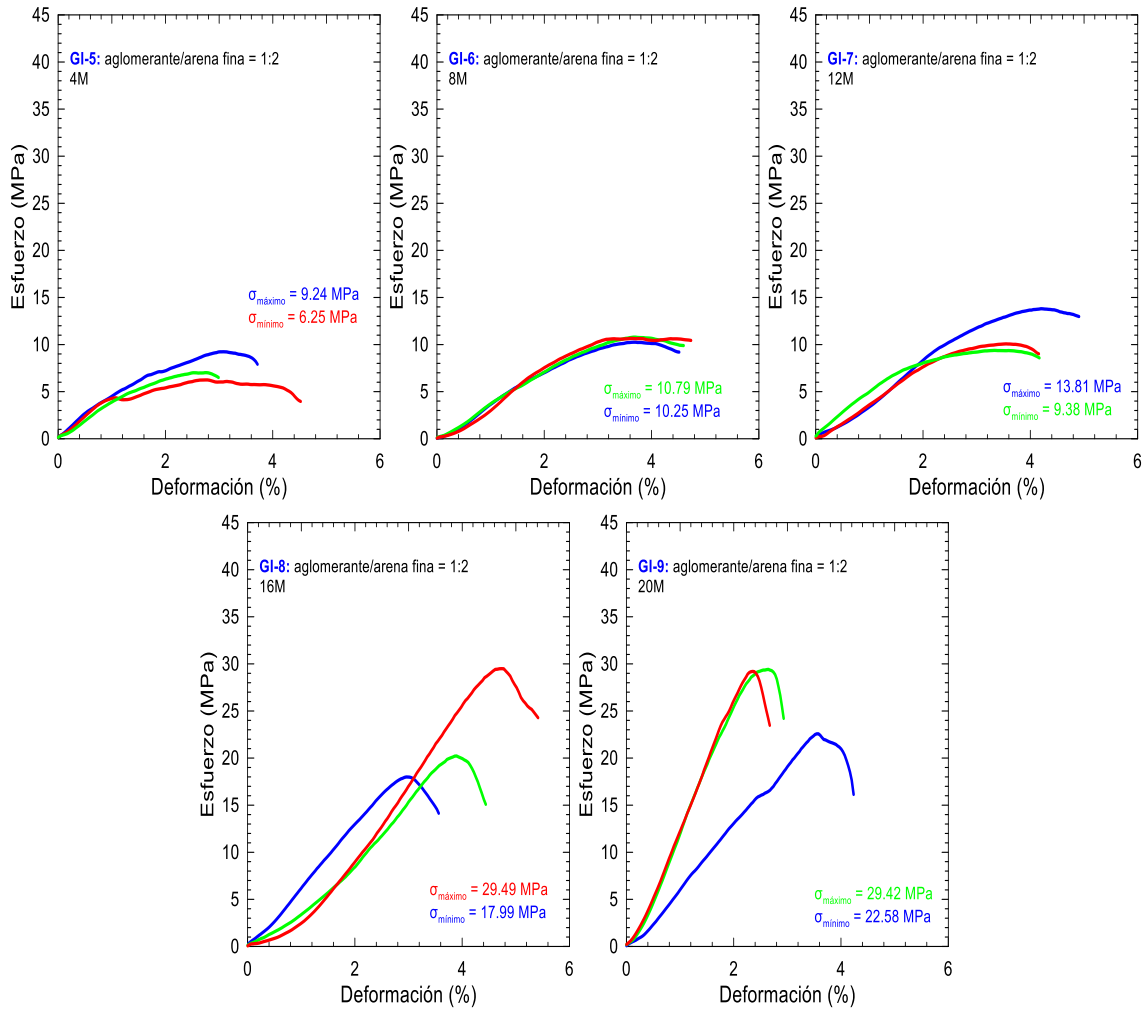


Figura 56. Curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la molaridad de la solución endurecedora.

Tabla 16. Valores de morteros geopoliméricos derivados de relave de minería informal, variando la molaridad de la solución endurecedora.

Tipo de mortero	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo máximo promedio (MPa)
GI-5: aglomerante/arena fina = 1:2 4M	9.24 6.25 7.02	7.50
GI-6: aglomerante/arena fina = 1:2 8M	10.25 10.79 10.66	10.57
GI-7: aglomerante/arena fina = 1:2 12M	13.81 10.07 9.38	11.09
GI-8: aglomerante/arena fina = 1:2 16M	17.99 20.22 29.49	22.57
GI-9: aglomerante/arena fina = 1:2 20M	22.58	27.07

Los valores de resistencias máximas a la compresión uniaxial promedio variaron de 14.3 a 10.3 MPa con la variación de la relación aligante : arena fina de 1:2 a 1:5, respectivamente (figura 55). Por otro lado, la respuesta mecánica de morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería informal cuando se cambió la molaridad de la solución endurecedora de 4 a 20 Molar, pasó de valores de 7.5 a 27.1, respectivamente (figura 56).

