



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS
DEPARTAMENTO DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

**MODIFICACIÓN DE PROPIEDADES EN MORTEROS DE CEMENTO
PORTLAND POR ADICIÓN DE HIDROXI-POLI-INDOL**

**TESIS
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN NANOTECNOLOGÍA**

**PRESENTAN:
JOSÉ ERNESTO DOMÍNGUEZ HERRERA
JUAN CARLOS NUÑEZ DORANTES**

**DIRECTORAS:
DRA. DELIA CRISTINA ALTAMIRANO JUÁREZ
DRA. HILDA ESPERANZA ESPARZA PONCE**

**CO-DIRECTOR:
DR. EFRAÍN RUBIO ROSAS**

CHIHUAHUA, CHIHUAHUA.

JUNIO, 2016

RESUMEN

La nanotecnología es una disciplina transversal que se aplica en todas las áreas productivas, aportando los beneficios de los nano-objetos en sectores importantes de la economía, como lo es el área de la construcción. El proyecto consistió en estudiar la evolución morfológica y microestructural de las fases cementantes por la dispersión nanométrica de hidroxipoliindol (HPI) en mezclas de morteros de cemento Portland y su influencia en el desarrollo de las propiedades mecánicas.

Se analizó el comportamiento de la adición de 0.8, 1.6, 2.4, 3.2 y 4% de HPI en morteros de cemento portland ordinario con relaciones agua/cemento 1, 0.8, 0.6 y 0.4. Los morteros resultantes se ensayaron en una máquina universal para determinar las muestras con mejor resistencia mecánica. La caracterización mecánica mostró que, a largo plazo, la relación agua/cemento con mejor resistencia mecánica se presenta en la relación agua/cemento 0.8, los morteros con la adición de 0%, 1.6% y 3.2% de HPI se analizaron por Difracción de Rayos X y Microscopía Electrónica de Barrido a 07, 14, 28, 90 y 360 días permitiendo inferir que la presencia de HPI mejora la reactividad de la fase tobermorita y etringita para la formación de la fase calcita generando una matriz densa y con poca porosidad que brindan un incremento de la resistencia mecánica.

TABLA DE CONTENIDOS

RESUMEN	2
TABLA DE CONTENIDOS	3
LISTA DE FIGURAS.....	5
LISTA DE TABLAS	7
AGRADECIMIENTOS	9
RECONOCIMIENTOS	10
Capítulo 1: INTRODUCCIÓN	11
Planteamiento del problema.....	13
Hipótesis.....	14
Objetivos	14
r! Marcador no definido.	
Objetivo General	14
Objetivos Específicos.....	14
Capítulo 2: ANTECEDENTES.....	15
2.1 El cemento y su clasificación.....	15
2.2 Proceso de elaboración del cemento	16
2.3 Cemento Portland Ordinario	18
2.4 Proceso de hidratación del cemento Portland	19
2.5 El hormigón o Concreto	20
2.6 El mortero y sus componentes	21
2.7 Dosificación de los componentes del mortero.	22
2.8 Aditivos en el cemento.....	23
2.8.1 Polímeros en el cemento	25
2.8.2 Usos de Hidroxi-Poli-Indol	26
Capítulo 3: TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES.....	27
3.1 Ensayos de resistencia mecánica.....	27
3.1.1 Máquina universal	27
3.2 Caracterización micro estructural	28
3.2.1 Difracción de rayos X	28
3.2.2 Microscopía Electrónica de barrido (SEM).....	30
3.2.3 Análisis elemental por Espectroscopia por dispersión de energía (EDS)	33
Capítulo 4: DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	34

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

4.1	Diseño experimental	35
4.2	Acondicionamiento de los materiales	38
4.2.1	Arena	38
4.2.2	Cemento	40
4.2.3	Agua	40
4.2.4	Hidroxi-Poli-Indol	40
4.2.5	Moldes para probetas	41
4.3	Identificación de materiales de referencia	42
4.4	Elaboración de morteros.....	43
Capítulo 5. RESULTADOS.....		45
5.1	Caracterización mecánica (Pruebas de resistencia a compresión)	45
5.2	Resistencia de morteros de cemento Portland (RMCP)	47
5.2.1	RMCP para la relación 0.4 A/C	48
5.2.2	RMCP para la relación 0.6 A/C	49
5.2.3	RMCP para la relación 0.8 A/C	50
5.2.4	RMCP para la relación 1.0 A/C	52
5.2.5	RMCP de acuerdo a la relación agua/cemento.....	54
5.3	Caracterización morfológica y microestructural	56
5.3.1	Preparación de muestras y caracterización por SEM y EDS.....	56
5.3.2	Preparación de muestras y caracterización por DRX	57
5.4	Análisis por difracción de rayos X.....	57
5.4.1	Caracterización de materia prima.....	57
5.4.1.1	Cemento Portland.....	57
5.4.1.2	Arena	58
5.4.1.3	Hidroxi-poli-Indol	59
5.4.2	Análisis micro-estructural de morteros con la relación 0.8 a/c	59
5.4.2.1	Análisis micro-estructural de mortero con relación 0.8 A/C sin adición de HPI	60
5.4.2.2	Análisis micro-estructural con adición 0.8% de HPI	61
5.4.2.3	Análisis micro-estructural con adición 1.6% de HPI	62
5.4.2.4	Análisis micro-estructural con adición 2.4% de HPI	63
5.4.2.5	Análisis micro-estructural con adición 3.2% de HPI	64
5.4.3	Análisis semi cuantitativo por DRX	65
5.5	Análisis morfológico de morteros seleccionados.....	68
5.5.1	Análisis morfológico a 7 días de los morteros.	68
5.5.2	Análisis morfológico a 14 días de morteros	69
5.5.3	Análisis morfológico a 28 días de los morteros.	70
5.5.4	Análisis morfológico a 90 días de los morteros.	72
5.5.5	Análisis morfológico a 360 días de los morteros.	73
CAPITULO 6: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		75
Conclusión		75
Recomendaciones.....		75
Bibliografía.....		76

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de elaboración de cemento.....	17
Figura 2. Máquina Universal	28
Figura 3. Difractómetro de rayos X	29
Figura 4. Ley de Bragg en DRX (Fuente: J. D. Barceinas S. et. al., 2001) [46].....	30
Figura 5. Microscopio Electrónico de Barrido.....	31
Figura 6. Efectos básicos de los electrones al chocar con la materia en SEM (N. Ubero Pascal, 2009) [49].	32
Figura 7 Metodología de trabajo.....	34
Figura 8. Diseño de experimento	37
Figura 9. Río Orizaba.....	38
Figura 10 Antes y después de molienda.....	39
Figura 11. Diagrama de preparación de la arena	39
Figura 12. Cemento Portland 40R	40
Figura 13 Estructura propuesta del HPI.....	41
Figura 14. Molde para mortero	41
Figura 15. Lijadora circular	42
Figura 16. Almacenaje de solidos	43
Figura 17. Proceso de elaboración de morteros	44
Figura 18. Configuración de software TRAPEZIUM 2.0.....	45
Figura 19. Ensayo Destructivo.....	46
Figura 20. Resultados obtenidos en Software TRAPEZIUM 2.0	46
Figura 21. Resistencia morteros con relación 0.4	48
Figura 22. Mortero con proceso de hidratación deficiente	49

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

Figura 23. Resistencia morteros con relación 0.6	49
Figura 24. Relación 0.8 A/C	50
Figura 25. Gráfico esfuerzo deformación	51
Figura 26. Relación 1.0 A/C	52
Figura 27. Evolución de la resistencia de los morteros.....	54
Figura 28. Preparación de muestras para SEM.....	56
Figura 29. Preparación de muestra para DRX	57
Figura 30. DRX de Cemento Portland Ordinario	58
Figura 31. DRX arena.....	59
Figura 32. Difractogramas de referencia para distintos tiempos de evolución	60
Figura 33. Difractogramas con 0.8% HPI con distintos tiempos de evolución	61
Figura 34. Difractogramas con 1.6% HPI a distintos tiempos de evolución	62
Figura 35. Difractogramas de la muestra con 2.4% HPI con evolución a 28, 90 y 360 días	63
Figura 36. Difractogramas con 3.2% HPI con distintos tiempos de evolución	64
Figura 37. Micrografía de las muestras con la adición de a)3.2%, b)1.6% y c)0% de HPI a 7 días	68
Figura 38. SEM 14 días a) 3.2%, b) 1.6% y c) 0% de HPI.....	69
Figura 39. Micrografía de las probetas a) 3.2%, b) 1.6%, c) 0%, d) 0.8% y e) 2.5% de HPI a 28 días.	71
Figura 40. SEM 90 días a) 3.2%, b) 1.6%, c) 0%, d) 0.8% y e) 2.4%	72
Figura 41. SEM 360 días a) 3.2%, b) 1.6% y c)0% de HPI.....	74

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Tipos de cemento	15
Tabla 2. Características especiales del cemento	16
Tabla 3. Clasificación por resistencia	16
Tabla 4. Composición del cemento.....	18
Tabla 5. aportaciones de las fases en el proceso de hidratación	20
Tabla 6. Composiciones del concreto	21
Tabla 7. Clasificación de morteros según su aglomerante.....	21
Tabla 8. Uso de proporciones en morteros	22
Tabla 9. Relación cemento/arena.....	23
Tabla 10. Relación de líquidos utilizada en muestras.....	36
Tabla 11. Relación Agua / HPI.....	37
Tabla 12. Número de morteros realizados	37
Tabla 13. Equipos, materiales e insumos.....	43
Tabla 14. Sensores de máquina universal	45
Tabla 15. Esfuerzo promedio.....	47
Tabla 16. Porcentaje de resistencia mayor a la referencia	51
Tabla 17. Análisis semicuantitativo mortero de referencia.....	61
Tabla 18. Análisis semicuantitativo en mortero con 0.8% de HPI	62
Tabla 19. Análisis semicuantitativo en mortero con 1.6% de HPI	63
Tabla 20. Análisis semicuantitativo en mortero con 2.4% de HPI	64
Tabla 21. Análisis semi cuantitativo en mortero con 3.2% de HPI	65
Tabla 22. Análisis semi cuantitativo 7 días.....	65

Tabla 23. Análisis semi cuantitativo 14 días.....	66
Tabla 24. Análisis semi cuantitativo 28 días.....	66
Tabla 25. Análisis semi cuantitativo 90 días.....	67
Tabla 26. Análisis semi cuantitativo 360 días.....	67

AGRADECIMIENTOS

A mis padres

José Manuel Ernesto Domínguez Velázquez y Guillermina Herrera Cabrera por motivarme a seguir adelante y apoyarme incondicionalmente con el cariño y sabiduría que los caracteriza.

A mis hermanas

María del Carmen Isabel y Laura Guillermina por ser mi ejemplo a seguir y mostrarme el camino que debo o no seguir para alcanzar mis objetivos.

A Mis asesores

Dra. Delia Cristina Altamirano Juárez por permitirme trabajar con ella, no solo como colega, sino como amigos.

Dr. Efraín Rubio Rosas y al M. en C. Ricardo Agustín Serrano del CUVyTT, por las contribuciones significativas que realizaron en el trabajo de caracterización y análisis.

M. en C. Felipe Mendoza González y Dr. Fernando Marcial Martínez, por el apoyo brindado en el desarrollo experimental de esta tesis.

A mi pareja

Alejandra Namorado Sánchez por apoyarme en el camino que he tomado y ser el soporte e inspiración para llegar más lejos.

A mi hija

Aidé, porque eres el motor que mueve mi ser en todos los sentidos, con el simple objetivo de ser mejor y demostrarte que sí se puede.

A mis alumnos

Francisco Jair Luna Mosso y Mariel Pérez Sánchez, por todo el tiempo y dedicación que brindaron como asistentes de laboratorio en el desarrollo de esta tesis.

RECONOCIMIENTOS

A la Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz por invitarme y brindarme el tiempo y solvencia para poder llevar a cabo la maestría en nanotecnología de manera eficiente y eficaz.

Al Centro de Investigación en Materiales Avanzados por brindarme los conocimientos necesarios para poder desarrollar actividades en el área de ciencia y tecnología.

Al Centro Universitario de Vinculación y Transferencia Tecnológica de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla por las facilidades para acceder a sus laboratorios y realizar parte de la caracterización, con asistencia del Dr. José Alejo Zárate y del M. en C. Ricardo Agustín Serrano.

A la facultad de ingeniería civil de la Universidad Veracruzana, por las facilidades otorgadas para utilizar sus equipos y por el apoyo brindado en el transcurso de este trabajo.

Al PRODEP, por el financiamiento parcial de los recursos necesarios para alcanzar los objetivos del trabajo de investigación, asociado al proyecto F-PROMEP-38/Rev-04

A la Red de Nanociencias y Nanotecnología, por la beca otorgada como apoyo parcial de las estancias de investigación realizadas durante el desarrollo de la tesis para capacitación y adiestramiento en los diversos equipos de alta tecnología utilizados en el desarrollo de esta tesis.

Capítulo 1: INTRODUCCIÓN

Las edificaciones están expuestas a todo tipo de fenómenos naturales y antropogénicos. A los deslaves de tierra inducidos por acciones hidro-ambientales, se suman los movimientos telúricos asociados a los modos vibracionales de la corteza terrestre, el exceso de acidez o salinidad de los suelos, así como la excesiva emisión de gases de efecto invernadero que promueven procesos de carbonatación en los cementantes. Aunado a ello, los daños o deterioros de las construcciones de hormigón pueden agravarse por errores de diseño o mala ejecución de la obra.

Las estructuras de concreto y hormigón gozan de gran aceptación, y durante décadas se ha buscado mejorar las prestaciones mecánicas de los morteros adicionándoles diversos componentes que mejoren la reactividad de la sílice y promuevan la formación de una micro-estructura más estable para inhibir la formación de la Etringita secundaria, responsable en gran medida de las fracturas y fisuras que con el tiempo evolucionan en la matriz del concreto [1, 2].

En la literatura técnica, existen pocos trabajos reportados de la adición de biopolímeros a cementantes con fines estructurales [3-5]. El objetivo de este proyecto ha sido estudiar la evolución del comportamiento mecánico de las estructuras cementantes cuando en el proceso de elaboración se incorpora de manera gradual HPI, y analizar la correlación existente entre éste comportamiento y el desarrollo de la microestructura y morfología.

El Capítulo 1 describe el objeto de esta tesis a través del planteamiento del problema, el objetivo general, los objetivos específicos y la hipótesis del trabajo.

El capítulo 2 expone el marco conceptual y el estado del arte, soportado con una revisión documentada de los trabajos realizados por otros autores para el mejoramiento estructural de los morteros.

Los equipos y las técnicas utilizadas para la caracterización de las propiedades de los cementantes se describen en el capítulo 3.

El capítulo 4 contiene la descripción del diseño experimental y la metodología que se aplicó para la elaboración de los morteros de cemento Portland y su eventual caracterización.

Los resultados obtenidos en los ensayos a compresión, difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido se muestran y discuten en el Capítulo 5.

Finalmente, en el capítulo 6 se exponen las conclusiones, así como las nuevas propuestas de trabajo para la optimización de los resultados obtenidos y una mayor comprensión de los efectos del HPI en la matriz del concreto.

Planteamiento del problema

La industria de la construcción se ha fortalecido gracias al crecimiento urbano y a los avances en los materiales de construcción, entre estos materiales se encuentra el cemento, altamente utilizado para elementos estructurales que soportan esfuerzos de carga a la compresión y a la flexión como lo son las cimentaciones, el pavimento y las columnas, entre otros. En sus inicios, los egipcios utilizaban el lodo del Nilo para realizar sus edificaciones, sin embargo este material era demasiado pobre y no tenía resistencia a la humedad [6], en el año 27 A.C., los romanos descubrieron que mezclando cal con ceniza proveniente de un lugar llamado Pozzouli obtenían un material con mejores prestaciones mecánicas que los egipcios [7], en los siglos subsiguientes y con la aparición de las logias como congregaciones de especialización de los oficios, se adoptaron métodos y se fueron mejorando las propiedades de los materiales de construcción hasta que en el siglo XIX se otorgó la patente del cemento Portland a Joseph Apsdin (1824), material que se utiliza hasta la actualidad como material ligante [8].

Con el transcurso del tiempo, las necesidades de edificación han cambiado y con él, las características de los cementos. Actualmente se cuenta con cementos especiales que tienen mejor trabajabilidad, plasticidad y cohesividad (CPC30R IMPERCEM), con mayor resistencia a las grietas (CPC30R EXTRA), con alta resistencia mecánica (CPC40) y así sucesivamente [9]. También existen aditivos que son sustancias químicas naturales o manufacturadas que se agregan durante la preparación de la mezcla de concreto, que tienen como objetivo modificar las prestaciones estándares del mismo. Se ha buscado utilizar materiales orgánicos como los desechos agroindustriales con alto contenido de sílice para mejorar las prestaciones mecánicas y con estos aportes disminuir la demanda de cemento y reducir el consumo energético en su producción, contribuyendo con ello a la reducción de la huella de carbono; sin embargo, al ser materiales orgánicos contienen altos porcentajes de carbono que llegan a incorporarse en la matriz cementante con un tamaño de partícula macroscópico, y tienden a encapsularse en la estructura cementante y a degradarse con el tiempo. Al degradarse el carbón asociado a los aditivos agroindustriales, se incrementa la porosidad en la estructura, lo cual facilita la absorción de agua ácida, gases como el dióxido de carbono (CO_2) o sulfatos que afectan el proceso de fraguado natural del cemento y debilitan la estructura del concreto. Las actuales políticas ambientales para reducir la huella de carbono han fomentado la investigación de aditivos y sustitutos cementantes de origen orgánico o proveniente de desechos agroindustriales que por su alto contenido de sílice puedan emplearse

como sustituto del cemento como la cascarilla de arroz o café, bagazo de caña y agave. También se han incorporado otros subproductos de la industria de la transformación como sustitutos de cemento, como lo es el humo de sílice y puzolanas; sin embargo, estos materiales, al igual que las cenizas agroindustriales llegan a contener un porcentaje alto de residuos carbonosos que inducen una rápida carbonatación en los morteros y requieren de un tratamiento previo para su utilización.

Es importante resaltar que en la literatura revisada no se encontró un análisis del proceso de hidratación del cemento al incorporar materiales orgánicos a escala nanométrica, siendo un nicho de oportunidad para el campo de investigación

Hipótesis

La adición de Hidroxi-Poli-Indol en la elaboración de morteros de cemento Portland incrementa la resistencia mecánica e induce cambios morfológicos en la microestructura.

Objetivo General

Determinar la influencia de la adición de Hidroxi-poli-indol en las propiedades mecánicas en morteros del Cemento Portland.

Objetivos Específicos

- ✓ Comparar las propiedades mecánicas de las probetas de referencia elaboradas con cemento portland con las propiedades desarrolladas en probetas con incorporación de HPI.
- ✓ Comparar los cambios de fases cementantes en los morteros modificados con HPI con los blancos y su relación con la resistencia mecánica presentada.

Capítulo 2: ANTECEDENTES

En este capítulo el lector conocerá los conceptos básicos necesarios para comprender el contexto general que involucra esta tesis, de igual forma, se realiza una revisión literaria de las actividades que diferentes autores han publicado para su discusión pertinente.

2.1 El cemento y su clasificación

El cemento es un polvo desarrollado de una mezcla de piedra caliza, arcilla y mineral de hierro calcinado a 1,450°C que sirve como aglomerante para elaborar concreto, el material de construcción más utilizado; tan solo en el año 2011 en México se producían 51 millones de toneladas anuales en 32 plantas pertenecientes a seis empresas líderes y en el año 2014 esta producción se incrementó a 60 millones de toneladas, con un incremento del 25% en la producción en tres años [10-11].

La industria mexicana del cemento se encuentra regulada bajo la norma NMX-C-414-ONNCCE-2004 “Industria de la construcción – cemento hidráulico – especificaciones y métodos de prueba” del Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la construcción y Edificación, S.C. (ONNCCE), la cual sistematiza los tipos y denominaciones del cemento que se distribuye comercialmente, como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Tipos de cemento

TIPO	DENOMINACIÓN
CPO	Cemento portland ordinario
CPP	Cemento portland Puzolánica
CPEG	Cemento portland con escoria granulada de alto horno
CPC	Cemento Portland compuesto
CPS	Cemento Portland con humo de sílice
CEG	Cemento con escoria granulada de alto horno

Del mismo modo, la norma presenta adicionalmente características especiales que se muestran integradas en la Tabla 2.

