UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA FACULTAD DE INGENIERÍA CULIACÁN MAESTRÍA EN INGENIERÍA DE LA CONSTRUCCIÓN



"DESARROLLO Y EVALUACIÓN FÍSICO MECÁNICA Y MICROESTRUCTURAL DE CEMENTOS HÍBRIDOS ALCALINOS DE BAJO IMPACTO AMBIENTAL"

TESIS

QUE COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRA EN INGENIERÍA DE LA CONSTRUCCIÓN PRESENTA

ING. RUBÍ MIRANDA MORALES LÓPEZ

DIRECTORA DE TESIS DRA. MAGNOLIA SOTO FÉLIX

CO-DIRECTORA DE TESIS DRA. LAUREN YOLANDA GÓMEZ ZAMORANO

CULIACÁN DE ROSALES, SINALOA, 29 DE FEBRERO DE 2024





Dirección General de Bibliotecas Ciudad Universitaria Av. de las Américas y Blvd. Universitarios C. P. 80010 Culiacán, Sinaloa, México. Tel. (667) 713 78 32 y 712 50 57 dgbuas@uas.edu.mx

UAS-Dirección General de Bibliotecas

Repositorio Institucional Buelna

Ν

Restricciones de uso

Todo el material contenido en la presente tesis está protegido por la Ley Federal de Derechos de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

Queda prohibido la reproducción parcial o total de esta tesis. El uso de imágenes, tablas, gráficas, texto y demás material que sea objeto de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente correctamente mencionando al o los autores del presente estudio empírico. Cualquier uso distinto, como el lucro, reproducción, edición o modificación sin autorización expresa de quienes gozan de la propiedad intelectual, será perseguido y sancionado por el Instituto Nacional de Derechos de Autor.

Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-No Comercial Compartir Igual, 4.0 Internacional



AGRADECIMIENTOS

Esta tesis se desarrolló gracias al apoyo invaluable de diversas personas, a quienes les estoy profundamente agradecido por su ayuda incondicional.

A mi familia mi más sincero agradecimiento por su inquebrantable apoyo y constante estímulo durante el proceso de maestría. Su amor, comprensión y sacrificio han sido fundamentales en cada etapa de mi educación, y estoy eternamente agradecido por su incondicional respaldo en la consecución de mis metas académicas. Su presencia ha sido mi mayor fuente de inspiración y fortaleza.

A mi esposo Jesús Leyva gracias por su amor, comprensión y apoyo sin reservas a lo largo de todo el proceso de investigación y redacción de esta tesis. Su paciencia, estímulo y sacrificio han sido esenciales para que pudiera dedicar el tiempo y la energía necesarios a este proyecto académico. Su constante motivación y comprensión han sido pilares fundamentales en este camino, y su presencia ha sido mi principal fuente de fuerza e inspiración. Aprecio infinitamente su apoyo y confianza en mí, sin los cuales este logro no habría sido posible. Gracias por no permitirme rendirme, por creer en mí en momentos de duda y por ser una fuente constante de inspiración. Este logro no habría sido alcanzable sin tu apoyo inquebrantable.

A mis compañeros de maestría, Ricardo Meza y Ana Guardado, por su invalorable apoyo y sincera amistad a lo largo de este camino académico. Su compañía ha sido fundamental para compartir innumerables experiencias durante este proceso de formación, y ha surgido una gran amistad tras el batallar propio de la maestría. Gracias por estar ahí en cada paso del proceso, forjando lazos que perdurarán más allá de nuestras trayectorias académicas.

A mi directora de tesis Dra. Magnolia Soto Félix, por su dedicación, orientación y apoyo durante todo el proceso de desarrollo de este trabajo de investigación. Su profundo conocimiento del tema y compromiso con mi crecimiento académico fueron fundamentales para mi éxito. Agradezco sinceramente su paciencia, valiosos consejos y dedicación sobresaliente al revisar y corregir mis trabajos. Cada una de

sus sugerencias y comentarios contribuyó significativamente a mejorar la calidad tanto de mi tesis como de mi artículo.

A la Dra. Lauren Gómez, quien ha sido codirectora de este trabajo de investigación, deseo expresar mi más profundo agradecimiento por su invaluable contribución y colaboración durante todo el proceso de desarrollo de esta tesis. Su generosidad al proporcionarme acceso a los laboratorios y equipos necesarios para llevar a cabo la etapa experimental ha sido fundamental para el éxito de este proyecto. Además, quiero agradecerle sinceramente por su dedicación y confianza, que han sido fuentes de inspiración y motivación constante para mí. Sin su apoyo incondicional, este trabajo no habría sido posible.

A la Universidad Autónoma de Sinaloa y a la Facultad de Ingeniería Culiacán por brindarme acceso a sus laboratorios y la disponibilidad de una amplia gama de equipos, lo cual fue fundamental para llevar a cabo mi investigación. También deseo reconocer y agradecer a los profesores Roger Hernández Zamora y José Luis Ureña Flores por su valiosa asesoría, supervisión y apoyo constante, compartiendo generosamente sus conocimientos y experiencia para enriquecer mi trabajo.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León y la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica por facilitarme el uso de sus instalaciones.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por haber financiado mis estudios de Maestría.

DEDICATORIA

A mi familia, por ser mi fuente de fortaleza y por creer en mí en todo momento.

A mi esposo, por su paciencia, comprensión y aliento durante este arduo camino.

A mis amigos, por sus palabras de aliento, risas compartidas y por estar siempre a mi lado.

A mis maestros y directora, por su guía, sabiduría y por ayudarme a crecer académica y personalmente.

RESUMEN

Los cementos híbridos alcalinos han sido de gran interés científico en los últimos años debido a la necesidad de reducir el uso del cemento tradicional y con esto, los problemas ambientales y energéticos asociados a su fabricación. El objetivo de esta investigación es evaluar la microestructura y las propiedades físico-mecánicas de compuestos híbridos a base de metacaolín, cemento portland y dos activadores alcalinos mezclados en sólido y en líquido. Las técnicas de caracterización empleadas en este trabajo fueron: difracción de rayos x (DRX), análisis termogravimétrico (TGA) y microscopia electrónica de barrido (MEB), así como de los ensayos de tiempos de fraguado y resistencia a la compresión. Los resultados mostraron que la adición del activador en líquido permite el desarrollo de resistencias a la compresión ligeramente más altos y que, es posible aplicar estos compuestos en diversas aplicaciones dentro del ámbito de la construcción.

Palabras clave: cementos híbridos; metacaolín; silicato de sodio; microestructura, resistencia a la compresión.

ABSTRACT

Alkaline hybrid cements have been of great scientific interest in recent years due to the need to reduce the use of traditional cement and with this, the environmental and energy problems associated with its manufacture. The objective of this research is to evaluate the microstructure and physico-mechanical properties of hybrid composites based on metakaolin, Portland cement and two alkaline activators mixed in solid and liquid, through the characterization techniques: X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric analysis (TGA) and scanning electron microscopy (SEM), as well as setting time and compressive strength tests. The results showed that the addition of the activator in liquid form allows the development of slightly higher compressive strengths and that it is possible to apply these composites in various applications within the construction field.

Keywords: hybrid cements; metakaolin; sodium silicate; microstructure; compressive strength.

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	12
1.1 Generalidades	12
1.2 Planteamiento del problema	14
1.3 Objetivos	16
1.3.1 Objetivo general	16
1.3.2 Objetivos específicos	16
1.4 Hipótesis	16
1.5 Justificación	17
2. MARCO TEÓRICO	19
2.1 Marco conceptual	19
2.1.1 Materiales cementantes tradicionales	19
2.1.2 Materiales cementantes suplementarios	22
2.1.2 Cementos alcalinos	25
2.1.3 Ensayos y técnicas de caracterización	27
2.2 Estado del arte	30
3. METODOLOGÍA	32
3.1 Materiales	32
3.2 Equipos	34
3.3 Procedimiento	34
3.3.1 Caracterización de los materiales precursores	34
3.3.2 Fabricación y caracterización de los sistemas preliminares	36
3.3.3 Fabricación y caracterización de mezclas definitivas	37
3.3.4 Fabricación y caracterización mecánica de moteros	40
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	41
4.1 Caracterización de los materiales precursores	41
4.1.1 Pérdida por ignición	41
4.1.2 Microscopía electrónica de barrido	41
4.2 Caracterización mecánica de los sistemas preliminares	44
4.3 Caracterización de los sistemas definitivos	45
4.3.1 Tiempos de fraguado	45

4.3.2 Resistencia a la compresión de pastas y morteros	
4.3.3 Difracción de Rayos X	
4.3.4 Análisis termogravimétrico	50
4.3.5 Microscopía electrónica de barrido	51
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	62
5.1 Conclusiones	62
5.2 Recomendaciones	63
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición mineralógica del Clinker (Qu et al., 2016)	20
Tabla 2. Composición química del MK (Ambroise et al., 1994)	25
Tabla 3 Propiedades físicas y químicas del metacaolín	33
Tabla 4. Requisitos físicos y químicos del metacaolín ASTM C618	33
Tabla 5. Composición química del MKS	36
Tabla 6. Dosificación de los sistemas preliminares.	37
Tabla 7. Dosificación de los sistemas definitivos	38
Tabla 8. Perdida por ignición de los materiales precursores	41
Tabla 9. Tiempos de fraguado de los sistemas definitivos.	45
Tabla 10. Tipos de mortero según la norma ASTM C270	48
Tabla 11. Fases presentes en los patrones de DRX.	49
Tabla 12. Pesos atómicos en % y óxidos principales en SS	56
Tabla 13. Pesos atómicos en % y óxidos principales de PL	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Evolución de la hidratación del cemento Portland (Jackson, 1998)21
Figura 2. a) Diagrama terniario de CaO, SiO ₂ y Al ₂ O ₃ de los MCS. b) Fases de
hidratación del sistema de CaO, SiO2 y Al2O3 (Scrivener & Nonat, 2011)22
Figura 3. Diagrama de la metodología utilizada
Figura 4. Patrón de difracción de Rayos X del caolín y el MKS (Llano Guerrero,
2017)
Figura 5. Micrografía MEB del CP 42
Figura 6. Morfología del MK 43
Figura 7. Morfología del MKS43
Figura 8. Resistencia a la compresión de los sistemas preliminares44
Figura 9. Resistencia a la compresión de los sistemas definitivos46
Figura 10. Resistencia a la compresión de los morteros en MPa48
Figura 11. Patrón de difracción de rayos X de los sistemas definitivos 49
Figura 12. TGA de los sistemas híbridos y de la mezcla control50
Figura 13. Micrografía SEM-EDS del sistema SL 51
Figura 14. Análisis EDS del Sistema SL área 1 53
Figura 15. Análisis EDS del sistema SL de la partícula de MK 54
Figura 16. Micrografía por EDS del sistema SS 55
Figura 17. Análisis EDS del Sistema SS área 1 55
Figura 18. Análisis EDS del Sistema SS área 2 56
Figura 19. Micrografía SEM del sistema PS 57
Figura 20. Análisis EDS del sistema PS área 1 57
Figura 21. Análisis EDS del sistema PS área 2 58
Figura 22. Micrografía SEM del sistema PL59
Figura 23. Análisis EDS del sistema PL área 159
Figura 24. Análisis EDS del sistema PL área 260

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Generalidades

El cemento Portland (CP) es el agente cementante más empleado a nivel mundial, debido a su relativamente bajo costo, disponibilidad y alto desempeño. Está constituido principalmente por arcilla, caliza y sulfato de calcio; es un material aglutinante con alta finura que al entrar en contacto con agua se producen hidratos de silicato de calcio que unen a los agregados pétreos y permiten formar conglomerados (Millán Corrales 2019).