5.2.8. Comportamiento termomecánico

Del análisis de resultados mecánicos del ítem anterior, se pudo evaluar el efecto del tipo de relave usado, la relación volumétrica aligante : arena fina y la molaridad de la solución endurecedora, en la respuesta mecánica a la compresión uniaxial. Sumado a este análisis se consideró el costo del compuesto endurecedor y su relación con el aumento de

la resistencia mecánica, además del requerimiento mecánico de una determinada aplicación de los morteros geopoliméricos estudiados en el campo de la construcción.

Por todo lo anterior, se decidió fabricar un nuevo lote de morteros geopoliméricos con parámetros idóneos, que fueron: relación aligante : arena de 1:2, molaridad de la solución endurecedora de 12M y relación fase líquida - aligante de 0.6. como se describió en la tabla 4, esto por la buena relación costo:beneficio la cual. Estos mismos parámetros se usaron para fabricar un nuevo lote de morteros control.

El nuevo lote de morteros control y geopoliméricos fueron ensayados termomecánicamente para conocer su respuesta, y así poder evaluar su potencial para aplicaciones de mayor temperatura, en ese sentido, en la figura 57 se muestran curvas esfuerzo vs. deformación para morteros control evaluados a temperatura ambiente, 200 °C y 500 °C. Los resultados encontrados en estas pruebas revelaron un aumento de la resistencia máxima promedio de 63 a 84 MPa, al cambiar la temperatura de ensayo de ambiente a 200 °C, respectivamente. Sin embargo, al pasar de temperatura de ensayo de 200 a 500 °C se pudo evidenciar una reducción de la resistencia máxima de 84 a 79 MPa. Este resultado nos sugiere que al someter al mortero control a 200 °C, este se endurece y, por lo tanto, mejora su respuesta a la compresión uniaxial, sin embargo, al pasar de 200 a 500 °C el mortero empieza a activar ciertos mecanismos propios del material que le permiten incrementar su tenacidad y, por lo tanto, su capacidad de deformación, llegando a valores de hasta 4% de deformación