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

Tabla 2. Características especiales del cemento

NOMENCLATURA	CARACTERÍSTICA ESPECIAL
RS	Resistencia a sulfatos
BRA	Baja reactividad alcalino – agregados
BCH	Bajo calor de hidratación
B	Blanco

Los cementos también se pueden clasificar de acuerdo a la resistencia a compresión que presentan ante el esfuerzo, siendo la clasificación la que se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Clasificación por resistencia

CLASE RESISTENTE	RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (Kg/cm ²)		
	Mínimo a 3 días	Mínimo a 28 días	Máximo a 28 días
20	-	204	408
30	-	306	510
30R	204	306	510
40	-	408	-
40R	306	408	-

Para la clase 30R y 40R, la “R” indica que deben de cumplir con una resistencia específica a los tres días de fraguado [12].

2.2 Proceso de elaboración del cemento

El proceso de elaboración del cemento conlleva una serie de pasos para convertir los minerales rocosos en polvo reactivo cementante; se requiere una gran cantidad de energía y libera CO₂ al ambiente. El esquema de proceso se muestra en la Figura 1.

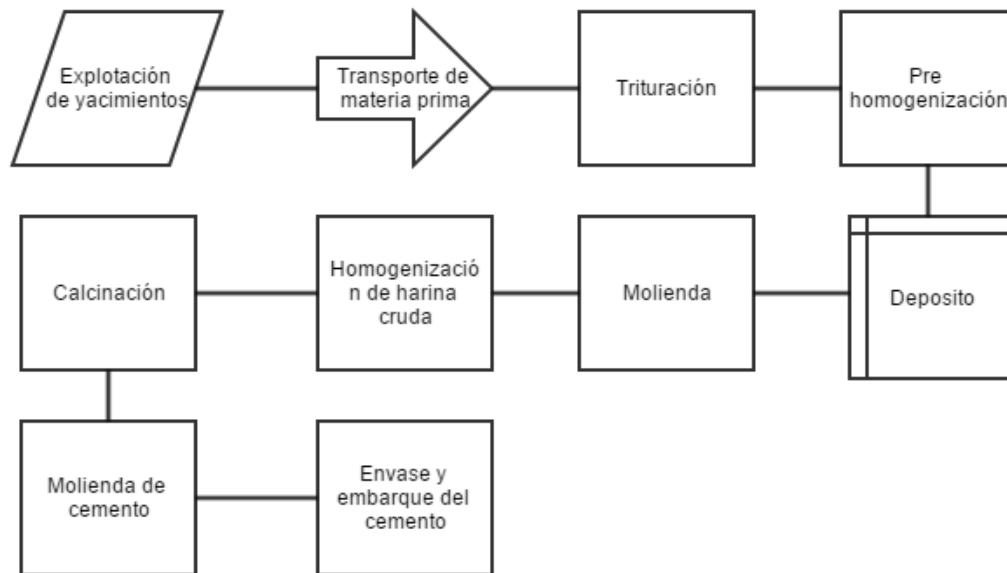


Figura 1. Diagrama de elaboración de cemento

El proceso inicia con la explotación de canteras para extraer la piedra caliza y la arcilla mediante barrenado y detonación con explosivos, seguido del traslado del material a la planta de procesamiento, donde las piedras son trituradas por impacto y/o presión para reducir las a un tamaño promedio de una y media pulgada.

Con el tamaño apropiado, los diferentes tipos de arcilla, caliza o cualquier otro material que lo requiera se efectúa un pre-homogenizado en proporciones específicas. Después del pre homogenizado, se lleva a cabo el proceso de molienda en un molino vertical de acero, mediante la presión que ejercen tres rodillos cónicos al rodar sobre una mesa giratoria de molienda. Para esta fase se utilizan molinos de bolas, en cuyo interior el material es pulverizado por medio de bolas de acero. La roca pulverizada se homogeniza en un solo equipo para lograr una mezcla homogénea, que se calcina en grandes hornos rotatorios a $1,400^{\circ}\text{C}$ para formar el clinker.

Finalmente, el clinker es molido a través de bolas de acero de diferentes tamaños a su paso por dos cámaras del molino, agregando yeso para alargar el tiempo de fraguado del cemento. El producto terminado es enviado a los silos de almacenamiento; de los que se extrae por sistemas neumáticos o mecánicos, siendo transportado a donde será envasado en sacos de papel, o surtido directamente a granel. En ambos casos se puede despachar en camiones, tolvas de ferrocarril o barcos [9].

2.3 Cemento Portland Ordinario

De acuerdo al informe técnico del cemento presentado y elaborado por el Instituto Mexicano del Cemento y Concreto, A.C. (IMCyC), el cemento portland ordinario (CPO) es idóneo para construcciones en general como zapatas, columnas, travesaños, castillos, dallas, muros, etc. De igual forma, es bueno para la elaboración de productos prefabricados como tabicónes, adoquines, lavaderos, postes de luz, entre otros; por su versatilidad se procedió a utilizar este tipo de cemento para realizar las probetas [13].

El Cemento Portland es un material grisáceo conformado por Clinker Portland y un material regulador de fraguado como el yeso. El CPO se compone de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico y aluminoferrito tetracálcico en el 90% o más del peso del cemento [14].

La composición, abreviatura, porcentaje en el cemento y propiedades de los 4 compuestos principales del CPO se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Composición del cemento

COMPUESTO	COMPOSICIÓN	ABREV.	% EN EL CEMENTO	PROPIEDAD FÍSICO-MECÁNICA
Silicato Tricálcico (Alita)	$3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	C_3S	50-60	Presenta endurecimiento rápido y alto calor de hidratación
Silicato Dicálcico (Belita)	$2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	C_2S	20-30	Presenta endurecimiento lento pero crecimiento sostenido y bajo calor de hidratación
Aluminato Tricálcico	$3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A	7-14	En cantidades altas presenta endurecimiento rápido, fraguado rápido, alto calor de hidratación y tendencia al agrietamiento, además de sensibilidad a los sulfuros
Aluminoferrito tetracálcico (Fase ferrita)	$4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$	C_4AF	5-12	Presenta endurecimiento lento

Fuente: (S. H. Kosmatka, et al.2004) [15].

Existen otros componentes menores como MgO , TiO_2 , Mn_2O_3 , K_2O y Na_2O que por lo general representan un porcentaje pequeño de la masa del cemento. De los componentes menores, el óxido de sodio y potasio (Na_2O y K_2O) son de interés, debido que reaccionan con algunos agregados generando productos álcali-agregados [16].

2.4 Proceso de hidratación del cemento Portland

El endurecimiento del concreto se conoce como proceso de fraguado, que consiste en la hidratación de los componentes de la mezcla con agua a través de diversas reacciones físicas y químicas.

La hidratación del cemento está en función a los cuatro compuestos principales (silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico y ferro aluminato tetracálcico) del Clinker de cemento Portland y el agua.

El silicato tricálcico (C3S) y el silicato dicálcico (C2S) al reaccionar con el agua se convierte en Tobermorita gel (silicato de calcio hidratado o gel C-S-H) y en hidróxido de calcio, sin embargo, en la reacción de silicato dicálcico la cantidad de hidróxido de calcio que se produce es mucho menor que en la reacción de silicato tricálcico [17]. Las reacciones representativas entre estos compuestos se muestran a continuación:

Silicato tricálcico + agua



Silicato dicálcico + agua



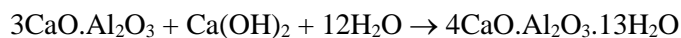
La reacción del aluminato de calcio al combinarse con el agua y el yeso perteneciente al Clinker producen Etringita.



Mientras el proceso de hidratación avanza, se va formando el monosulfato al combinarse la Etringita con el agua, reaccionando de la siguiente manera:



El aluminato de calcio con el hidróxido de calcio que se formó en la reacción del silicato tricálcico y dicálcico se convierte en aluminato de calcio hidratado:



En el proceso de hidratación se obtienen productos como: Calcita, Etringita, Portlandita y Tobermorita que brindan características de resistencia al concreto endurecido, características que se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. aportaciones de las fases en el proceso de hidratación

FASE	CARACTERÍSTICA
Portlandita	La Portlandita no aporta un beneficio a la acción mecánica de la matriz cementante, sin embargo, mantiene un ambiente alcalino (alto pH) necesario para evitar la corrosión del acero de refuerzo promovida por la carbonatación del concreto [18].
Tobermorita	Es el responsable de la armazón interna de la pasta de cemento, de la adherencia de ésta con los áridos en los morteros y hormigones y, en definitiva, de la resistencia mecánica de estos conglomerados por lo que resulta un constituyente de la pasta indispensable y siempre positiva [19].
Etringita	Los cristales de Etringita son de formas alargadas, generalmente en hábitos fibrosos o en forma de varillas alargadas que se encuentran formando estructuras que asemejan un enrejillado que le da al cemento mayor cohesión, ya que se trata de la etringita positiva, pues la que genera expansión se encuentra generalmente dentro de las fisuras y grietas y se produce en edades tardías (mayores a 28 días) [20].
Calcita	Debido al pequeño tamaño de partícula de la cal, el poro se reduce formando monolitos impermeables, con el tiempo el hidróxido remanente forma otra matriz de carbonato de calcio que aumenta la resistencia en el largo plazo [21].

2.5 El hormigón o Concreto

El concreto es un material compuesto formado por una pasta (cemento y agua) que sirven como adherente y agregado (fino y grueso) que tiene la función de dar cuerpo a la mezcla; la pasta y el agregado se incorporan en diversas proporciones para producir un gel moldeable que después de un tiempo endurece o fragua formando un material pétreo artificial por la reacción química entre los materiales [22].

El concreto como material de construcción para estructuras se puede clasificar como simple y armado. El concreto simple no lleva ningún tipo de refuerzo y es utilizado para cimientos y la unión de ladrillos; el concreto armado debe llevar una estructura metálica que sirva como soporte, es utilizado en trabes, castillos y losas [23]. De igual modo y derivado de las proporciones utilizadas para los concretos, surgen combinaciones como lo son las mostradas en la Tabla 6.

Tabla 6. Composiciones del concreto

CONCRETO	LIGA	AGREGADO
Concreto	Pasta de cemento	Agregado fino y grueso
Mortero	Pasta de cemento	Agregado fino
Pasta	Agua	Cemento

Fuente: (M. A. Céspedes García, 2003) [24]

2.6 El mortero y sus componentes

Los morteros son una mezcla homogénea de un conglomerante, agregado fino y agua que sirve como material adherente entre diferentes materiales de construcción y pueden ser clasificados de acuerdo a su aglomerante, ya sea cemento, cal, yeso o una mezcla de los mismos; la clasificación que se muestra en la Tabla 7.

Tabla 7. Clasificación de morteros según su aglomerante.

MORTERO	COMPOSICIÓN	CARACTERÍSTICA
De cemento	Cemento, arena y agua	Alta resistencia mecánica
De Cal	Cal, arena y agua	Gran plasticidad, haciendo posible realizar una gran variedad de trabajos artesanales.
De Yeso	Yeso hidratado y agua	Fraguado rápido.
Mixto o bastardo	Cemento, cal, arena y agua	Gran trabajabilidad, buena retención de líquidos y alta resistencia.

Fuente: (D. Sanchez De Guzmán, 2001) [8]

Los morteros de cemento también se pueden clasificar en dos familias: los morteros de diseño que son fabricados con la composición que el fabricante determina para obtener prestaciones específicas y los morteros pre-escritos que, en combinaciones registradas, muestran características peculiares y documentadas [25].

2.7 Dosificación de los componentes del mortero.

La dosificación en los morteros de cemento hace referencia a la relación entre los componentes del mortero, esta relación se puede expresar en peso o en volumen como se muestra a continuación:

Donde:

C: A: W

C Cantidad de cemento en la mezcla

A Cantidad de arena en la mezcla

W Cantidad de agua en la mezcla

La información contenida en la normatividad mexicana permite establecer una correlación entre las proporciones de los componentes y sus especificaciones.

Los morteros son prescritos de acuerdo a dosificaciones específicas, se muestran en la Tabla 8.

Tabla 8. Uso de proporciones en morteros

PROPORCIÓN C/A POR VOLUMEN	APLICACIONES Y OBSERVACIONES
1:1	Mortero muy rico para impermeabilizaciones. Rellenos
1:2	Para impermeabilizaciones y pañetes de tanque subterráneos
1:3	Impermeabilizaciones menores, pisos.
1: 4	Para pegar ladrillos en muros y baldosas
1:5	Pegado de mampostería en general en exteriores.
1:6 y 1:7	Pegado en mampostería en general en interiores.
1:8 y 1:9	Se utiliza para construcciones que se demolerán pronto.

Fuente: (L. Gutiérrez de López, 2003) [25]

De la misma manera, los morteros como los aglomerantes, se clasifican en aéreos e hidráulicos como es mostrado en la Tabla 9.

Tabla 9. Relación cemento/arena

MORTEROS DE CEMENTO Y ARENA					
Tipo de mortero	Proporción en volumen		Kg. cemento por m ³ de mortero	Empleo preferente	Resistencia Kg/cm ²
	Cemento	Arena			
Ricos	1	1	800	Bruñidos y revoques impermeables	160
	1	2	600	Enlucidos, revoque de zócalos, corrido de comisas	
	1	3	450	Bóvedas tabicadas, muros muy cargados, enlucidos de pavimento, enfoscados.	
Ordinarios	1	4	380	Bóvedas de escalera, tabiques de rasilla	130
	1	5	300	Muros cargados, fabricación de ladrillos, emboscados.	98
Pobres	1	6	250	Fabricas cargadas	75
	1	8	200	Muros sin carga	50
	1	10	170	Rellenos para solado	30

Fuente: (UCLM, 2014) [23]

En la literatura se encuentra información que denota que la proporción 1:1 ofrece mejores prestaciones mecánicas, siendo esta, la mejor proporción, para diseñar el experimento [26].

2.8 Aditivos en el cemento

Los aditivos son sustancias químicas naturales o manufacturadas que se agregan antes o después de realizada la mezcla de concreto, que tiene como objetivo modificar o mejorar las prestaciones estándares del mismo.

En la actualidad existen aditivos comerciales para proporcionar propiedades específicas a los concretos, dichos aditivos se clasifican de acuerdo a su efecto, los más comunes se muestran a continuación:

- 1) Plastificantes: Mejoran la trabajabilidad del material y proporciona una distribución más uniforme de las partículas del aglomerante a través de la mezcla.
- 2) Súper-plastificantes: Este aditivo es similar al plastificante, la diferencia radica en la muy alta trabajabilidad y el incremento de la contracción y fluencia.
- 3) Incluidores de aire: Como su nombre lo indica, este aditivo incluye aire en forma de diminutas burbujas distribuidas de modo uniforme a través de toda la pasta de cemento, se utiliza cuando

se requiere una resistencia mejorada del concreto endurecido contra los daños causados por congelación y deshielo.

- 4) Aceleradores: Este aditivo tiene como objetivo acelerar la reacción química del cemento y el agua, y de esta manera acelerar el proceso de fraguado obtenido como resultado una mayor resistencia mecánica a edades tempranas.
- 5) Retardadores: Estos aditivos disminuyen la velocidad de reacción entre el cemento y el agua, de manera que el tiempo de fraguado es mayor, por lo mismo, la ganancia de resistencia inicial es más lenta, este aditivo se utiliza cuando se va a transportar concreto durante un largo tiempo, para evitar juntas frías debido a la duración de la colocación o cuando se cuela concreto en climas calientes, en particular cuando el concreto es bombeado [27].

En la actualidad se continúan investigando nuevos aditivos para añadir a las mezclas cementantes con la finalidad de magnificar las prestaciones e incluso añadir valor utilizando subproductos provenientes de diversos sectores industriales. Existen dos formas de incorporar materiales al cemento: incorporaciones mayores al 5% llamada agregado e incorporaciones menores del 5% siendo estos aditivos, comúnmente adiciones minerales de origen inorgánico [28].

A continuación, se hace una revisión de los agregados y aditivos al cemento que se están investigando actualmente.

El agregado de ceniza de bagazo de caña en concretos ha sido ampliamente estudiada debido a la aportación de la sílice contenida en la ceniza, que al alcanzar altas temperaturas durante el proceso de incineración promueven la transición de las fases estables de sílice en fases más reactivas, que benefician la aparición de silicato tetracálcico, del otro lado de la moneda, el efecto negativo del uso de ceniza de bagazo de caña o de otras cenizas incorpora también en la composición una cantidad importante de carbono amorfo, que de acuerdo a lo que reportan, influyen en la pérdida de resistencia mecánica de los cementantes [29-31].

El humo de sílice es otro de los materiales que se incorporan en las matrices cementantes y es uno de los más aceptados en el ramo de la construcción para mejorar las prestaciones mecánicas, en el sentido de que el carbono asociado al humo de sílice, presenta mayor reactividad con el cemento debido en gran parte por la temperatura alcanzada en los altos hornos de donde se extrae, así como

otros como escoria de alto horno, ceniza de cáscara de arroz., diatomina, toba, puzolana artificial obtenida de la calcinación de arcillas rojas , la reolita, entre otros [34-36].

Con regularidad se incorporan materiales inorgánicos como los son minerales a la estructura cementante, no obstante, también existen autores que están incorporando polímeros sintéticos y/o naturales, que mantiene el mismo principio: macromoléculas que se forman a partir de moléculas más pequeñas denominadas monómeros, por tal motivo se realizará un revisión de dichos materiales para ver el rol que desempeñan.

2.8.1 Polímeros en el cemento

Los polímeros comúnmente no han sido ampliamente explorados para modificar las propiedades de los materiales cementantes sobre todo la propiedad de resistencia mecánica.

Los biopolímeros son sustancias de origen orgánico o biológico que requieren un medio acuoso de transporte para ser añadidos de manera homogénea a otras estructuras como lo es el cemento.

En el caso de Quitosano o mucilago, ambos pueden ser secados y adicionados al cemento para ser mezclados homogéneamente antes de la preparación de los morteros; en el caso de látex, debido a la actividad reológica, es necesario incorporarlo inmerso en una solución básica como hidróxido de calcio.

El mucílago de nopal es un biopolímero que también se ha incorporado a mezclas cementantes. Contreras y colaboradores hacen referencia en un informe de investigación que la adición de mucílago entre el 0.1 y 0.3% para mejorar las prestaciones mecánicas, mostrando un incremento a los 28 días de fraguado [37]. Durán Herrera reprodujo los resultados obtenidos por Contreras y el mejoramiento de las prestaciones mecánicas observadas las atribuyó a un proceso monótono decreciente de auto-desección producido por el mucílago incorporado [38].

Bezerra analizó la adición de biopolímeros como látex y Quitosano al cemento Portland, concluyendo que la incorporación del 3% del biopolímero y 1% látex permiten una abundante formación de C-S-H, la ausencia de Etringita y la dispersión del hidróxido de calcio en la estructura mejora las propiedades mecánicas del material [4].

Otras sustancias precursoras polimerizantes como alcohol de polivinilo-acetato, metilcelulosa e hidroxietilcelulosa se han incorporado diluidas como soluciones acuosas a la estructura cementante Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

presentando una distribución más uniforme de las partículas de cemento no hidratadas en la matriz, sin el agrietamiento significativo cerca de la superficie de los agregados. Ambos efectos permiten reducir la zona de transición interfacial. La presencia de los polímeros en la microestructura reduce el tamaño de poro proporcionando mayor cohesión y reduciendo la presencia de micro-fisuras [5].

El acetato de vinilo también ha sido explorado y ha demostrado ser un regulador efectivo del consumo de agua en los procesos de hidratación retardado el consumo de esta, y por lo tanto, mejorando el rendimiento de Etringita secundaria causante de micro-cuartheaduras de la estructura, favoreciendo así el rendimiento mecánico [39].

El uso de polímeros y biopolímeros en forma acuosa, polvo seco y resinas son algunos de las formas en la que los polímeros se utilizan para mejorar las propiedades de los materiales de base cemento. La adición de estos polímeros mejora la capacidad a flexión, la dureza, la capacidad de humedecer cuando hay vibraciones, la resistencia a heladas, mejora la fuerza de enlace entre los refuerzos, disminuye la absorción de agua y mejora las condiciones térmicas del concreto [3].

