


Síntesis de geopolímeros de escoria granulada de alto horno como aglutinante con agregados ligeros de desechos de celulosa y perlita

Robles Cruz Marlene*, Chávez García María de Lourdes, Méndez Fregoso Héctor Gerardo,
García Mejía Tania Ariadna

Laboratorio de Cerámica, Facultad de Química, UNAM. Av. Universidad 3000, Col. Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México. C.P. 04510. México.

*Autor para correspondencia: marly_22@comunidad.unam.mx

ORCID : 0000-0001-7895-4056

Recibido:

30/junio/2022

Aceptado:

17/septiembre/2022

Palabras clave:

Concreto geopolimérico,
materiales alcalinamente
activados,
residuos

Keywords:

Geopolymer concrete,
alkali-activated materials,
waste

RESUMEN

El propósito del trabajo fue la síntesis de material compuesto, con base en geopolímeros de escoria granulada de alto horno como aglutinante y agregados ligeros de desechos de celulosa-perlita, lodos de salmuera y lodos de hipoclorito. El estudio se desarrolló en dos etapas; pruebas preliminares, para determinar las condiciones de síntesis, mediante la variación de concentración de NaOH, módulo Si/Na, módulo líquido/sólido, porcentaje de agregados y propiedades de pre-curado y curado; y pruebas definitivas, con 10-30% de agregados; Si/Na: 2.17 y líquido/sólido: 0.5; precurado a 25°C, 48 h; ~40% humedad y curado de 70°C, 70% humedad a 7 días. Los materiales con 10% de agregado generaron, con lodo de hipoclorito, una resistencia a la compresión máxima de 25.97 MPa, superior a la del cemento Portland Ordinario 19 MPa (ASTM C150) y, con lodo de salmuera y residuo de celulosa-perlita, 13.68 y 8.76 MPa respectivamente, con valores del concreto ligero (ASTM C331). La caracterización se siguió por espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier y difracción de rayos X de polvos.

ABSTRACT

The purpose of this work was the synthesis of composed material, based on geopolymers of granulated blast furnace slag as binder and light aggregates of cellulose-perlite waste, brine sludge and hypochlorite sludge. The study was developed in two stages; preliminary tests, to determine the synthesis conditions, by varying NaOH concentration, Si/Na modulus, liquid/solid modulus, percentage of aggregates and pre-curing and curing properties; and, final tests, with 10-30% aggregates; Si/Na: 2.17 and liquid/solid: 0.5; pre-cured at 25°C, 48h; ~40% humidity and cured at 70°C, 70% humidity in 7 days. The materials with 10% aggregate generated, with hypochlorite sludge, a maximum compressive strength of 25.97 MPa, higher than Ordinary Portland cement compressive strength, 19 MPa (ASTM C150) and, with brine sludge and cellulose-perlite waste, 13.68 and 8.76 MPa respectively, with values of lightweight concrete (ASTM C330). Characterization was followed by Fourier transformation infrared spectroscopy and X-ray powder diffraction.

Introducción

La industria del cemento tiene un impacto adverso en el medio ambiente y los recursos ecológicos globales, debido al consumo de roca caliza, arcilla y energía y, sobre todo, la cantidad de CO₂ emitido como consecuencia de la calcinación de roca caliza. La emisión, durante la producción de cada tonelada de clinker de cemento, genera un aproximado de 0.9 toneladas de CO₂; de las cuales, del 55-60% se debe a la descomposición térmica de la roca caliza; del 30-35% a las necesidades energéticas del proceso y el 10% al transporte (Xue et al., 2021). Lo que representa del 6 al 8% de las emisiones totales de CO₂ a la atmósfera (Shubbar, 2020; Khedmati et al., 2019; Xue, 2021).

La investigación para reducir el impacto ambiental, en particular, las emisiones de CO₂, la activación alcalina es una alternativa al cemento Portland ordinario (CPO), mediante el uso de subproductos industriales (Lei et al., 2021). Estos aglutinantes nuevos son denominados geopolímeros (GPs) (Provis, 2018); con una reducción en el impacto ambiental, al bajar la emisión de CO₂, hasta en un 80%, la reducción de costos y el consumo de energía (Lei et al., 2021; Nawaz et al., 2020).

Con el beneficio adicional, de utilizar residuos y desechos industriales, como son las escorias de las industrias metalúrgicas y siderúrgicas, dentro de las que están la escoria granulada de alto horno del acero; los residuos de la construcción y la demolición; así mismo, los residuos del hormigón, ladrillo, vidrio y baldosas de cerámica; y, los residuos orgánicos, entre ellos la celulosa (Panizza, 2020; Nawaz et al., 2020).

La composición de los geopolímeros, se describe con la fórmula general, M_n[(SiO₂)_zAlO₂]_n·H₂O; en donde M es un catión alcalino, del tipo de Na⁺ o K⁺; n es el grado de polimerización y, z es la relación molar del silicio al aluminio, Si:Al de 1, 2, 3; el cual proporciona el grado de polimerización (Ren et al., 2021). La relación Si:Al=1 sugiere aplicaciones para materiales como ladrillos o protección al fuego; Si:Al=2, se emplea para la fabricación de cementos con bajas emisiones de CO₂, materiales de encapsulación de desechos tóxicos o radioactivos; y, Si:Al=3, para uso en equipos de fundición (Davidovits, 2008).

La escoria granulada de alto horno (EGAH) es un subproducto del procesamiento de hierro fundido. Para ser considerada como un material cementante se requiere que, la composición química se encuentre entre los intervalos: CaO 30-44%, SiO₂ 30-48%, Al₂O₃ 15-25%, Fe₂O₃ 0.5-2%.

El efecto del calcio en la EGAH forma silicatos cálcicos hidratados (C-S-H), similares a los que se producen en el cemento Portland; los que impactan positivamente en la resistencia mecánica final (Kamath et al., 2021).

Los geopolímeros mejoran sus propiedades mecánicas, de manera similar al concreto ordinario, cuando se refuerzan con fibras, sintéticas o vegetales. Las fibras vegetales con contenido de celulosa se han utilizado como materiales de refuerzo para matrices de geopolímeros, generan reducción en las eflorescencias, las cuales son sales depositadas en la superficie, que afectan las propiedades mecánicas de los cementos. Las fibras, aunque reducen la resistencia a la compresión; aumenta la resistencia a la flexión (Mastali et al. 2020).

La perlita es una roca volcánica que, al someterse a calentamiento, aproximadamente a 1000°C, se expande en un factor de 20. La perlita expandida se ha utilizado en la síntesis de los geopolímeros, tanto como material de partida o como agregado (Papa et al., 2020).