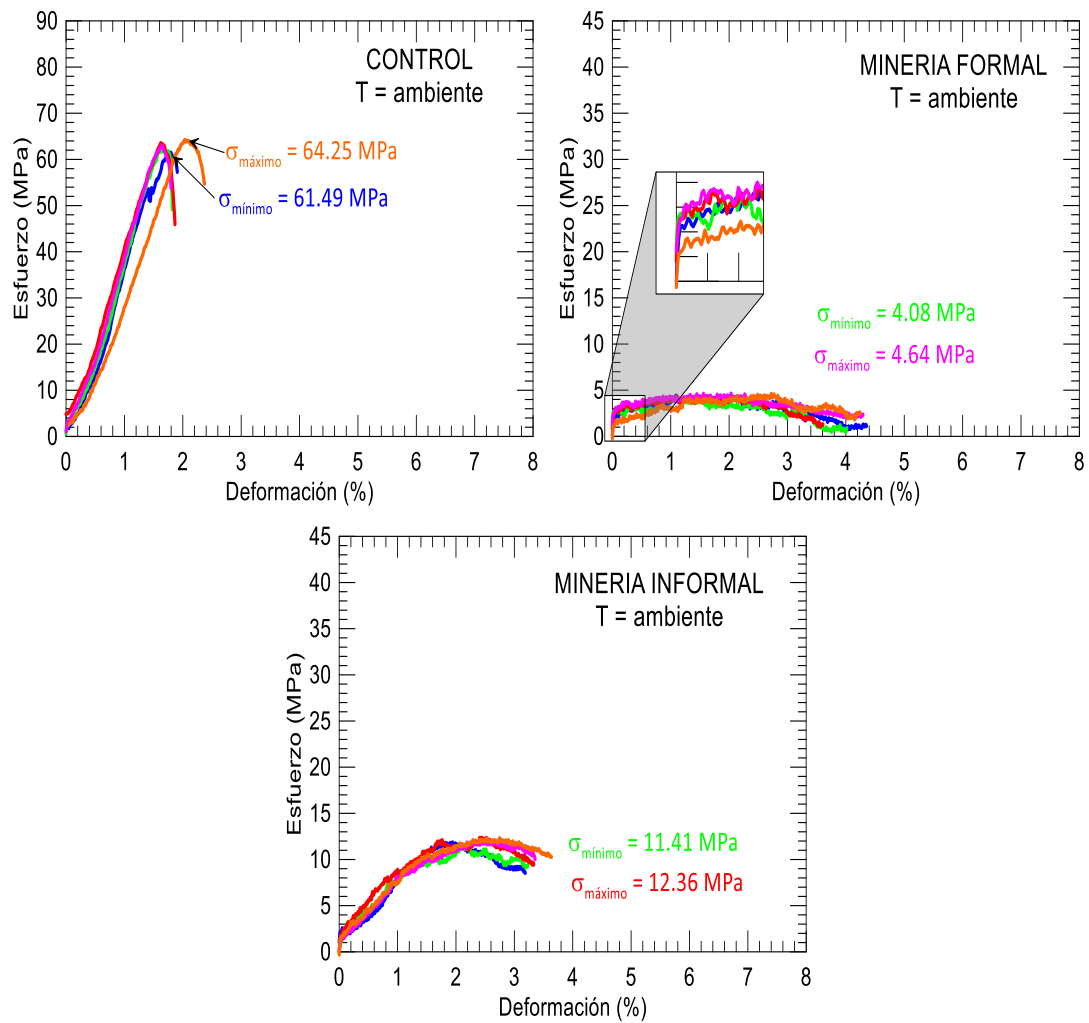


Figura 57. Curvas esfuerzo vs. deformación de morteros control (a), geopoliméricos de minería formal (b) y geopoliméricos de minería informal (c) ensayados a temperatura ambiente

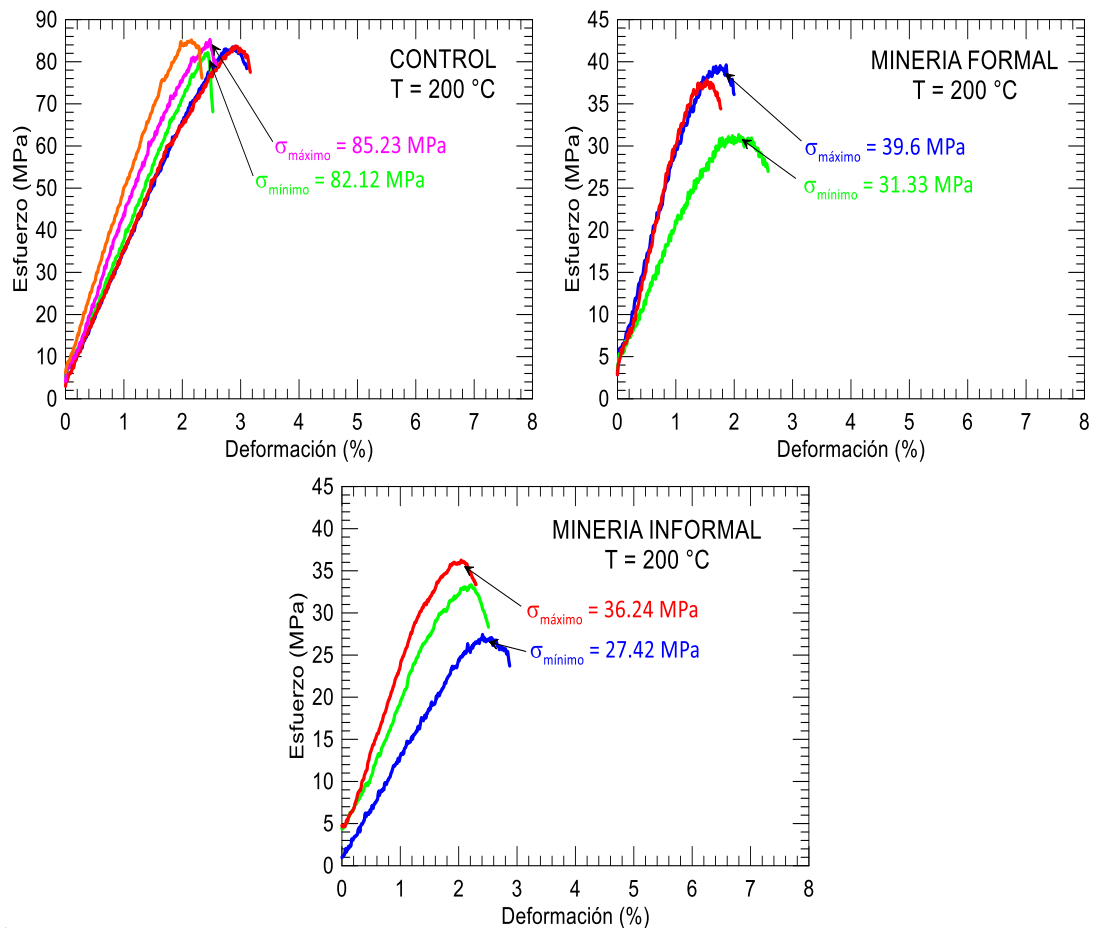


Figura 58. Curvas esfuerzo vs. deformación de morteros control (a), geopoliméricos de minería formal (b) y geopoliméricos de minería informal (c) ensayados a temperatura de 200 °C

La figura 58 muestra curvas esfuerzo vs. deformación para morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería formal e informal conjuntamente con morteros de control, ensayados a temperatura de 200 °C. Los resultados encontrados son ligeramente diferentes a los encontrados en morteros control ensayados en las mismas condiciones de temperatura. En este caso, los morteros geopoliméricos aumentan sistemáticamente los valores de resistencia máxima a la compresión uniaxial, cuando pasan de temperaturas de ensayo de ambiente a 500 °C, alcanzando valores de 4 hasta 41 MPa, respectivamente, y valores de deformación de hasta 6% (figura 58, ensayado a 500 °C).