Los grandes avances obtenidos con la adición de polímeros al cemento han motivado la exploración de la adición de un análogo pirrónico de la melanina.

2.8.2 Usos de Hidroxi-Poli-Indol

Ellos han usado análogos pirrónico como elementos orgánicos en la producción de captadores solares como celdas fotovoltaicas. Una de las características de estas celdas es la retención del agua en la estructura pirrónico del HPI favoreciendo así la conducción eléctrica.

El hidroxi-poli-indol ha sido estudiado ampliamente por Sarna, Meredith y Solís y se le atribuyen propiedades fotónica interesantes, como la transformación de energía fotónica en energía química [40-41].

Capítulo 3: TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

La evolución continúa de las fases cementantes y la consecuente modificación de sus propiedades requiere de un conjunto de técnicas de caracterización, que permitan identificar la interacción en las fases y asociarlas al cambio de propiedades de los materiales.

Con este propósito se describe de forma general algunos equipos y técnicas, como la máquina universal, que permite conocer la resistencia mecánica del cemento a través de ensayos a compresión, la espectroscopia por dispersión de energía (EDS) que reconoce los elementos inmersos en la estructura, la difracción de rayos X (DRX) que observar el comportamiento morfológico del material y la microscopía electrónica de barrido (MEB) que muestra la microestructura del material.

3.1 Ensayos de resistencia mecánica

Para conocer las propiedades mecánicas de los morteros, se utiliza una máquina universal que aplica una fuerza vertical sobre la muestra, analizando el comportamiento de la misma.

3.1.1 Máquina universal

Es una máquina semejante a una prensa, con facultades para someter materiales a ensayos de tracción y compresión para medir sus propiedades. La presión se logra mediante placas o mandíbulas accionadas por tornillos o sistema hidráulico. La máquina de ensayos universales tiene como función comprobar la resistencia de diversos tipos de materiales. Para esto posee un sistema que aplica carga controlada sobre una probeta y mide en forma de gráfica la deformación y la carga al momento de su ruptura. Existen varios modelos, entre ellos los siguientes:

- De una sola columna
- Doble columna
- De suelo
- Serie Satec
- De automatización, test master

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.



Figura 2. Máquina Universal

La máquina universal se llama así, porque posee las especificaciones de carga universales, es decir que posee las medidas exactas de peso en kilogramos.

Los tipos de ensayos que se pueden obtener de la máquina universal son los siguientes: tracción, compresión, cizalladora, flexión, pelado, desgarramiento, cíclico y ductilidad a la flexión; estos ensayos son para evaluar elasticidad, dureza y embutibilidad. Para el caso de estudio, se utilizaron los sensores de carga, deformación, tiempo y recorrido.

3.2 Caracterización micro estructural

La evolución de las fases cristalinas de los morteros puede ser analizada utilizando técnicas como la difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido.

3.2.1 Difracción de rayos X

El difractómetro es un instrumento utilizado para medir la difracción de un haz de radiación incidente sobre una muestra de un material. Los difractómetros se emplean para los experimentos de difracción de rayos X y difracción de neutrones.

El difractómetro de rayos X es el instrumento que permite la identificación de las estructuras cristalinas, fundamentado en la difracción según Bragg.

La fuente de rayos X suele ser bien un tubo de rayos X o radiación sincrotrón emitida por aceleradores de partículas. En los tubos de rayos X, se aplica un voltaje para acelerar un haz de electrones producidos por calentamiento de un filamento—el cátodo. Los electrones acelerados colisionan contra un material metálico —el ánodo— y durante la consiguiente desaceleración

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

emiten radiación de Bremsstrahlung de espectro continuo, es decir, compuesta de múltiples longitudes de onda [42].



Figura 3. Difractómetro de rayos X

Para los experimentos de difracción es preferible la radiación monocromática, lograda mediante el empleo de filtros de metal para absorber las longitudes de onda no deseadas o de monocromadores. La radiación sincrotrón se obtiene cuando un haz de partículas cargadas, generalmente electrones, aceleradas hasta alcanzar una velocidad cercana a la de la luz, es desviado de su trayectoria por medio de un campo magnético. Las fuentes de radiación sincrotrón emiten rayos X mucho más intensos que los generados por los tubos y son necesarias para mejorar la calidad de la difracción en ciertos experimentos.

Los rayos X son una radiación electromagnética que tiene elevada energía y corta longitud de onda, del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Este fenómeno ocurre cuando una onda encuentra una serie de obstáculos capaces de dispersarla, estos obstáculos están separados por distancias comparables en magnitud a la longitud de onda, por tanto, se puede afirmar que la difracción es consecuencia de relaciones entre fases específicas, establecidas entre dos o más ondas dispersas por los obstáculos. Gran parte del conocimiento sobre la disposición atómica y molecular de los sólidos son resultado de las investigaciones hechas mediante la técnica de DRX, estos tienen una gran importancia en el desarrollo de nuevos materiales. La técnica por sí sola no permite inferir la evolución de la porosidad o el arreglo micro cristalino, por lo que se recurre a técnicas como la microscopía electrónica de barrido y el análisis elemental para complementar el análisis de la evolución microestructural.

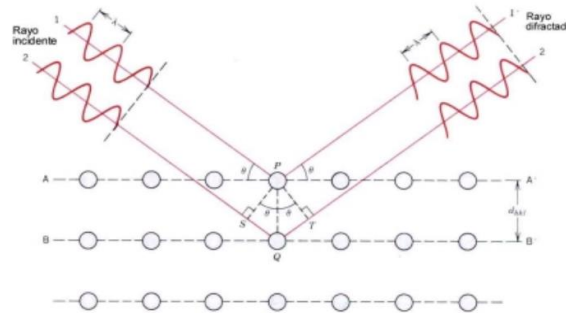


Figura 4. Ley de Bragg en DRX (Fuente: J. D. Barceinas S. et. al., 2001) [46].

La difracción de rayos X es una técnica que consiste en pasar un haz de rayos X a través de un cristal del objeto en estudio. El haz incide en varias direcciones debido a la simetría de la agrupación de átomos de un cristal y por difracción, dando lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal, aplicando la ley de Bragg, que relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado. Con esta técnica se puede obtener información sobre la estructura cristalina de un material, el tamaño y la geometría de la celda unitaria a través de los picos de difracción y la disposición de los átomos en la celda unitaria deduciéndolo a partir de la intensidad relativa de estos picos [43-46]. También se puede conocer la composición mineralógica de la materia prima puzolánica en estudio.

3.2.2 Microscopia Electrónica de barrido (SEM)

El principio de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido está basado en la aceleración de los electrones en un campo eléctrico, los electrones se aceleran en el interior de la columna del microscopio y mediante una diferencia de potencial que puede ir desde 1000 hasta 30000 voltios y aprovechar su movimiento ondulatorio. Los electrones acelerados por un voltaje pequeño se utilizan para muestras muy sensibles, como muestras biológicas sin preparación adicional o muestras muy aislantes. Los voltajes elevados se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución. Los electrones acelerados salen del cañón, y se enfocan mediante las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una

mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz de electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz, y los átomos de la muestra; puede haber, por ejemplo, electrones que reboten como las bolas de billar. Por otra parte, la energía que pierden los electrones al "chocar" contra la muestra puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos X, electrones Auger, etc. El más común de estos es el que detecta electrones secundarios, y es con él que se hace la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido.



Figura 5. Microscopio Electrónico de Barrido

Esta técnica es de las más útiles e importantes en la ciencia de materiales e ingeniería para conocer la evolución microscópica de los materiales. La adquisición de datos consiste en dirigir un haz de electrones por medio de un cañón de electrones en una columna de vacío, enfocararlo a un punto de la superficie de una muestra conductora, generalmente cubierta con oro u otro metal pesado para lograr una mayor resolución, las señales electrónicas emitidas por la muestra se concentran en un tubo de rayos catódicos en forma de imágenes, mismas que pueden fotografiarse y por medio de ellas se representan las características superficiales de la muestra [45-47].

Los modos de imagen comúnmente producidas por el MEB son electrones secundarios y electrones retrodispersados. El electrón retrodispersado es aquel que cambia su trayectoria al atravesar un átomo, mientras que el electrón secundario es aquel que surge del átomo al colisionar con él un electrón primario, que a su vez es retrodispersado. Estos fenómenos explican la imagen que se produce principalmente en un microscopio electrónico de transmisión y en uno de barrido como se muestra en la Figura 6, las imágenes son monocromáticas ya que reflejan el flujo de electrones o rayos X que resulta de la interacción del haz con la muestra [48-49].

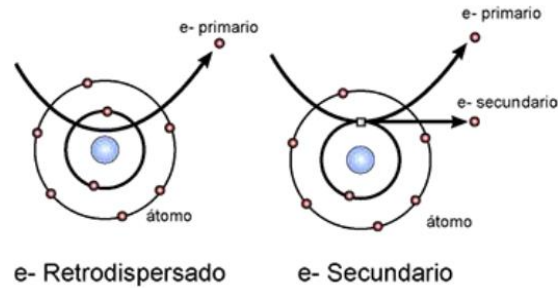


Figura 6. Efectos básicos de los electrones al chocar con la materia en SEM (N. Ubero Pascal, 2009) [49].

Los electrones secundarios (ES) son electrones de baja energía (generalmente menor a 10 eV siendo la máxima 50 eV) producidos como consecuencia de una colisión inelástica de un haz de electrones primario con un electrón de átomo de la muestra [50]. La profundidad máxima de los ES se encuentra alrededor de 1 nanómetro (nm) en metales y 10 nm en materiales aislantes, y ya que su consumo de energía es bajo, se pueden obtener imágenes topográficas detalladas de la superficie de la muestra fracturada para utilizarlas en el estudio del tamaño de partícula, forma, rugosidad de la superficie y superficies de fractura. Las imágenes de superficies de fractura por ES en pastas de cemento hidratado endurecidas muestran el silicato hidratado de calcio como una estructura laminar parecida al papel aluminio entre otros compuestos. Aunque estas imágenes son útiles para examinar la textura de superficies en pastas cementantes endurecidas, se sabe que a medida que la pasta cementante madura, el relleno de vacíos elimina los cristales bien definidos que pueden ser observables a edades tempranas de endurecimiento, en este caso, imágenes por electrones retrodispersados y de rayos X son de mayor utilidad para el análisis de microestructuras [48].

A diferencia de los ES, los electrones retro dispersados son electrones de alta energía (por lo general mayor de 50 eV) que han sido objeto de múltiples eventos de dispersión elástica dentro de la muestra plana o pulida, el contraste de la imagen con electrones retro dispersados se genera por la composición de las distintas fases en relación con su número atómico promedio y es observado por el brillo diferencial de la imagen laminar. Los resultados muestran una gran interacción por volumen, pero muestran una menor resolución espacial en comparación con imágenes de ES. Por ejemplo, en el cemento, la fase aluminoferrita es más brillante que el aluminato tricálcico debido a la presencia de hierro cuyo número atómico es mayor que el del calcio o del aluminio y en cemento sin hidratar los granos son más brillantes mientras, que el CSH es más oscuro que en el modo de electrones secundarios [48-50].

También podemos adquirir la señal de rayos X que se produce cuando éstos interaccionan con los electrones de la muestra, y posteriormente hacer un análisis espectrográfico de la composición de la muestra.

3.2.3 Análisis elemental por Espectroscopia por dispersión de energía (EDS)

Durante el estudio de SEM es común el empleo de técnicas micro analíticas basadas en la detección de rayos X para analizar la composición de un material, el principio de la detección de rayos X por dispersión de energía consiste en que una muestra es bombardeada por electrones de alta energía, dichos electrones reemplazan a los electrones superficiales de la muestra. Las técnicas más comunes de microanálisis por detección de rayos X son: espectroscopia por dispersión de energía (EDS), análisis por espectrometría de longitud de onda dispersa (WDS), análisis de elementos locales y difracción de electrones retrodispersados (EBSD) para caracterización cristalográfica [48-50].

El microanálisis por EDS se basa en la detección de los rayos X emitidos por la muestra y que cada elemento tiene una emisión característica, un detector convencional hechos de litio-silicio. El microanálisis se puede realizar de las siguientes formas:

- a) Puntual, para el explorar un área en particular de interés o para el mapeo elemental y estudiar la distribución de la densidad de los diferentes elementos en una fase o región
- b) Por área, para analizar la composición global de una región
- c) lineal, para determinar la variación en la concentración de uno o varios elementos a lo largo de una línea

Capítulo 4: DESARROLLO EXPERIMENTAL

La metodología se llevó a cabo en dos fases. La primera fase se dividió en dos etapas; en la primera, se diseñaron los experimentos se seleccionaron los materiales para la elaboración de los morteros y la caracterizaron, en la segunda etapa, se realizó el proporcionamiento de los materiales para la mezcla, la elaboración de los morteros, las pruebas de resistencia a compresión y la selección de los morteros para la caracterización morfológica y micro estructural.

La segunda fase, se acondicionaron las muestras para la caracterización microestructural por difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y análisis elemental en la etapa 3 y, por último, en la etapa 4, se analizaron y discutieron los resultados obtenidos, se integraron los resultados y se presentaron conclusiones y recomendaciones.

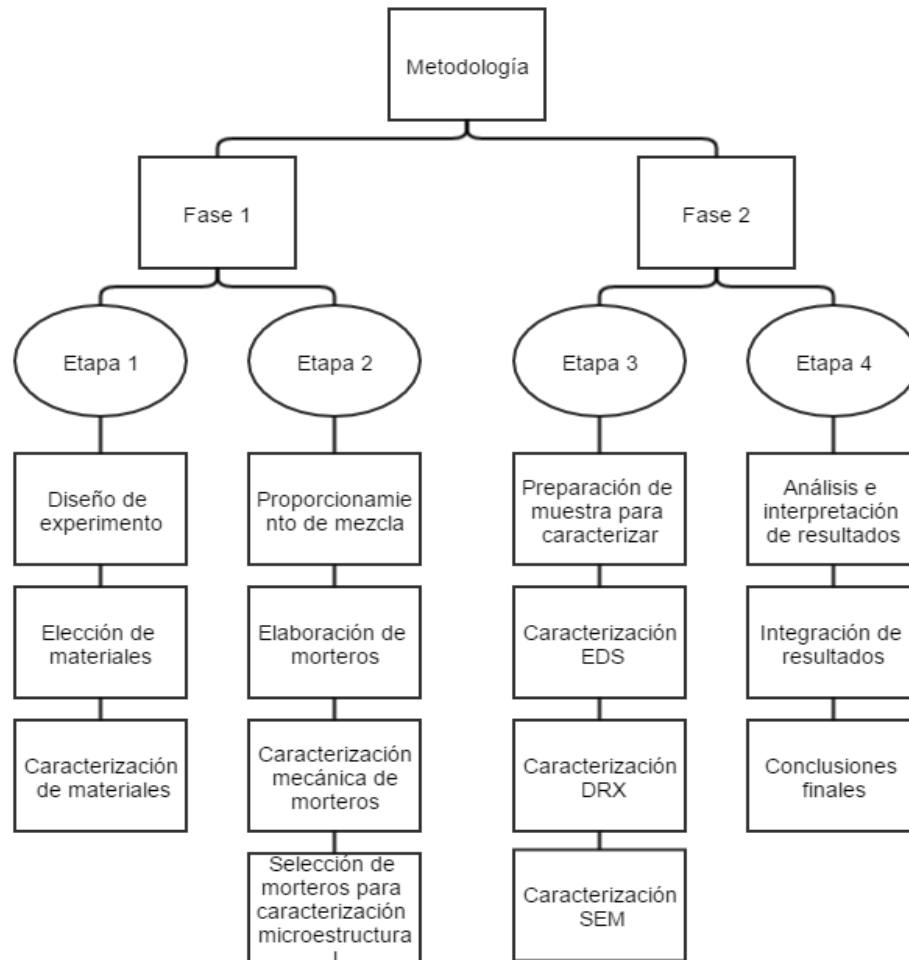


Figura 7 Metodología de trabajo

4.1 Diseño experimental

El experimento se diseñó con base en las normas mexicanas (NMX) del Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la construcción y Edificación (ONNCCE) y el Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C. (IMCYC) para la preparación de la muestra, estimación de condiciones de fraguado y caracterización mecánica.

En el diseño de experimentos se consideraron las proporciones y mezclado del concreto siguen el proceso normal marcado por el IMCYC y considerando que al aumentar la cantidad de cemento en la mezcla se incrementará la resistencia mecánica a compresión y durabilidad del material. Se utilizó una cantidad fija de cemento y agregado, la variable que se controla es la cantidad de agua en la mezcla, utilizando las relaciones 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 agua/cemento(A/C) para analizar si la relación marcada por la norma preserva sus cualidades cuando es agregado el HPI.

Para poder conocer la contribución del HPI en la variabilidad en las propiedades mecánicas, se consideró necesario establecer una matriz de proporciones donde, por un lado, se pueda visualizar la influencia del HPI en el proceso de hidratación y por otro lado en el desarrollo de las prestaciones mecánicas. Para ello la relación arena, cemento y líquidos se mantuvo de acuerdo a la normatividad en una relación 1:1:1 respectivamente en la cual, la proporción HPI-agua fue variando, es decir probetas elaboradas completamente con agua que funciona como probetas de referencia y morteros modificados hasta con 4% de HPI.

Es pertinente indicar que para la trabajabilidad del HPI es necesario que se encuentre dispersado en un medio acuoso como el agua y así garantizar la homogeneidad del HPI en la estructura del concreto; por tanto, fue necesario variar la cantidad de agua en la misma proporción para que se incorpore el HPI en la mezcla, modificando la cantidad de líquido como el parámetro de control de este trabajo, para esto, se construyó una matriz de composiciones que permita visualizar cual fue el comportamiento del HPI.

Tabla 10. Relación de líquidos utilizada en muestras

W/Q		Solución HPI					
		0%	20%	40%	60%	80%	100%
Agua	0	-	-	+	+	+	+
	20%	-	+	+	+	+	-
	40%	+	+	+	+	-	-
	60%	+	+	+	-	-	-
	80%	+	+	-	-	-	-
	100%	+	-	-	-	-	-

La matriz de composición de líquidos que se utilizó para visualizar el comportamiento en los morteros se muestra en la Tabla 10, con signo más (+) las relaciones de líquidos que se llevaron a cabo y con un signo menos (-) las relaciones que no se prepararon debido a que no cumple con la proporción de líquido para que el proceso de fraguado se ajuste a las condiciones de la norma.

Para poder evaluar la correlación de las variables mencionadas se seleccionaron las siguientes técnicas:

- Caracterización mecánica: para determinar el comportamiento evolutivo de la resistencia a la carga de las probetas en sus diferentes fases de fraguado.
- Microscopía electrónica de barrido: para identificar la distribución de las fases cementantes. Y auxiliado por el análisis elemental como complemento de la diferenciación de fases obtenida por DRX.
- Análisis estructural por DRX. Para observar la evolución de las fases cementantes durante los procesos de hidratación.

El diseño de experimentos consideró el número de muestras que se prepararían las diferentes caracterizaciones, las relaciones agua/HPI y las fechas en las que se debían que realizar los muestreos para coincidir la agenda de los equipos con el número de días de fraguado.

Dado que se analizó la evolución de los morteros a través del tiempo, se realizaron pruebas a los 7, 14, 28, 90 y 360 días.

En la Tabla 11 se muestra el porcentaje de HPI que se utilizó para el experimento, siendo 18 muestras resultantes, la muestra número 18, 16, 13 y 9 son los morteros de referencia puesto que son los morteros que no se modificaron con HPI.

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

Tabla 11. Relación Agua / HPI

Relación A/C	0.4	0.6	0.8	1
% de HPI	0.0%	0.0%	0.0%	0.0%
	0.8%	0.8%	0.8%	0.8%
	1.6%	1.6%	1.6%	1.6%
		2.4%	2.4%	2.4%
			3.2%	3.2%
				4.0%

Para las pruebas mecánicas, difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM) y el análisis elemental (EDS) se hicieron 5 probetas; la Tabla 12 muestra cómo se distribuyen los métodos de caracterización para cada probeta.

Tabla 12. Número de morteros realizados

PRUEBA	NÚM. DE PRUEBAS
Resistencia de materiales	3
DRX	1
SEM y EDS	1
Total de morteros	5

Tomando en consideración los días para analizar la evolución, la relación agua / cemento, la relación agua / HPI y los morteros necesarios para las respectivas caracterizaciones, se obtuvo un diseño de experimento factorial.