Sin embargo, la producción de CP representa entre un 5-8% de las emisiones de CO₂ generadas por el hombre, lo que lo convierte en uno de los principales causantes de gases de efecto invernadero (Benhelal et al., 2013). Además, el consumo energético también es significativo, representa del 12-15% del total de la energía industrial total empleada (Ali et al., 2011), generando fuertes problemas ecológicos y energéticos, en consecuencia, una alta presión para mejorar la sostenibilidad de estos materiales (Scrivener et al., 2018).

Debido a lo anterior se busca reducir el alto consumo del CP sustituyéndolo parcialmente por materiales cementantes suplementarios (MCS), que pueden agregarse durante la fabricación del concreto o se pueden mezclar con el clínker durante el proceso de fabricación del CP. Estos materiales contribuyen en las propiedades del concreto al mismo tiempo que reducen la demanda del CP sin afectar su desempeño mecánico. Los MCS más utilizados son la escoria granulada de alto horno (EGH), la ceniza volante (CV), el humo de sílice (HS) y el metacaolín (MK) (Gupta et al., 2022; Otero Rodríguez, 2021).

Otros materiales alternativos utilizados para reemplazar al CP son los denominados cementos híbridos, que son sistemas compuestos en su mayoría por aluminosilicatos (≥70%), bajos contenidos de CP (≤30%) y un pequeño porcentaje de activador alcalino que puede estar compuesto por silicatos o hidróxidos de sodio o potasio, o la mezcla de ambos; entre otros (Bouzon Orgeira, 2015).

12

Estos materiales combinan algunas de las ventajas del cemento tradicional y los cementos alcalinos, como el fraguado a temperatura ambiente y el desarrollo de altas resistencias tempranas, respectivamente (Garcia-Lodeiro et al., 2018; Ouellet-Plamondon et al., 2020).

En este documento se expone la problemática que se busca resolver relacionada principalmente a la demanda de CP y a los problemas asociados a su fabricación; los antecedentes y trabajos previos que se usaron como base para esta investigación; así como los objetivos y la metodología empleada para alcanzarlos. Finalmente se describen los resultados obtenidos, las conclusiones y referencias bibliográficas utilizadas.

Esta investigación busca aportar soluciones a los Programas Nacionales Estratégicos (PRONACES), principalmente al de energía y cambio climático. A través del desarrollo de un cemento híbrido alcalino de bajo impacto ambiental compuesto por MK, CP y silicato de sodio que cumple con los requisitos técnicos necesarios para su aplicación en la industria de la construcción, con el propósito de reducir tanto la demanda de CP como los problemas ambientales y energéticos asociados a su fabricación.

1.2 Planteamiento del problema

En la actualidad el CP es el cementante más utilizado en la fabricación de morteros y concretos. Sin embargo, debido a su alta demanda, la producción de CP contribuye en un 5-8% en las emisiones de CO₂ generadas por el hombre y que son las principales causantes de gases de efecto invernadero (Benhelal et al., 2013; Carrasco Torres, 2015). Lo anterior está relacionado con la producción de clínker, el componente fundamental del cemento Portland, dado que su fabricación implica la calcinación de sus elementos principales a temperaturas elevadas, que oscilan entre 1400 y 1500°C (Park et al., 2022).

El consumo energético también es significativo, la explotación de los recursos naturales utilizados en la industria cementera consume el 3% de la energía primaria que se produce a nivel mundial (Otero Rodríguez, 2021; Torres Castro, 2017) y el proceso de fabricación del cemento representa del 12-15% de la energía industrial total utilizada (Ali et al., 2011; García-Lodeiro et al., 2015), lo que genera fuertes problemas ecológicos y energéticos y, en consecuencia, una alta presión para mejorar la sostenibilidad de estos materiales (Scrivener et al., 2018).

Se han identificado diversas técnicas que pueden utilizarse en la industria del cemento para reducir significativamente los problemas ambientales y energéticos asocias a su fabricación; algunas de estas son: la captura de emisiones de CO₂, el uso de combustibles alternativos y la reducción de la relación clínker-cementante mediante el uso de MCS (Gutiérrez E., 2015; Scrivener et al., 2018; Zhang et al., 2014).

La estrategia más aceptada, por ser la más económica y de menor impacto en el desempeño y fabricación del concreto, es el reemplazo de CP por el uso de MCS (Carrasco Torres, 2015; Hossain et al., 2016; Juenger et al., 2019). Sin embargo, se sabe que altas proporciones de reemplazo del cemento son perjudiciales para el desarrollo de las propiedades del concreto, principalmente las mecánicas (Otero Rodríguez, 2021; Zhang et al., 2014).

Otros materiales alternativos utilizados para reemplazar al CP son aquellos que proceden de la activación alcalina de escorias o puzolanas (Carrasco, 2015). Sin embargo, la producción de este tipo de cementantes implica la necesidad de condiciones particulares como la aplicación de temperaturas para contribuir al desarrollo de las resistencias mecánicas a edades tempranas.

Recientemente se han investigado los llamados cementos híbridos alcalinos que están compuestos por reemplazos del CP de hasta un 80% y que se hidratan sin necesidad de una temperatura adicional (Cristelo et al., 2021; García -Lodeiro et al., 2012).

A pesar de que, en los últimos años se ha investigado el uso de cementos híbridos alcalinos como reemplazo del CP, aún es necesario realizar investigaciones adicionales para evaluar su potencial uso dentro de la industria de la construcción y con esto, dar paso a la disminución de la demanda de CP y a los problemas ambientales y energéticos asociados a su fabricación.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Desarrollar un cemento híbrido de bajo impacto ambiental compuesto por CP, MK y silicato de sodio que cumpla con las características físico-mecánicas y microestructurales para ser utilizado en la industria de la construcción como alternativa al cemento tradicional.

1.3.2 Objetivos específicos

- Sintetizar metacaolín mediante la calcinación de caolín para utilizarlos en la fabricación de compuestos híbridos alcalinos.
- Caracterizar los materiales precursores mediante Microscopia Electrónica de Barrido para conocer su morfología y tamaño.
- Evaluar la resistencia a la compresión de compuestos híbridos preliminares para determinar el diseño de mezclas definitivo.
- Evaluar las propiedades físicas y mecánicas de las pastas definitivas mediante la determinación de los tiempos de fraguado y la resistencia a la compresión a los 3 y 28 días de curado.
- Analizar la microestructura de las pastas utilizando difracción de rayos X, análisis termogravimétrico y microscopía electrónica de barrido, para conocer aspectos relacionados con su hidratación y composición.
- Analizar y discutir los resultados obtenidos para determinar el diseño y procedimiento de mezclado óptimos para su aplicación en morteros y posterior análisis de su resistencia a la compresión.

1.4 Hipótesis

La síntesis de un cemento híbrido compuesto por CP, MK y silicato de sodio, resultará en un material ecoeficiente con características físico-mecánicas y microestructurales adecuadas para su uso como alternativa al cemento tradicional en la industria de la construcción.

1.5 Justificación

Los retos actuales de la industria cementera ya no consisten solamente en el mejoramiento del producto, sino también, en la reducción de las emisiones de CO₂ generadas durante su proceso de fabricación. Lo anterior cobra mayor importancia debido a que la industria cementera es una de las tres mayores industrias consumidoras de energía eléctrica a nivel mundial y representa del 12-15% de la energía total industrial utilizada. Además, contribuye entre el 8-10% del CO₂ de las actividades humanas, generando fuertes problemas ambientales y energéticos (Cardoso da Silva et al., 2021).

Con el presente trabajo se busca desarrollar y analizar un cemento alternativo al CP que tenga prestaciones tecnológicas funcionales para uso en la industria de la construcción y genere un menor impacto en el consumo energético para contrarrestar los efectos del cambio climático, una problemática que afecta a la población a nivel global.

Se han realizado investigaciones sobre materiales activados alcalinamente con el fin de reducir las emisiones de CO₂ causada por la industria del cemento, específicamente los llamados cementos híbridos alcalinos, los cuales, contienen una baja proporción de cemento portland comercial (≤30%), un alto porcentaje de silicoalumimatos (≥70%) y la adición de un activador alcalino (Xue et al., 2022). Sin embargo, todavía se requieren investigaciones que faciliten el uso de este material como reemplazo del cemento tradicional.

A nivel nacional, se ha instado a la comunidad científica a buscar soluciones a esta problemática, ya que se requiere una atención inmediata y acciones integrales para detectar sus efectos y encontrar soluciones que reduzcan la vulnerabilidad de individuos y ecosistemas. Sin embargo, si no se toman medidas inmediatas para detener el cambio climático, sus repercusiones se manifestarán en problemas relacionados con la salud, la energía, el turismo, la agricultura, la ganadería, la pesca, la alimentación y la calidad del aire, afectando a las futuras generaciones.

Los resultados de este proyecto se difundirán a través de la participación en un congreso nacional y un artículo científico, con el fin de destacar la viabilidad del uso de estos cementos como alternativa al CP tradicional. Además, se darán las recomendaciones técnicas para mejorar sus propiedades contribuyendo en la solución de los problemas ambientales y energéticos asociados con la fabricación del cemento Portland.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Marco conceptual

2.1.1 Materiales cementantes tradicionales

Los cementos son conglomerados hidráulicos que, al mezclarse con el agua, generan pastas que experimentan procesos de fraguado y endurecimiento gracias a las reacciones de hidratación de sus componentes, generando productos con propiedades mecánicas como la resistencia (Sanjuán Barbudo & Chinchón Yepes, 2014).

En la norma mexicana NMX-C-414-ONNCCE-1999 se describe al cemento como una sustancia inorgánica que está finamente pulverizada y que, cuando se mezcla con agua, ya sea de manera individual o en conjunto con arena, grava u otros materiales similares, tiene la capacidad de fraguar y endurecer, gracias a las reacciones químicas que ocurren durante su proceso de hidratación. Una vez que ha completado este proceso, se mantiene su integridad en términos de resistencia y estabilidad.

La fabricación del cemento consiste en mezclar piedra caliza, marga, arcilla, arena y elevándolo a una temperatura de 1450 °C, para la obtención del clínker. Posteriormente se le incorpora yeso a fin de controlar su velocidad de fraguado (Taylor, 1997).

Los constituyentes fundamentales del clinker son el óxido de calcio (CaO), que representa un 67% de su composición, seguido de la sílice (SiO₂) con un 22%, la alúmina (Al₂O₃) con un 5%, y el óxido de hierro (Fe₂O₃) con un 3%, mientras que otros componentes conforman el restante 3%. Este material se caracteriza por la presencia de cuatro fases principales: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico y ferroaluminato tetracálcico (Tabla 1) (Taylor, 1997).

Minoral	Fórmula	Composición en	Abroviación	Porcentaje
Winera	química	óxidos	ADIEVIACION	(%)
Silicato	ြားပြင		C28	50-70
tricálcico (Alita)		30a0 3102	030	30-70
Silicato				
dicálcico	Ca ₂ SiO ₄	2CaO SiO ₂	C ₂ S	15-30
(Belita)				
Aluminato				
tricálcico	Ca ₃ Al ₂ O ₄	3CaO AlO3	C ₃ A	5-10
(Celita)				
Ferroaluminato				
Tetracálcico	Ca4AInFe2-nO7	4CaO AlnFe2-nO3	C4AF	5-15
(Ferrita)				

Tabla 1. Composición mineralógica del Clinker (Qu et al., 2016).

La hidratación del cemento es un proceso químico que tiene lugar cuando el cemento se combina con el agua para crear una pasta. Este proceso es altamente complejo y se puede descomponer en los siguientes periodos (Gartner et al., 2001):

- Pre-inducción, ocurre durante los primeros 10 minutos, durante este tiempo se disuelven las fases del clínker, los sulfatos y se forma el gel de silicato de calcio hidratado (CSH, por sus siglas en inglés), de igual manera se forma el trisulfoaluminato de calcio hidratado (etringita).
- 2. Inducción: Se produce entre los 10 minutos y 3 horas. Durante este lapso, las reacciones de hidratación avanzan lentamente debido a que el gel formado alrededor de las partículas de cemento restringe la entrada de más moléculas de agua hacia el interior de las partículas que aún no han completado su proceso de hidratación.
- 3. Aceleración: este periodo depende de las características del cemento puede ocurrir entre las 3 y 12 horas. En esta etapa, la capa de gel que envuelve las

partículas de cemento adquiere permeabilidad, lo que facilita la disolución de fases adicionales y la formación de más geles CSH en la solución líquida.