El propósito del presente trabajo fue sintetizar geopolímeros, con base en escoria granulada de horno alto y residuos industriales, con contenido de perlita y celulosa, para generar una resistencia a la compresión similar o mayor que la del cemento Portland ordinario, de 19 MPa (ASTM C150).

Metodología

Materiales

La síntesis de los geopolímeros (GPs) requirió de un precursor sólido y un activador alcalino, con adición de agregados. En este estudio, el precursor fue una escoria granulada de alto horno (EGAH) activada con una disolución de hidróxido de sodio, a concentraciones de 6-10 M a partir de granallas de NaOH (≥98%), disueltas en agua desionizada y, los agregados fueron tres residuos industriales: filtros de celulosa (RCP), lodo de salmuera (LS) y lodo de hipoclorito (LH). La EGAH fue molturada hasta obtener un tamaño de partícula de 44 μm y el residuo LH fue lavado con agua desionizada. Finalmente, los residuos fueron secados (80°C, 48h) y molturados; hasta un tamaño de partícula ≤ 44 μm. Muestras de control fueron sintetizadas con contenido de perlita expandida (P) y celulosa (C) puras.

Fluorescencia de rayos X (FRX)

La composición química de los geopolímeros se determinó en un espectrómetro de fluorescencia de rayos X SRSX 3000 y un espectrómetro secuencial de rayos X (Rigaku Primus II).

Difracción de rayos X de polvos (DRX)

La caracterización de fases se realizó en un difractor de rayos Siemens D5000 D8 Advance Davici, $\lambda_{CuK\alpha 1} = 1.5406 \text{ \AA}$, de 10° a 70° de 2θ para EGAH, de 5° a 65° de 2θ para la celulosa y de 5° a 80° de 2θ para la perlita y de 5° a 70° de 2θ para los GPs.

Análisis termogravimétrico (TGA)

La estabilidad térmica se llevó a cabo con un equipo Perkin Elmer 4000, en atmósfera de nitrógeno, de $25-900^\circ\text{C}$.

Espectroscopía Infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Las señales de vibración estructural se analizaron en un equipo SPECTRUM 400 Perkin-Elmer, en la región del infrarrojo medio ($4000-400 \text{ cm}^{-1}$).

Resistencia mecánica a la compresión (RC)

Los ensayos de compresión de las pruebas definitivas fueron ensayados, en probetas de 1.2 cm de diámetro y 2.5 de altura, según la norma ASTM C39, en una máquina de compresión universal HUMBOLDT HM-2800, de velocidad variable, con carga constante a una velocidad de 1 mm/min.

Metodología

El desarrollo experimental se realizó en dos etapas, denominadas pruebas preliminares y pruebas definitivas. Las pruebas preliminares se llevaron a cabo a través de cuatro series de experimentos, para determinar de forma cualitativa las condiciones de síntesis necesarias en la incorporación de los residuos RCP, LS y LH a la EGAH, una vez activada con NaOH en diferentes concentraciones; a fin de obtener especímenes homogéneos libres de poros, porosidades y grietas para. Una vez, identificadas estas condiciones; se partió de las mismas para realizar las pruebas definitivas, y así realizar las pruebas de compresión en las probetas ver diagrama de la figura 1.

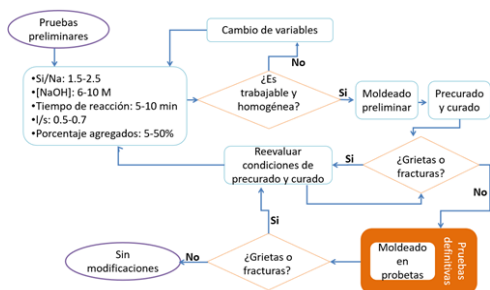


Figura 1. Diagrama de flujo para síntesis de los geopolímeros.

Pruebas preliminares

La síntesis de GPs, en las pruebas preliminares, se realizó con la activación de la EGAH con NaOH 6-10 M; la reacción, se desarrolló de forma mecánica por medio de un mortero de ágata. La pasta obtenida se vertió en moldes circulares de 3.2 cm de diámetro y 1.3 cm de altura, para su consolidación por medio del proceso de precurado, el cual es considerado, como el tiempo requerido para desmoldar las muestras sin dañarlas. La condición para la síntesis de los GPs, con base en EGAH, consideró obtener la cantidad mínima del activador alcalino; en este caso NaOH. Para lo cual se consideraron, las variables siguientes, el módulo Si/Na: 1.5-2.5; la concentración de NaOH: 6-10 M; el tiempo de reacción (tr) de 5-10 min; la relación líquido-sólido (liq/sol) 0.5-0.7 y el porcentaje de los agregados de 5-50%. Mientras, las variables fijas fueron, la temperatura de curado, 70°C y, el porcentaje de humedad relativa (%HR) no se controlado. Estas pruebas se realizaron por medio de tres series de experimentos, derivados y en consecución uno de otro, hasta la cuarta serie, en donde se inició la adición de los agregados, ver figura 2.

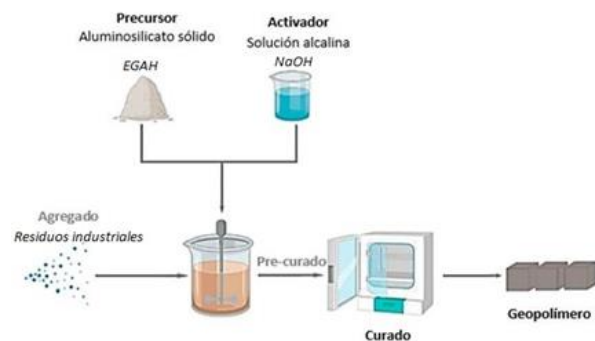


Figura 2. Esquema síntesis de materiales activados por álcalis. (Imagen modificada de Ren et al. 2021).

Pruebas definitivas

Los GPs preparados en las pruebas definitivas, se realizaron a partir de las condiciones preliminares de la cuarta serie de experimentos; las cuales dieron los mejores resultados de consolidación. Con la adición máxima de residuos en la escoria del 10-30% m/m, a los 7 días de curado.

Resultados y discusión

Caracterización de precursores

Fluorescencia de rayos X (FRX)

La composición química de los precursores de EGAH y P se determinó por fluorescencia de rayos X (FRX), ver tabla 1. La EGAH presentó una relación Si/Al=2.99.

Tabla 1. Composición química (%m/m) para EGAH y P.