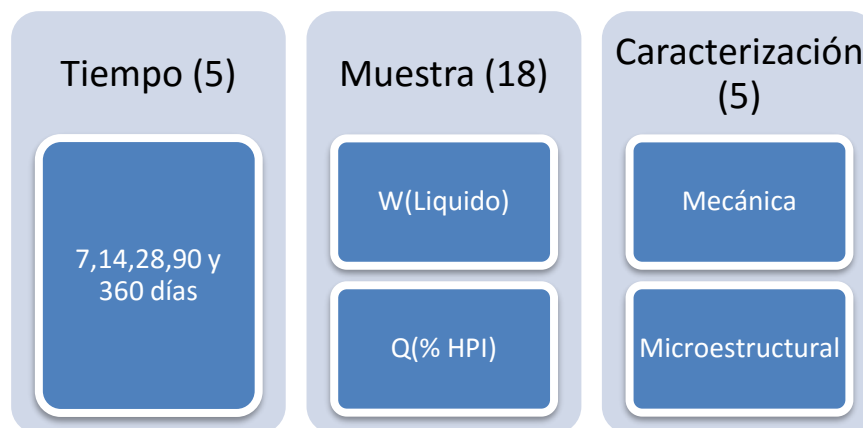


Figura 8. Diseño de experimento

El comportamiento a través del tiempo de los morteros se evaluó en 5 períodos: 7, 14, 28, 90 y 360 días; las relaciones agua/cemento 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 y el porcentaje de HPI adicionado se conformaron por 18 muestras, para la caracterización se hicieron 3 probetas para la caracterización mecánica y 2 más para el análisis microestructural y morfológico.

Se realizaron un total de 450 morteros de los cuales, se utilizaron 270 para la caracterización mecánica, y 180 morteros para la caracterización por SEM, EDS y DRX.

4.2 Acondicionamiento de los materiales

La elección y acondicionamiento de los materiales utilizados consideró la disponibilidad de los materiales y requerimientos de la investigación, tomando en consideración esto, las materias primas utilizadas se describen a continuación.

4.2.1 Arena

La arena fue recolectada en los depósitos al margen del río Orizaba en la zona marcada en la Figura 9, se obtuvieron 12 kg de arena y en el laboratorio se colocaron en charolas de acero inoxidable previamente limpias para secar en a un horno convector a 70°C durante noventa minutos con el objetivo de retirar los elementos orgánicos que pudiera contener la arena, ya con la arena seca, se tamizo en mallas de acero inoxidable marca MONTINOX número 75, 100, 125, 150, 175 y 200 para obtener un tamaño de grano menor a 75 micras.

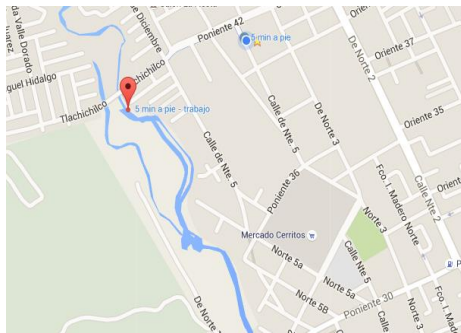


Figura 9. Río Orizaba

La arena que no paso las mallas en la primera fase, fue colocada en una máquina abrazadora de los ángeles (ubicada en la facultad de ingeniería de la UV) para disminuir el tamaño de grano durante un tiempo de 30 minutos a 50 RPM, ya triturada la arena se hizo pasar en tamices de acero inoxidable malla 200 de la marca MONTINOX para obtener una granulometría de 75 micras o menor con apoyo de un agitador para tamices marca TYLER.



Figura 10 Antes y después de molienda

Al finalizar el acondicionamiento, el total de arena recuperada fue del 30% con granulometría de 75 micras o menor, que representó 17% más que la requerida para realizar el experimento.

En el Figura 11, se describe de manera general las actividades que se llevaron a cabo para la obtención de la arena que se utilizó en el experimento.

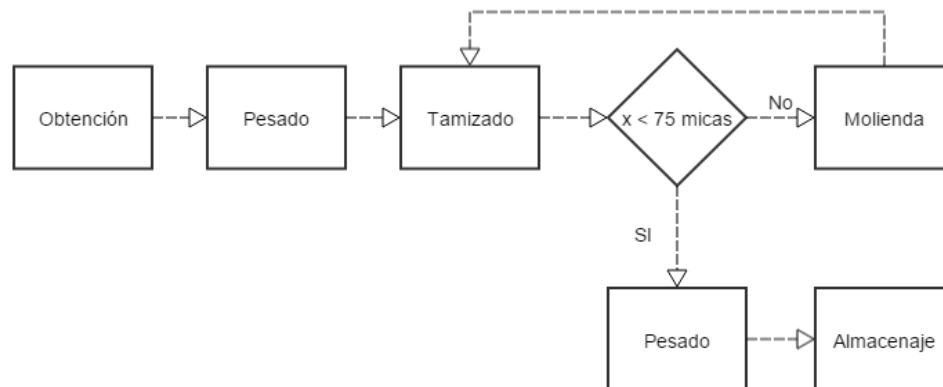


Figura 11. Diagrama de preparación de la arena

4.2.2 Cemento

El cemento utilizado fue cemento Portland ordinario 40R de la marca CEMEX tipo comercial, cemento correspondiente a la clasificación de Cemento portland ordinario (CPO) de la norma mexicana vigente (NMX-C-414-ONNCCE) para cementos en México, que es recomendado para todos los climas del país. El cemento fue cernido en tamices de acero inoxidable malla 200 de la marca MONTINOX del cual se obtuvieron 7 kg.



Figura 12. Cemento Portland 40R

4.2.3 Agua

La preparación de los morteros se efectuó usando agua bidestilada para un mejor control de impurezas minerales, puesto que al estar sometida a un doble proceso de destilación se garantiza un contenido de cloruros o sólidos totales disueltos es de 1 parte por millón (PPM), permitiendo así, que el desarrollo de fases sea controlado durante el experimento, se utilizaron 2.43 litros de agua bidestilada de la marca T. BAKER para el experimento.

4.2.4 Hidroxi-Poli-Indol.

El HPI utilizado es conocido como melanina artificial y fue proporcionado por el Dr. Arturo Solís Herrera director técnico de la compañía química farmacéutica Fórmulas Magistrales y Director General del centro de estudios de la Fotosíntesis humana en la ciudad de Aguascalientes, se proporcionaron 3 litros del HPI de los cuales solo se utilizó el 81%.

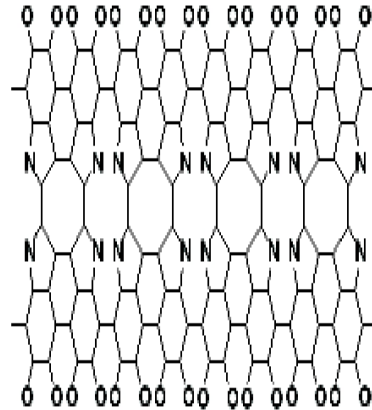


Figura 13 Estructura propuesta del HPI

4.2.5 Moldes para probetas

Los moldes para las probetas se elaboraron a escala ajustando los valores y características anunciados en la norma ASTM C31 “Práctica estándar para elaborar y curar cilindros de ensaye de concreto en campo”. Los moldes fueron elaborados en PVC sanitario debido a la poca reactividad de este material con el cemento; las medidas de las probetas se escalaron 1:10 para poder optimizar el consumo del HPI con un diámetro de 1.905 centímetros por 3.81cm. De largo tal como se muestra en la Figura 14.



Figura 14. Molde para mortero

Los tramos de tubo se cortan al tamaño y se alinean con una lijadora circular para evitar el cabeceo en los morteros (Figura 15), la eliminación del cabeceo se verificó con un vernier marca Mitutoyo.



Figura 15. Lijadora circular

Para evitar que la mezcla de cemento hidratada se derrame en el momento de verter, se adaptaron tapas roscadas a las cuales se les quitó la rosca interna, se lavaron y ajustaron a los moldes.

4.3 Identificación de materiales de referencia.

Los componentes de la mezcla fueron caracterizados con el objetivo de establecer los marcos de referencia. Para la caracterización de la arena y el cemento se siguió el método señalado en la norma ASTM C-136, que consiste en dividir y separar mediante una serie de tamices, un material en varias fracciones granulométricas de tamaño descendientes (4, 8, 16, 30, 50, 100 y 200) y colocar una charola para recolectar los finos, de esta manera se obtuvieron tamaños de partícula menores a 75 micras de los materiales estudiados. Asimismo, se utilizó un Difractómetro de rayos X (DRX): Bruker D-8 Discover para el análisis micro estructural de los materiales con un intervalo de barrido $5 - 50 2\theta$ (theta).

El HPI se analizó bajo un microscopio electrónico de barrido (SEM): JSM-6610LV Scanning Electron Microscope con la finalidad de identificar las características micro-estructurales del material, así como el tamaño partícula; El análisis elemental se hizo para conocer las proporciones de los elementos existentes en los morteros y servir de apoyo para la caracterización por difracción de rayos X.

4.4 Elaboración de morteros

El primer procedimiento para la elaboración de los morteros fue la limpieza de todo el equipo de laboratorio que fue utilizado, Los equipos y materiales se muestran en la Tabla 13.

El área de trabajo se acondicionó con charolas plásticas para preparar, organizar y almacenar las probetas. Se prepararon los morteros de acuerdo a las instrucciones de la norma NMX –C-061-ONNCE, sustituyendo las proporciones de agua por HPI conforme a los cálculos previamente realizados de tal manera que las cantidades de agua se ajustaran a la norma y en posteriores variaciones se pudiera controlar la proporción.

Tabla 13. Equipos, materiales e insumos

EQUIPO	MATERIALES	INSUMOS
Lijadora giratoria	Espátulas de acero inoxidable	Agua destilada
Cortadora	Vasos de precipitado	Lijas
Erosionador catódico (Sputtering)	Charolas de acero inoxidable	Acetona
Microscopio electrónico de barrido	Moldes para probetas	Alcohol
Difractómetro de Rayos X	Contenedores de plástico	Jabón
Máquina de los ángeles	Varilla de vidrio	
Máquina Universal		

La arena y el cemento se manipularon con espátulas y vasos contenedores de tapa roscada para almacenarlo mientras se realiza el mezclado, como se muestra en la Figura 16.



Figura 16. Almacenaje de solidos

Primero se mezclaron el cemento y la arena en un vaso de precipitado, en otro vaso se incorporó el HPI con el agua destilada y de esta manera se agregó a la mezcla de los sólidos. Con una varilla de vidrio se mezclaron manualmente hasta lograr una pasta homogénea y completamente hidratada.

Se vaciaron los moldes con ayuda de una espátula; durante el llenado se utilizó una varilla para extraer el aire interno y así evitar la formación de porosidad por inclusión de aire en los morteros. Una vez llenos los moldes se sellaron los bordes superiores con tapas de plástico, fueron debidamente etiquetados y almacenados en una cámara de ambiente a $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ a una humedad relativa del 40% durante el monitoreo del fraguado y ensayos.

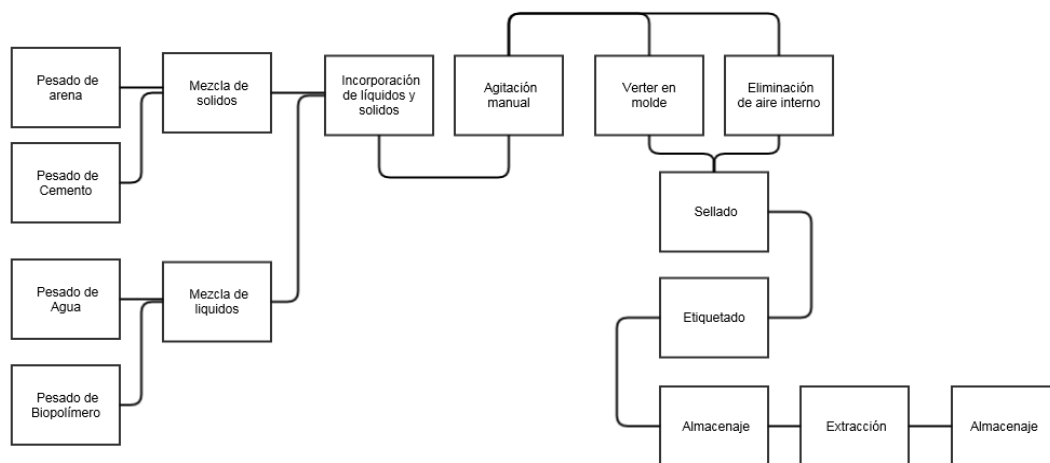


Figura 17. Proceso de elaboración de morteros

Las probetas con cada proporción se fueron desmoldando de acuerdo al tiempo requerido de fraguado para la caracterización mecánica; para inhibir el proceso de fraguado y preservar las propiedades inherentes al tiempo de interés, las probetas se sumergieron en acetona hasta el momento de ser caracterizadas, para esto, las probetas son extraídas de la acetona y oreadas por 24 horas para su caracterización microestructural.

Capítulo 5. RESULTADOS

5.1 Caracterización mecánica (Pruebas de resistencia a compresión)

Los ensayos mecánicos se realizaron con una máquina universal marca SHIMADZU 100K, utilizando el software TRAPEZIUM 2.0. Los ensayos a compresión fueron programados con una polaridad de carga estándar, para el sistema internacional de unidades con los sensores de carga, alargamiento, esfuerzo, deformación y tiempo activados. Los parámetros se muestran en la Tabla 14 a intervalos de muestreo cada 10milisegundos.

Tabla 14. Sensores de máquina universal

MAGNITUD	UNIDAD
Carga	N
Desplazamiento	Mm
Esfuerzo	N/mm ²
Deformación	%
Tiempo	Segundos

Una vez asignados los parámetros generales con auxilio del software, se ingresaron los datos de cada una de las muestras que se caracterizaron como lo es la forma, material, número de corridas (4), número de muestras (54 muestras), siendo cada corrida la correspondiente a la periodicidad de cada análisis.

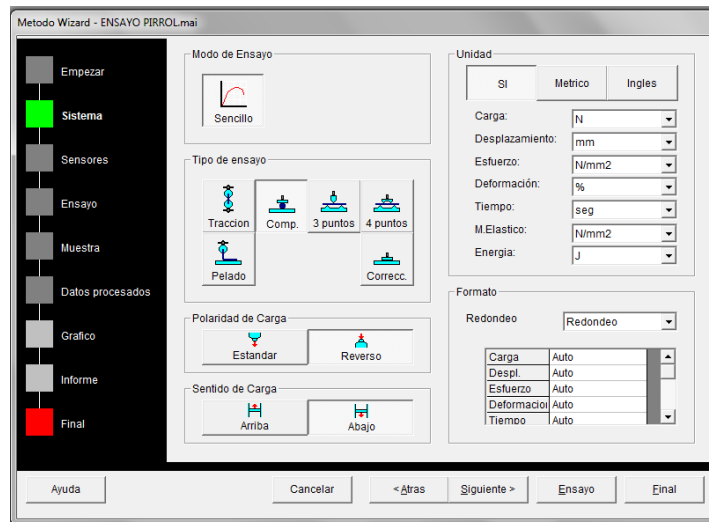


Figura 18. Configuración de software TRAPEZIUM 2.0
Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

Los ensayos fueron a compresión, cada mortero fue colocado, se ajustaron las placas y se inició el ensayo como se muestra en la Figura 19.

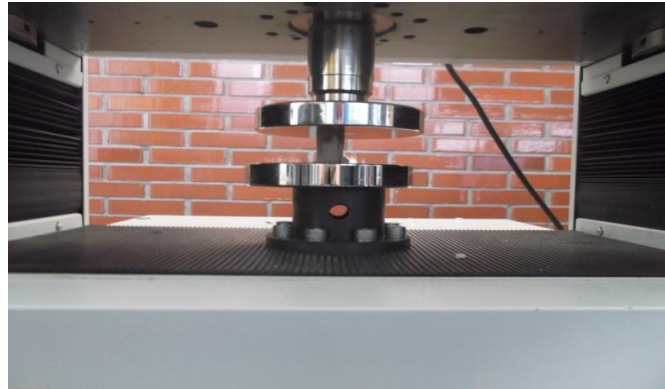


Figura 19. Ensayo Destructivo

Los datos de cada ensayo fueron almacenados y procesados en el software hasta completar la caracterización mecánica de todos los morteros realizados. En la imagen siguiente se muestra la pantalla del software en donde en la cual se muestra del lado izquierdo los datos y del lado derecho la gráfica carga/deformación de cada mortero ensayado.

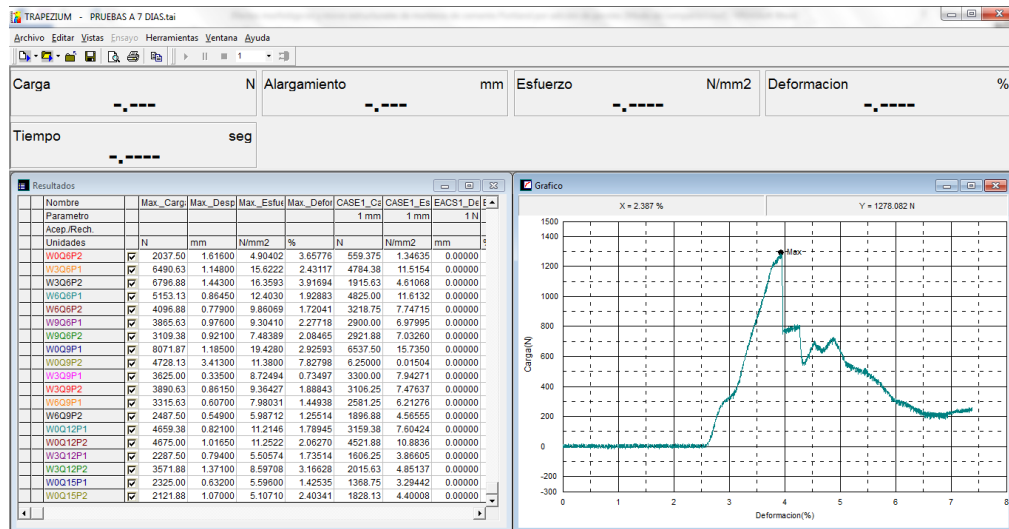


Figura 20. Resultados obtenidos en Software TRAPEZIUM 2.0

Una vez obtenidos los datos de todos los ensayos se exportó la base de datos con la información y se migraron al software Microsoft Excel y OriginLab con el propósito de construir una Tabla que permita analizar el esfuerzo en función de la composición de hidroxipoliindol y comparar el comportamiento con las referencias.

5.2 Resistencia de morteros de cemento Portland (RMCP)

La evolución de la resistencia de los morteros en proporción al porcentaje de HPI incorporación en cada mortero se puede visualizar en la tabla 15, la cual muestra el valor promedio de resistencia en función de la composición y tiempo de fraguado. El comportamiento de estos valores fue analizado tomando en cuenta su relación y tiempo de fraguado.

Tabla 15. Esfuerzo promedio

ESFUERZO PROMEDIO (N/mm ²)						
Relación A/C	% HPI	7 DÍAS	14 DÍAS	28 DÍAS	90 DÍAS	360 DÍAS
0.4	0.0%	2.62	3.17	2.91	3.75	2.44
0.6	0.0%	9.93	14.31	13.31	21.71	12.76
0.8	0.0%	14.54	11.3	14.26	18.64	14.41
1	0.0%	9.02	11.98	11.54	12.04	11.43
0.4	0.8%	0.51	0.7	1.27	1.34	6.18
0.6	0.8%	1.23	11.54	14.62	14.54	18.5
0.8	0.8%	11.79	19.79	16.02	15.33	18.02
1	0.8%	9.09	7.68	4.89	15.59	10.51
0.4	1.6%	1.01	3.53	1.51	3.96	5.22
0.6	1.6%	15.62	19.57	18.93	18.93	15.74
0.8	1.6%	12.4	13.74	14.61	11.86	21.27
1	1.6%	9.3	10.85	7.97	14.84	11.64
0.6	2.4%	19.43	13.15	17.54	13.03	16.52
0.8	2.4%	8.72	12.06	15.52	22.66	16.09
1	2.4%	7.98	7.05	10.19	12.17	10.97
0.8	3.2%	11.21	14.05	15.36	19.88	18.27
1	3.2%	5.51	7.08	7.46	13.41	11.17
1	4.0%	5.6	7.4	6.87	10.3	11.7

Con la información contenida en la Tabla 15 se construyeron gráficas de correlación entre la variable dependiente e independiente para seleccionar las proporciones que presentan las mejores prestaciones a través del tiempo y ser caracterizadas microestructuralmente.