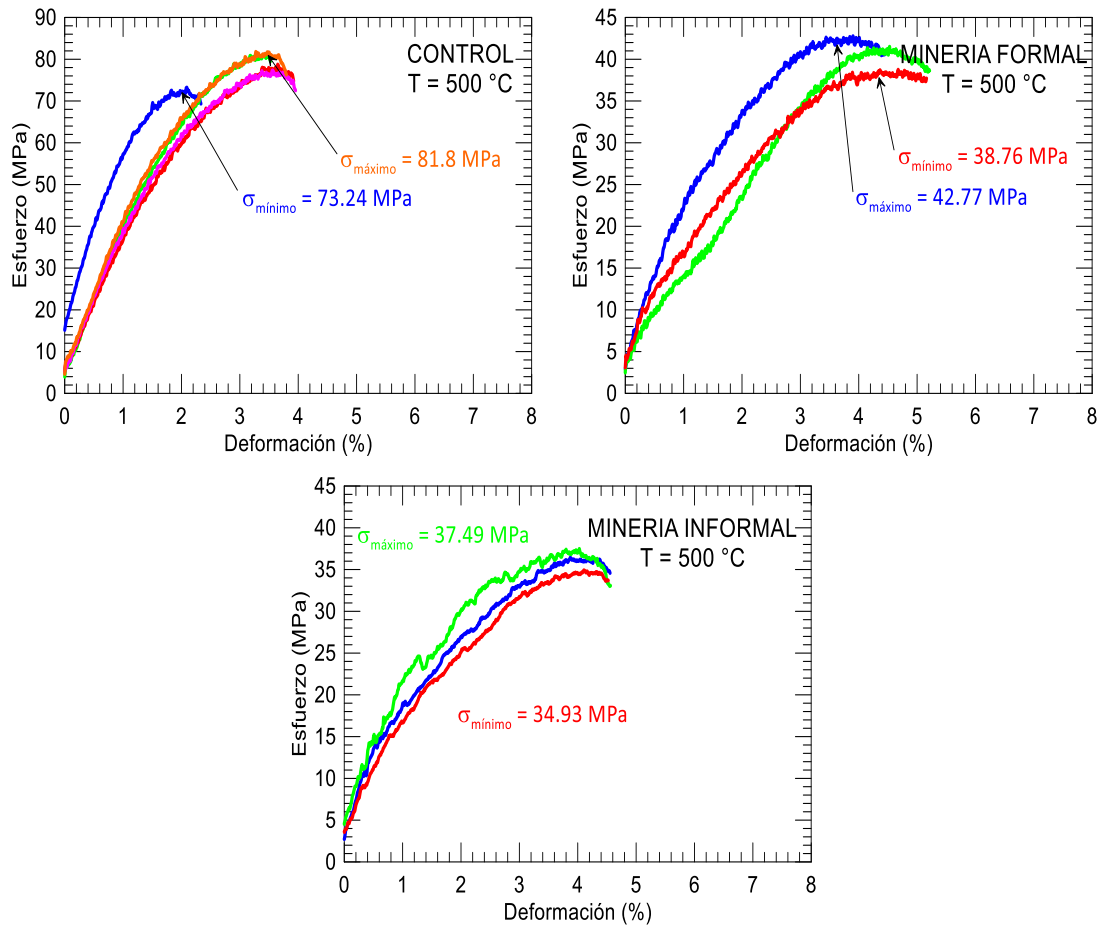


Figura 59. Curvas esfuerzo vs. deformación de morteros control (a), geopoliméricos de minería formal (b) y geopoliméricos de minería informal (c) ensayados a temperatura de 500 °C

La figura 59 muestra curvas esfuerzo vs deformación para morteros geopoliméricos obtenidos a partir de relaves de minería informal, minería formal y morteros control ensayados a temperatura de 500 °C. Los resultados encontrados revelaron que los morteros GF y morteros GI muestran un comportamiento similar entre si, con valores de resistencias máximas a la compresión uniaxial promedio de entre 41.01 y 36.29 MPa como se muestra en la tabla 17, y con una deformación entre 4% a 5.5%.