Componente	Escoria	Perlita
SiO ₂	40.400	77.560
TiO ₂	1.678	0.151
Al ₂ O ₃	11.501	13.346
Fe ₂ O ₃	2.554	1.142
MnO	1.261	0.040
MgO	9.526	0.190
CaO	31.750	0.882
Na ₂ O	0.601	2.447
K ₂ O	0.639	5.836
P ₂ O ₅	0.042	0.005

Difracción de rayos X de polvos (DRX)

La EGAH, por análisis de DRX de polvos, mostró en su DRX, una fase cristalina en proporción mayor, caracterizada por una señal de 20-37° de 2θ; con fases adicionales de cuarzo (PDF 33-1161) y calcita (PDF 99-200-0080) en proporción menor, ver figura 3.

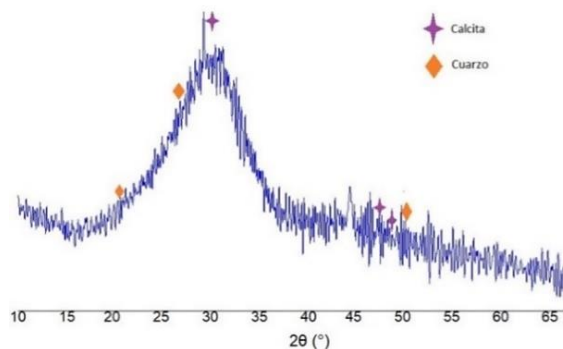


Figura 3. Difractograma de rayos X de la EGAH.

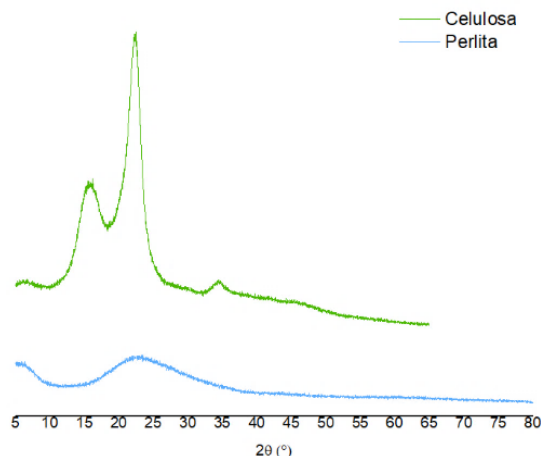


Figura 4. Difractograma para perlita y celulosa.

El análisis de la perlita expandida, en su patrón de DRX, mostró una señal en 22° de 2θ (Papa et al., 2018). En el caso de la celulosa el difractograma presentó un halo desde 13-18° de 2θ y, de 18-25° de 2θ, que corresponde a celulosa microcristalina (PDF 00-003-0192) (Rocha et al., 2021), ver figura 4.

Los residuos RCP y LS, en sus patrones de DRX, se identificaron los halos característicos para la celulosa microcristalina de 13-25° de 2θ y para perlita el halo central alrededor de 22° de 2θ, con las fases adicionales de NaCl (PDF 00-005-0628) y KCl (PDF 00-041-1476); además para LS, la presencia de CaCO₃ (PDF 99-200-0080), [fig. 5]. Debido a la interferencia de las sales en la consolidación de los GPs; la muestra LH se lavó, con agua desionizada, con la consecuente disminución de las señales de las sales; así como en la intensidad relativa a las señales de la perlita, ver figura 5.

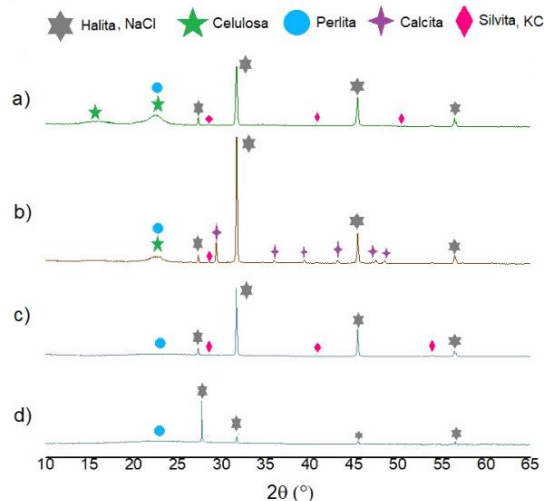


Figura 5. Difractogramas de DRX para a) RCP b) LS c) LH (sin lavar) y d) LH (lavado).

Análisis termogravimétrico (TGA)

Los residuos RCP, LS y LH fueron analizados por termogravimetría (TGA) para determinar el porcentaje de sales de NaCl y KCl presentes en las muestras. Para los residuos RCP y LS la presencia de celulosa, hemicelulosa y lignina se aprecia en el TGA. En el caso de LH se observó la ausencia de éstas, de acuerdo con el análisis del DRX, ver tabla 2 y figura 6.

Tabla 2. Contenido de NaCl y KCl (%m/m) para RCP, LS y LH.

Compuesto	Residuo celulosa y perlita	Lodo de salmuera	Lodo de hipoclorito
NaCl y KCl	1.78	4.65	1.4

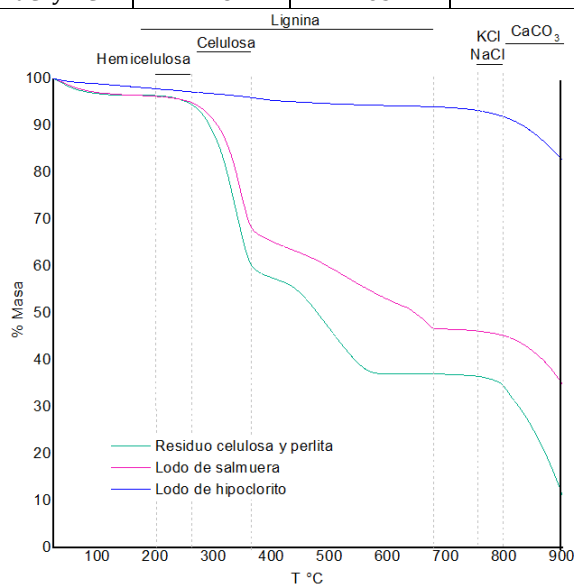


Figura 6. Análisis termogravimétrico TGA para RCP, LS y LH.

Pruebas preliminares

Primera serie de experimentos

La síntesis de los GPs, para la primera serie experimental, el módulo se mantuvo constante, Si/Na: 2.0, con las condiciones de síntesis de la tabla 3. Los resultados mostrados de las condiciones de la prueba E1 se obtuvo una resistencia mecánica a la rotura al tacto mejor, en comparación con E2 y E3. En la tabla 4 se ve la textura.