5.2.1 RMCP para la relación 0.4 A/C

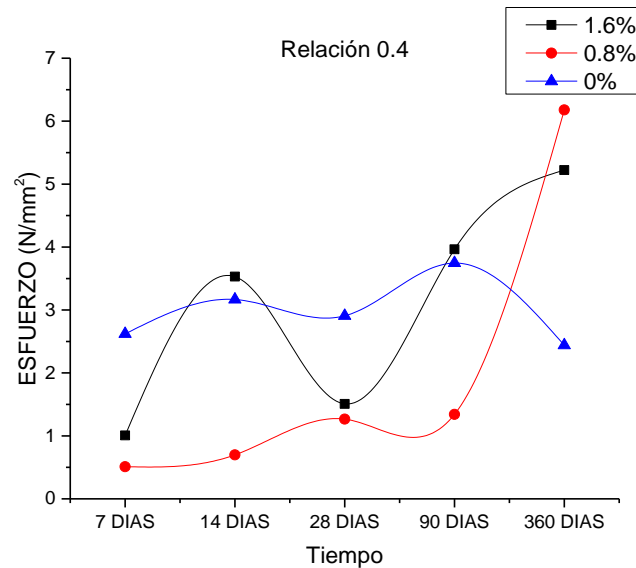


Figura 21. Resistencia morteros con relación 0.4

El mortero de referencia (sin HPI) no fue una mezcla idónea por falta de hidratación en el tiempo; con una resistencia regular entre 2 y 4 N/mm² durante el proceso de fraguado y envejecimiento. La falta hidratación se muestra en la Figura 22.

El mortero con la adición del 0.8% presentó bajos valores de esfuerzo, el análisis visual indica una hidratación deficiente del mortero, más allá de las probetas elaboradas con la misma relación agua/cemento, pero libre de HPI, por lo que puede deducirse que el HPI compite con los áridos por el agua necesaria para generar los productos de hidratación del mortero. Sin embargo, a los 360 días presenta un incremento debido al agua almacenada dentro de la estructura, favoreciendo la formación de fases.

El mortero con la adición de 1.6% de HPI presentó el mejor comportamiento a 14, 90 y 360 días que la referencia, esto debido a que la cantidad de HPI contenida en el agua logra que el agua

almacenada en el mortero requiera más energía para ser liberada, permitiendo que el proceso de hidratación se lleve de mejor manera a través del tiempo.



Figura 22. Mortero con proceso de hidratación deficiente

5.2.2 RMCP para la relación 0.6 A/C

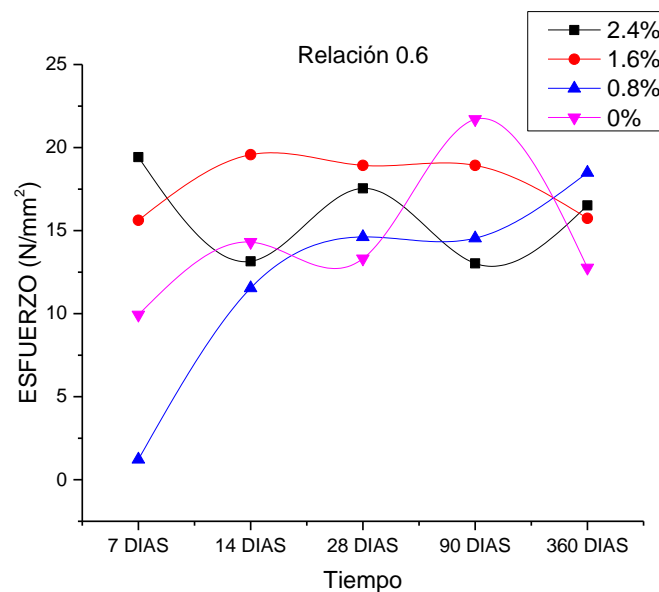


Figura 23. Resistencia morteros con relación 0.6

En la Figura 23 se muestran el comportamiento a través del tiempo de los morteros con la relación 0.6 A/C obteniendo la siguiente información.

El mortero sin la adición del HPI presento valores altos de resistencia a los 90 días, pero las correlaciones de los valores del entorno se mantienen o preservan alrededor de 14 N/mm², por lo

cual puede inferirse que existe un error propagado que conllevó a valores altos para las muestras ensayadas a 90 días.

El mortero con la adición de 0.8% de HPI presento a los siete días retardo en el desarrollo de resistencia al esfuerzo, aumentando paulatinamente hasta alcanzar valores de intensidad media y similar a las probetas elaboradas sin la incorporación de HPI.

La relación con la incorporación de 1.6% de HPI tiene un comportamiento al esfuerzo con una variación mínima a través de tiempo, oscilando entre 15 y 20 N/mm² y decayendo a valores iniciales transcurridos 360 días.

El comportamiento al esfuerzo de las probetas con la adición de 2.4% de HPI es similar a las probetas de referencia, pero con valores más altos en un 68% promedio a los 7, 14 y 360 días.

5.2.3 RMCP para la relación 0.8 A/C

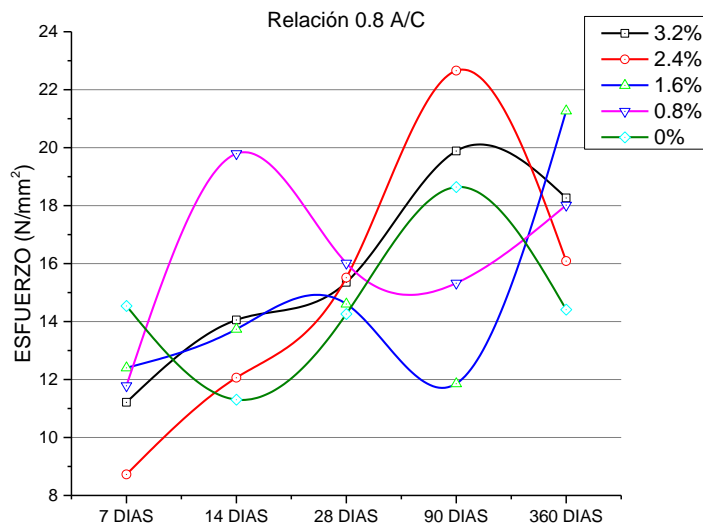


Figura 24. Relación 0.8 A/C

El punto de referencia, que es el mortero sin la adición de HPI, a los 7 días de fraguado está por encima de los morteros modificados soportando un esfuerzo de 14.5391 N/mm², el mortero con el valor más cercano corresponde a la composición con el 1.6% de HPI con 9.4% menos resistencia.

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

A los 14 días todos los morteros modificados superaron al mortero de referencia, con valores de resistencia mayores al 25% como se muestra en la Tabla 16.

Tabla 16. Porcentaje de resistencia mayor a la referencia

% HPI	% de resistencia superada a la referencia
3.2%	25.3
2.4%	34.1
1.6%	26.7
0.8%	37.5

A los 28 días de fraguado la composición de referencia disminuye su resistencia hasta en 7.8% del valor esperado de acuerdo a lo registrado por el IMCyC, mientras que la composición con la adición de 0.8% mantuvo valores de resistencia altos.

A los 90 días de fraguado, el mortero con la adición de 2.4% alcanza la máxima resistencia registrada a través del tiempo con 22.66 N/mm^2 , 17.7% más resistencia que el mortero de referencia a dicho tiempo, de igual forma, el mortero con la adición del 3.2% de HPI muestra 5.5% más resistencia que la referencia; los morteros con la adición de HPI 0.8% y 1.6% presentaron 14.7% y 30% menos resistencia que el mortero de referencia respectivamente.

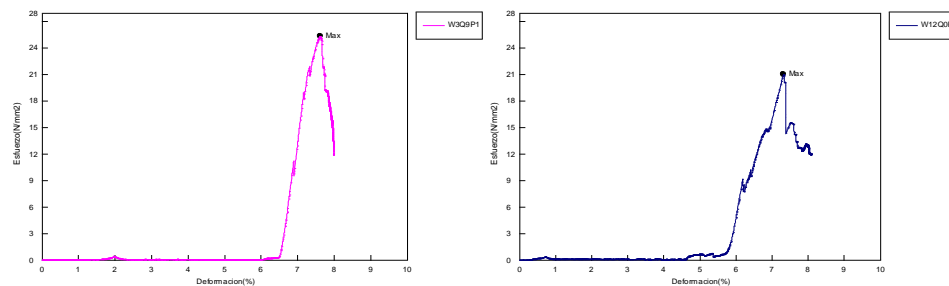


Figura 25. Gráfico esfuerzo deformación

A los 360 días los morteros modificados con 1.6% y 0.8% de HPI presentaron un incremento en comparación a los 90 días de fraguado, mientras que la referencia y los morteros HPI3.2% y HPI2.4% presentaron una disminución en el esfuerzo soportado.

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

El mortero de referencia presentó el menor esfuerzo a los 360 días con 14.41 N/mm^2 , mientras que el mortero con 1.6% de HPI mostró 30.3% mayor resistencia, siendo este, el mejor resultado seguido de HPI3.2% con 13.3% menos resistencia que HPI1.6% y 17% más resistente que la referencia.

5.2.4 RMCP para la relación 1.0 A/C

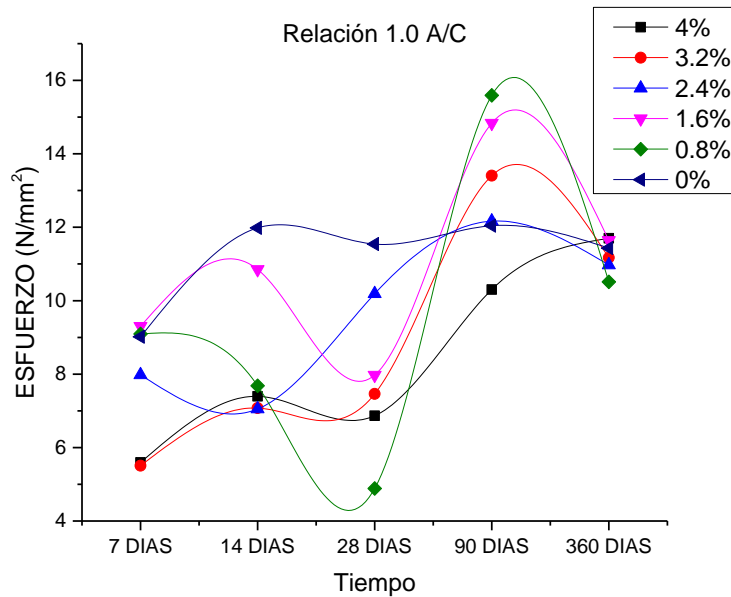


Figura 26. Relación 1.0 A/C

El mortero de referencia a comparación con sus opositores presentó una alta resistencia a los siete días de fraguado, siendo la tercera mejor estando solo 1.8% y 0.5% por debajo de las relaciones HPI1.6% y HPI0.8% respectivamente. A los 14, 28, 90 y 360 días presenta un comportamiento normal alrededor de los 11.74 N/mm^2 con una desviación de 0.26 N/mm^2 .

Las relaciones con la adición de 0.8%, 1.6% y 3.2% tienen un comportamiento similar a través del tiempo, disminuyendo su resistencia a los 14 y 28 días, repuntado a los 90 días de fraguado y obteniendo valores similares a los 360 días. Siendo la relación con 1.6% de HPI la que alcanzó los mayores valores de resistencia al esfuerzo a los 360 días por arriba de 3.2% y 0.8% de HPI de 8% y 3% respectivamente.

La composición con la adición de 4% de HPI presento un comportamiento mono tónico durante todo el proceso de observación, sin embargo, a los 360 días todas las composiciones de esta relación disminuyen su resistencia alcanzando valores de esfuerzo similares entre 10 y 12 N/mm², comportamiento esperado debido a una mayor porosidad de la estructura ya que la cantidad de líquido duplica a la sugerida por la normativa.

Una vez realizado el análisis se observa que la relación A/C 0.8 fue la que soportó mayor esfuerzo a través del tiempo, de manera que la Figura 24 muestra el comportamiento que tuvo cada una de las composiciones de los morteros en dicha relación.

5.2.5 RMCP de acuerdo a la relación agua/cemento

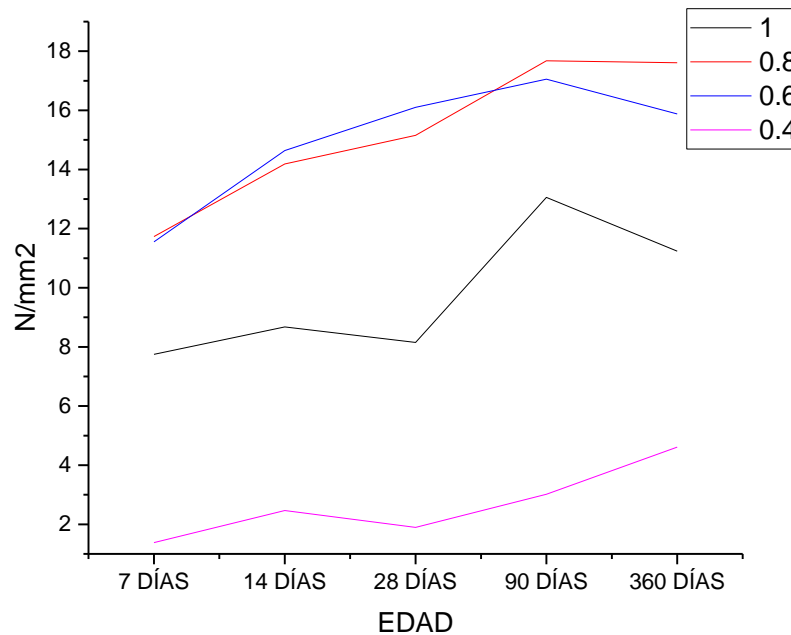


Figura 27. Evolución de la resistencia de los morteros.

Las gráficas de la Figura 27 muestran el comportamiento promedio de la resistencia de mortero de cemento Portland a través del tiempo

A los 7 días de fraguado, la relación 0.6 agua/cemento soporta mayor esfuerzo en comparación a las relaciones 0.4, 0.8 y 1.0 A/C con una resistencia entre 17.11 y 19.55 N/mm²; a los 14 días de fraguado, la relación 0.6 mantiene su resistencia y la relación 0.8 tiene un incremento hasta alcanzar el mismo intervalo que la relación 0.6.

Las relaciones 0.4 y 1.0 muestran una baja resistencia mecánica, la relación 0.4 oscila entre 0 y 2.444 N/mm² y la relación 1.0 fluctúa entre 7.332 y 9.776 N/mm².

Se puede apreciar que a los 7 y 14 días de fraguado, la resistencia se ve favorecida en la relación 0.6 y 0.8 agua/cemento alcanzando valores entre 17.11 y 19.55 N/mm².

A los 28 días de fraguado, la relación 0.6 mantiene una resistencia entre 17.11 y 19.55 N/mm² mientras que la relación 0.8 disminuyó 11.11% en comparación a la resistencia demostrada a los Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

14 días, la relación 0.4 tuvo un incremento a la resistencia alcanzando valores entre 2.44 y 4.88 N/mm² mientras que la relación 1.0 se mantuvo en el rango detectado a los 14 días; a los 90 días de fraguado, el esfuerzo soportado en las relaciones 0.6 y 0.8 tienen un incremento notable, siendo la relación 0.8 la que mejores prestaciones tienen, alcanzando valores mayores a 22 N/mm² mientras que la relación 0.6 oscila entre 19.55 y 22 N/mm², las relaciones 0.4 y 1.0 se mantienen constantes.

A los 360 días el incremento presentado a los 90 días se ve disminuido, sin embargo, se mantienen la misma tendencia, la relación 0.8 tiene un esfuerzo entre 19.55 y 22 N/mm², mientras que la relación 0.6 tiene valores máximos de 19.55 N/mm², la relación 0.4 tiene un incremento hasta alcanzar valores máximos de 7.33 N/mm² y la relación 1.0 mantiene la resistencia registrada desde los 28 días de fraguado.

Los morteros que se encuentran entre la relación 0.6 y 0.8 agua/cemento presentan mayor resistencia que las relaciones externas 0.4 y 1.0

El proceso de hidratación no se llevó a cabo de manera eficiente en la relación 0.4 debido a que la cantidad de agua suministrada a la mezcla no cubrió los requerimientos necesarios para generar los geles CHS por lo que los morteros restantes mostraron agrietamiento severo.

Los documentos publicados por el IMCyC también mencionan que el exceso de agua en la mezcla produce una baja resistencia debido a los poros capilares que generan una red permeable permitiendo el ingreso de aire a la estructura y de esta manera modificar la reacción del cemento en la estructura, aspecto que se puede observar en los morteros con la relación 1.0 a través del tiempo.

Los ensayos a 7, 14 y 28 días realizados a probetas con la relación 0.6 agua/cemento muestran resultados con un incremento en los valores de esfuerzo, en comparación con la relación 0.8 oscilando entre 17.11 y 19.55 N/mm² mientras que la relación 0.8 alcanza máximo 17.11 N/mm²; sin embargo, a los 90 y 360 días, la relación 0.6 se mantiene en máximos de 19.55 N/mm² mientras que la relación 0.8 tiene un incremento hasta obtener valores superiores a 22 N/mm² a los 90 días y valores oscilantes entre 19.55 y 22 N/mm² a los 360 días de fraguado.

Con los resultados de este análisis, se procedió a revisar a detalle los elementos pertenecientes a la relación 0.8 para encontrar los morteros que presentan mejores prestaciones de manera particular.

De acuerdo al comportamiento a través del tiempo de los morteros, se analizó la morfología y la microestructura de los morteros que presentan valores de resistencia mecánica por arriba de las probetas de referencia elaboradas solamente con agua.

5.3 Caracterización morfológica y microestructural

Las probetas que se analizaron en morfología y microestructura corresponden a las que mostraron mayor resistencia con el objetivo de poderlas correlacionar con la presencia de las diferentes fases en el proceso de endurecimiento de los morteros

5.3.1 Preparación de muestras y caracterización por SEM y EDS

La caracterización por SEM y EDS, fue obtenida usando un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610 perteneciente al CUVyTT de la BUAP.

Mediante la caracterización en SEM se inició tomando una fracción de cada probeta, la cual se pulverizó mediante molienda manual en mortero de ágata, posteriormente se tamizó en una malla 375 para alcanzar un tamaño de grano menor a 50 micras, el material se colocó en el porta muestra del SEM, dado que el concreto no es un material conductor y fue recubierta con una capa delgada de oro utilizando la técnica de Sputtering, la muestra se ingresó al SEM en un porta muestra y se registraron las imágenes correspondientes.

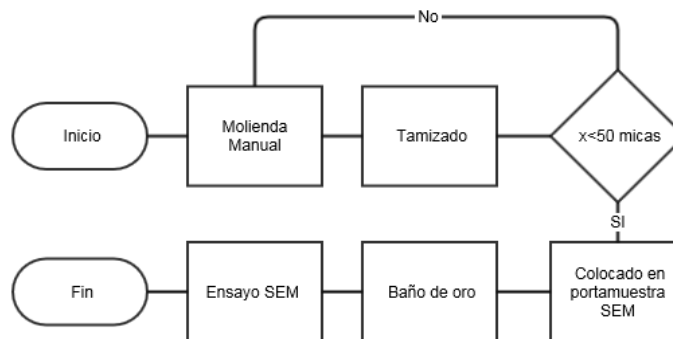


Figura 28. Preparación de muestras para SEM

5.3.2 Preparación de muestras y caracterización por DRX

Para la caracterización por DRX, las probetas se pulverizaron mediante molienda manual en un mortero de ágata, se tamizó hasta pasar la malla 200 para alcanzar una granulometría menor o igual a 75 micras, la muestra se colocó en la porta muestra de un difractor de rayos X marca Bruker D-8 Discover y se corrió del ángulo 5 hasta el 50 2-theta con un paso de 0.020 grados cada 43.2 segundos a una temperatura constante de 25°C con un ánodo de cobre.