Tabla 17 Valores del esfuerzo máximo de morteros control C , geopoliméricos de minería formal (GF) y geopoliméricos de minería informal (GI) ensayados a temperatura ambiente, 200°C y 500°C

Tipo de mortero	Temperatura de ensayo					
	Ambiente		200 °C		500 °C	
	esfuerzo máximo (MPa)	esfuerzo máximo promedio (MPa)	esfuerzo máximo (MPa)	esfuerzo máximo promedio (MPa)	esfuerzo máximo (MPa)	esfuerzo máximo promedio (MPa)
Morteros control	61.49	62.81	83.44	83.92	73.24	78.53
	61.84		82.12		81.47	
	63.54		83.69		78.76	
	62.95		85.23		77.36	
	64.25		85.11		81.80	
Morteros GF	4.41	4.42	39.60	36.25	42.77	41.01
	4.08		31.33		41.51	
	4.38		37.83		38.76	
	4.64					
	4.61					
Morteros GI	11.84	11.99	27.42	32.33	36.44	36.29
	11.41		33.32		37.49	
	12.36		36.24		34.93	
	12.03					
	12.32					

La tabla 17 nos muestran los valores medios de la resistencia máxima a la compresión uniaxial a varias temperaturas, en estas figuras se puede apreciar el aumento sistemático de la resistencia máxima media con la temperatura de ensayo, para morteros geopoliméricos, mientras que para morteros control hay una reducción de los valores de resistencias máximas medias, cuando la temperatura de ensayo pasa de 200 a 500 °C.

Tabla 18 Valores del módulo elástico de morteros control C , geopoliméricos de minería formal (GF) y geopoliméricos de minería informal (GI) ensayados a temperatura ambiente, 200°C y 500°C

Tipo de mortero	Temperatura de ensayo					
	Ambiente		200 °C		500 °C	
	Módulo elástico (GPa)	Módulo elástico promedio (GPa)	Módulo elástico (GPa)	Módulo elástico promedio (GPa)	Módulo elástico (GPa)	Módulo elástico promedio (GPa)
Morteros control	4.20	4.09	3.11	3.46	4.83	3.72
	4.33		3.42		3.63	
	4.11		3.15		3.18	
	4.21		3.67		3.33	
	3.61		3.94		3.64	
Morteros GF	4.20	3.89	2.63	2.39	1.88	1.41
	3.23		1.73		1.06	
	4.84		2.80		1.29	
	3.54					
	3.63					
Morteros GI	3.21	3.92	1.22	1.65	2.11	1.90
	4.45		1.60		2.02	
	4.51		2.12		1.57	
	3.53					
	3.88					

En el caso de los valores del módulo de Young medios como se aprecia en la tabla 18 nos muestra un comportamiento similar en los morteros control y geopolimérico derivados de relaves de minería Formal e informa a temperatura ambiente, con valores promedio de 4.09, 3.89 y 3.92MPa, por otro lado al aumentar la temperatura a 200°C y 500°C los valores de los morteros geopoliméricos derivados de relaves de minería formal e informal la rigidez de los morteros se reduce sistemáticamente en comparación del mortero control C.

Así mismo la figura 60 y 61 nos muestran gráficos de barras esto con el fin de poder realizar un análisis comparativo de las resistencias máximas promedio y valores de módulos de Young promedio de los tres morteros fabricados. Los valores de resistencia máxima promedio de los morteros geopoliméricos son, en todos los casos, inferiores a los encontrados en los morteros control, en todas las temperaturas de ensayo.