4. Post-aceleración: tiene lugar entre las 9 y 15 horas. Conforme avanza la reacción, los espacios disponibles se llenan con los productos de hidratación y se reduce el volumen de líquido. En este escenario, la velocidad de reacción disminuye y está regulada por la difusión de iones.

En la Figura 1 se observa la evolución de la hidratación de las fases minerales del cemento portland, las cuales, ocurren simultáneamente. Al entrar en contacto con el agua inicia la fase de pre-inducción, en donde ocurre una rápida disolución de los iones y se inicia la formación de las fases hidratadas, produciendo hidróxido de calcio (CH) y C-S-H. La formación de estos productos de hidratación es de gran importancia para el desarrollo de las propiedades mecánicas de los compuestos cementicios.





Las fases de alita y belita promueven el fraguado y la consolidación de la pasta hidratada. Mientras que, la celita desempeña un papel crucial en la resistencia a la acción de sustancias químicas y también es la que genera la etringita. Finalmente, la fase de Ferroaluminato tetracálcico ayuda a la fusión de los distintos componentes y a una hidratación más lenta (Qu et al. 2016).

2.1.2 Materiales cementantes suplementarios

Los MCS se utilizan para sustituir parcialmente al CP con el objetivo de mejorar sus propiedades tanto en estado fresco como endurecido (García-Maté et al., 2012). La Figura 2a presenta la composición de los MCS y del CP, donde el contenido de sílice, alúmina y calcio tiene un impacto significativo en el tipo de fases hidratadas obtenidas tanto del CP como de los MCS, como se ilustra en la Figura 2b.



Figura 2. a) Diagrama ternario de CaO, SiO₂ y Al₂O₃ de MCS. b) Fases hidratadas del sistema de CaO, SiO₂ y Al₂O₃ (Scrivener & Nonat, 2011).

Los MCS pueden ser categorizados en dos grupos según su composición química. (Escalante-García, 1996):

 Hidráulicos. Los cuales tienen propiedades cementantes y tienen la capacidad de crear productos de hidratación similares a los del cemento, sin embargo, para poder reaccionar necesitan de una activación la cual puede ser generada por el agua. La composición de este tipo de materiales se sitúa entre los materiales puzolánicos y el CP. La EGAH es un claro ejemplo de material hidráulico. Cuando se mezcla EGAH con el CP, se activa mediante el hidróxido de calcio (CH) generado por el CP, modificando la producción de productos de hidratación del cemento (H. F. W. Taylor, 2004). 2. Puzolánicos. Los cuales son materiales de origen natural o subproducto industrial silíceos o silicoaluminosos, los cuales no cuentan con propiedades hidráulicas y cuando se combinan con agua no experimentan endurecimiento por sí solos. No obstante, cuando se encuentran finamente triturados y en un entorno húmedo, reaccionan con el CH formando C-S-H, compuestos similares a los generados por el CP. Estos son materiales que poseen altos niveles de SiO₂ y en ocasiones pueden contener Al₂O₃. En situaciones donde contienen Al₂O₃, también pueden propiciar la formación de aluminato de calcio o aluminosilicatos hidratados. Debido a su bajo contenido de CaO, es necesario añadirlos en cantidades que sean adecuadas desde un punto de vista estequiométrico. La CV tipo F, HS y los residuos geotérmicos son ejemplos de materiales puzolánicos (Escalante, 2001).

2.1.2.1 Escoria granulada de alto horno

La EGAH tiene su origen en la producción de hierro fundido en altos hornos y está compuesta principalmente por silicatos y aluminosilicatos de calcio, junto con otras fases(Siddique & Bennacer, 2012). La EGAH experimenta un rápido enfriamiento tras la fusión a temperaturas que oscilan entre 1350 y 1550 °C, generando una fase vítrea. Posteriormente, se muele hasta alcanzar temperaturas por debajo de los 800 °C, permitiendo con esto, un comportamiento hidráulico latente que la hace adecuada para ser utilizada junto con el CP, pudiendo reemplazar de manera significativa al CP en comparación con los materiales puzolánicos. Adicionalmente, la EGAH exhibe propiedades cementicias cuando se activa mediante cal, hidróxidos alcalinos, carbonatos de sodio, o silicatos de sodio y sulfatos de calcio o magnesio, como se observa en los cementos de escoria supersulfatada (Snellings et al., 2012).

2.1.2.2 Ceniza volante

La CV es un subproducto de la quema de carbon pulverizado en plantas generadoras de electricidad. Durante la ignición en el horno, las impurezas minerales presentes en el carbón, como arcilla, feldespato, cuarzo y esquisto, se funden en suspensión y son transportadas fuera de la cámara por los gases de

escape. Durante este traslado, el material fundido se enfría y solidifica, formando pequeñas esferas vítreas conocidas como cenizas volantes. Posteriormente, estas cenizas se recogen de los gases de escape mediante precipitadores electrostáticos o filtros de bolsa (S. Kosmatka et al., 2002).

2.1.2.3 Humo de silice

El HS es un subproducto de la industria del silicio y ferrosilicio. En el proceso de reducción de cuarzo de alta pureza a silicio a temperaturas de hasta 2000 °C, se producen vapores de SiO₂, los cuales se oxidan y condensan en la zona de baja temperatura formando diminutas partículas de sílice no cristalina. El contenido de SiO₂ en el humo de sílice está vinculado al tipo de aleación que se está produciendo. Además, el HS también recibe nombres alternativos como microsílice, sílice condensada, sílice volatilizada o polvo de sílice, y puede presentar un color que varía entre blanco premium y gris (Snellings et al., 2012).

2.1.2.4 Metacaolín

El MK a diferencia de la EGH, la CV y el HS, no es un subproducto industrial, si no que, es obtenido por medio de procesos controlados de calcinación del caolín. Este tratamiento térmico oscila entre los 500 y 800 °C y permite transformar la estructura cristalina del caolín, eliminando iones de hidroxilo debido a la pérdida de agua. Como resultado, el caolín se convierte en un material amorfo con propiedades puzolánicas, lo que lo hace adecuado para su utilización como MCS en el concreto (Justice et al., 2005; Restrepo G. et al., 2006; Siddique, 2008).

El MK generalmente se compone por SiO₂ entre 55-50%, Al₂O₃ en un 45-40% y otros óxidos como el Fe₂O₃, TiO₂, CaO y MgO en menor proporción (Rashad, 2013) (ver Tabla 2) y debe cumplir con la composición química especificada en la normativa ASTM C 618. Las fases de silicato y aluminato presentes en el MK interactúan con el CH liberado durante el proceso de hidratación del cemento Portland, originando productos secundarios de hidratación que influyen en las características mecánicas y físicas del concreto, incluyendo la resistencia a la compresión y el tiempo de fraguado (Arnoult et al., 2018).

Compuesto	% en peso
SiO ₂	51.52
Al ₂ O ₃	40.18
Fe ₂ O ₃	1.23
CaO	2.00
MgO	0.12
K ₂ O	0.53
SO ₃	0.00
TiO ₂	2.27
Na ₂ O	0.08
L.O.I.	2.01

Tabla 2. Composición química del MK (Ambroise et al., 1994).

*En porcentajes aproximados.

La actividad puzolánica del MK proporciona ciertas ventajas en términos de resistencias mecánicas, particularmente en las primeras etapas de curado; resistencia a los sulfatos y a la reacción álcali/sílice; así como, reducción de la permeabilidad (Restrepo G., et al. 2006). Además, este MCS de color blanco, permite su uso en aplicaciones arquitectónicas (Rashad, 2013).

El remplazo o sustitución parcial del CP por MK, ha sido de gran interés científico, ya que contribuye en la disminución de la huella de carbono producida por la industria cementera (Skibsted, et al 2019) y al mismo tiempo reduce las emisiones de CO₂ asociados a la fabricación del CP (Segura Sierpe, 2016).

2.1.2 Cementos alcalinos

Un cemento alcalino se forma al diluir materiales silicoaluminosos en un ambiente alcalino, los cuales, según su origen pueden ser subproductos industriales o de origen natural, algunos de ellos requieren de un tratamiento adicional. Una vez activados fraguan y endurecen dando como resultado un conglomerado. García - Lodeiro et al., (2012) clasificaron la activación alcalina de la siguiente manera:

- Materiales activados altos en calcio y silicio ((SiO₂ + CaO) > 70%), por ejemplo, las escorias de alto horno, obteniendo como principal producto de reacción el gel C-S-H, parecido al obtenido en la hidratación del CP.
- Activación alcalina de materiales con altas cantidades de sílice y alúmina, que son materiales con bajos porcentajes de CaO, entre los cuales, el metacaolín y cenizas volantes. El gel N-A-S-H (silicoaluminato alcalino hidratado) es el producto de reacción principal que se forma.
- 3. Activación alcalina de materiales ricos en CaO + SiO₂ + Al₂O₃. Al mezclar bajas proporciones de CP, porcentajes mayores al 70% de MCS y un activador alcalino, surgen los cementos híbridos, el cual, permite la rápida hidratación de los compuestos de estos materiales alcanzando resistencias mecánicas a edades tempranas superiores a las obtenidas con un cemento tradicional. La hidratación de un cemento hibrido produce geles cementantes como el C-A-S-H y N-A-S-H, los primeros se producen cuando se genera una activación alcalina en compuestos con altos contenidos de CaO y SiO₂, mientras que los segundos a partir de los compuestos de Al₂O₃ y SiO₂ (Sánchez H., 2017).

Los cementos híbridos han sido de interés científico en los últimos años debido a su capacidad para reducir la cantidad de clínker hasta en un 80%, dando como resultado una reducción del consumo energético convirtiéndolo en una alternativa más sostenible que el cemento tradicional.

El activador tiene como función principal la de facilitar la disolución del aluminosilicato y acelerar la velocidad de reacción, esto se logra con un pH alto (Mousavinejad & Gashti, 2021). Los activadores alcalinos que más se utilizan son NaOH, KOH, Na₂SiO₃, Na₂CO₃, Na₂SO₃ o la combinación de estos. Los activadores alcalinos que producen niveles de pH altos son los silicatos y los hidróxidos, mientras que, para obtener condiciones alcalinas moderadas se utilizan los carbonatos y sulfatos (Winnefeld & Barlag, 2010).

2.1.3 Ensayos y técnicas de caracterización

2.1.3.1 Pérdida por ignición

La pérdida por ignición (LOI) se lleva a cabo sometiendo un gramo de muestra de cemento o material cementante suplementario a una temperatura de 700 °C a 1000 °C (Torres Castellanos, 2014). Posteriormente, se calcula la disminución de masa de la muestra. Por lo general, la pérdida de masa después de la ignición sugiere la existencia de prehidratación y/o carbonatación, que pueden ser resultado de un almacenamiento prolongado o inapropiado, así como de su adulteración durante el transporte. El ensayo se lleva a cabo de acuerdo con lo especificado la norma ASTM C311 (S. H. Kosmatka et al., 2004).

2.1.3.2 Tiempos de fraguado

El tiempo de fraguado consiste en calcular el tiempo transcurrido a partir de la incorporación del agua a la mezcla hasta que la pasta deja de ser fluida y plástica (conocido como fraguado inicial), así como el período requerido para que la pasta alcance un nivel específico de endurecimiento (denominado fraguado final) (Kosmatka et al., 2004). Con el objetivo de determinar si un cemento cumple con los límites establecidos en las especificaciones correspondientes a las normas ASTM C 191, se llevan a cabo pruebas utilizando un aparato de Vicat.