Tabla 3. Condiciones de síntesis para la primera serie de experimentos de las pruebas preliminares.

Clave		E1	E2	E3
Factores fijos	Si/Na	2.0		
	Al/Na	0.7		
	Vortex (min)	5		
	Precurado (h)	~48		
	Curado (h)	~3		
	Agregados (%)	0		
Factores variables	NaOH (M)	6.0	4.3	5.5
	liq/sol	0.49	0.69	0.54
	tr (min)	5	10	5
	Tapa precurado	Con tapa	Sin tapa	Con tapa

Tabla 4. Observaciones visuales de la textura superficial, para primera serie de experimentos de las pruebas preliminares.

	E1	E2	E3
48 h precurado			
3 h curado			
Color irregular Resistencia a la ruptura superior a E2 y E3	Poros y porosidades superficiales Materia sin reaccionar		
Mejoras propuestas	Incremento en el tiempo de reacción		

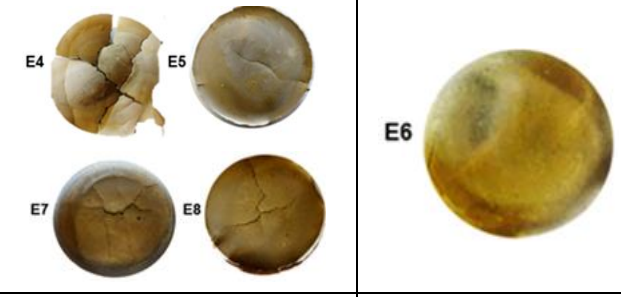
Segunda serie de experimentos

En la síntesis y consolidación de los GPs, de la segunda serie de las pruebas preliminares, se consideraron las condiciones de E1, estableciendo una relación liq/sol, fija en 0.5; junto con, las condiciones de síntesis de la tabla 5. Además, las condiciones para el proceso de precurado se variaron con el molde cerrado o abierto; para preservar la humedad, relacionada a la consolidación de las muestras. En la tabla 6 se ve la textura.

Tabla 5. Condiciones de síntesis para la segunda serie de experimentos de las pruebas preliminares.

	Clave	E4	E5	E6	E7	E8
Factores fijos	liq/sol	0.5				
	Vortex (min)	10				
	Precurado (h)	~48				
	Curado (h)	~4				
	Agregados (%)	0				
Factores variables	Al/ Na	0.49	0.66	0.51	0.40	0.51
	Si/Na	1.46	1.97	1.52	1.18	1.53
	NaOH (M)	8	6	8	10	8
	tr (min)	7	7	7	8	8
	Tapa precurado	Con tapa	Con tapa	Con tapa	Medio tapar	Medio tapar

Tabla 6. Observaciones visuales de la textura superficial, para segunda serie de experimentos de las pruebas preliminares.

	
Fracturas desde precurado Deformación por liberación de aire ocluído Efluorescencia a 24 horas de precurado	
Color no uniforme Efluorescencia a las 48 horas de precurado	
Mejoras propuestas	Incrementar humedad durante el proceso de curado


Tercera serie de experimentos

Los GPs en la tercera serie se consideró la muestra E6, al ser la muestra de la segunda serie de experimentos que no presentó fractura. Durante el curado se experimentó con molde abierto y molde cerrado. Se incrementó un minuto el tiempo de reacción para lograr homogeneidad en el color y textura del producto a obtener, como se observa en la tabla 7. En la tabla 8 se ve la textura.

Tabla 7. Condiciones de síntesis para la tercera serie de experimentos de las pruebas preliminares.

	Clave	E6a	E6b	E6c	E6d
Factores fijos	Al/ Na	0.5			
	Si/Na	1.5			
	NaOH (M)	8			
	liq/sol	0.5			
	tr (min)	8			
	Vortex (min)	10			
	Tapa precurado	Si			
	Curado (h)	~72			
Factores variables	Agregados (%)	0			
	Precurado (h)	~24	~48	~48	~24
	T. precurado (°C)	55	~25	~25	~25
	Tapa curado	No	Si	No	No

Tabla 8. Condiciones de síntesis para la tercera serie de experimentos de las pruebas preliminares.

	
Fracturas Pérdida de humedad	
Sin fracturas Sin poros Resistencia al tacto superior a E6a, E6c y E6d	

La muestra E6b, se analizó por FTIR, previo a proceder con la cuarta serie de experimentos, para incorporación de agregados. La banda intensa, característica para la vibración de estiramiento en el enlace O-C-O entre 1460-1420 cm^{-1} , presentó una señal intensa relacionadas a la presencia de CO_3^- , asociada a los carbonatos presentes en el GP; así mismo las bandas entre 877-850 cm^{-1} se asociaron a las vibraciones de estiramiento simétrico. Ver figura 7.

El aumento en la concentración, de iones libres (OH-) de NaOH, se asoció al aumento en la intensidad de la señal. Para disminuir la concentración de carbonatos se ajustó

la cantidad de NaOH 8M hasta el límite en el que la adición permitiera moldear la muestra, obteniendo el módulo Si/Na:2.17 para una relación liq/sol: 0.34. El espectro FTIR mostró la disminución en la intensidad de la señal característica para carbonatos, en función de la disminución del álcali adicionado.

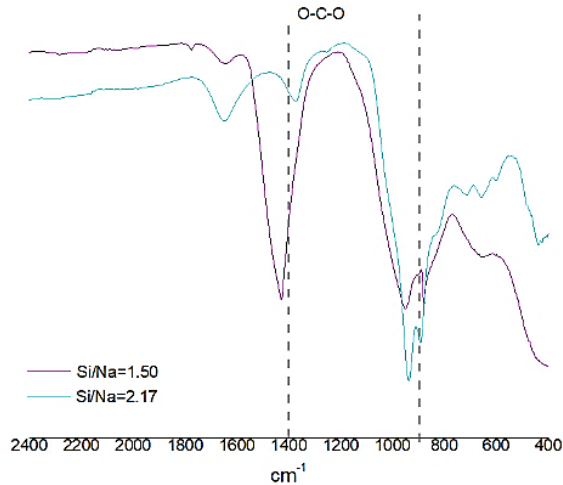


Figura 7. Espectro FTIR para E6b (Si/Na:1.5) y el ajuste del material a Si/Na: 2.17.