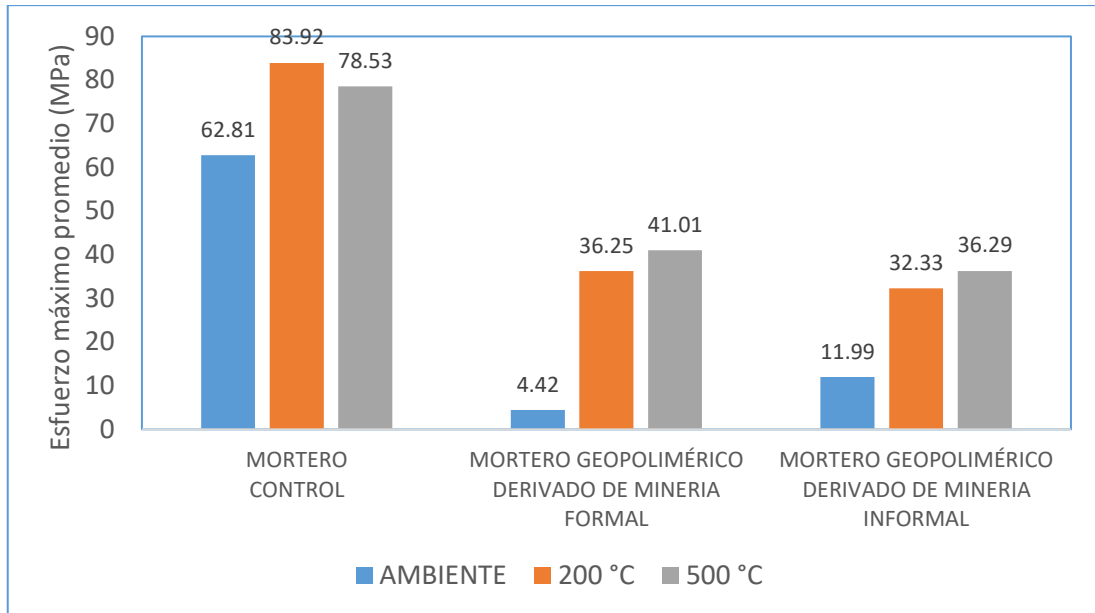


Figura 60. Análisis comparativo de los valores de las resistencias máximas promedio de los tres tipos de morteros estudiados

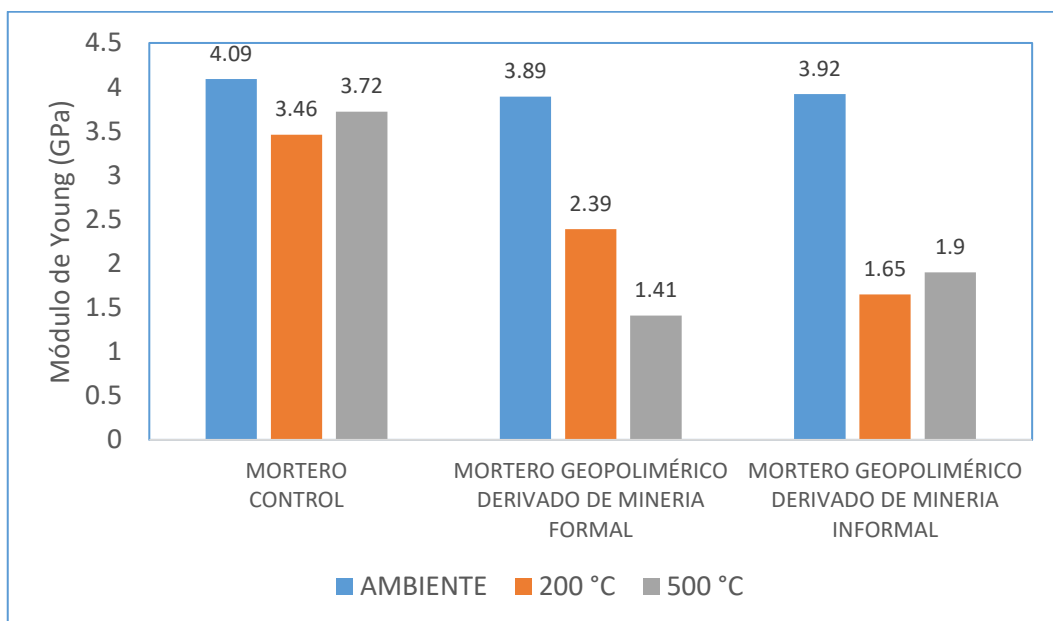


Figura 61. Análisis comparativo de los valores de los módulos de young promedio de los tres tipos de morteros estudiados

Respecto al módulo de Young (figura 61), tanto morteros geopoliméricos como morteros control presentaron valores muy similares, en torno a 4GPa, cuando los ensayos se realizaron a temperatura ambiente.

6. CAPÍTULO 6.

Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

- Es factible utilizar relaves de la explotación de minería de oro para la fabricación de nuevos materiales de construcción mediante la aplicación de tecnología geopolimérica. Además de poder permitir la producción de un material nuevo, el proceso de geopolimerización de estos residuos también contribuyen a la eliminación de estos residuos, que de otra manera es un peligro ambiental.
- Microestructuralmente, las partidas del polvo de relave (de minería formal e informal) y arena fina presentaron forma angular y de superficies planas amplias, lo que sugiere que sufrieron fractura frágil derivada de los procesos de molienda. En la evaluación de la microestructura de los morteros (control y geopoliméricos), todos presentaron dos fases bien diferenciadas, por un lado, una fase continua e interconectada que correspondió a la fase aligante (relave geopolimerizado en el caso de morteros geopoliméricos y cemento Portland en el caso de morteros control), y por otro, una fase discontinua de partículas poliédricas, correspondientes a arena fina.
- Se logró verificar el efecto de la cantidad añadida de materia prima (relave y/o arena) en las mezclas estudiadas, sobre la respuesta mecánica de los materiales fabricados, donde experimentalmente la mayor resistencia a la compresión fue de 36.25MPa a 200°C y 41.01MPa a 500°C a los 28 de curado de ambas mezclas, y considerando las condiciones más idóneas de relación aligante: arena de 1:2 y molaridad de la solución endurecedora de hidróxido de sodio de 12M y una relación fase: líquida de 0.6 , eso porque mostro una buena relación costo: beneficio así como buenas propiedades mecánicas.
- El análisis de las propiedades mecánicas en mezclas geopoliméricas formales e informales indican una reducción sistemática de los valores de resistencia máxima a la compresión uniaxial promedio como se mostró en las tablas 17 donde nos mostraron claramente que su comportamiento mecánico de los morteros geopoliméricos estudiados mejoró con valores más altos al someterlos a temperaturas de 500°C, esto también está ligado a la densidad es por ello que en la resistencia a la compresión existe una disminución esto por la presencia de la cantidad de relave en la mezcla geopolimérica y presencia de porosidad.
- Respecto a los valores del módulo de Young se apreció un comportamiento similar en los morteros control y geopoliméricos como se muestra en la tabla 18 derivados de relaves de minería informal, con un ligero aumento de la rigidez al pasar de temperaturas de ensayo de 200 a 500 °C. Sin embargo, para los morteros