El contenido de sulfato presente en el cemento proveniente del yeso y otras fuentes desempeña un papel significativo en la regulación del tiempo de fraguado (Carrasco Torres, 2015). Sin embargo, este tiempo también puede ser influenciado por otros factores, tales como, la finura del cemento, la relación agua-cemento y el uso de aditivos (S. H. Kosmatka et al., 2004).

2.1.3.3 Resistencia a la compresión

La resistencia a la compresión es un factor importante en la ingeniería civil y en la industria de la construcción, debido a que proporciona información sobre la capacidad estructural de los materiales utilizados en elementos como concreto, mortero, acero y madera.

Esta medida se utiliza en el diseño y evaluación de estructuras para garantizar que cumpla con los requisitos de resistencia y seguridad establecidos por normas: ASTM C 39 y ASTM C 109, en el caso del concreto y el mortero, respectivamente. La resistencia a la compresión se evalúa a través de la realización de ensayos en cilindros o cubos, los cuales se someten a una carga de compresión gradual en una máquina de ensayo. La carga máxima que el cilindro o cubo puede soportar antes de la fractura se registra como la resistencia a la compresión del concreto (Park, Moges, et al., 2022).

2.1.3.4 Difracción de Rayos X

El análisis de DRX se utiliza para determinar la estructura cristalina de un material. Este método se fundamenta en el principio de difracción, que ocurre cuando una onda de rayos X incide sobre una muestra cristalina y se dispersa en diferentes direcciones debido a la interacción con los átomos del cristal. Esta difracción resulta en un patrón característico de picos en un detector de rayos X, que puede ser analizado para determinar información sobre la estructura atómica de la muestra (Aranda et al., 2017; De la Torre et al., 2017). El análisis de difracción de rayos DRX ha sido una herramienta fundamental para analizar la microestructura de los materiales sólidos.

2.1.3.5 Microscopia electrónica de barrido

Esta técnica de caracterización se utiliza para estudiar la morfología y topografía de las superficies de los materiales a pequeña escala utilizando electrones secundarios y, puede estar adicionada de sistemas de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X, la cual, permite el análisis de la composición química de la muestra. Además, la implementación del detector de electrones retrodispersados juegan un rol importante al permitir la distinción entre fases no hidratadas y aquellas ya hidratadas en las muestras. Este proceso se centra en la detección de variaciones en las tonalidades de grises, lo que habilita la identificación de áreas con distintas composiciones químicas. Este contraste se vuelve más pronunciado, especialmente cuando se observa una marcada disparidad en el número atómico promedio, tal

como se ha destacado en la literatura (Scrivener, 2004). La relación entre el espectro de energía y la profundidad de los electrones retrodispersados está estrechamente relacionada con el número atómico de los elementos constituyentes del material y su grado de microporosidad.

Dentro del microscopio electrónico de barrido, un haz de electrones se desplaza a lo largo de la columna y alcanza la muestra. Un mecanismo de escaneo dirige la trayectoria de los electrones, explorando la muestra punto por punto (Muñoz, 2018). A medida que los electrones incidentes interactúan con los átomos que componen la muestra, se generan señales que pueden ser detectadas por dispositivos especializados correspondientes a cada tipo de señal. Los electrones secundarios de baja energía (<50 eV) emitidos desde la superficie de la muestra se pueden utilizar para obtener una imagen. Para facilitar esta emisión de electrones, se aplica un recubrimiento metálico conductor sobre la muestra, conocido como metalización (Bojórquez et al., 2007).

2.2 Estado del arte

Wianglor et al., (2017), llevaron a cabo un estudio destinado a explorar la resistencia a la compresión de cementos activados alcalinamente empleando MK, procediendo a reemplazar el cemento en proporciones del 70%, 80%, 85%, 90%, 95% y 100%. La activación alcalina se basó en el proceso de combinar NaOH y Na₂SiO₃ como activadores. Ellos observaron que conforme se aumentaba el reemplazo de CP por MK, se notaba una disminución tanto en el tiempo de fraguado como en la contracción por secado. Así como una disminución en la resistencia a la compresión. Además, se concluyó que la temperatura influyó positivamente en la resistencia, ya que con el incremento de la temperatura se incrementó la resistencia a la compresión.

Karatas et al., (2019), examinaron la resistencia a la compresión y las propiedades de un cemento de MK activado alcalinamente. Elaboraron cinco mezclas sustituyendo diversas proporciones de CPO en lugar del MK, haciendo variaciones de 0 al 25% (5, 10, 15, 20, 25% del CPO). Las mezclas fueron activadas con silicato de sodio e hidróxido de sodio. Llevaron a cabo pruebas de resistencia a la compresión y velocidad ultrasónica en diferentes periodos de curado. Además, se estudió la microestructura mediante MEB. Los análisis revelaron que los resultados con mayor resistencia a la compresión se obtuvieron a los 3 días de curado, lo que sugiere resistencias en las primeras etapas del proceso de curado.

Barboza Chávez et al., (2020), investigaron la síntesis de cementos híbridos, logrando una reducción del contenido de CP hasta un 20%, empleando MK y CV como MCS en diversas proporciones. Las mezclas fueron activadas alcalinamente con una combinación de silicato de sodio e hidróxido de sodio. La caracterización de las muestras se llevó a cabo mediante pruebas de resistencia a la compresión, DRX, FTIR y MEB. Los resultados evidenciaron que los cementos híbridos cuentan con propiedades mecánicas similares a las de un CP, debido a que generó una matriz densa de productos de hidratación similares a los producidos por cementos.

Otero Rodríguez en 2021 realizó la síntesis y caracterización de cementos híbridos alcalino. Su enfoque involucró tanto la elaboración de los materiales precursores

como la fabricación de las pastas, ambas sometidas a análisis detallados mediante diversas técnicas: DRX y MEB. Éstas fueron empleadas para determinar la composición, estructura y microestructura de estos materiales. Adicionalmente, se llevaron a cabo pruebas de resistencia a la compresión de las pastas. Otero concluyó que el proceso de elaboración empleado en este innovador material permite la concepción de productos sumamente versátiles, ya que, éstos no solo reducen el consumo de CP, sino que, además, reutilizan eficientemente subproductos industriales.

Kretzer et al., (2021), investigaron el efecto del reemplazo del contenido de cemento (10, 30 y 50%) en morteros para revestimiento con el objetivo de reducir el impacto ambiental asociado a la fabricación del CP, específicamente en el contexto del avance de la urbanización. Se investigaron cementos alternativos a partir de mezclas de CV, EGAH y MK, las cuales fueron activadas mediante una solución compuesta de silicato de sodio e hidróxido de sodio. El estudio se enfocó en determinar la consistencia, resistencia mecánica, durabilidad (resistencia a los sulfatos) y microestructura, esta última mediante MEB y DRX. Los resultados obtenidos mostraron valores de resistencia a la compresión de 5.65 MPa. Por otro lado, se observó que los morteros híbridos no obtuvieron un buen desempeño ante el ataque por sulfatos.

Park, et al. en el 2022, realizaron una investigación cuyo objetivo fue abordar el problema de la baja resistencia a la compresión que presentan los cementos activados alcalinamente con silicato de sodio. Para lograr esto, se utilizaron las técnicas de caracterización: DRX, TGA, porosimetría por intrusión de mercurio, y ensayos de resistencia a la compresión. Ellos concluyeron que la homogeneidad de las matrices de las pastas de cemento está influenciada por la relación entre los geles N-A-S-H y C-A-S-H, lo que sugiere que cuanto más uniforme es la estructura, menor es la porosidad y. mayor es la resistencia a la compresión.

3. METODOLOGÍA

Esta sección presenta los materiales utilizados en la fabricación de los compuestos híbridos alcalinos, así como los equipos y el procedimiento utilizado para su fabricación y caracterización. La metodología se dividió en 4 fases con base en los objetivos planteados como se observa en la Figura 3.



Figura 3. Diagrama de la metodología utilizada.

3.1 Materiales

Los materiales empleados en la producción de las muestras fueron:

- Cemento Portland Compuesto CPC 30R CEMEX Centenario
- Puzolana calcinada de alta reactividad marca metaforce de GCC que cuenta con las propiedades físicas mostradas en la Tabla 3 y con los requerimientos físicos y químicos mostrados en la Tabla 4.
- Caolín comercial rosa de Koprimo de Hidalgo sometido a un tratamiento térmico de 800 °C por seis horas y un pulverizado hasta obtener partículas menores a 75 micras.
- Silicato de sodio comercial, donado por Silcomer, el cual cuenta con una relación SiO₂ / Na₂O de 3.17- 3.27, con límites de Na₂O de 18.60-19.60% y SiO₂ de 61–64.60%.

- Metasilicato de sodio pentahidratado marca Pentasil constituido por óxido de silicio (SiO₂), óxido de sodio (Na₂O) y 5 moléculas de agua, con relación molar de SiO₂/Na₂O de 1:1.
- Hidróxido de sodio en escamas de grado industrial, marca FAGALAB.
- Arena sílica comercial.
- Agua purificada comercial.

Tabla 3 Propiedades físicas y químicas del metacaolín.

Características físicas	Valor
Color	Café claro
Mitigación de la reactividad álcali-agregado a 16 días (%)	>90
índice de actividad puzolánica a 28 días (%)	115-125
Requerimiento de agua; % de control	105-110
Resistencia a los sulfatos a 180 días (%)	<0.04 (10%)
	<0.03 (15%)
Superficie específica BET (m²/g)	>18
Finura a 45 micras (%)	>94
Densidad (g/cm ³)	2.65-2.68
Álcalis como Na2O (%)	<0.4
SO ₃ (%)	<1.2
PPI (%)	<3.0
SiO ₂ (%) + Al ₂ O ₃ (%) + FE ₂ O ₃ (%)	87-92

Tabla 4. Requisitos físicos y químicos del metacaolín ASTM C618.

Requisito	Límite
$SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$	Min 85%
Álcalis disponibles	Max 1.0%
Perdida por ignición	Max 3.0%
Finura: cantidad retenida en tamiz 45µm en lavado.	Max 1.0%

3.2 Equipos

- Mezcladora tipo Hobart.
- Aparato de Vicat.
- Mesa de fluidez.
- Máquina de ensayo de compresión ELE International, modelo 1913B0001.
- Difractómetro PANalytical modelo Empyrean.
- TGA Q500 V20.13 Build 39
- Microscopio electrónico de barrido marca HITACHI, modelo SU8020.

3.3 Procedimiento

3.3.1 Caracterización de los materiales precursores

3.3.1.1 Pérdida por ignición

El procedimiento para llevar a cabo esta prueba se basó en la norma ASTM C311. Se tomó una muestra de 1 gramo de CP y MK en un crisol limpio y seco, previamente pesado, el recipiente con la muestra se expuso a un proceso de calentamiento controlado en un horno. Posteriormente, la muestra se retiró del horno para evitar la absorción de humedad. Después, el recipiente con la muestra es pesado nuevamente. La pérdida por ignición se calculó restando el peso final del recipiente con la muestra del peso inicial (Walter E. Dean, 1974). El resultado se presenta en porcentaje con relación al peso inicial.

Para el cálculo de la perdida por ignición se utiliza la fórmula 1:

$$\%LOI = \frac{(W2 - W3)}{(W2 - W1)} x \ 100 \tag{1}$$

Donde:

W1= Peso del recipiente (gramos).

W2= Peso del recipiente + muestra antes de la calcinación (gramos).

W3= Peso del recipiente + muestra después de la calcinación (gramos).

3.3.1.2 Difracción de Rayos X

El patrón de DRX de los materiales precursores se obtuvo colocando los polvos en un porta muestras para formar una pastilla, la cual fue introducida al equipo para ser analizados por 8 min con un voltaje de 40 kV y una corriente de 40 mA con un ángulo de 20 de 5° a 90°. Las fases cristalinas presentes en las pastas de CP y en los sistemas híbridos fueron examinadas a través del uso del software X´pert High Score Plus de PANalytical.