Cuarta serie de experimentos

Las pruebas para los GPs de la cuarta serie de experimentos, se realizaron con las condiciones de E6b, con un módulo Si/Na: 2.17 y liq/sol: 0.34. En esta serie se sintetizaron, las muestras control con EGAH como precursor y muestras control con agregados de perlita expandida (P) y celulosa (C), en porcentajes entre 5-20% m/m, ver tabla 9. En la tabla 10 se ve la textura.

Tabla 9. Condiciones de síntesis para agregados control, de la cuarta serie de experimentos de las pruebas preliminares.

Fracturas Sin facilidad de desmolde	Superficie homogénea Sin fracturas Sin poros	Porsidad

Se experimentó con los residuos con la finalidad de generar GPs con con porcentajes de residuos iguales o mayores a los de las muestras control con P y C.

Los geopolímeros de escoria, con porcentajes de LH entre 5-20%, una vez curados, presentaron grietas; bajo la suposición de que las sales alcalinas del residuo, identificadas por DRX, eran las responsables de la falta de consolidación, se consideró lavar el residuo hasta su eliminación. Así, los GPs con adición del residuo lavado, se ensayaron a compresión, su aparencia mejoró, sin presentar grietas, ver figura 8.

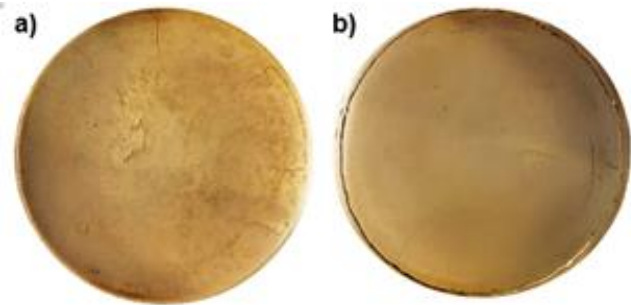


Figura 8. Geopolímeros de escoria de alto horno con a) residuo LH sin lavar como agregado y b) residuo LH lavado, como agregado, en 50% de reemplazo.

Tabla 10. Condiciones de síntesis para agregados control, de la cuarta serie de experimentos de las pruebas preliminares.

Sin fracturas Sin poros visibles Consolidan aún sin tapa durante el curado		Fracturas Porosidad Efluorescencia	

Pruebas definitivas

Los GPs, Para las pruebas definitivas, se sintetizaron conforme a los resultados de las pruebas preliminares, con las condiciones de síntesis de la tabla 11.

Tabla 11. Condiciones para la activación de EGAH.

NaOH:	8 M
Al/ Na:	0.73
Si/Na:	2.17
Si/Al:	2.99
liq/sol:	0.34
Tiempo de reacción:	8 min
Vortex:	10 min
Precurado:	48 h, ~26°C
Curado:	7 días, 70% HR, 70°C

Los GPs control de EGAH sin agregados (GP-EGAH) y con agregados de P (GP-P), al someterse al curado en un ambiente sin humedad controlada, no se consolidaron; debido a las generación de fracturas, incluso, en las primeras horas del proceso de curado. Cuando estuvieron en un ambiente a 70% de humedad relativa (%HR), la pérdida de humedad fue lenta, lo que ayudó a su consolidación. En cuanto al control GP-C se consolidó, a pesar de no haberse eliminado el aire oculido ni estar en un ambiente de 70%HR. Así mismo, los resultados para los GP-RCP y GP-RS, fueron satisfactorias, ya que, las probetas se consolidaron de manera adecuada; en un ambiente con humedad no controlada (inferior a 70%HR), aunque presentaron dificultad en la eliminación del aire oculido.

Pruebas de resistencia a la compresión

Los GPs obtenidos, de las pruebas definitivas, fueron ensayados para a obtener la resistencia a la compresión (RC), ver tabla 12; en probetas de 1.2 cm de diámetro y 2.5 de altura, según la norma ASTM C39.

Tabla 12. Resistencia a la compresión para geopolímeros con RCP, LS y LH como agregados, a 7 días de curado.

Clave	Residuo	Agregado (% m/m)	RC (MPa)
GP-RCP10	Celulosa-perlita (RCP)	10	8.76
GP-RCP20		20	6.52
GP-RCP30		30	1.59
GP-LS10	Lodo de salmuera (LS)	10	13.68
GP-LS20		20	9.21
GP-LS30		30	2.28
GP-LH10	Lodo de hipoclorito (LH)	10	25.97
GP-LH20		20	10.79
GP-LH30		30	8.73
GP-P10 (control)	Perlita (P)	10	8.27
GP-C10 (control)	Celulosa (C)	10	10.73
GP-EGAH	-	0	13.02

Las probetas, tanto de las muestras control (GP-P, GP-C, GP-EGAH), como de los GPs de escoria con agregados, GP-LH, GP-LS y GP-RCP, fueron sometidas a la prueba de compresión mecánica. La falla de cada espécimen se tipificó, con relación al tipo de fractura, según la norma de la ASTM C39, ver figura 9.

Los geopolímeros control, GP-EGAH y GP-P desarrollaron fractura tipo columnar. El tipo de fractura para el GP-C varió entre el tipo cono y separación y el tipo cono y corte, ver figura 10.

En los GPs de EGAH con agregados, para GP-RCP el tipo de fractura varió entre tipo cono y separación y tipo corte; el GP-LS mostró una fractura tipo cono y corte y, en el caso del GP-LH la fractura fue de tipo columnar, ver figura 11.

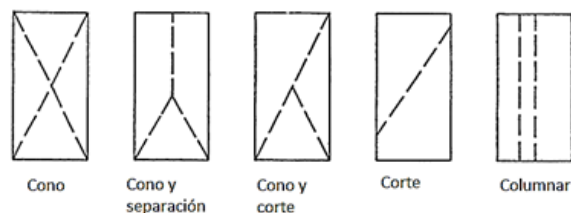


Figura 9. Tipos de fractura (modificada de ASTM C39).

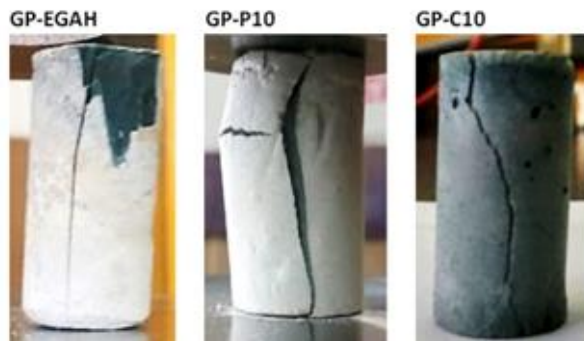


Figura 10. Tipos de fractura para GPs control.