geopoliméricos derivados de relaves de minería formal, la rigidez de los morteros se reduce sistemáticamente al pasar de temperaturas de ensayo de ambiente a 500 °C.

- En resultados semicuantitativo de elementos químicos mayoritarios por FRX de polvo de la, materia prima, el relave de minería formal fue Si (22.86%), Fe (7.95%), S (4.65%), Ca (3.37%) y Al (3.14%), y relave de minería informal fue Si (24.47%), Al (7.93%), Fe (6.07%), Ca (4.29%), Mg (2.7%) y k (2.66%), por otro lado el análisis por FRX de elementos traza presentes en polvo de la materia prima tuvieron mayor presencia los elementos químicos As y Pb.

Recomendaciones

- Estudiar a mayor profundidad el cambio de la solución alcalina (hidróxido de sodio) los procesos de geopolimerización y estabilización de los elementos químicos de otras relaveras

- Evaluar las propiedades físico-mecánicas de productos terminados (bloquetas, adoquines, etc) fabricados a partir de pastas geopoliméricas usando relaves mineros.

- Para determinar la composición química de las muestras estudiadas, muy aparte de la técnica por fluorescencia de rayos X (XRF) , del relave de minería formal e informal, se recomienda también que sea continuado por la técnica de espectroscopia OES, ya que ambos métodos permiten medir la longitud de onda y la intensidad de luz, esto con el fin de para mejorar el estudio de la materia prima para complementar y tener un estudio más completo.

Referencias bibliográficas

- [1] Davidovits, J. Geopolímeros (1994). Nuevos materiales poliméricos inorgánicos, J. Materiales Ingeniería (Vol. 16).
- [2] Ricardo A. M; Figueiredo, A. B, (2021). Mechanical and chemical analysis of one- part geopolymers synthesised with iron ore tailings from Brazil. Elsevier, 14, 2650-2657. Doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.153>.
- [3] Arocutipa A. (2014). Estudio de Recuperación de Agua de Relaves Empleando la Tecnología de Espesamiento en las Empresas Peruanas de la Región Tacna. Tacna, Perú. (Tesis pre-grado).
- [4] Huamán-Mamani, F.A. (2020). Evaluation of Creep Parameters in Geopolymers. International Journal of Mining, Materials, and Metallurgical Engineering, 6. doi:10.11159/ijmmme.2020.005.
- [5] Provis, J.L. (2014). Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and what? Materials and Structures 47, 11-25. Obtenido de
- [6] Robert Obenaus-Emler, M. I. Geopolimeros de relaves mineros para un crudo mas sostenible suministro de material. Sciences, 1-2. 2019.
- [7] Palomo, A, O., Garcia, I, Fernández-J. A. (2021). Portland Versus Alkaline Cement: Continuity or Clean Break: "A Key Decision for Global Sustainability". Frontiers in Chemistry, 653.
- [8] K. Komnitsas, D. Z. (2008). Effect of Synthesis Parameters on the Compressive Strength of Low-Calcium Ferronickel Slag Inorganic Polymers. Mayo. Doi:10.1016/j.jhazmat.2008.04.055.
- [9] Aranibar, C. G. (2019). (Inmovilización de relaves de flotación de cobre en Tacna mediante el uso de geopolímeros. Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann. Tacna, Perú.
- [10] Lianyang Zhang, P. P. Reciclaje y utilización de relaves mineros como material de construcción a través de la Geopolimerización. Conferencia de minería de roca dura de la EPA de EE. UU. 2012: Soluciones avanzadas para un nuevo legado 3-5 de abril de 2012, Denver, Colorado. Arizona, Tucson, Arizona, 2012.
- [11] INGEMMET, I. G. GEOCATMIN Sistema de Información. 2021.