Llano Guerrero analizó las fases cristalinas del caolín y metacaolín sinterizado por medio de DRX. En la Figura 4 se puede observar que una vez aplicada la calcinación se pierden las principales fases del caolín, conservando solamente reflexiones del cuarzo. En la tabla 5 se presenta la composición química del MKS obtenida a través de Fluorescencia de rayos X (FRY).



Figura 4. Patrón de difracción de Rayos X del caolín y el MKS (Llano Guerrero, 2017).

Óxidos	%
SiO ₂	59.59
Al ₂ O ₃	34.91
Fe ₂ O ₃	1.52
CaO	0.20
MgO	0.05
SO ₃	0.41
Na ₂ O	0.07
K ₂ O	0.08
TiO ₂	0.98
P ₂ O ₅	0.15

Tabla 5. Composición química del MKS.

3.3.1.3 Microscopía electrónica de barrido

Esta técnica se empleó utilizando electrones secundarios para conocer la morfología de los materiales precursores. El procedimiento consistió en tomar una pequeña cantidad de los materiales finamente pulverizados y colocarlos en el porta muestras donde se aplicó cinta conductora doble cara. Posteriormente, el exceso de polvo no adherido a la cinta fue cuidadosamente eliminado y el porta muestras se introdujo en el microscopio HITACHI modelo SU8020.

3.3.2 Fabricación y caracterización de los sistemas preliminares

En la Tabla 6 se muestra la proporción de los materiales precursores de los compuestos híbridos alcalinos. Se varió la proporción del activador de 1%, 3%, 5% y 7% de silicato de sodio y metasilicato de sodio pentahidratado, mientras que, se mantuvieron constantes los porcentajes de CP y MK, 30% y 70%, respectivamente. Además, se realizaron dos muestras utilizando hidróxido de sodio y MKS. Finalmente, se obtuvieron los valores de resistencia a la compresión de las muestras para determinar el tipo de MK y el porcentaje de adición del activador que se utilizaría en el diseño de mezclas definitivo.

				Activador*		
				Metasilicato	Silicato	Hidróxido
Mezcla	CP (%)	MK (%)	l/s	de sodio	de	de sodio
				Pentahidratado	sodio	(%)
				(%)	(%)	(70)
PP1	30	70	0.35	1		
PP3	30	70	0.35	3		
PP5	30	70	0.35	5		
PP7	30	70	0.35	7		
PS1	30	70	0.35		1	
PS3	30	70	0.35		3	
PS5	30	70	0.35		5	
PS7	30	70	0.35			
PPH1.5	30	70	0.37	1		0.5
PMKS	30	70**	0.40	1		

Tabla 6. Dosificación de los sistemas preliminares.

*% Respecto al peso total de sólidos.

** Se utilizó el MK sintetizado (MKS)

3.3.3 Fabricación y caracterización de mezclas definitivas

Una vez obtenidos los resultados de resistencia a la compresión de las muestras preliminares, se llevó a cabo el diseño de mezclas definitivas (ver Tabla 7) mezclando los activadores en estado sólido y en estado líquido.

							Activac	lor*
Sistema**	CP (%)	MK (%)	l/s	Metasilicato de sodio Pentahidratado (%)	Silicato de sodio (%)			
Control	100		0.37					
PL	30	70	0.37	1				
PS	30	70	0.37	1				
SL	30	70	0.37		3			
SS	30	70	0.37		3			

Tabla 7. Dosificación de los sistemas definitivos.

*% Respecto al peso total de sólidos.

** S Mezclado del activador en sólido y L mezclado del activador en líquido.

El procedimiento de fabricación de las muestras se realizó siguiendo el siguiente método:

- a) En el caso de los activadores que se mezclaron en líquido, se disolvió el Na₂SiO₃ en agua previo a su mezclado con los materiales cementantes utilizando un agitador magnético durante 5 minutos.
- b) Luego se mezclaron los polvos precursores y la solución alcalina en estado sólido o líquido según correspondía, siguiendo la norma ASTM C305 utilizando una mezcladora tipo Hobart.
- c) Se vertieron las mezclas en dos capas en moldes de acero de dimensiones
 5 x 5 x 5 cm previamente lubricados, con base a lo establecido en la norma ASTM C31.
- d) Después de fabricar los especímenes, se cubrieron con plástico para evitar la pérdida de humedad y se dejaron reposar durante un periodo de 24 horas.
- e) Posteriormente, las muestras fueron desmoldadas de acuerdo con la norma ASTM C31. Para ello, se utilizaron paños saturados en agua para humedecer

la superficie de las muestras y se cubrieron con una película plástica y se sumergieron en agua potable para iniciar su proceso de curado.

3.3.3.1 Tiempos de fraguado

Para conocer los tiempos de fraguado inicial y final de las mezclas definitivas se utilizó el aparato de Vicat el cual incluía la aguja de 1 mm de diámetro y 50 mm de longitud. El procedimiento y cálculo de los tiempos de fraguado se obtuvo como lo indica la norma ASTM C 191.

3.3.3.2 Resistencia a la compresión

Las pruebas de resistencia a la compresión de las muestras definitivas se realizaron a los 3 y 28 días de curado utilizando una prensa hidráulica ELE International modelo 1913B0001 y una velocidad de carga de 89 Kgf/s. Los resultados de estos ensayos muestran el promedio de tres especímenes para cada período de hidratación, siguiendo la norma ASTM C109.

3.3.3.3 Difracción de rayos X y análisis termogravimétrico

Tras realizar las pruebas mecánicas en los cubos a los 28 días, se procedió a obtener una porción del núcleo de las muestras. Estas porciones fueron inmersas en alcohol isopropílico durante un periodo de 24 horas. Tras completar este intervalo de tiempo, las muestras fueron sometidas a un proceso de secado en un horno eléctrico a una temperatura constante de 50 °C, manteniéndolas allí por 24 horas.

La identificación de las fases cristalinas encontradas en los materiales precursores y los diferentes sistemas se logró utilizando DRX. Para llevar a cabo el análisis las muestras fueron molidas en un mortero de cerámica hasta obtener un polvo de consistencia fina. Los polvos se colocaron en un porta muestras para formar una pastilla, la cual fue introducida al difractómetro PANalytical modelo Empyrean para ser analizados por 8 min con un voltaje de 40kV y una corriente de 40 mA con un ángulo de 20 de 5 a 90°.

Por otro lado, se utilizó un equipo de TGA Q500 V20.13 Build 39 para medir el flujo de calor y los cambios de peso de las muestras en función de la temperatura bajo

una atmósfera de oxígeno. El análisis térmico se realizó con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min hasta 800 °C.

Las pérdidas de masa de las pastas atribuidas principalmente a los productos de hidratación de las muestras permiten identificar la influencia del activador en la hidratación de las pastas estudiadas.

3.3.3.4 Microscopia electrónica de barrido

Esta técnica de caracterización se utilizó para conocer la microestructura de las muestras mediante un microscopio electrónico de barrido marca HITACHI, modelo SU8020, utilizando electrones retrodispersados y el análisis de espectroscopía de dispersión de energía para examinar su composición. Para llevar a cabo este estudio se recuperaron muestras de las pastas ensayadas y se cubrieron con resina epóxica y endurecedor. Tras un tiempo de reposo de 24 horas, se procedió al desmolde y se dio inicio al proceso de pulido. Este proceso se llevó a cabo de manera progresiva utilizando alcohol isopropílico y lijas de diferentes granulometrías (120, 180, 240, 320, 400, 1200, 2400). La etapa final del pulido involucró un paño con pasta de diamante de 1 micra y otro de 0.5 micras, con el objetivo de alcanzar un acabado espejo. Luego, las muestras se sumergieron en un recipiente con alcohol isopropílico y se sometieron al proceso de ultrasonido, con el propósito de eliminar cualquier impureza que pudiera haber quedado como resultado del proceso de pulido. Como paso final, se optó por mejorar la conductividad para el análisis MEB mediante la aplicación de dos capas de oro. Esta última etapa se realizó con la colaboración del equipo Quorum modelo Q150R ES.

3.3.4 Fabricación y caracterización mecánica de moteros

Una vez obtenido los valores de resistencia a la compresión de las muestras definitivas, se procedió a la elaboración de un mortero empleando el procedimiento de mezclado estipulado en la norma ASTM C305. En este proceso, se incorporó arena de sílice con una capacidad de absorción de 5.4%. Basándose en el conocimiento adquirido con relación al comportamiento de las pastas se empleó una relación l/s de 0.546 para garantizar una óptima trabajabilidad del mortero

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan y analizan los resultados obtenidos de la caracterización de los materiales precursores, las pastas y los morteros fabricados. En la primera parte, se presentan los resultados de perdida por ignición y microscopía electrónica de barrido del CP, MK y MKS. En la segunda parte se presentan los resultados de resistencia a la compresión de las pastas preliminares. Posteriormente, en la tercera parte se exponen los resultados de los ensayos de tiempos de fraguado y resistencia a la compresión de las muestras definitivas, junto con los análisis de DRX, TGA y MEB-EDS. Estos análisis enriquecen la discusión sobre la hidratación y la microestructura de las pastas, así como su relación con las propiedades físicas y mecánicas de las mezclas analizadas. Por último, se presentan los resultados de resistencia a la compresión del mortero como posible aplicación del compuesto fabricado y el análisis costo-beneficio del uso de estos compuestos alternativos.

4.1 Caracterización de los materiales precursores

4.1.1 Pérdida por ignición

La Tabla 8 presenta la perdida por ignición del CP y del MK. De acuerdo con la norma ASTM C311, estos materiales son apropiados para utilizarse como cementante en la elaboración de pastas y morteros.

Tabla 8. Perdida por ignición de los materiales precursores.

Prueba/material	СР	MK
LOI (%)	3	0.5

4.1.2 Microscopía electrónica de barrido

La Figura 5 presenta la micrografía del CP donde se detalla la morfología de este. Se destaca un tamaño de partícula que varía de 10 a 50 micras, acompañado de una estructura de contornos irregulares y granulares.



Figura 5. Micrografía MEB del CP

En la Figura 6 se presenta la micrografía MEB del MK comercial, la cual presenta una morfología angular con partículas que varían de 2 a 45 micras. Diversos estudios (Karim et al., 2010) han señalado que el MK al presentar tamaños de partícula finos incrementa la resistencia a la compresión, debido a su mayor área superficial. Sin embargo, en ciertos casos, esto podría afectar negativamente la trabajabilidad de las mezclas, ya que su forma irregular puede requerir mayor cantidad de agua. La ficha técnica de este material indica que más del 94% de las partículas, tiene un tamaño de partícula menor a 45 micras. Esta característica contribuye significativamente a mejorar la resistencia a la compresión en etapas tempranas, gracias a su área superficial.

Por otro lado, la Figura 7 muestra la micrografía MEB del MKS, donde se observan partículas irregulares y circulares, con un tamaño de partícula que varía entre 5-75 micras.



Figura 6. Morfología del MK.



Figura 7. Morfología del MKS.

4.2 Caracterización mecánica de los sistemas preliminares

En la Figura 8 se presentan los resultados de resistencia a la compresión de los sistemas preliminares a los 7 y 28 días de curado. Todos los sistemas preliminares se elaboraron con 30% CP, 70% MK y variaciones de los activadores alcalinos en porcentajes de 1, 3, 5 y 7. Los resultados se obtuvieron por medio del promedio de tres muestras de cada mezcla. De acuerdo con estos resultados, los valores de resistencia a la compresión aumentaron en todos los sistemas estudiados de los 7 a los 28 días de curado. La pasta híbrida activada con 3% de silicato de sodio en sólido alcanzó los valores más altos de resistencia a la compresión a los 7 días de curado, seguida de la pasta activada con 1% de metasilicato de sodio pentahidratado. Por otro lado, la pasta activada con 1% de metasilicato de sodio pentahidratado obtuvo los valores de resistencia a la compresión más altos a los 28 días de curado. En consecuencia, ambos porcentajes de activador fueron utilizados en la fabricación de las mezclas definitivas.