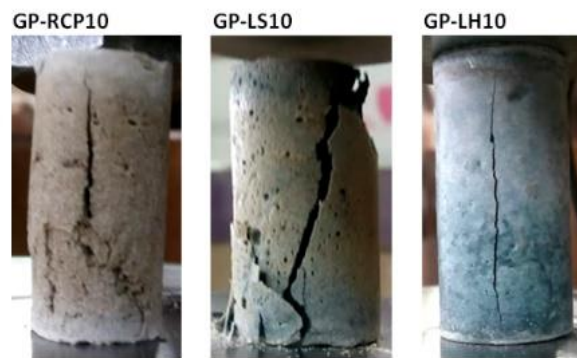


Figura 11. Tipos de fractura para GPs con residuos como agregados.

Debido de fracturas, los geopolímeros GP-C10, GP-RCP10 y GP-LS10 presentaron un comportamiento asociado a materiales dúctiles, materiales en donde la aparición de grietas es aleatoria y permitiendo deformaciones unitarias que deforman el material antes de fracturarse.

En contraste, para GP-P y GP-LH el comportamiento fue de tipo frágil; donde las grietas iniciales se extienden rápidamente, teniendo una resistencia a la compresión mayor a la de los materiales dúctiles. El concreto se clasifica como material frágil (Russell, 2017).

Caracterización

Difracción de rayos X (DRX)

En la figura 12 se muestran los difractogramas de DRX para los GPs que presentaron un valor alto de resistencia a la compresión, para cada agregado.

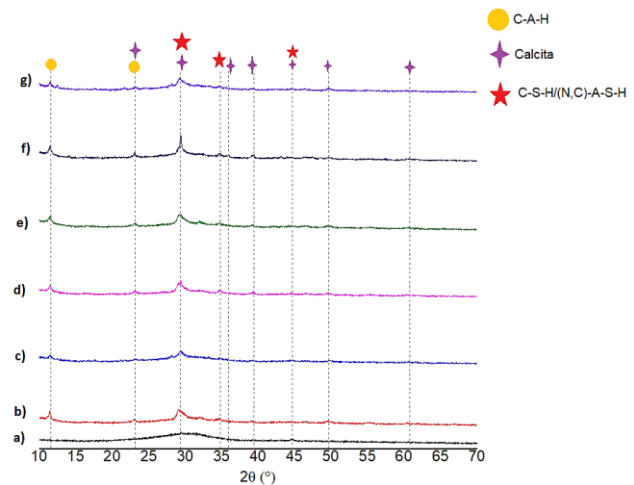


Figura 12. DRX para a) EGAH, b) GP-EGAH, c) GP-P10, d) GP-C10, e) GP-RCP10, f) GP-LS10 y g) GP-LH10.

Se identificó en los GPs la señal con intensidad mayor en 29° de 2θ , característica de la señal del C-S-H (PDF 00-003-0649) y a C-A-S-H (PDF 34-0002), al igual que las señales con intensidad menor en 34.6° y 45° de 2θ . La EGAH no presentó las señales, lo que confirma el desarrollo de las fases C-S-H/C-A-S-H, típicas para el proceso de geopolimerización. Para el GP-LS10, las señales presentaron una intensidad y nitidez mayores en comparación con el resto de los GPs.

En los GPs con agregados se identificaron las señales de la fase (N, C)-A-S-H (PDF 00-025-0777) así como para la fase C-A-H (PDF 11-0203). Adicionalmente se observaron señales con intensidad baja en 23° , 29° y 39° de 2θ identificados al CaCO_3 (PDF 99-200-0080).

Espectroscopía de absorción infrarroja (FTIR)

La figura 13 corresponde a los espectros FTIR para los GPs analizados por DRX de la figura 12. La banda entre $3750\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$, característica para la vibración de estiramiento perteneciente al enlace O-H; estuvo presente en los GPs.

Sin embargo, en GP-RCP10 y GP-LS10 las bandas fueron intensas y anchas, en comparación con el resto de los GPs. La señal entre $1650\text{-}1635\text{ cm}^{-1}$ se asocia a la vibración de flexión para H-O-H, atribuido a la presencia de agua intersticial; dicha señal no se encontró presente en el espectro para EGAH, no así para los GPs, lo que se asoció con el desarrollo de las fases de la geopolimerización.

El ensanchamiento en la banda de 1350 y 850 cm^{-1} característica para el estiramiento asimétrico del enlace T-O-Si (T: Al, Si) en EGAH denotó la naturaleza amorfa de la escoria, como se observó en su difractograma DRX [fig. 1]; en contraste, se tuvo una definición de la banda en los

GPs; el estrechamiento de la banda indica la formación de la fase de silicoaluminato amorfo del C-S-H (Papa et al., 2018).

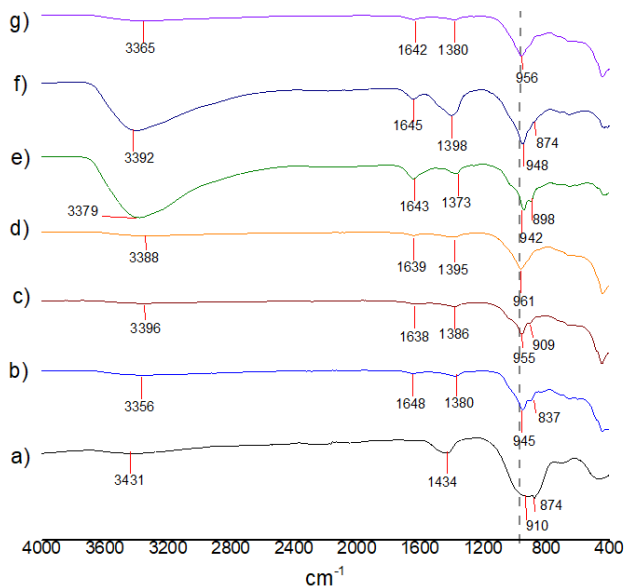


Figura 13. FTIR para a) EGAH, b) GP-EGAH, c) GP-P10, d) GP-C10, e) GP-RCP10, f) GP-LS10 y g) GP-LH10.