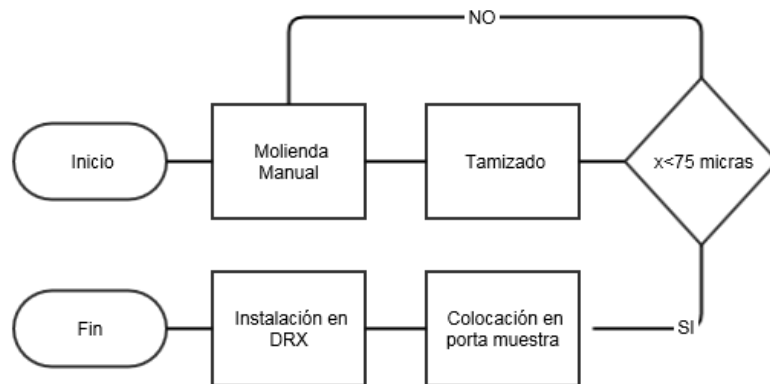


Figura 29. Preparación de muestra para DRX

5.4 Análisis por difracción de rayos X

Las materias primas usadas en el proceso experimental fueron caracterizadas por DRX con el propósito de evaluar cuantitativamente la formación de las fases cementantes y consumo de los reactivos limitantes.

5.4.1 Caracterización de materia prima

5.4.1.1 Cemento Portland

El CPO se tamizó hasta pasar la malla 200, con un tamaño de partícula esperado menor o igual a 75 micras. La microestructura del material se analizó mediante difracción de rayos X con la intención de conocer la influencia del HPI en reacciones de transformación del cemento en sus Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

componentes más importantes como la tobermorita, etringita y calcita en relación a la cantidad de HPI adicionado.

El cemento Portland comercial contiene silicato: tricálcico, dicálcico, aluminatos tricálcico y ferrito aluminatos tetracálcico, como componentes básicos, comprobando que otros compuestos o minerales no son agentes significativos, de tal modo que es un excelente material de referencia para comparar con los morteros modificados y determinar el grado de reactividad del cemento durante todo el proceso.

En la Figura 30 se pueden observar los planos de difracción correspondientes a las fases precursoras descritas con intensidad y posición típicas del cemento portland, sin presencia detectable de óxido de sodio y potación, elementos que pudieran reaccionar y formar productos álcali-agregados.

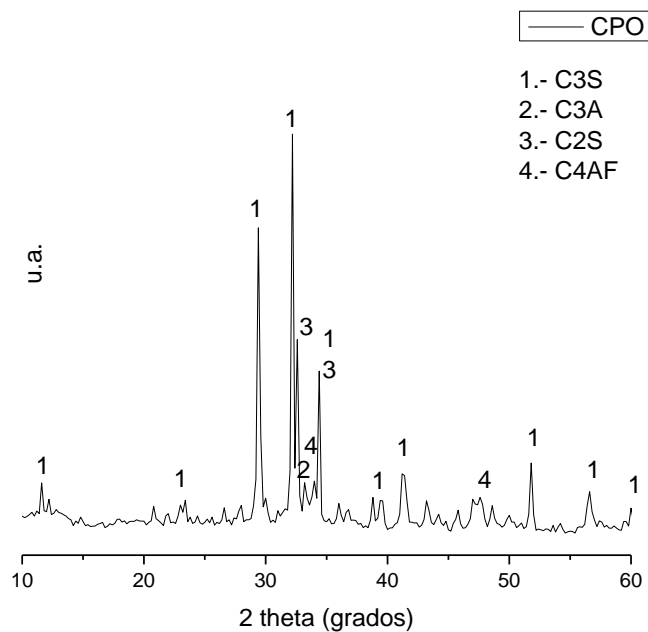


Figura 30. DRX de Cemento Portland Ordinario

5.4.1.2 Arena

La arena utilizada en la preparación de los morteros fue recolectada en los bancos de arena a orilla del río Orizaba, en la misma ciudad. La difracción de rayos X indica la presencia de fases cristalinas como cuarzo, yeso y albita que son componentes genéricos de las arcillas. El análisis semi Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

cuantitativo muestra que la fase albita es la de mayor proporción con 86%, el cuarzo con 9% y solo 5% de yeso, de igual manera se observa que no se encuentra contaminada con arcillas que interacciones con el cemento y modifiquen el experimento de manera significativa.

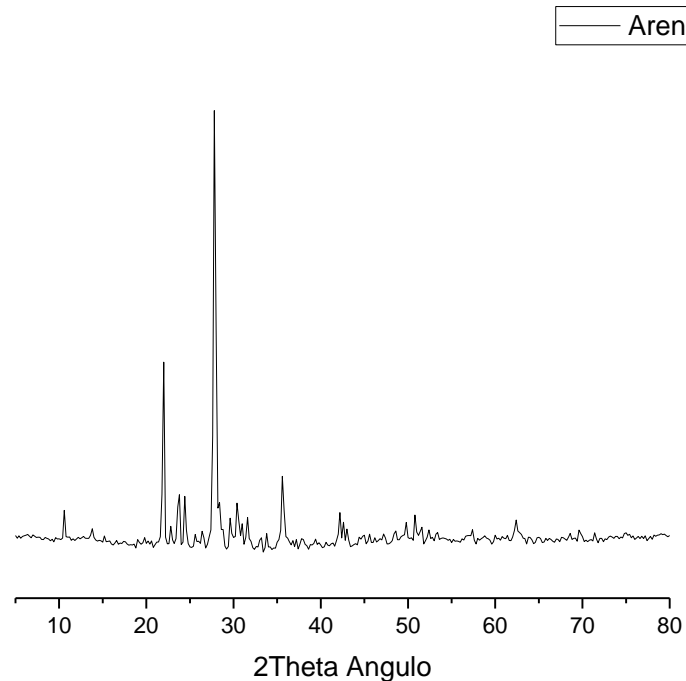


Figura 31. Difractograma de Rayos X de la arena.

5.4.1.3 Hidroxi-poli-Indol

El material se caracterizó en un contador de partícula Zetasiser Nano, se corrieron tres muestras y se obtuvo una media y desviación estándar para determinar el tamaño promedio y tolerancia de la muestra, los datos mostraron que el HPI tiene un tamaño de 221.27 nm en promedio con una desviación de 65.03nm con una viscosidad de 0.8873 cP.

5.4.2 Análisis micro-estructural de morteros con la relación 0.8 a/c

De acuerdo al análisis en la resistencia de morteros de cemento portland, se analizó la relación 0.8 agua/cemento, puesto que a largo plazo fue la que presentó los mejores resultados.

5.4.2.1 Análisis micro-estructural de mortero con relación 0.8 A/C sin adición de HPI

El mortero de referencia fue caracterizado para conocer su comportamiento y evolución en el tiempo sin la adición de HPI.

La evolución de las fases cementantes muestran el crecimiento de la fase etringita, está se incrementa a través del tiempo hasta alcanzar 32% a los 360 días, haciendo referencia al crecimiento de etringita secundaria, fase que provoca el micro agrietamiento de la estructura por el acomodamiento del crecimiento cristalino de dicha fase, causante de la disminución de la resistencia del material.

Existe presencia de calcita a temprana edad por la reacción que tiene el silicato Tricálcico (Alita), silicato dicálcico (Belita), Aluminato Tricálcico y Aluminioferrito tetracálcico (Fase ferrita) en el proceso de hidratación. A 14, 28 y 90 días esta fase contribuye a la formación de etringita, Portlandita y tobermorita mientras a los 360 días en el proceso normal de maduración del cemento, la calcita se encuentra en mayor proporción. En los difractogramas existe presencia de albita, sin embargo, no se cuantifica al ser un contribuyente de los áridos incorporados.

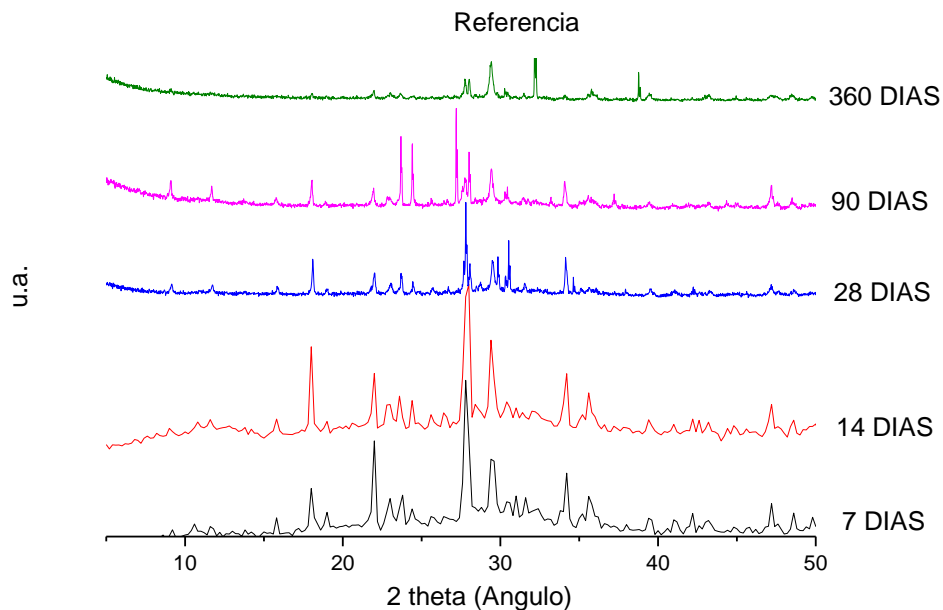


Figura 32. Difractogramas de referencia para distintos tiempos de evolución

Tabla 17. Análisis semicuantitativo mortero de referencia

	7 DIAS	14 DIAS	28 DIAS	90 DIAS	360 DIAS
Portlandita	9%	15%	28%	11%	10%
Tobermorita	20%	51%	20.0%	41%	20%
Etringita	24%	23%	29%	33%	32%
Calcita	47%	11%	24%	15%	38%

5.4.2.2 Análisis micro-estructural con adición 0.8% de HPI

Este mortero se caracterizó por tener un comportamiento inverso de la resistencia en comparación a la referencia; la calcita muestra un incremento en el tiempo mientras que la etringita disminuye. Sin embargo, el cambio significativo es la cantidad de tobermorita alcanzada a los 28 días indicador que los procesos de hidratación se están llevando a cabo de manera retardada en comparación con la referencia.

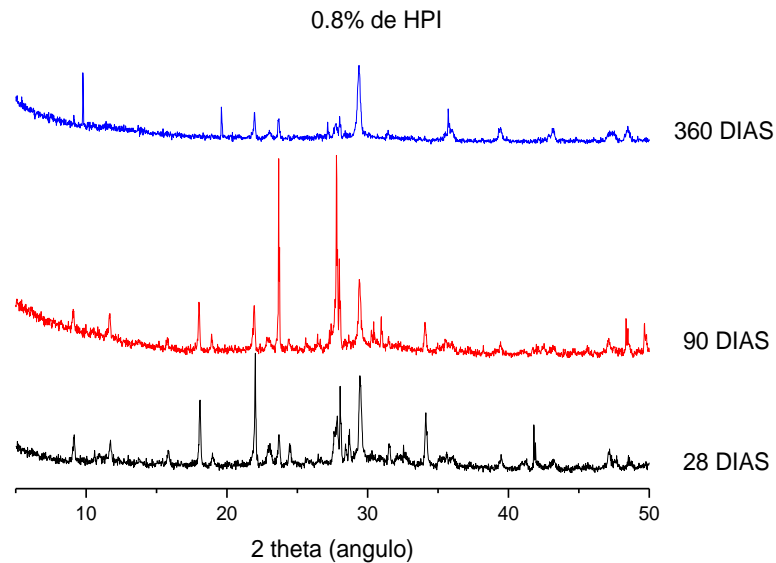


Figura 33. Diffractogramas con 0.8% HPI con distintos tiempos de evolución

Tabla 18. Análisis semicuantitativo en mortero con 0.8% de HPI

	7 DIAS	14 DIAS	28 DIAS	90 DIAS	360 DIAS
Portlandita	23%	24%	15%	19%	17%
Tobermorita	14%	43%	35%	16%	25%
Etringita	26%	23%	35%	25%	15%
Calcita	37%	10%	15%	41%	43%

5.4.2.3 Análisis micro-estructural con adición 1.6% de HPI

Los difractogramas de los morteros con la adición del 1.6% de HPI durante el periodo de observación muestra la participación del calcio en el crecimiento de fases como la Portlandita, etringita y tobermorita desde los 7 días, aunque se ve disminuida en un 20.4% en comparación con la referencia. A los 28 días presenta valores muy similares con apenas 2% de variabilidad y alrededor de los 28 y 360 días hay la formación calcita se incrementa hasta en un 11.7% promedio.

La formación de etringita en la referencia y en el mortero con la adición del 1.6% de HPI es similar a través del tiempo con una variabilidad del 3% a los 7, 14, 28, 90 y 360 días, lo que se manifiesta en los valores de resistencia alcanzados por estas probetas.

Existe alta presencia de tobermorita a los 14 y 28 días. Posteriormente (90 y 360 días) la presencia de tobermorita disminuye, esto debido a su contribución en la formación de la fase calcita.

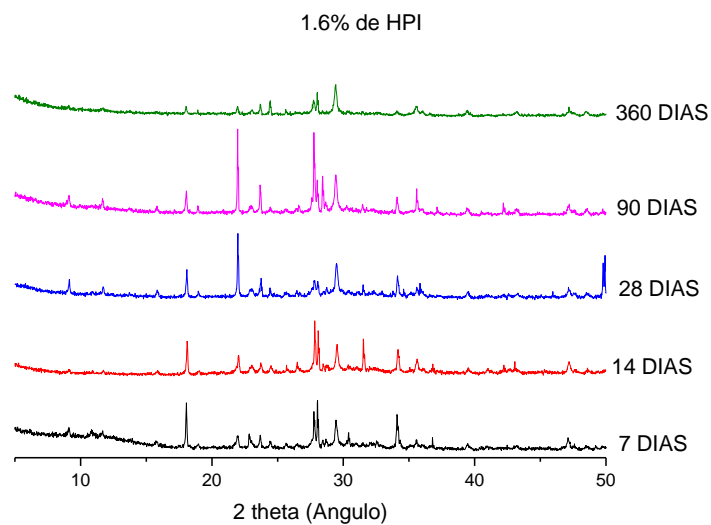
**Figura 34. Difractogramas con 1.6% HPI a distintos tiempos de evolución**

Tabla 19. Análisis semicuantitativo en mortero con 1.6% de HPI

	7 DIAS	14 DIAS	28 DIAS	90 DIAS	360 DIAS
Portlandita	37.0%	32.6%	15.8%	23.7%	7.1%
Tobermorita	8.3%	35.9%	27.1%	12.7%	15.2%
Etringita	27.7%	22.4%	30.1%	30.3%	25.8%
Calcita	27.0%	9.1%	26.9%	33.2%	51.9%

5.4.2.4 Análisis micro-estructural con adición 2.4% de HPI

El mortero presentó mejores valores a los 14, 28, 90 y 360 días de fraguado, este mortero tiene un comportamiento similar a la contraparte de la referencia tiene un incremento de la fase calcita a través del tiempo y una disminución de la fase etringita, sin embargo, a los 360 días, la cantidad de etringita presentada es 5% menor que el mortero con 3.2% de HPI.

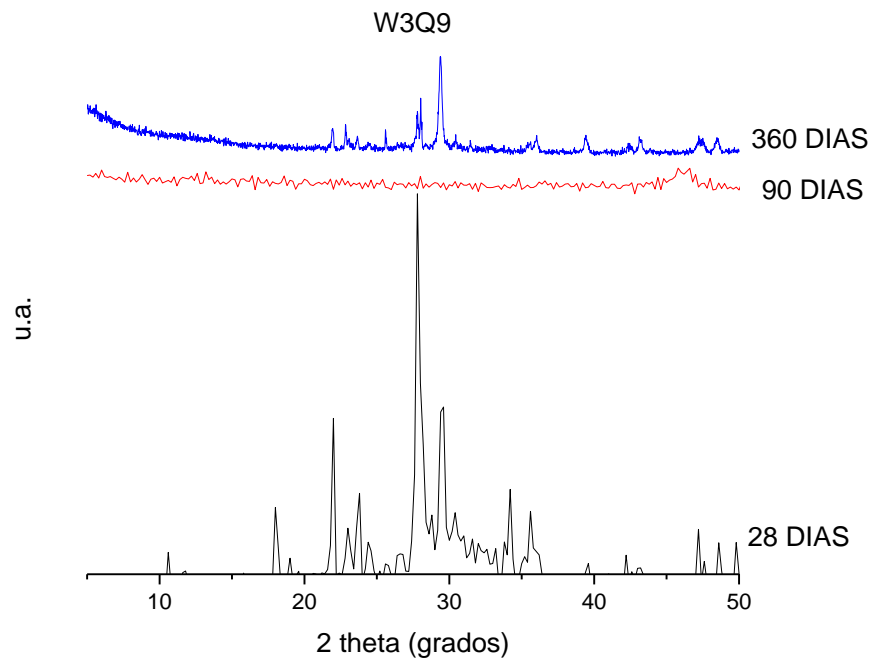


Figura 35. Difractogramas de la muestra con 2.4% HPI con evolución a 28, 90 y 360 días

Tabla 20. Análisis semicuantitativo en mortero con 2.4% de HPI

	W3Q9				
	7 DÍAS	14 DÍAS	28 DÍAS	90 DÍAS	360 DÍAS
Portlandita	21.3%	19.7%	8.0%	11.2%	1.4%
Tobermorita	10.5%	34.9%	37.5%	14.5%	29.5%
Etringita	33.9%	28.0%	46.3%	31.3%	20.5%
Calcita	34.2%	17.45%	8.1%	43.0%	48.6%

5.4.2.5 Análisis micro-estructural con adición 3.2% de HPI

La referencia y el mortero con 3.2% de HPI tienen un comportamiento similar a través del tiempo, sin embargo, al adicionar 3.2% de HPI el mortero presenta mayor resistencia a los 14, 28, 90 y 360 días. Esto se puede deber a la interacción existente entre la etringita y la calcita, dado que, al pasar del tiempo, la fase calcita se ve incrementada y la etringita se ve disminuida, comportamiento que se ve reflejado en las pruebas de resistencia. La formación de tobermorita en ambos morteros es similar, con un alto nivel a los 7 y 14 días, una disminución a los 28 días, y un repunte a los 90 días hasta una drástica disminución de la fase a los 360 días.

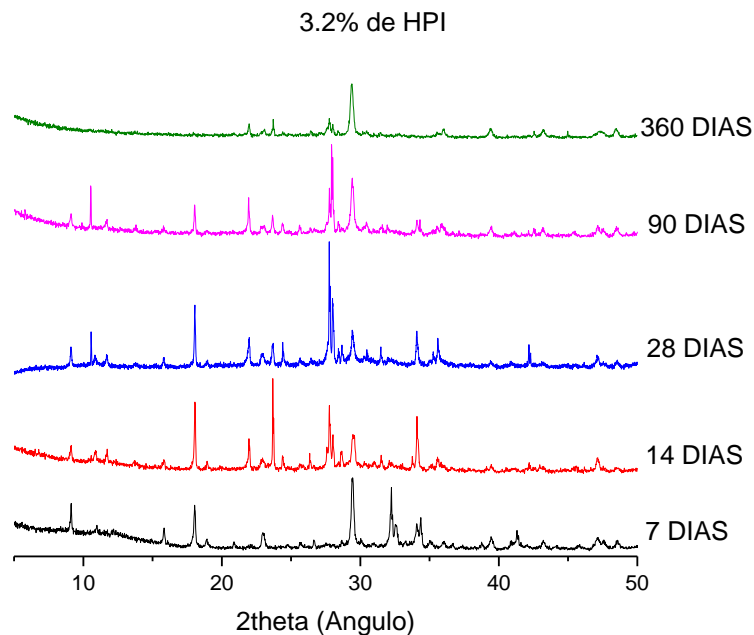
**Figura 36. Diffractogramas con 3.2% HPI con distintos tiempos de evolución**

Tabla 21. Análisis semi cuantitativo en mortero con 3.2% de HPI

	7 DÍAS	14 DÍAS	28 DÍAS	90 DÍAS	360 DÍAS
Portlandita	5.6%	6.8%	6.5%	5.9%	5.4%
Tobermorita	12.8%	33.9%	16.0%	30.6%	9.3%
Etringita	40.2%	33.6%	44.9%	25.1%	25.8%
Calcita	41.4%	25.8%	32.6%	38.4%	59.4%

5.4.3 Análisis semi cuantitativo por DRX

A los siete días de fraguado, como lo menciona Giraldo M., la fase etringita empieza a hacerse notoria, debido a que la intensidad de otras fases como la Portlandita y tobermorita disminuyen; El incremento de HPI en la composición del mortero incrementa la cristalinidad de la fase etringita y disminuye la cantidad de Portlandita, esto puede ser posible debido a que la reacción con las fases portadita y tobermorita es en menor escala teniendo como resultados menores valores de esfuerzo a compresión por la falta de formación de las fases tobermorita gel responsable del armazón interno de la pasta de cemento. La presencia de iones calcio se observan en gran medida, esto porque a edades tempranas debido a la secuencia de hidratación del silicato de calcio [51-52].