Figura 8. Resistencia a la compresión de los sistemas preliminares

4.3 Caracterización de los sistemas definitivos

4.3.1 Tiempos de fraguado

En la Tabla 9 se presentan los tiempos de fraguado iniciales y finales de las muestras definitivas. En lo que respecta a los sistemas que incluyen activadores alcalinos, estas mezclas presentaron tiempos de fraguado inicial y final significativamente más rápidos en contraste con el sistema control. Lo anterior, se puede atribuir al alto porcentaje de reemplazo del CP por MK.

Es importante destacar que esta relación entre la sustitución de MK y el comportamiento de fraguado es congruente con las investigaciones previas y apoya la comprensión de los resultados dentro del marco más amplio de la literatura científica (Jafari et al, 2021). Además, se sabe que los cementos activados alcalinamente presentan tiempos de fraguados significativamente más cortos que los obtenidos con un cemento compuesto. Lo anterior se atribuye a la rápida hidratación de las partículas de MK que reaccionaron con el ambiente alcalino propiciado por la adición de los activadores.

Además, se pudo notar que el sistema PS exhibió un tiempo de fraguado final notablemente más prolongado en contraposición al sistema PL. Esta tendencia contrasta con los sistemas SL y SS, los cuales mostraron intervalos de tiempo de fraguado cercanos entre sí.

Sistema	Activador	Tiempo de fraguado en minutos		
		Inicial	Final	
Control	Sin activador	180	310	
PL	Pentasil	44	96	
PS	Pentasil	34	124	
SL	Silicato de sodio	37	88	
SS	Silicato de sodio	40	82	

Tabla 9. Tiempos de fraguado de los sistemas definitivos.

4.3.2 Resistencia a la compresión de pastas y morteros

En la Figura 9 se muestran los resultados de resistencia a la compresión obtenida en la pasta de CP y las pastas híbridos a los 3 y 28 días de curado. Los resultados mostraron que los sistemas híbridos alcanzaron valores de resistencia a la compresión a edades tempranas de hasta 24 MPa, mientras que el sistema de control obtuvo valores de 31.52 MPa. Este último incremento su resistencia a los 28 días en un 143%. Mientras que los sistemas híbridos obtuvieron valores similares o incluso ligeramente inferiores a los alcanzados a edades tempranas. Lo anterior se puede deber a que el ambiente alcalino atribuido al silicato de sodio puede modificar las fases hidratadas de estos compuestos e incluso inhibir la formación de estos. A pesar de esto, se observa que los sistemas que utilizaron metasilicato de sodio pentahidratado mezclado en líquido o en sólido obtuvieron mejores resultados en términos de resistencia a la compresión.



Figura 9. Resistencia a la compresión de los sistemas definitivos

Como se ha mencionado, el comportamiento puzolánico de los distintos MCS depende de diversos factores, entre los cuales se pueden mencionar el tamaño y la forma de las partículas (Isaia et al., 2003; Gopalan, M. K., 1993; Mansour & Al Biajawi, 2022; Wild et al., 1996). Estos aspectos pueden mejorar la capacidad de reacción, lo que conduce a la formación de una estructura más compacta en la matriz. Además, las partículas finas pueden operar como centros nucleación, promoviendo las reacciones de hidratación y desempeñando el papel de relleno en los poros. Esto contribuye a mejorar la densidad de la matriz y, por consiguiente, mejora la resistencia a la compresión. No obstante, se debe considerar el impacto en la maleabilidad que puede ser ocasionado por las partículas de tamaño extremadamente reducido.

La reducción de la resistencia a la compresión al incorporar un alto contenido de MK puede ser explicada mediante el fenómeno denominado dilución del clínker, en el cual se reduce la cantidad de CP y se afectan los materiales potenciales cementantes (Aqel et al, 2016; Ouldkhaoua et al., 2020). En consecuencia, el MK puede mejorar la resistencia del concreto debido al efecto de relleno y la reacción puzolánica, pero más allá de cierto nivel de reemplazo, esta resistencia disminuye debido al efecto de dilución. Otro factor importante que considerar es la capacidad del activador alcalino para hacer reaccionar al MK, lo cual se asocia a la habilidad del activador en disolverse en el agua de mezclado y así reaccionar de una manera adecuada (Barboza-Chavez et al., 2020b). Sin embargo, este puede resultar perjudicial en la hidratación de las partículas del CP.

Por otro lado, los valores de resistencia a la compresión de morteros mostraron un incremento de los 7 a los 28 días de curado tanto en el sistema control como en el sistema híbrido. A pesar de que los valores de resistencia a la compresión de los

sistemas híbridos fueron menores a los obtenidos en el mortero control, se obtuvieron valores de hasta 12 MPa, que de acuerdo con la norma ASTM C 270, se clasificarían según su uso como tipo N y O, por lo que podrían utilizarse en aplicaciones generales de albañilería y en mampostería no estructural (Ver Tabla





Figura 10. Resistencia a la compresión de los morteros en MPa.

Tabla 10.Tipos de morterc	según la norma	ASTM C270.
---------------------------	----------------	------------

Mortero	Resistencia min. 28 días (MPa)	Usos	
Tipo N	5.20	Aplicaciones generales de albañilería, como muros interiores, tabiques.	
Tipo O	2.40	Mampostería no estructural y revestimiento.	

4.3.3 Difracción de Rayos X

La Figura 11 presenta los patrones de DRX de las pastas híbridas a los 28 días de curado. En la Tabla 11 se detallan sus fórmulas químicas y códigos de referencia.



Figura 11. Patrón de difracción de rayos X de los sistemas definitivos.

Formula química	Nombre	Código de referencia	
Ca ₃ SiO ₅	Alita	00-014-0693	
SiO ₂	Cuarzo	01-078-1252	
Ca ₆ Al ₂ (SO ₄) ₃ (OH) ₁₂ ·26H ₂ O	Etringita	00-031-0251	
CaCO ₃	Calcita	01-086-2334	

Tabla 11. Fases presentes en los patrones de DRX.

Todos los sistemas analizados presentaron las siguientes fases: alita (a), cuarzo (Q), etringita (E) y calcita (C). La alita y el cuarzo son las principales fases anhidras del CP y del MK, respectivamente. Mientras que, la presencia de etringita en los sistemas puede vincularse a dos factores (Glasser et al., 1999): las reacciones de hidratación del CP y la acción puzolánica del MK que consume el CH, modificando la composición de la solución acuosa y dando lugar a la formación de etringita.

No obstante, en el caso de cementos activados alcalinamente (Lee et al., 2003; Shi & Day, 2000; Z. Wu & T. Naik, 2003), se ha indicado que debido a la habilidad de la etringita para aumentar su tamaño hasta en un 160%, podría generarse un efecto favorable al densificar la matriz y elevar así la resistencia a la compresión (RC). Esto ocurre solamente si la etringita no se descompone con el transcurso del tiempo. Lo anterior podría explicar la disminución de los valores de resistencia a la compresión de las pastas híbridas a los 28 días de curado.

4.3.4 Análisis termogravimétrico

En la Figura 12 se observan las curvas termogravimétricas de la pasta control y de las pastas híbridas alcalinas mezcladas en sólido (PS y SS) y en líquido (PL y SL), las cuales presentan la pérdida de masa de las pastas estudiadas a los 28 días de curado.



Figura 12. TGA de los sistemas híbridos y de la mezcla control.

La pérdida de masa de las pastas de los 40 a los 600 °C se puede atribuir a la humedad contenida en las muestras, así como al agua molecular presente en los productos hidratados de estas. En el caso de las pastas híbridas alcalinas, la pérdida de masa se puede asociar a las fases, N-A-S-H, C-A-S-H, (N,C)-A-S-H y etringita, mientras que en la pasta control, se pueden asociar principalmente al C-S-H y al CH, éste último se puede observar alrededor de los 450 °C, el cual corresponde a su deshidroxilación, tal como lo indican otras investigaciones (du Toit et al., 2022). Por último, en las curvas termogravimétricas de las pastas híbridas alcalinas, de los 600 °C a los 710 °C, se presenta una pérdida de masa relacionada principalmente con la descarbonatación de la calcita, mientras que para la pasta control, esta pérdida se presenta hasta los 780 °C (K. Scrivener et al., 2016). La notable ausencia de la pérdida de masa del CH en las curvas termogravimétricas de las pastas híbridas se puede relacionar con los resultados obtenidos en los patrones de difracción de rayos X. Lo cual sugiere, que la adición de silicato de sodio inhibe la formación de los productos de hidratación del CP, principalmente del CH, lo cual también se ve reflejado en los resultados de resistencia a la compresión.

4.3.5 Microscopía electrónica de barrido

Las Figuras 13-24 muestran las micrografías SEM y el análisis EDS a los 28 días de curado de las pastas híbridas estudiadas. En todas las micrografías, se pudo identificar la presencia de partículas anhidras del CP y el MK. Al enfocarse en las áreas cercanas a las partículas de MK, se pudo notar una mayor concentración de óxidos tales como SiO₂ y Al₂O₃, acompañada de una menor proporción de CaO. Este conjunto de características se asocia a la formación de un gel tipo N-A-S-H. Por contraste, en las regiones cercanas a las partículas de CP sin reaccionar, el análisis mostró la presencia de Ca, Si y Al, elementos que la literatura ha vinculado al gel C-A-S-H (Wianglor et al., 2017).

La matriz presente en las muestras se muestra heterogénea caracterizada por la presencia de fases anhidras e hidratadas, así como con la presencia de microporos. Lo anterior se puede correlacionar con los resultados obtenidos en los patrones de

DRX y los valores de resistencia a la compresión a los 28 días de curado. Finalmente, se presenta un análisis EDS de algunas áreas de cada sistema, con el fin de determinar el posible gel dominante en cada uno.

Las fases anhidras del CP y el MK se pueden identificar por la forma y tamaño, así como con el color gris más claro en el caso del CP y con el análisis EDS el cual muestra loa presencia de Ca, O y Si, principalmente. Mientras que las partículas de MK presentan en el análisis EDS mayor presencia de Si, Al y O.

El análisis por EDS para el sistema SL (Figura 13) mostró la existencia de una estructura poco compacta, con la formación evidente de poros, lo que respalda las limitadas resistencias mecánicas obtenidas. La predominancia en la formación de gel de hidratación se atribuye al tipo de gel (N,C)-A-S-H. Las relaciones entre óxidos mostraron resultados de CaO/SiO₂= 0.96 y Al₂O₃ / SiO₂ = 0.39, tomando en cuenta los valores en la Tabla 9 de los óxidos principales, lo cual es parecido a lo que han expresado por diversos autores para este gel 0.0 < CaO/SiO₂ < 0.3 y 0.05 < Al₂O₃ / SiO₂ < 0.43 (García-Lodeiro et al., 2013).

De igual manera al analizar el EDS de las Figuras 14-15 para así conocer la composición química promedio del material en términos de la proporción de los átomos de los elementos presentes en la muestra (Georget et al., 2023), se pudieron observar valores altos de O, Si y Al, por lo que se atribuye a una partícula de MK sin reaccionar, ya que esos son los compuestos principales del material. También observando su morfología coincide con la forma irregular observada en el MEB del material precursor.



Figura 13. Micrografía SEM-EDS del sistema SL



Figura 14. Análisis EDS del sistema SL área 1.



Figura 15. Análisis EDS del sistema SL de la partícula de MK.