Las señales alrededor de 1025-1011 cm^{-1} indicaron la vibración característica para Si-O-Si, Si-O-Al en la fase N-A-S-H (Yang et al., 2022), las cuales aparecen con intensidad baja en GP-RCP10 y GP-P10, el resto no las presentó; los desplazamientos hacia números de onda mayores se asociaron a la sustitución de Al en Si-O-Si, en la fase C-S-H, (Li et al., 2017), a su vez, el hombro alrededor de 470-440 cm^{-1} aumentó su intensidad y se desplazó hacia números de onda bajos, con el aumento de la relación Ca/Si; en donde el GP-LH10 fue el GP que presentó una intensidad mayor, hacia números de onda altos lo que se ha interpretado, como una implementación del Al en la fase C-S-H dando paso a la C-A-S-H (Matějková et al., 2022).

Para los GPs se observó una banda espectral más baja de 1056 cm^{-1} (900-1000 cm^{-1}), siendo característica para el estiramiento asimétrico del grupo AlO_4 en los enlaces Al-O-Si dentro de los geles C-A-S-H (Kamath et al., 2021) dicha señal se asoció, de igual forma, al enlace Si-O; para GP-P10 y GP-LH10, la señal se localizó alrededor de 954 cm^{-1} , el cual es el número de onda característico para la fase C-S-H, en donde, un desplazamiento hacia números de onda más bajos, indican un menor grado de polimerización para esta fase (Matějková et al., 2022). La señal alrededor de 963 cm^{-1} [fig. 19], se identificó en GP-

LH10, GP-C10 y GP-10 fase C-A-S-H se al desplazarse hacia números de onda menores indicó un contenido de Calcio mayor (Puligilla et al., 2019).

Las señales de 1470-1450 cm^{-1} se asociaron a la vibración de estiramiento asimétrico del enlace O-C-O asociada al CO_3^{2-} , presente en los carbonatos; su desplazamiento hacia números de onda inferiores se asoció con la liberación de CO_3^{2-} .

El difractograma DRX de la figura 5 mostró en los residuos la presencia de perlita expandida. Se observó mayor intensidad para los halos característicos para celulosa, en el residuo RCP, en comparación con LS; LH no presenta dichas señales. Lo anterior, implica contenido de celulosa más alto en RCP que en LS, y ausencia de celulosa en LH.

En este trabajo, los geopolímeros de EGAH con la adición de 10% de agregados de LH y LS, aumentó la resistencia a la compresión (RC) de 13.02 MPa de GP-EGAH a 25.97 MPa en GP-LH10 y 13.68 MPa en GP-LS10; mientras que, con el 20% y 30% de adición de LH y LS, la resistencia no superó a la de GP-EGAH. Para los GPs con RCP, ningún porcentaje del superó los 13.02 MPa de GP-EGAH.

Al comparar con la resistencia de GP-EGAH, la adición de 10, 20 y 30 %m/m, de RCP, generó con RC de 8.76, 6.52 y 1.59 MPa, lo que se traduce en una disminución del 33, 50 y 88 %, respectivamente. Para los geopolímeros de escoria con un 10% LH, genera 26.97 MPa de RC, un aumento del 99%; mientras que con el 20 y 30% m/m las resistencias son de 10.79 y 8.73 MPa, lo que significa una disminución del 17 y 33%, respectivamente. Con un 10 %m/m de LS, se obtuvo un incremento del 5% de la RC de 13.68 MPa; y, para el 20 y 30 %m/m de LS la RC disminuye un 29 y 82%, con resistencias de 9.21 y 2.28 MPa, respectivamente.

La retención de humedad en la preparación de los geopolímeros de EGAH con los agregados, a excepción de GP-LH, fue mayor que en los geopolímeros control de EGAH con perlita (GP-P10) y con celulosa (GP-C10); lo cual fue confirmado con espectro FTIR de la figura 7.

Esto sugiere que la humedad está relacionada al contenido de la celulosa en combinación de la perlita. La pérdida de humedad, se ha observado, produce contracción por secado en la escoria (Yurt, 2020); aunque los resultados de este trabajo, sugieren que la retención de humedad incide en una eficiencia en la geopolimerización; corroborado por los análisis de FTIR, con la banda alrededor de 1640 cm^{-1} , relacionada al H-O-H molecular; la que en los geopolímeros con GP-C y GP-LS, presenta una intensidad alta; mientras que en la EGAH, no se encuentra presente.

El proceso de geopolimerización de EGAH, con 10% m/m de RCP y LS, presentaron valores de RC máximos de 8.76 y 13.68 MPa, respectivamente, mejores en comparación con el comportamiento al de los geopolímeros con agregados control GP-C10 con 7.53 MPa y GP-P10 (GP-C10) con 8.27 MPa; lo cual se corrobora con el desplazamiento de sus señales del FTIR, entre 1000-900 cm^{-1} , hacia frecuencias bajas entre 948-946 cm^{-1} , en comparación con los GPs con agregados control de 961-955 cm^{-1} .

Para GP-RCP10 y GP-P10 se observa alrededor de 1000 cm^{-1} el hombro asociado a la vibración Si-O-T (T: Si, Al) en la fase N-A-S-H. La señal entre 470-440 cm^{-1} fue más intensa para GP-LH10 lo que sugiere un aumento en el módulo Ca/Si (Matějková et al., 2022). En los GPs, la banda entre 900-1000 cm^{-1} indica la presencia de C-A-S-H (Kamath et al., 2021). En el caso de GP-P10 y GP-LH10, la señal alrededor de 954 cm^{-1} revela la formación de C-S-H, lo cual sugiere la coexistencia de estas fases.

En el caso de GP-RCP10 la fase C-S-H coexiste con (C, N)-A-S-H; así mismo los análisis por los DRX confirma. Estos resultados están de acuerdo con los de otros autores en donde mencionan que, las señales DRX para N-A-S-H y C-A-S-H coexisten con la fase C-S-H, aunque su identificación independiente les ha resultado complicada (Amhad et al., 2021). Mientras que las fases C-A-S-H y C-S-H se ha publicado que, aportan incrementos a la resistencia (Kamath et al., 2021); lo que significa para este trabajo que las RC de los geopolímeros de escoria con los agregados, muestra la existencia y el aumento de estas fases en GP-LH10, comparado con GP-LS10 y GP-RCP10.

Conclusiones

Los geopolímeros con base en EGAH (Si/Al: 2.99), como precursor, con la adición de 10, 20 y 30% de residuos con contenido de perlita y celulosa, como agregados, se sintetizaron y probaron sus resistencias de compresión a los 7 días de curado.

El geopolímero de EGAH con 10% de LH genera resistencia a la compresión de 25.97 MPa valor superior a la del cemento Portland ordinario de 19 MPa (ASTM C150).

