



UNIVERSIDAD DE JAÉN
Escuela Superior Politécnica de Jaén

Trabajo Fin de Grado

**PREPARACIÓN Y
CARACTERIZACIÓN DE
CONGLOMERANTES
ACTIVADOS
POR ÁLCALIS EMPLEANDO
RESIDUOS INDUSTRIALES.
HACIA UNA ECONOMÍA
CIRCULAR**

Alumno: Christian Dieter Oliva Guerrero

Tutor: Dolores Eliche Quesada y
J. Salvador Bueno Rodríguez

Dpto: Ingeniería Química, Ambiental y de los
Materiales

Septiembre, 2023



Universidad de Jaén

Escuela Politécnica Superior de Jaén
Departamento de Ingeniería Química, Ambiental y de los Materiales

D^a. Dolores Eliche Quesada y J. Salvador Bueno Rodríguez, tutores del Trabajo Fin de Grado titulado: Preparación y caracterización de conglomerantes activados por álcalis empleando residuos industriales. Hacia una economía circular, que presenta Christian Dieter Oliva Guerrero, autoriza su presentación para defensa y evaluación en la Escuela Politécnica Superior de Jaén.

Jaén, septiembre de 2023

El alumno:

Firmado por OLIVA GUERRERO
CHRISTIAN DIETER - 77376653F el día
08/09/2023 con un

Christian D. Oliva Guerrero

Los tutores:

ELICHE
QUESADA
DOLORES -
26038138E

Firmado digitalmente
por Eliche Quesada
Dolores -
26038138E
Fecha: 2023.09.08
14:28:19 +02'00'

BUENO
RODRIGUEZ
JUAN
SALVADOR -
44291571B

Firmado
digitalmente por
Bueno Rodriguez
Juan Salvador -
44291571B
Fecha: 2023.09.08
16:46:03 +02'00'

Dolores Eliche Quesada/ J. Salvador Bueno Rodríguez

Índice

1. RESUMEN	5
ABSTRACT	5
2. INTRODUCCIÓN	6
2.1 Justificación de la investigación	6
2.2 Cemento Portland	7
2.2.1 Impacto ambiental del cemento Portland	9
2.3 Tierras decolorantes	10
2.4 Geopolímeros	11
2.4.1 Activador alcalino	12
3. OBJETIVOS	13
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	15
4.1 Materias Primas	15
4.1.1 Tierras decolorantes	15
4.1.2 Solución activante	16
4.2 Preparación de los geopolímeros o cementos de activación alcalina	17
4.3 Ensayos experimentales	22
4.3.1 Ensayo de resistencia a flexión	23
4.3.2 Ensayo de resistencia a compresión	28
4.3.3 Densidad aparente, porosidad aparente y absorción de agua	31
4.3.4 Densidad real y porosidad total	34
4.3.5 Difracción de rayos X (DRX)	38
4.3.6 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)	39
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	40
5.1. Caracterización del precursor, tierras filtrantes de aceites extraídas agotadas.	40
5.1.1. Fluorescencia de rayos X (FRX)	40
5.1.2 Difracción de rayos X (DRX)	41
5.2. Caracterización de los geopolímeros	42
5.2.1 Difracción de rayos-X	42
5.2.2 Espectroscopía infrarroja (FTIR)	45
5.2.3 Densidad aparente	47
5.2.4 Porosidad total	48
5.2.5 Absorción de agua	50
5.2.6 Resistencia a Flexión	51
5.2.7 Resistencia a Compresión	53
5.2.8 Conductividad térmica	55
6. ESTUDIO ECONÓMICO	56
6.1. Coste unitario de la materia prima	57
6.2. Coste de los geopolímeros	59
7. CONCLUSIONES	60
Bibliografía	62