- [12] Minería, M.G, Ministerio de energía y minas. Obtenido de http://www.minem.gob.pe/_detalle.php?Idsector=1&idtitular=160&idmenu=sub_149&idcateg=160, 2017.
- [13] Provis, J.L.(2014). Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and what? *Materials and Structures* 47, 11-25,
- [14] An Wang, H. L. (2019). Geopolymer Synthesis Using Garnet Tailings from Molybdenum Mines. *MDPI*
- [15] MERMA SU NI, M. C. (2015). Obtención de geopolimeros a partir de relave minero. Universidad Nacional de San Agustín
- [16] López, B. L. (2018). Fabricación de morteros geopoliméricos ecoamigables a partir de residuos inorgánicos mineros como producto alternativo a morteros de cemento Portland”. Universidad Católica San Pablo. Arequipa, Arequipa, Perú
- [17] Laurent Barceló, J. K. (2014). Emisiones de cemento y carbono. *Researchgate*. Obtenido de: https://www.researchgate.net/publication/257895979_Cement_and_carbon_emissions.
- [18] Palomo, A, O., Garcia, I, Fernández-J. A. (2021). Portland Versus Alkaline Cement: Continuity or Clean Break:"A Key Decision for Global Sustainability". *Frontiers in Chemistry*, 653.
- [19] Pinho, L. (2012). Titania-silica composite materials for self-cleaning applications on monumental stones. *Cadiz*.
- [20] Robert Obenaus-Emler, M. I. (2019). Geopolimeros de relaves mineros para un crudo mas sostenible suministro de material. *Sciences*, 1-2
- [21] Rosario, I. D. (2015). Effectiveness of a novel consolidant on granite: Laboratory and in situ results. *ELSEVIER Construction and Building Materials*,9.
- [22] Sossa,p. M. (2012). Estudio de factibilidad de obtención de hormigones geopolimericos a partir de desechos minerales. Universidad de Chile. Santiago de Chile, Chile.
- [23] Thenmozhi R, S. V. (2018). The effect of fly ash in geopolymer concrete poles – a thriving solid waste disposal measure for eco-friendly environment. *Researchgate*. Obtenido de <https://www.researchgate.net/publication/326153780>
- [24] World Business Council for Sustainable Development, C. T. (2019). International Energy Agency. Obtenido : <https://www.wbcsd.org/Sector-Projects/Cement->

SustainabilityInitiative/News/Cement-technology-roadmap-shows-how-the-path-to-achieve-CO2reductions-up-to-24-by-2050.

- [25] Kapridaki, C. (2014). Producing photoactive, transparent and hydrophobic SiO_2 crystalline TiO_2 nanocomposites at ambient conditions with application as self-cleaning coatings. *ELSEVIER Catalysis*, 11.
- [26] Munafò, G. B. (2015). Preservation of Historical Stone Surfaces by TiO_2 Nanocoatings. *Coatings*, 222-231.
- [27] Palazuelos, E. G. (2018). Estudio para el empleo de relaves del proceso minero de mina San Rafael como rellenos cementantes y fluidos utilizando adiciones minerales”. Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa. Perú.
- [28] R. Cioffi, L. M. (2003). Optimization de la síntesis de geopolímeros mediante calcinación y policondensación de un residuo caolinítico. *Sciencedirect*, 27-38.
- [29] Rao, F., & Q., L. (2015). Geopolimerización y su aplicación potencial en la consolidación de relaves mineros. *Revision minero*, 399-409.
- [30] Ricardo AM Figueiredo, A. B. (2021). Mechanical and chemical analysis of one-part geopolymers synthesised with iron ore tailings from Brazil. *ELSEVIER*, 14, 2650-2657. Doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.153>
- [31] Schneider, M. R. (2011). Sustainable cement production-present and future,. *Cement and Concrete Research*, 41.
- [32] Chile, P. U. (2013). DIFRACCIÓN DE BRAGG. *Configuraciones Ópticas*. Chile. Obtenido de <http://www.fis.puc.cl/~serv-fis/rayosx/teoria.html>
- [33] Miguel Ipohorski, P. B. (2013). MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES. *Ciencia e Investigacion*, 63(3), 11.
- [34] Assenheimer, T. (2010). Inversión de emulsiones de petróleo utilizando partículas sólidas. *ResearchGate*. Obtenido de https://www.researchgate.net/publication/42600007_Inversao_de_emulsoes_de_petroleo_usando_particulas_solidas.
- [35] Lianyang Zhang, P. P. (2012). Reciclaje y utilización de relaves mineros como material de construcción a través de la Geopolimerización. Conferencia de minería de roca dura de la EPA de EE. UU. 2012: Soluciones avanzadas para un nuevo legado 3-5 de abril de 2012, Denver, Colorado. Arizona, Tucson, Arizona