Los geopolímero de EGAH los agregados de RCP y LS, presentaron resistencias menores a los 19 MPa, lo que sugiere un comportamiento flexible, para su aplicación en concreto ligero no estructural (ASTM C331).

Los estudios de DRX y FTIR, de los geopolímeros compuestos de EGAH en presencia de los agregados, soportaron los resultados experimentales.

Agradecimientos

Los autores agradecen el financiamiento del Proyecto PAIP 5000-9038 de la Facultad de Química, UNAM.

Se agradece a la Q. Gutiérrez Franco y a la M. en C. Salcedo Luna, de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación y a la Industria (USAI), de la Facultad de Química, UNAM. Y, al Q. Lozano Santa Cruz (Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X del Dpto. de Procesos Líticos) del Instituto de Geología de la UNAM.

Al I.Q. Héctor Méndez por la donación de la perlita y de la celulosa de Filprosa, S. A. de C.V., así como los residuos utilizados como agregado en esta investigación.

Al técnico Alberto Huerta Delfino del Laboratorio C-2 de la Facultad de Química de la UNAM.

Al I.Q.M. Yang Vázquez Soto, por su apoyo en la realización del trabajo presente.

Referencias

Ahmad, M. R.; Chen, B.; Ali Shah, S. F. (2021) Mechanical and Microstructural Characterization of Bio-Concrete Prepared with Optimized Alternative Green Binders. *Construction and Building Materials*, 281, 122533. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.122533.

ASTM C31, C39, C150 y C331 (2018). Annual book of ASTM standards, Volume 04.01, 04.02. ASTM International, West Conshocken, PA.

Davidovits, J. (2008). *Geopolymer Chemistry and Applications*; Geopolymer Institute. pp. 389.

Kamath, M.; Prashant, S.; Kumar, M. (2021). Micro-Characterisation of Alkali Activated Paste with Fly Ash-GGBS-Metakaolin Binder System with Ambient Setting Characteristics. *Construction and Building Materials*, 277, 122323. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122323>.

Khedmati, M., Kim, Y. R. y Turner, J. A. (2019). Investigation of the interphase between recycled aggregates and cementitious binding materials using integrated microstructural-nanomechanical-chemical characterization, *Composites Part B: Engineering*, 158, 218-229. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.09.041>.

Lei, J., Law, W. W. y Yang, E. H. (2021). Effect of calcium hydroxide on the alkali-silica reaction of alkali-activated

- slag mortars activated by sodium hydroxide, *Construction and Building Materials*, 272, 121868. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121868
- Li, N.; Shi, C.; Wang, Q.; Zhang, Z.; Ou, Z. (2017). Composition Design and Performance of Alkali-Activated Cements. *Materials and Structures*, 50(3). DOI: 10.1617/s11527-017-1048-0.
- Mastali, M.; Shaad, K. M.; Abdollahnejad, Z.; Falah, M.; Kinnunen, P.; Illikainen, M. (2020). Towards Sustainable Bricks Made with Fiber-Reinforced Alkali-Activated Desulfurization Slag Mortars Incorporating Carbonated Basic Oxygen Furnace Aggregates. *Construction and Building Materials*, 232, 117258. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117258.
- Matějková, P.; Matějka, V.; Sabovčík, T.; Gryžbon, L.; Vlček, J. (2022). Alkali Activation of Ground Granulated Blast Furnace Slag and Low Calcium Fly Ash Using “One-Part” Approach. *Journal of Sustainable Metallurgy*, 8 (1), 511–521. DOI: 10.1007/s40831-022-00513-z.
- Nawaz, M.; Heitor, A. y Sivakumar, M. (2020). Geopolymers in Construction - Recent Developments. *Construction and Building Materials*, 260, 120472. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120472.
- Panizza, M.; Natali, M.; Garbin, E.; Ducman, V.; Tamburini, S. (2020). Optimization and Mechanical-Physical Characterization of Geopolymers with Construction and Demolition Waste (CDW) Aggregates for Construction Products. *Construction and Building Materials*, 264, 120158. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120158.
- Papa, E.; Medri, V.; Natali Murri, A.; Laghi, L.; De Aloysio, G.; Bandini, S.; Landi, E. (2018). Characterization of Alkali Bonded Expanded Perlite. *Construction and Building Materials*, 191, 1139–1147. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2018.10.086.
- Provis, J. L. (2018). Alkali-activated materials, *Cement and Concrete Research*, 114, 40-48. DOI: 10.1016/j.cemconres.2017.02.009.
- Puligilla, S., Chen, X. & Mondal, P. (2019). Does synthesized C-S-H seed promote nucleation in alkali activated fly ash-slag geopolymer binder. *Mater Struct* 52, (65) DOI:10.1617/s11527-019-1368-3
- Ren, B., Zhao, Y., Bai, H., Kang, S., Zhang, T. y Song, S. (2021). Eco-friendly geopolymer prepared from solid wastes: A critical review, *Chemosphere*, 267. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2020.128900.
- Rocha Ferreira, S.; Ukrainczyk, N.; Defáveri do Carmo e Silva, K.; Eduardo Silva, L.; Koenders, E. (2021). Effect of Microcrystalline Cellulose on Geopolymer and Portland Cement Pastes Mechanical Performance. *Construction and Building Materials*, 288, 123053. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.123053.
- Russell, C. H. (2017). *Mecánica de materiales* (9a ed.). Pearson. pp. 91-93.
- Shubbar, A. A.; Sadique, M.; Shanbara, H. K. y Hashim, K. (2019). The Development of a New Low Carbon Binder for Construction as an Alternative to Cement. Lecture Notes in *Civil Engineering*, 205–213. DOI: 10.1007/978-981-13-7480-7_18.
- Xue, L., Zhang, Z. y Wang, H. (2021). Hydration mechanisms and durability of hybrid alkaline cements (HACs): A review, *Construction and Building Materials Part A*, 266, 121039. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121039.
- Yan, Y.; Yang, S.-Y.; Miron, G. D.; Collings, I. E.; L'Hôpital, E.; Skibsted, J.; Winnefeld, F.; Scrivener, K.; Lothenbach, B. (2022). Effect of Alkali Hydroxide on Calcium Silicate Hydrate (C-S-H). *Cement and Concrete Research*, 151, 106636. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106636>.
- Yang, M.; Zheng, Y.; Li, X.; Yang, X.; Rao, F.; Zhong, L. (2022). Durability of Alkali-Activated Materials with Different C-S-H and N-A-S-H Gels in Acid and Alkaline Environment. *Journal of Materials Research and Technology*, 16, 619–630. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.12.031