Índice de Figuras

Figura 1. Cemento Portland	8	Type your text
Figura 2. Tierras decolorantes de aceites agotadas	15	
Figura 3. TGA-DTA de las tierras decolorantes extraídas.....	16	
Figura 4. Hidróxido de sodio empleado.....	17	
Figura 5. Silicato de sodio empleado.....	17	
Figura 6. Mezcla de la solución	19	
Figura 7. Soluciones activantes con distinto módulo de activador.	19	
Figura 8. Mezclador planetario	20	
Figura 9. Moldes de acero.....	20	
Figura 10. Mesa de punzonado... ..	21	
Figura 11. Probetas en los moldes... ..	21	
Figura 12. Pastas desmoldeadas	22	
Figura 13. MTS Insight 5. Muestra al inicio del ensayo.....	25	
Figura 14. MTS Insight 5. Muestra fracturada.....	25	
Figura 15. MTS 810 Material Test System.....	30	
Figura 16. Ejemplo de muestra sumergida en acetona... ..	31	
Figura 17. Medición de las probetas en seco... ..	32	
Figura 18. Medición de las probetas saturadas sumergidas en agua	33	
Figura 19. Estufa a 60°C	34	
Figura 20. Equipo de molido Retsch PM100... ..	35	
Figura 21. Proceso de molido manual... ..	35	
Figura 22. Proceso de tamizado... ..	36	
Figura 23. Material tamizado... ..	36	
Figura 24. Picnómetros en el equipo de vibraciones de ultrasonidos.....	37	
Figura 25. DRX en la materia prima	41	
Figura 26. DRX en el residuo utilizado procedente de aceites vegetales	42	
Figura 27. DRX del precursor y de los geopolímeros tras 28 días de curado en función del módulo del activador	43	
Figura 28. DRX del geopolímero con $M_s=1,5$	44	
Figura 29. FTIR del precursor y de los cementos geopoliméricos en función de M_s	45	
Figura 30. Densidad Aparente de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador	47	
Figura 31. Porosidad Total de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador tras 28 días de curado.....	48	
Figura 32. Absorción de agua de los geopolímeros en función de M_s tras 28 días de curado.....	49	
Figura 33. Resistencia a flexión de los geopolímeros en función del módulo de activador tras 7 y 28 días de curado.....	52	
Figura 34. Resistencia a la Compresión de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador tras 7 y 28 días de curado	53	
Figura 35. Conductividad térmica de los geopolímeros en función de M_s tras 28 días de curado	55	

Índice de Tablas

Tabla 1. Proporciones para la conformación de los conglomerantes	18
Tabla 2. Composición de la materia prima tras la calcinación a 700°C	40
Tabla 3. Resultados de densidad aparente (kg/m ³) de los geopolímeros tras 28 días de curado	46
Tabla 4. Porosidad total de los geopolímeros en función de Ms tras 28 días de curado... ..	48
Tabla 5. Absorción de agua de los cementos geopoliméricos tras 28 días de curado	49
Tabla 6. Resistencia a flexión de los cementos geopoliméricos.	51
Tabla 7. Resistencia a Compresión de los geopolímeros tras 7 y 28 días de curado	53
Tabla 8. Conductividad Térmica de los geopolímeros tras 28 días de curado.....	54
Tabla 9. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=0,5	56
Tabla 10. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=1	56
Tabla 11. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=1,5	56
Tabla 12. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=2	57
Tabla 13. Coste tonelada del geopolímero.....	58

1. RESUMEN

La fabricación del cemento Portland conlleva la utilización de gran cantidad de recursos energéticos, lo que supone un gran impacto ambiental, emitiendo a la atmósfera elevadas cantidades de CO₂, así como un gran consumo en materias primas. La búsqueda de nuevos cementos alternativos o verdes, más amigables con el medio ambiente y que tengan una menor huella ambiental es necesaria para limitar dichas emisiones. El cemento verde más prometedor es el cemento activado alcalinamente o cemento geopolimérico que debido a sus propiedades mecánicas y bajo impacto ambiental, es considerado el cemento del futuro. Se obtiene por la interacción química entre disoluciones fuertemente alcalinas y silicoaluminatos de origen natural, o artificial como los subproductos o residuos industriales.