La Figura 16-18 corresponden a la micrografía SEM y a los análisis EDS del sistema SS. En la primer área, de acuerdo con los elementos presentes se puede asociar a los geles (N,C)-A-S-H y el C-A-S-H, este último se atribuye a altas cantidades de Si, Ca y Al presentes. La Tabla 12 presenta los óxidos principales en las áreas del sistema SS CaO/SiO₂= 0.79 y Al₂O₃ / SiO₂ = 0.13, para el área 1 y CaO/SiO₂= 0.20 y Al₂O₃ / SiO₂ = 0.05 para el área 2, las cuales se encuentran en los intervalos propuestos por la literatura 0.0 < CaO/SiO₂ < 0.3 y 0.05 < Al₂O₃ / SiO₂ < 0.43 para el (N,C)-A-S-H y 0.72 < CaO/SiO₂ < 1.9 y 0.0 < Al₂O₃ / SiO₂ < 0.07 para C-A-S-H (García-Lodeiro et al., 2013).



Figura 16. Micrografía por EDS del Sistema SS.



Figura 17. Análisis EDS del sistema SS área 1.



Figura 18. Análisis EDS del sistema SS área 2.

Área	Fase	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	Na ₂ O
1	C-A-S-H y (N,C)-A-S-H	15.6	18.8	2.3	0.1
2	C-A-S-H	33.8	10.4	2.0	0.0

Tabla 12. Pesos atómicos en % y óxidos principales en SS.

Las Figura 19-21 presentan la micrografía y los análisis EDS del sistema PS, el cual muestra una matriz heterogénea compuesta principalmente por la combinación de partículas anhidras de CP y MK, así como de productos de hidratación N-A-S-H y C-A-S-H. Las partículas de CP se pudieron identificar en regiones de color grisclaro; mientras que las partículas de MK son asociadas a regiones grisáceas oscuras de forma angular e irregular y regiones de color negro asociadas con microporos. Los elementos principales presentes en el área 1 son O, Ca, Si y Al, mismos que se pueden atribuir a los geles C-A-S-H y (N,C)-A-S-H. En el caso de los elementos presentes en el área 2, se observa la presencia de un alto contenido de Si, atribuido principalmente al cuarzo presente en las partículas de MK.



Figura 19. Micrografía SEM del sistema PS.



Figura 20. Análisis EDS del sistema PS área 1.



Figura 21. Análisis EDS del Sistema PS área 2.

Por último, se muestran las Figuras 22-24 correspondientes a la micrografía SEM y los análisis EDS de las áreas presentes en el sistema PL. La Tabla 13 muestra los pesos atómicos de los elementos y sus óxidos principales presentes en las áreas analizadas. Tomando en cuenta que la relación $0.72 < CaO/SiO_2 < 1.9$ se cumple con el valor de CaO/SiO₂=0.97 y la relación Al₂O₃ / SiO₂=0.19, cumple los valores de 0.05 < CaO/SiO₂ < 0.43 para (N,C)-A-S-H.

La matriz se muestra compacta y ligeramente menos porosa, con respecto a las anteriores, lo cual coincide con los resultados obtenidos en los ensayos de resistencia a la compresión y la pérdida de masa obtenida en los análisis de TGA.



Figura 22. Micrografía SEM del Sistema PL



Figura 23. Análisis EDS del sistema PL Área 1.



Figura 24. Análisis EDS del sistema PL Área 2.

Tabla 13. Pesos atómicos en % y óxidos principales de PL.

Área	Fase	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	Na ₂ O
1	(N,C)-A-S-H	45.90	44.54	8.63	0.93
2	C-A-S-H	40.77	47.78	10.80	0.64

Las características principales que se observaron en los sistemas fueron: a) partículas de CP b) partículas de MK sin hidratar, c) microfisuras y porosidad. Cuando se comparan las figuras se notó una matriz más densa en el sistema PL, lo cual es indicativo que el activador añadido en liquido mejoro las propiedades, también es posible apreciar una porosidad menor, que se relaciona a una resistencia a la compresión mayor entre los 4 sistemas.

Los resultados de EDS demostraron que las matrices de los sistemas híbridos estaban principalmente compuestas por: Ca, Al, Na y Si, Na, lo que sugiere que la matriz contiene dos tipos de geles: a) C-A-S-H, y b) N-A-S-H o la combinación de estos, (N,C)-A-S-H. Estos productos de hidratación son los que han sido reportados previamente en este tipo de compuestos (Wianglor et al., 2017). De igual manera con el análisis EDS se analizaron áreas compuestas principalmente por Si y Al, lo cual se asocia a partículas de MK sin hidratar. Los bajos resultados de resistencias a la compresión de los sistemas híbridos en comparación al sistema control, están relacionadas a las matrices heterogéneas con partículas sin hidratar observadas en las micrografías.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

De acuerdo con los resultados presentados, se propone que las pastas y morteros con sustituciones de hasta un 70% de CP, por MK y la adición de 1% de metasilicato de sodio pentahidratado, proporcionan las condiciones técnicas necesarias para la fabricación de morteros más amigables con el medioambiente en comparación al mortero tradicional.

Otras conclusiones obtenidas de esta investigación son las siguientes:

- Los tiempos de fraguado inicial y final de las pastas híbridas alcalinas fueron significativamente más cortos en comparación con la pasta control. La diferencia de 145 minutos en el tiempo de fraguado inicial y de 214 minutos en el tiempo de fraguado final indica claramente el efecto del silicato de sodio en la pérdida de la consistencia de las pastas.
- La presencia de una solución altamente alcalina puede interferir con la hidratación normal de los silicatos y aluminatos cálcicos del CP, resultando en una mayor cantidad de partículas anhidras y en la formación preferencial de CaCO₃ y etringita en lugar de CH, provocando menores resistencias mecánicas en comparación con las de un concreto tradicional.
- La incorporación del activador en forma sólida ya sea combinada con los materiales cementantes o en estado líquido junto con el agua de mezcla, no demostró tener un efecto significativo en los resultados de los tiempos de fraguado y la resistencia a la compresión. Tampoco se encontraron diferencias importantes en la microestructura de las pastas. Por consiguiente, su utilización en forma sólida podría facilitar su aplicación sin comprometer adversamente su rendimiento.
- A pesar de que los resultados de resistencia a la compresión de los morteros híbridos alcalinos resultaron menores a los de un mortero convencional, este tipo de mortero que es más amigable con el planeta cumple con las características mecánicas para su uso en la industria de la construcción en aplicaciones generales de albañilería.

5.2 Recomendaciones

- Para mejorar los resultados de este estudio se recomienda encontrar un aditivo superplastificante que reduzca la relación agua cemento y que al mismo tiempo mejore la consistencia de las muestras, con el fin de tener pastas y morteros más compactos, menos porosos y más resistentes. Así como utilizar algún método de vibrado.
- En el caso de la efectividad del activador, esta podría mejorarse siempre y cuando este sea disuelto por completo en la mezcla, por lo que se requiere un mayor tiempo de mezclado con el agua para garantizar la disolución de este.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ali, M. B., Saidur, R., & Hossain, M. S. (2011). A review on emission analysis in cement industries. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 15, Issue 5, pp. 2252–2261). https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.014
- Ambroise, J., Maximilien, S., & Pera, J. (1994). Properties of metakaolin blended cements. *Advanced Cement Based Materials*.
- Aqel, M., & Panesar, D. K. (2016). Hydration kinetics and compressive strength of steam-cured cement pastes and mortars containing limestone filler. *Construction and Building Materials*, *113*, 359–368. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.031
- Aranda, M. A. G., Cuesta, A., De la Torre, A. G., Santacruz, I., & León-Reina, L. (2017). 2. Diffraction and crystallography applied to hydrating cements. In *Cementitious Materials* (pp. 31–60). De Gruyter. https://doi.org/10.1515/9783110473728-003
- Arnoult, M., Perronnet, M., Autef, A., & Rossignol, S. (2018). How to control the geopolymer setting time with the alkaline silicate solution. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 495, 59–66. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.02.036
- Barboza-Chavez, A. C., Gómez-Zamorano, L. Y., & Acevedo-Dávila, J. L. (2020a). Synthesis and Characterization of a Hybrid Cement Based on Fly Ash, Metakaolin and Portland Cement Clinker. *Materials*, *13*(5), 1084. https://doi.org/10.3390/ma13051084
- Barboza-Chavez, A. C., Gómez-Zamorano, L. Y., & Acevedo-Dávila, J. L. (2020b). Synthesis and characterization of a hybrid cement based on fly ash, metakaolin and portland cement clinker. *Materials*, *13*(5). https://doi.org/10.3390/ma13051084
- Barrionuevo C., Y. M. (2019). Evaluación de la degradación de plásticos biodegradables y convencionales distribuidos en las principales cadenas de supermercados de la ciudad de Arequipa.
- Benhelal, E., Zahedi, G., Shamsaei, E., & Bahadori, A. (2013). Global strategies and potentials to curb CO2 emissions in cement industry. In *Journal of Cleaner Production* (Vol. 51, pp. 142–161). Elsevier Ltd. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.10.049
- Bojórque, I., Acevedo, J., & Valera, R. (2007). Microscopía electrónica para el estudio del Na2Si0(4) en la durabilidad de un compuesto a base de cemento portlánd y refuerzo de caoba. *Revista Ingeniería de Construcción*, 22(3). https://doi.org/10.4067/S0718-50732007000300003

- Bouzon O., N. (2015). ACTIVADORES ALCALINOS ALTERNATIVOS A PARTIR DE LA CENIZA DE CÁSCARA DE ARROZ PARA LA PREPARACIÓN DE GEOPOLÍMEROS [Universitat Politècnica de València]. https://doi.org/10.4995/Thesis/10251/54126
- Cardoso da Silva, M. R., Malacarne, C. S., Longhi, M. A., & Kirchheim, A. P. (2021). Valorization of kaolin mining waste from the Amazon region (Brazil) for the low-carbon cement production. *Case Studies in Construction Materials*, 15. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00756
- Carrasco T., M. (2015). REUTILIZACIÓN DE RESIDUOS VÍTREOS URBANOS E INDUSTRIALES EN LA FABRICACIÓN DE CEMENTOS ALCALINOS. ACTIVACIÓN, COMPORTAMIENTO Y DURABILIDAD.
- Cristelo, N., Garcia-Lodeiro, I., Rivera, J. F., Miranda, T., Palomo, Á., Coelho, J., & Fernández-Jiménez, A. (2021). One-part hybrid cements from fly ash and electric arc furnace slag activated by sodium sulphate or sodium chloride. *Journal of Building Engineering*, *44*. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2021.103298
- De la Torre, Á. G., Santacruz, I., León-Reina, L., Cuesta, A., & Aranda, M. A. G. (2017). 1. Diffraction and crystallography applied to anhydrous cements. In *Cementitious Materials* (pp. 3–30). De Gruyter. https://doi.org/10.1515/9783110473728-002
- Escalante, J. I. (n.d.). Materiales alternativos al cemento Pórtland (Vol. 21).
- Escalante, J. I. (1996). The effect of temperature on the hydration of portland cement and composite cement pastes. University of Sheffield.
- García -Lodeiro, I., Maltseva, O., Palomo, A., & Fernández-Jiménez, A. (2012). HYBRID ALKALINE CEMENTS: PART I. FUNDAMENTALS. *Revista Română* de Materiale / Romanian Journal of Materials, 4, 330–335. https://www.researchgate.net/publication/285788921
- Garcia-Lodeiro, I., Boudissa, N., Fernandez-Jimenez, A., & Palomo, A. (2018). Use of clays in alkaline hybrid cement preparation. The role of bentonites. *Materials Letters*, 233, 134–137. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.08.098
- García-Lodeiro, I., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, A. (2013). Variation in hybrid cements over time. Alkaline activation of fly ash-portland cement blends. *Cement and Concrete Research*, *52*, 112–122. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.03.022
- García-Lodeiro, I., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, A. (2015). Cementos híbridos de bajo impacto ambiental: Reducción del factor clinker. *Revista ALCONPAT*, *5*(1), 1–17. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2007-68352015000100002&Ing=es&nrm=iso&tIng=es