Tabla 22. Análisis semi cuantitativo 7 días

Tiempo	Fase	Referencia	0.8%	1.6%	2.4%	3.2%
7 días	Portlandita	9%	23%	37%	21%	6%
	Tobermorita	20%	14%	8%	11%	13%
	Etringita	24%	26%	28%	34%	40%
	Calcita	47%	37%	27%	34%	41%
	Esfuerzo	14.54	11.79	12.40	8.72	11.21

El fraguado a los 14 días presenta un incremento importante en la fase tobermorita en comparación a los 7 días, hecho que corroboran Rodríguez C. y Giraldo M [52-53], para las composiciones con mayor cantidad de HPI la intensidad de la etringita es alta y las fases Portlandita y tobermorita baja, este efecto puede ser provocado por un retardamiento en el proceso de fraguado. De acuerdo a un posible equilibrio en la formación de fases cristalinas, el mortero que presento mayor resistencia es Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

el adicionado con 0.8% de HPI, seguida de 1.6% a diferencia de la referencia que tiene tendencia a la fase Portlandita, de acuerdo a Goldschmidt a esta edad la hidratación del silicato de calcio ya aporó los elementos necesarios para la formación de otras fases, sin embargo, y de acuerdo a los datos obtenidos, se puede suponer que la composición con la adición del 3.2% no ha terminado en su totalidad dicho proceso al mantener una gran cantidad de calcita.

Tabla 23. Análisis semi cuantitativo 14 días

Tiempo	Fase	Referencia	0.8%	1.6%	2.4%	3.2%
14 días	Portlandita	15%	24%	33%	20%	7%
	Tobermorita	51%	43%	36%	35%	34%
	Etringita	23%	23%	22%	28%	34%
	Calcita	11%	10%	9%	17%	26%
	Esfuerzo	11.3	19.79	13.74	12.06	14.05

A los 28 días, el concreto ha fraguado y llegado a una etapa de estabilidad, se puede observar que las composiciones con la adición de HPI superan el esfuerzo de la referencia, esto puede ser debido a que, en la referencia, la reacción del silicato de calcio (alita) y aluminato de calcio (celita) causantes de la tobermorita y etringita se ha culminado obteniendo como producto secundario hidróxido de calcio en una fase calcita. La alta resistencia mecánica de los morteros con HPI y siguiendo la tendencia a los 7 y 14 días, puede ser a un retardamiento en el proceso de fraguado, debido que se puede observar altos niveles de tobermorita o etringita en los morteros modificados.

Tabla 24. Análisis semi cuantitativo 28 días

Tiempo	Fase	Referencia	0.8%	1.6%	2.4%	3.2%
28 días	Portlandita	28%	15%	16%	8%	7%
	Tobermorita	20%	35%	27%	38%	16%
	Etringita	29%	35%	30%	46%	45%
	Calcita	24%	15%	27%	8%	33%
	Esfuerzo	14.26	16.02	14.61	15.52	15.36

A los 90 días, las composiciones con la adición del 2.4% y 3.2% de HPI supera el esfuerzo soportado por la referencia, esto puede ser debido a la repositación de la fase etringita en los espacios disponibles en la estructura debido al proceso de envejecimiento denominado "Ostwald Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

ripening” que implica que los cristales pequeños tienen una tendencia a crecer debido a una necesidad natural de disminución de su energía de superficie, este tipo de cristalización de etringita no genera expansión y por lo mismo favorece la estructura del mortero, los morteros modificados con 0.8% y 1.6% no muestran dicha tendencia ya que la cantidad de tobermorita y Portlandita pareciera que tuvieran un retardamiento marcado [54].

Tabla 25. Análisis semi cuantitativo 90 días

Tiempo	Fase	Referencia	0.8%	1.6%	2.4%	3.2%
90 días	Portlandita	11%	19%	24%	11%	6%
	Tobermorita	41%	16%	13%	15%	31%
	Etringita	33%	25%	30%	31%	25%
	Calcita	15%	41%	33%	43%	38%
	Esfuerzo	18.64	15.33	11.86	22.66	19.88

Los morteros modificados han superado a la referencia por lo menos en un 20% a los 360 días, esto puede ser a causa del consumo de la fase etringita y tobermorita para la formación de hidróxido de calcio que, por la intensidad presentada, están orientadas y en tamaños considerables que favorecen la resistencia a compresión [55].

Tabla 26. Análisis semi cuantitativo 360 días

Tiempo	Fase	Referencia	0.8%	1.6%	2.4%	3.2%
360 días	Portlandita	10%	17%	7%	1%	5%
	Tobermorita	21%	25%	15%	30%	9%
	Etringita	32%	15%	26%	21%	26%
	Calcita	38%	43%	52%	49%	59%
	Esfuerzo	14.41	18.02	21.27	16.09	18.27

La estructura del HPI modifica los enlaces permitiendo que el agua en el mortero requiera más energía para ser desligada, manteniendo así, la hidratación del cemento por mayor tiempo, y por ende, optimizando la reactividad de los compuestos minerales y densificando así las fases cementantes más resistentes.

5.5 Análisis morfológico de morteros seleccionados

Las composiciones con la relación 0.8 agua/cemento fueron analizadas por microscopia electrónica de barrido para reconocer en la morfología del material la presencia de las diferentes fases cementantes y el consumo de las fases reactivas expuestas en los difractogramas de rayos X.

5.5.1 Análisis morfológico a 7 días de los morteros.

La morfología del mortero de referencia se muestra en la Figura 37a; en ella se observan hojuelas agrupadas correspondientes a la formación del gel de Tobermorita y una formación muy marcada de la fase cristalina Etringita primaria, reconocida por la característica de formar estructuras monoclinicas bien definidas tipo agujas [56].

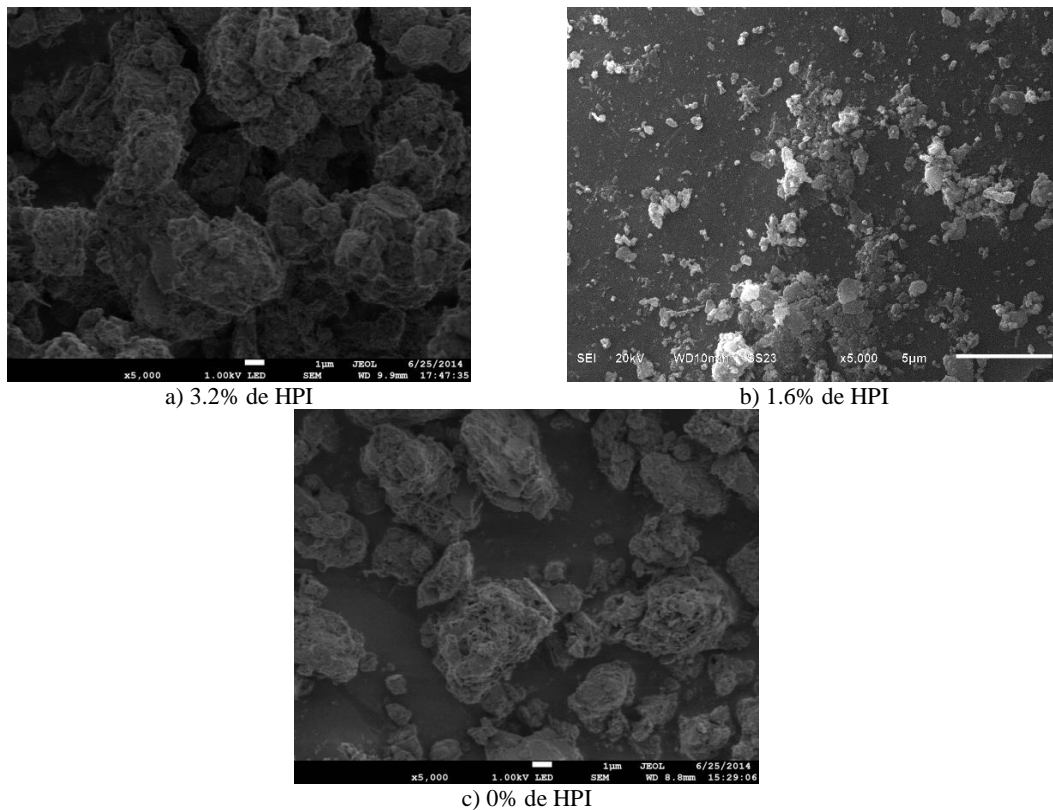


Figura 37. Micrografía de las muestras con la adición de a)3.2%, b)1.6% y c)0% de HPI a 7 días

En todas las imágenes de la Figura 37 presentan en edad temprana contracción del material produciendo agrietamientos y superficies porosas y rugosas debidos a las reacciones intermedias

del hidróxido de calcio para formar fases secundarias, dato que se puede corroborar por la gran cantidad de calcita detectadas por DRX [57]. En la Figura 37b, se nota la formación del gel de Tobermorita y Portlandita dispersos, fases detectadas en los difractogramas de las muestras.

5.5.2 Análisis morfológico a 14 días de morteros

A los 14 días, las probetas de referencia representadas en la Figura 38a, mostraron mayor rugosidad atribuidas a la reactividad del hidróxido de calcio y la formación de las fases secundarias. En la Figura 38a se puede observar agrietamientos rugosos haciendo referencia que el hidróxido de calcio sigue reaccionando y formando fases secundarias.

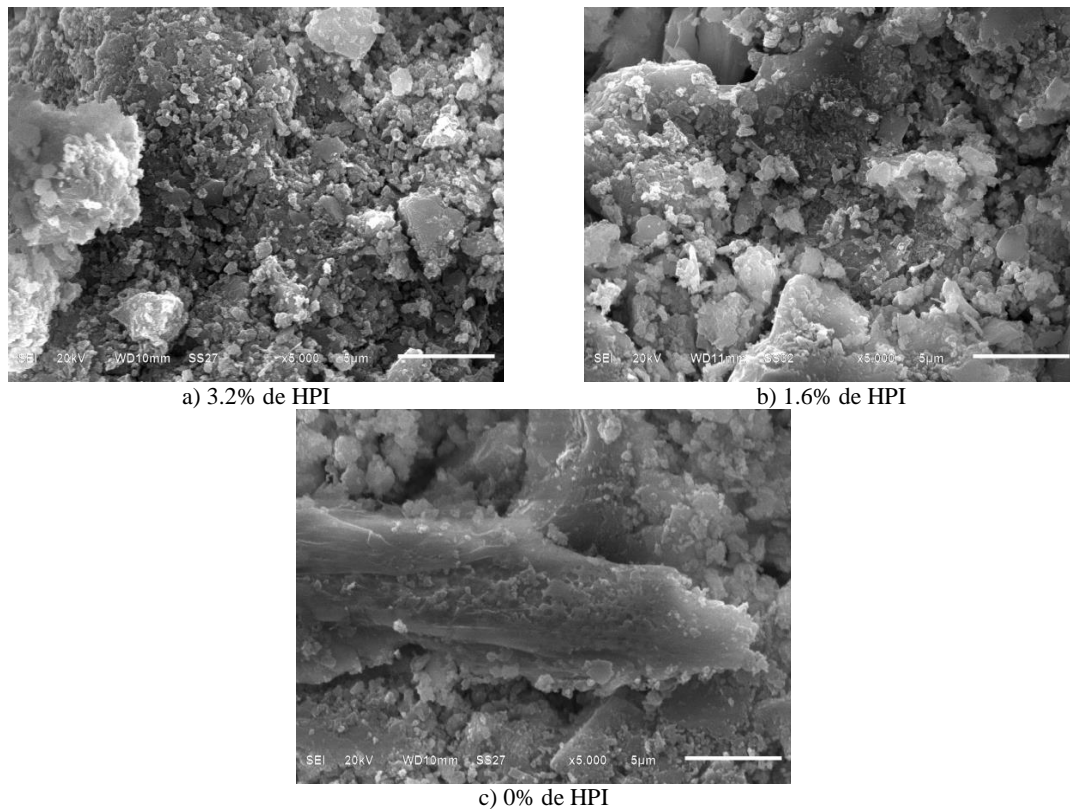


Figura 38. SEM 14 días a) 3.2%, b) 1.6% y c) 0% de HPI

En el caso de las probetas con composición 1.6 representadas en la Figura 38b, se puede observar en menor escala la reacción de la calcita, pero una formación muy evidente del gel de Tobermorita en forma de hojuelas que se están incorporando para formar la estructura del concreto. Son notorias

Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

las formaciones de Etringita primaria en los límites de grano. Finalmente, en la Figura 38c, representativa de las probetas elaboradas con sustitución total de agua por HPI, se observa una gran cantidad de Tobermorita para el mismo tiempo de fraguado, con límites de grano muy bien definidos, lo cual permite inferir que el líquido se ha incorporado o encapsulado contrayendo la microestructura del material desde edad temprana y proveyendo de una gran densidad de poros que contribuyen a una baja resistencia mecánica, como las que se registraron en los ensayos de resistencia a la compresión para estas muestras.

5.5.3 Análisis morfológico a 28 días de los morteros.

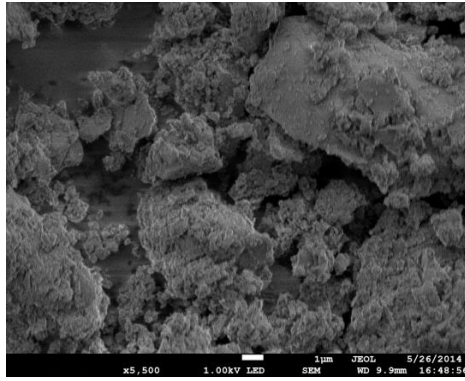
La Figura 39a es representativa de la muestra 3.2% de HPI; en ella se observa la formación densa del sólido con límites de grano irregulares que se atribuye a la presencia del hidróxido de calcio y al proceso de formación de la fase Etringita, misma que se desarrolla en los límites de grano; las presencias de estas fases se confirmaron por DRX.

La Figura 39b correspondiente a las probetas con la adición del 1.6%, al igual que la 0.8% de la Figura 39d, muestra claramente el desarrollo de cristales de Etringita en las cavidades; como estas cavidades están parcialmente ocupadas por una fase poco densa, la resistencia del material al esfuerzo tiende a disminuir cuando son sometidos a compresión.

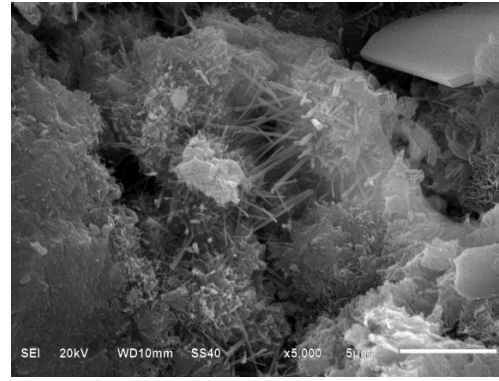
La Figura 39c es una imagen representativa de las probetas de referencia a 28 días; en ella se puede observar un material denso con ausencia de cristales de Etringita en el micro agrietamiento, por lo que se infiere que esta es la causa por lo que estas probetas mostraron los valores más bajos de resistencia a la compresión en comparación con las modificadas con HPI. En las probetas con la adición del 0.8% representada en la Figura 39d, se observa la formación homogénea de Tobermorita con una densidad importante de cristales de Etringita bien desarrollados en todas las cavidades. Estas probetas alcanzaron los valores más altos de resistencia para 28 días y se puede atribuir a que una presencia tan homogénea y distribuida de Etringita tiende a disminuir la energía de superficie en el material y contribuyen a fortalecer la microestructura.

Por último, la morfología de la probeta con composición con 2.4% representada en la Figura 39e, muestra una densificación importante de la microestructura, misma que ya se había observado en la Figura la Tobermorita, denotando que la estructura está terminando su proceso de fraguado y Domínguez-Herrera J.E.; Nuñez-Dorantes J.C.

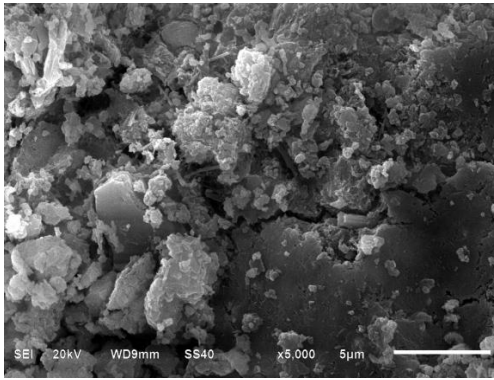
llegando a su etapa de estabilidad con escasa presencia de Etringita primaria, lo cual indica que el consumo de los reactantes se ha optimizado.



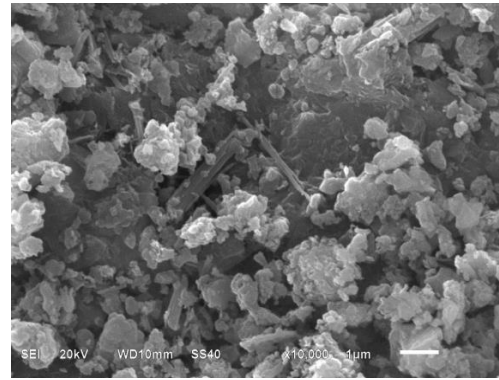
a)3.2%



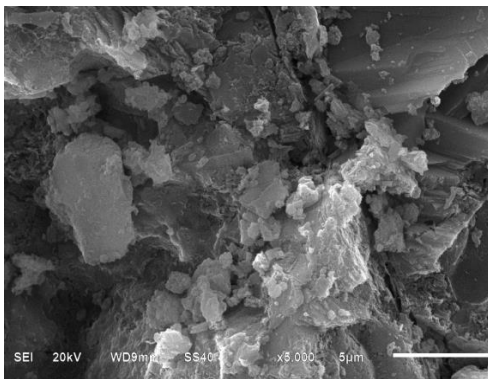
b)1.6%



c)0%



d)0.8%



e) 2.4%

Figura 39. Micrografía de las probetas a) 3.2%, b) 1.6%, c) 0%, d) 0.8% y e) 2.5% de HPI a 28 días.

5.5.4 Análisis morfológico a 90 días de los morteros.

A los 90 días se considera que los morteros comienzan a presentar propiedades metaestables, que les acompañarán en los años subsiguientes y que serán modificados dependiendo de las condiciones hidroambientales y de la presencia de agentes corrosivos. A 90 días, las probetas de referencia (Figura 40a) muestran la formación de Etringita secundaria en mayor proporción que en los morteros modificados con HPI, llenando así los espacios en la superficie y en las micro-grietas.