En este estudio se han analizado las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de geopolímeros fabricados empleando tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas. Se ha investigado la influencia del módulo de sílice de la solución activante ($M_s = \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) ($M_s=0,5; 1,0; 1,5$ y $2,0$). Los resultados de las ensayos indicaron que la mezcla con $M_s = 1,5$ dió la mayor resistencia a la compresión aproximadamente de 25 MPa tras 28 días de curado. Estos datos indican que las tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas pueden utilizarse como precursor para la fabricación de geopolímeros empleados como material estructural. Estos conglomerantes han sido obtenidos a partir de materias primas disponibles de bajo valor económico y se fabrican a partir de procesos de fabricación con ahorros energéticos considerables al realizarse la síntesis a temperaturas próxima al ambiente, para acercarnos a una economía circular.

ABSTRACT

The manufacture of Portland cement involves the use of a large amount of energy resources, which has a great environmental impact, emitting large amounts of CO₂ into the atmosphere, as well as a large consumption of raw materials. The search for new alternative or green cements that are more environmentally friendly and have a smaller environmental footprint is necessary to limit these emissions. The most promising green cement is alkali-activated cement or geopolymer cement which, due to its mechanical properties and low environmental impact, is considered the cement of the future. It is obtained by the chemical interaction between strongly alkaline solutions and silicoaluminates of natural origin, or artificial, such as industrial by-products or waste.

In this study, the physical, mechanical and thermal properties of geopolymers manufactured using extracted spent oil bleaching earths have been analyzed. The influence of the silica modulus of the activating solution ($M_s = \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) was investigated ($M_s=0.5$; 1.0; 1.5 and 2.0). The test results indicated that the mixture with $M_s = 1.5$ gave the highest compressive strength of approximately 25 MPa after 28 days of curing. These data indicate that the extracted depleted oil bleaching earths can be used as a precursor for the manufacture of geopolymers used as structural material. These binders have been obtained from available raw materials of low economic value and are manufactured from manufacturing processes with considerable energy savings as the synthesis is carried out at near ambient temperatures, bringing us closer to a circular economy.

2. INTRODUCCIÓN

2.1 Justificación de la investigación

La producción de cemento es una de las actividades industriales más importantes del mundo, ya que es el material de construcción más utilizado a nivel global. Sin embargo, también es una de las actividades que más emisiones de gases de efecto invernadero genera. De hecho, se estima que la producción de cemento es responsable de entre el 6% al 8% de las emisiones de CO_2 a nivel mundial (emisiones globales de CO_2 de la producción de cemento, 2019; oficemen.com, 2023).

El CO_2 se produce durante el proceso de calcinación, que consiste en la transformación de la piedra caliza en clínker a altas temperaturas. Además, la producción de cemento también requiere grandes cantidades de energía, tanto térmica como eléctrica, que proviene mayoritariamente de combustibles fósiles como el carbón, el petróleo y el gas natural. Este uso intensivo de energía también contribuye a la emisión de gases de efecto invernadero (Eggleston, 2006; Gregg, 2008; IPCC, 1997).

Por otro lado, el cemento Portland es el tipo de cemento más utilizado en la construcción, ya que presenta una serie de ventajas respecto a otros tipos de cemento, como su elevada resistencia mecánica y su capacidad de fraguar y endurecer en presencia de agua, así como su excelente estabilidad frente a agentes agresivos. Sin embargo, su producción también presenta una serie de problemas ambientales, como la emisión de gases de efecto invernadero y la sobreexplotación de los recursos naturales al requerir para su fabricación grandes cantidades de materias primas como la piedra caliza, que es un recurso no renovable.

Los cementos alcalinos o geopoliméricos son una alternativa más sostenible al cemento Portland, ya que su producción implica un menor impacto ambiental. Los geopolímeros se producen mediante la activación de aluminosilicatos mediante disoluciones fuertemente alcalinas. Los aluminosilicatos son compuestos que contienen aluminio, silicio y oxígeno, y que se encuentran de forma natural en ciertos minerales como el caolín. También pueden obtenerse a partir de residuos industriales como las cenizas volantes y arcillas calcinadas. (Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, 2017).