- García-Maté, M., Santacruz, I., De La Torre, Á. G., León-Reina, L., & Aranda, M. A. G. (2012). Rheological and hydration characterization of calcium sulfoaluminate cement pastes. *Cement and Concrete Composites*, 34(5), 684–691. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.01.008
- Gartner, E. M., Young, J. F., Damidot, D. A., & Jawed, I. (2001). *Hydration of Portland Cement*. https://www.researchgate.net/publication/260425875
- Georget, F., Schmatz, J., Wellmann, E., & Matschei, T. (2023). A critical catalogue of SEM-EDS multispectral maps analysis methods and their application to hydrated cementitious materials. *Journal of Microscopy*. https://doi.org/10.1111/jmi.13245
- Glasser, F. P., Kindness, A., & Stronach, S. A. (1999). Stability and solubility relationships in AFm phases. *Cement and Concrete Research*, *29*(6), 861–866. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00055-1
- Gupta, M., Yadav, A., & Yadav, S. (2022). Experimental investigation on mechanical property of concrete with the hybrid supplementary cementitious material. *Materials Today: Proceedings*. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.377
- Gutiérrez E., M. T. (2015). INVENTARIO DE EMISIONES DE GASES DE EFECTO INVERNADERO DEL SECTOR INDUSTRIAL DE SAN LUIS POTOSÍ: PROYECCIÓN AL 2020 Y PROPUESTA DE MITIGACIÓN.
- Hossain, M. M., Karim, M. R., Hasan, M., Hossain, M. K., & Zain, M. F. M. (2016). Durability of mortar and concrete made up of pozzolans as a partial replacement of cement: A review. In *Construction and Building Materials* (Vol. 116, pp. 128–140). Elsevier Ltd. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.147
- Isaia, G. C., Gastaldini, A. L. G., & Moraes, R. (2003). Physical and pozzolanic action of mineral additions on the mechanical strength of high-performance concrete. *Cement and Concrete Composites*, 25(1), 69–76. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(01)00057-9
- Jackson, P. J. (1998). Portland Cement: Classification and Manufacture. In *Lea's Chemistry of Cement and Concrete* (pp. 25–94). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-075066256-7/50014-X
- Jafari, K., & Rajabipour, F. (2021). Performance of Impure Calcined Clay as a Pozzolan in Concrete. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2675(2), 98–107. https://doi.org/10.1177/0361198120953140
- Juenger, M. C. G., Snellings, R., & Bernal, S. A. (2019). Supplementary cementitious materials: New sources, characterization, and performance

insights. In *Cement and Concrete Research* (Vol. 122, pp. 257–273). Elsevier Ltd. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.05.008

- Justice, J. M., Kennison, L. H., Mohr, B. J., Beckwith, S. L., McCormick, L. E., Wiggins, B., Zhang, Z. Z., & Kurtis, K. E. (2005). Comparison of Two Metakaolins and a Silica Fume Used as Supplementary Cementitious Materials. https://www.researchgate.net/publication/237619177
- Karatas, M., Dener, M., Mohabbi, M., & Benli, A. (2019). A study on the compressive strength and microstructure characteristic of alkali-activated metakaolin cement. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 24(4). https://doi.org/10.1590/s1517-707620190004.0832
- Karim, B., Malika Mansour, S., Tahar Abadlia, M., Bekkour, K., & Messaoudene, I. (2010). Improvement of Rheological behaviour of Cement Pastes by Incorporating Metakaolin. In *European Journal of Scientific Research* (Vol. 42, Issue 3). http://www.eurojournals.com/ejsr.htm
- Kosmatka, S. H., Kerkhoff, B., Panarese, W., & Tanesi, J. (2004). *Diseño y control de mezclas de concreto*. Portland Cement Association.
- Kosmatka, S., Panarese, W., Kerkhoff, B., & Tanesi, J. (2002). *Diseño y control de mezclas de concreto* (60077th–1083rd ed., Vol. 5420).
- Kretzer, M. B., Effting, C., Schwaab, S., & Schackow, A. (2021). Hybrid geopolymer-cement coating mortar optimized based on metakaolin, fly ash, and granulated blast furnace slag. *Cleaner Engineering and Technology*, *4*, 100153. https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100153
- Lee, C. Y., Lee, H. K., & Lee, K. M. (2003). Strength and microstructural characteristics of chemically activated fly ash–cement systems. *Cement and Concrete Research*, *33*(3), 425–431. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00973-0
- Llano G., E. A. (2017). Síntesis y caracterización de cementos activados alcalinamente base metacaolín/escoria granulada de alto horno con adiciones de nanopartículas de TiO₂.
- Gopalan, M.K. (1993). Nucleation and Pozzolanic Factors in Strength Development of Class Fly Ash Concrete. *ACI Materials Journal*, *90*(2). https://doi.org/10.14359/4005

Mansour, A. M., & Al Biajawi, M. I. (2022). The effect of the addition of metakaolin on the fresh and hardened properties of blended cement products: A review. *Materials Today: Proceedings*, 66, 2811–2817. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.06.521 MILLÁN C., G. (2019). Fabricación de cementantes híbridos mediante la activación alcalina de ceniza volante-opc-caliza. Universidad Autónoma de Nuevo León.

- Mousavinejad, S. H. G., & Gashti, M. F. (2021). Effects of alkaline solution/binder and Na2SiO3/NaOH ratios on fracture properties and ductility of ambientcured GGBFS based heavyweight geopolymer concrete. *Structures*, *32*, 2118–2129. https://doi.org/10.1016/j.istruc.2021.04.008
- Muñoz C., J. F. (2018). Conformado de piezas cerámicas del sistema óxido de Zinc (zno) con ceria (ceo 2) a utilizar como filtro de contaminantes atmosféricos primarios procedentes de los procesos de combustión de fuentes móviles.
- Norma Mexicana NMX-C-414-ONNCCE-1999. (n.d.). Características de los Materiales". Parte 2. Materiales para Estructuras. Título 02. Materiales para Concreto Hidráulico. Cap. 001 Calidad del Cemento Portland. Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación. Industria de la Construcción.
- Otero R., L. (2021). Estudio de cementos híbridos mediante sustitución deresiduos industriales, en presencia de los cementosportland ysulfoaluminoso.
- Ouellet-Plamondon, C., Scherb, S., Köberl, M., & Thienel, K. C. (2020). Acceleration of cement blended with calcined clays. *Construction and Building Materials*, 245. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118439
- Ouldkhaoua, Y., Benabed, B., Abousnina, R., Kadri, E.-H., & Khatib, J. (2020). Effect of using metakaolin as supplementary cementitious material and recycled CRT funnel glass as fine aggregate on the durability of green selfcompacting concrete. *Construction and Building Materials*, *235*, 117802. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117802
- Park, S., Moges, K. A., Wu, S., & Pyo, S. (2022). Characteristics of hybrid alkaline cement composites with high cement content: flash set and high compressive strength. *Journal of Materials Research and Technology*, *17*, 1582–1597. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.105
- Park, S., Park, S., Park, S., & Pyo, S. (2022a). Thermodynamic modeling and mechanical properties of hybrid alkaline cement composites. *Construction and Building Materials*, *322*. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126381
- Park, S., Park, S., Park, S., & Pyo, S. (2022b). Thermodynamic modeling and mechanical properties of hybrid alkaline cement composites. *Construction and Building Materials*, 322. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126381
- Qu, B., Martin, A., Pastor, J. Y., Palomo, A., & Fernández-Jiménez, A. (2016). Characterisation of pre-industrial hybrid cement and effect of pre-curing

temperature. *Cement and Concrete Composites*, 73, 281–288. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.07.019

- Rashad, A. M. (2013). Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition-A comprehensive overview. In *Construction and Building Materials* (Vol. 41, pp. 303–318). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.12.001
- Restrepo G., J., Restrepo B, O., & Tobón, J. I. (2006). *Effects of the Addition of Metakaolin in Portland Cement*. https://www.researchgate.net/publication/260770587
- Sanchez H., M. J. (2017). La activación alcalina como procedimiento para el desarrollo de nuevos cementos belíticos.
- Sanjuán Barbudo, M. Á., & Chinchón Yepes, S. (2014). *Introducción a la fabricación y normalización del cemento portland*. Universidad de Alicante. Departamento de Construcciones Arquitectónicas.
- Scrivener, K. L. (2004). Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), 935–945. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.02.029
- Scrivener, K. L., John, V. M., & Gartner, E. M. (2018). Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry. *Cement and Concrete Research*, 114, 2–26. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015
- Scrivener, K. L., & Nonat, A. (2011). Hydration of cementitious materials, present and future. *Cement and Concrete Research*, *41*(7), 651–665. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.026
- Segura Sierpe, Y. P. (2016). *Reutilización de residuos de construcción en la fabricación de conglomerantes de activación alcalina.* [Universitat Politècnica de València]. https://doi.org/10.4995/Thesis/10251/67271
- Shi, C., & Day, R. L. (2000). Pozzolanic reaction in the presence of chemical activators. *Cement and Concrete Research*, 30(4), 607–613. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00214-3

Siddique, R. (2008). Waste Materials and By-Products in Concrete. springer.

Siddique, R., & Bennacer, R. (2012). Use of iron and steel industry by-product (GGBS) in cement paste and mortar. *Resources, Conservation and Recycling*, 69, 29–34. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.09.002

- Skibsted, J., & Snellings, R. (2019). Reactivity of supplementary cementitious materials (SCMs) in cement blends. In *Cement and Concrete Research* (Vol. 124). Elsevier Ltd. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105799
- Snellings, R., Mertens, G., & Elsen, J. (2012). Supplementary Cementitious Materials. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 74(1), 211–278. https://doi.org/10.2138/rmg.2012.74.6
- Taylor, H. F. W. (1997). Cement chemistry. T. Telford.
- Torres Castellanos, N. (2014). Estudio en estado fresco y endurecido de concretos Adicionados con catalizador de craqueo catalítico Usado (FCC).
- Torres Castro, M. & P. F. (2017). La activación alcalina de diferentes aluminosilicatos como una alternativa al Cemento Portland: cementos activados alcalinamente o geopolímeros. *Revista Ingenieria de Construccion RIC*, 32(2).
- Walter E. D., Jr. (1974). Determination of Carbonate and Organic Matter in Calcareous Sediments and Sedimentary Rocks by Loss on Ignition: Comparison With Other Methods. SEPM Journal of Sedimentary Research, Vol. 44. https://doi.org/10.1306/74D729D2-2B21-11D7-8648000102C1865D
- Wianglor, K., Sinthupinyo, S., Piyaworapaiboon, M., & Chaipanich, A. (2017). Effect of alkali-activated metakaolin cement on compressive strength of mortars. *Applied Clay Science*, 141, 272–279. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.01.025
- Wild, S., Khatib, J. M., & Jones, A. (1996). Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete. *Cement and Concrete Research*, 26(10), 1537–1544. https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00148-2
- Winnefeld, F., & Barlag, S. (2010). Calorimetric and thermogravimetric study on the influence of calcium sulfate on the hydration of ye'elimite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 101(3), 949–957. https://doi.org/10.1007/s10973-009-0582-6
- Xue, L., Zhang, Z., Liu, H., Jiang, Y., & Wang, H. (2022). Drying shrinkage behavior of hybrid alkali activated cement (HAAC) mortars. *Construction and Building Materials*, 316. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126068
- Z. Wu, & T. Naik. (2003). Chemically Activated Blended Cements. ACI Materials Journal, 100(5). https://doi.org/10.14359/12820
- Zhang, J., Liu, G., Chen, B., Song, D., Qi, J., & Liu, X. (2014). Analysis of CO2 Emission for the cement manufacturing with alternative raw materials: A LCA-

based framework. *Energy Procedia*, *61*, 2541–2545. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2014.12.041