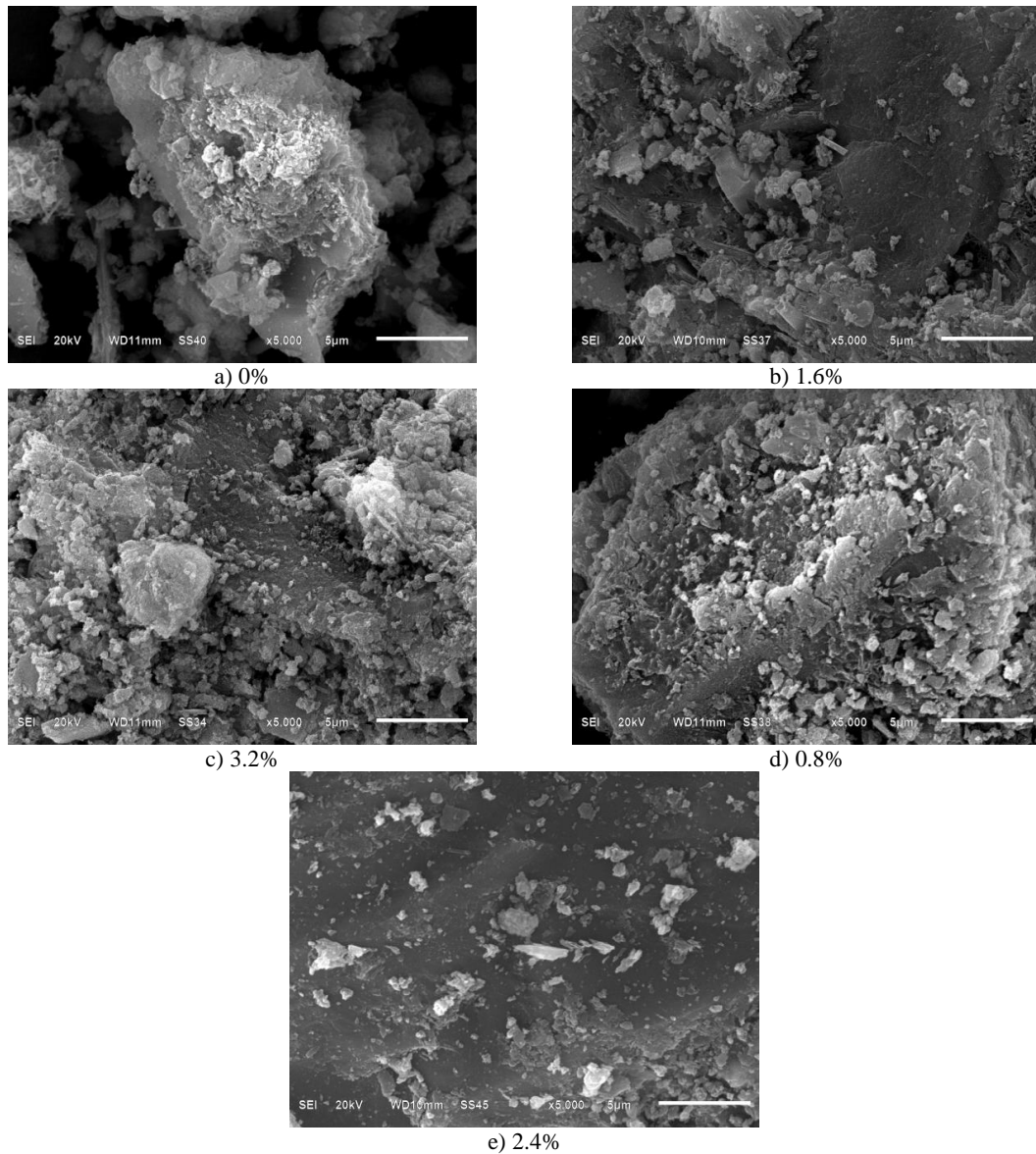


Figura 40. SEM 90 días a) 3.2%, b) 1.6%, c) 0%, d) 0.8% y e) 2.4%

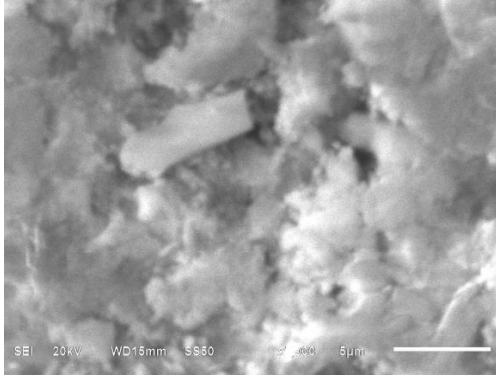
El mortero con la adición del 1.6% (Figura 40b) muestra un retraso en la formación de calcita a la vez que, la Portlandita, Etringita y Tobermorita como fases predominantes ocasionando la baja resistencia mecánica que estas probetas mostraron a esta edad.

El mortero con mayor cantidad de HPI (Figura 40c) soportó esfuerzos de hasta 19.88 N/mm² como consecuencia de un equilibrio entre la formación de Tobermorita y Calcita con una marcada disminución de Etringita secundaria, denotando que el proceso de generación de calcita es favorecido como la última fase del crecimiento de los cristales en el concreto.

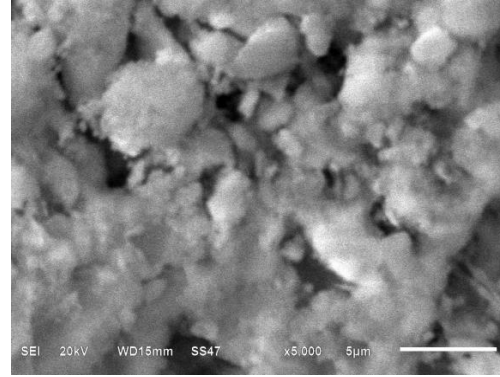
Los morteros con composición con 2.4% de HPI, presentan escasa porosidad y una mayor resistencia mecánica, con aportes bien densificados de Tobermorita y un mayor porcentaje de calcita, dotando así de una estructura densa mayor que las de sus homólogos a otras composiciones para esta edad de maduración.

5.5.5 Análisis morfológico a 360 días de los morteros.

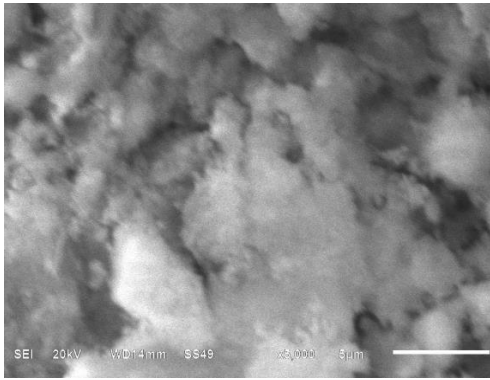
El mortero de referencia presenta un micro agrietamiento que, de acuerdo al análisis por DRX, puede ser por la recristalización de la fase etringita en forma de etringita secundaria y al consumo de agua excedente que produce una mayor cantidad de poros. El mortero con mejor resultado (1.6% HPI) presentó un gran porcentaje de calcita, elemento que ayuda a incrementar la densidad del material, disminución de la porosidad del mismo y por ende un incremento en el esfuerzo soportado [30]. El mortero con la mayor cantidad de HPI, soportó 21% más esfuerzo que la referencia, atribuido a una mayor cantidad de calcita y etringita que forman una red sólida y reduciendo la porosidad aparente en el material corroborando la disminución de la porosidad registrada por Bezerra en su investigación.



a) 3.2%



b) 1.6%



c) 0%

Figura 41. SEM 360 días a) 3.2%, b) 1.6% y c) 0% de HPI

CAPITULO 6: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusión

La relación A/C 0.6 alcanzó alta resistencia a 7, 14 y 28 días, sin embargo, las mejores propiedades mecánicas a largo plazo (90 y 360 días) se obtuvieron en la relación 0.8 A/C en los morteros con la adición de 1.6% y 3.2%, con el uso de un 1.6% de HPI en sustitución de agua, se obtiene un incremento de la resistencia en un 25%, no obstante, con la incorporación del 1.6% de HPI se incrementa la resistencia en un 20%.

El seguimiento al proceso de fraguado en función de las variaciones de la relación A/C permitió observar que la adición del HPI requiere de una mayor cantidad de agua para llevar a cabo la hidratación del mortero.

Debido a lo anterior, se infiere que la estructura del HPI actúa como encapsulante de agua debido a los enlaces que se forman, requiriendo más energía para romper dichos enlaces permitiendo que el proceso de hidratación se mantenga por un tiempo prolongado y por tanto optimizando la reactividad de los compuestos primarios y lograr así, la densificación de las fases cementantes que aportan estructura al concreto incrementando su resistencia mecánica.

Recomendaciones

Se recomienda un análisis térmico al material para determinar la influencia térmica del ambiente sobre el HPI.

Se propone hacer pruebas de potenciales de corrosión para analizar la respuesta al ataque de cloruros y si el HPI podría acelerar o retardar dicho ataque.

Bibliografía

- [1] J. I. Escalante García, «Materiales alternativos al cemento Pórtland,» *Avance y Perspectiva vol. 21*, pp. 79-88, 2002.
- [2] L. E. Romero Robles, «Evaluación de factores que afectan la aparición de etringita secundaria como simulación del envejecimiento de mezclas de concreto y su papel dentro de procesos de expansión y agrietamiento,» de *10th Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology*, Panama, 2012.
- [3] D. L. Chung, «Use of polymers for Cement-based structural,» *Journal of Materials Science*, nº 39, pp. 2973-2978, 2004.
- [4] R. M. F. J. P. C.-G. U. T. Bezerra, «The Effect of Latex and Chitosan Biopolymer on Concrete Properties and Performance,» *Key Engineering Materials*, vol. 466, pp. 37-46, 2011.
- [5] E. Knapen y D. Van Gemert, «Microstructural Analysis of Paste and Interfacial Transition Zone in Cement Mortars Modified with Water-Soluble Polymers,» *Key Engineering Materials*, nº 466, pp. 21-28, 2011.
- [6] A. Choisy, *Historia de la Arquitectura*, parte I y parte gráfica, Bueno Aires: Victor Leru, 1980.
- [7] F. Ortega Andrade, «La construcción Romana (II),» *Revista de Edificación*, pp. 55-75, 1995.
- [8] D. Sanchez De Guzman, *Tecnología del concreto y del cemento*, Colombia: Pontificia Universidad Javeriana, 2001.
- [9] CEMEX, «Cementos de México,» 12 09 2014. [En línea]. Available: <http://www.cemex.com/ES/ProductosServicios/ComoHacemosCemento.aspx>.
- [10] Ó. J. De la Garza Garza y J. C. Arteaga Garcia, «Análisis de la competencia en la industria cementera en México,» *EconoQuantum*, pp. 74-86, 2011.
- [11] E. T. Rojas, «El nuevo competidor en la industria cementera,» *Forbes México*, 2014.
- [12] ONNCCE, «NMX-C-414-ONNCCE-2004,» ONNCCE, México, 2004.
- [13] IMCyC, «Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, A.C.,» 20 11 2014. [En línea]. Available: <http://www.imcyc.com/cementohistoria/index-rsp.htm>.
- [14] N. Arthur, *Diseño de estructuras de concreto*, México: Mc Graw Hill, 2009.

- [15] S. H. Kosmatka, B. Kerkhoff, W. C. Panarese y J. Tanesi, «Diseño y control de mezclas de concreto,» México, Skokie, 2004, pp. 40-42.
- [16] A. M. Neville y J. J. Brooks, *Tecnología del concreto*, México: Trillas, 1998.
- [17] T. C. Powers y T. L. Brownyard, «Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste, Bull.,» *Lab. of Portland Cement Association*, pp. 101-131, 1948.
- [18] P. L. Valdez Tamez, D. R. Tushar K. y R. Rivera Villareal, «Evaluación de la velocidad de hidratación en sistemas puzolanas naturales - Portlandita,» *CIENCIA UANL*, pp. 190-195, 2004.
- [19] J. Calleja, «La Portlandita -hidróxido de calcio- y la Tobermorita -silicatos de calcio hidratados- de la pasta de cemento: tratamiento estequiométrico de sus comportamientos,» *Cemento y Hormigón*, pp. 526-542, 2001.
- [20] L. Backus, R. Cechner, R. Martinek, S. Marusin, W. Hime y Z. Jugovic, «Chemical and Petrographic Analyses and ASTM Test Procedures for the Study of Delayed Ettringite Formation,» *Cement, Concrete and Aggregates*, vol. 22, n° 2, pp. 160-168, 2000.
- [21] Asociación Nacional de Fabricantes de Cal, A.C., «Utilización de la cal hidratada como aditivo al concreto,» 2007.
- [22] J. L. Chan Yam, R. Solis Carcaño y E. I. Moreno, «Influencia de los agregados petreos en las características del concreto,» *Ingeniería*, pp. 39-6, 2003.
- [23] M. A. Catcopardo H., *Tecnología del concreto*, Perú, 2010.
- [24] M. A. Céspedes García, «Resistencia a la compresión del concreto a partir de la velocidad de pulsos de ultrasonido,» Universidad de Piura, Perú, 2003.
- [25] L. Gutiérrez de López, *El concreto y otros materiales para la construcción*, Colombia: Universidad Nacional de Colombia, 2003.
- [26] UCLM, «Ingeniería Rural,» 12 08 2014. [En línea]. Available: https://www.uclm.es/area/ing_rural/Trans_const/Tema9.pdf.
- [27] Cement & Concrete Institute, «Los aditivos para concreto en seis pasos,» *Construcción y tecnología*, pp. 32-46, 2006.
- [28] M. Vinicios De Queiroga, *Concreto de alta resistência: propriedades, características e experimentações*, Brasil: ULBRA, 2000.

- [29] P. Camargo Macedo, «Rendimiento de morteros producidos con la incorporación de bagazo de caña de azúcar,» *Ingeniería de construcción*, pp. 187-199, 2014.
- [30] P. Valdez Tamez, A. Durán Herrera, G. Fajardo San Miguel y C. Juárez Alvarado, «Influencia de la carbonatación en morteros de cemento Pórtland y ceniza volante,» *Ingeniería, investigación y tecnología*, pp. 39-49, 2009.
- [31] Agencia ID, «Estudia IPN el uso de bagazo de caña para hacer concreto hidráulico,» *La Jornada en línea*, 06 02 2014.
- [32] L. M. Montoya Tobón, «Evaluación del desempeño del cemento pórtland tipo iii adicionado con sílice de diferentes tamaños de partícula,» UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA FACULTAD DE MINAS (TESIS), COLOMBIA, 2009.
- [33] C. Suesta, M. Tendero y I. Beleña, «Activación alcalina de humo de lílice en morteros de cemento: estudio de resistencia mecánica,» de *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, Gandia, 2002.
- [34] A. Carvalho de Almeida, «Manual de perfuração,» PETROBRAS, 1977.
- [35] R. De Almedia, «Fumo de sílica e concreto: uma união resistente,» *IBRACON*, nº 11, pp. 8-13, 1994.
- [36] R. T. Geyer, D. Molin, D. E. Vilela y A. D.F., «Estudo sobre o uso das escórias de aciaria como adição ao concreto,» de *43º Congresso Brasileiro do Concreto*, Foz do Iguaçu. Anais., 2001.
- [37] A. C. C. ., A. G. E. R. O. G. P. J. L. S. A. A. G. H. R. E. Contreras Bermúdez, «uv.mx/,» 11 11 2014. [En línea]. Available: <http://www.uv.mx/personal/acordova/files/2010/11/Resumen-CARTEL-mucilago-de-nopal.pdf>.
- [38] A. Durán Herrera, «La Facultad de Ingeniería Civil estudia la aplicación del mucílago de nopal en el área de los materiales de construcción,» 23 Noviembre 2012. [En línea]. Available: <http://www.uanl.mx/noticias/investigacion/utilizacion-del-mucilago-de-nopal-en-concretos-de-alto-comportamiento-base-cemento-portland.html>.
- [39] O. Weichold, M. Hojczyk, A. Adams, A. Olaru y H. Stanjek, «Microstructural Analysis during the Hydration of Cement-in-Polymer Coatings,» *Key Engineering Materials*, vol. 466, pp. 159-166, 2011.

- [40] P. Meredith y T. Sarna, «The physical and chemical properties of eumelanin,» *Pigment Cell Research*, vol. 19, n° 6, p. 572–594, 2006.
- [41] A. Solís Herrera, «Melanina: ¿combustible del futuro?,» *Energía a debate*, vol. 4, n° 23, pp. 36-41, 2007.
- [42] P. Luger, «Modern X-ray analysis on single crystals,» *Materials and Corrosion*, vol. 32, n° 1, p. 56, 1980.
- [43] M. Ashraf, A. Naeem Khan, Q. Ali, A. Goyal y M. Anwar A., «Physico- chemical, morphological the combined pozzolanic activities of minerals additives,» *Construction and building materials*, pp. 2207-2213, 2009.
- [44] D. R. Askeland, *Ciencia e ingeniería de los materiales*, México: Internacional Thomsom Editores, 1998.
- [45] W. D. Callister, *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*, México: Limusa, 2009.
- [46] J. D. Barceinas Sánchez y A. Juárez Hernández, «Ordenamiento atómico de los sólidos,» de *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 2001.
- [47] S. William F. y H. Javad, *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*, México: Mc Graw Hill Interamericana, 2006.
- [48] Federal Highway Administration., «Petrographic methods of examining hardened concrete: A petrographic manual,» *Federal Highway Administration.*, pp. FHWA-HRT-04- 150, 2006.
- [49] N. Ubero Pascal, *Técnicas de microscopía aplicadas a ciencias forenses*, OpenCourseware Universidad de Murcia, 2009.
- [50] P. W. Hawkes y J. Spence, *Science of Microscopy*, New York: Springer-Verlag , 2007.
- [51] A. Goldschmidt, «Sobre el mecanismo de hidratación del C3S,» *Materiales de construcción*, vol. 30, n° 178 doi: 10.3989/mc.1980.v30.i178.1076, pp. 5-16, 1980.
- [52] M. A. Giraldo M. y J. Iván Tobón, «Evolución mineralógica del cemento Portland durante el proceso de hidratación,» *Dyna*, vol. 73, n° 148, pp. 69-81, 2006.
- [53] R. E. Rodríguez Camacho, D. Dámazo Juárez y R. Uribe Afif, «Los cementos puzolánicos aumentan la resistencia del concreto al ataque de sulfatos,» *Construcción y tecnología*, vol. 3, n° 30, pp. 18-32, 2000.

- [54] J. Skalny, V. Johansen, N. Thaulow y A. Palomo, «DEF: Una forma de ataque por sulfatos,» *Materiales de construcción*, vol. 46, n° 244, pp. 5-29, 1996.
- [55] C. C. CASTELLANO, V. L. BONAVENTTI y E. F. IRASSAR, «Cementos mezclas: influencia del tamaño de las partículas de escoria,» *Concr. cem. investig. desarro [En linea]*, vol. 4, n° 2, pp. 2-14, 2013.
- [56] S. A. S. T. M. H. E. E. Abo-El-Enein, «Thermal and Physicochemical studies on ettringite,» *il cemento*, pp. 47-85, 1988.
- [57] M. Galván-Ruiz y R. Velázquez-Castillo, «Cal, un antiguo material como una renovada opción para la construcción,» *Ingeniería, investigación y tecnología*, vol. 12, n° 1, pp. 93-102, 2011.
- [58] A. Jillavenkatesa, J. Dapkunas Stanley y H. Lum Lin-Sien, «Particle size characterization,» *National Institute of Standards and Technology (NIST)*, p. 960, 2001.
- [59] E. Plantz Philip, «Particle size measurement of cement by laser diffraction using Microtrac S3500,» Microtrac Inc. , application note SL-AN-26 Rev A, 2008.

ANEXO 1

PRODUCTOS DE INVESTIGACIÓN

Participación en el International Multidisciplinary joint meeting 2014





**VII International Conference on Surfaces,
Materials and Vacuum
October 6 - 10, 2014
Ensenada, Baja California**

**Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología
de Superficies y Materiales**

The Conference Organizing Committee certifies that

**J. E. Domínguez- Herrera, D. C. Altamirano- Juarez, F. J.
Luna- Mosso, L. A. Díaz- Torres, E. Rubio- Rosas, A.
Solís_ Herrera**

presented the following poster contribution

422- AMC

**"Improvement of the mechanical properties of mortar
specimens of Portland cement by adding a bio- polymer"**



**Dra. Claudia Mendoza Barrera
President SMCTSM**



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

August 2015

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that *José Ernesto Domínguez Herrera, Delia Cristina Altamirano Juárez, Luis Armando Díaz Torres, Efraín Rubio Rosas, Francisco Jair Luna Mossó* presented the contribution: **STUDY OF STRUCTURAL STRENGTH INTO MORTARS OF PORTLAND CEMENT BY CONTROLLED ADDING OF INDOLE NANOSTRUCTURES**, in the 6th Latin American Conference on Metastable and Nanostructured Materials Symposium at the XXIV International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 16th to 20th, 2015.

Sincerely,

José Gerardo Cabañas Moreno
President