La producción de cemento geopolimérico presenta una serie de ventajas respecto al cemento Portland. En primer lugar, la producción de geopolímeros genera menos emisiones de CO₂, ya que se utiliza una menor cantidad de energía en el proceso de fabricación. Además, la activación alcalina de los aluminosilicatos se produce a temperaturas próximas a la ambiente, lo que supone un ahorro energético importante en comparación con la producción del cemento Portland. Los geopolímeros también presentan una elevada resistencia mecánica, una mayor durabilidad y una mayor estabilidad química que el cemento Portland.

El proyecto que se propone en este trabajo de fin de grado tiene como objetivo la valoración de tierras decolorantes extraídas agotadas empleadas en el proceso de decoloración de aceites vegetales ricos en aluminosilicatos mediante su aplicación en nuevos conglomerantes activados alcalinamente o geopolímeros. Este enfoque se enmarca en una economía circular, que tiene como objetivo minimizar la generación de residuos y maximizar el aprovechamiento de los recursos disponibles. Al valorizar tierras decolorantes extraídas agotadas, se contribuye a reducir la cantidad de residuos que se generan y se aprovechan los recursos disponibles de forma más eficiente, pasando a ser los residuos materias primas. Además, al utilizar procesos de fabricación con ahorros energéticos considerables, se contribuye a la reducción de emisiones de gases de efecto invernadero asociadas a la producción del cemento. Por tanto, este trabajo fin de grado es una iniciativa interesante que puede aportar soluciones innovadoras en la construcción sostenible y contribuir a la mitigación del cambio climático.

2.2 Cemento Portland

El cemento Portland es uno de los materiales de construcción más importantes en la industria de la construcción. Fue inventado en 1824 por el químico británico Joseph Aspdin, quien le dio el nombre de "Portland" debido a su similitud en apariencia con la piedra caliza de Portland, una isla en la costa sur de Inglaterra (Steinour, 1960).

La fabricación del cemento Portland implica la mezcla de varios materiales crudos, como la piedra caliza, la arcilla, la arena y otra serie de elementos en forma de óxidos en proporciones específicas. Estos materiales son triturados y molidos en polvo fino, y luego se someten a altas temperaturas en un horno rotativo. El calor extremo convierte los materiales crudos en clínker, una sustancia dura y gris que se muele en un polvo fino para crear el cemento Portland (Sanjuan y Chinchón, 2014).

Una de las principales características del cemento Portland es su capacidad para endurecer y desarrollar fuerza en presencia de agua. Cuando se mezcla con agua, el cemento Portland forma una pasta que puede unir y endurecer materiales como la piedra, la arena y el agua en una estructura sólida y resistente (CEMEX, 2019).

Existen varios tipos de cemento Portland, cada uno con diferentes propiedades y usos, por lo general son de color gris (Figura 1). El cemento Portland ordinario es el tipo más común y se utiliza en la mayoría de las aplicaciones de construcción. Otros tipos incluyen el cemento Portland blanco, que se utiliza para la fabricación de productos arquitectónicos, y el cemento Portland de alta resistencia, que se utiliza en aplicaciones estructurales que requieren una mayor resistencia.

Sin embargo, la fabricación de este tipo de cemento conlleva un proceso intensivo en energía y emisiones de gases de efecto invernadero. La producción de una tonelada de cemento Portland puede generar hasta una tonelada de dióxido de carbono, lo que ha llevado a la industria a explorar alternativas más sostenibles, como el uso de materiales reciclados y la reducción de emisiones.



Figura 1. Cemento Portland

2.2.1 Impacto ambiental del cemento Portland

El cemento Portland a pesar de su utilidad en la construcción, tiene un impacto ambiental significativo, lo que ha llevado a un creciente interés en la reducción de su impacto ambiental.

El proceso de producción del cemento Portland implica la quema de combustibles fósiles, como el carbón y el petróleo, para calentar la mezcla de materiales crudos, lo que genera emisiones significativas de dióxido de carbono (CO_2). Además, la extracción de materias primas, como la piedra caliza y la arcilla, puede tener un impacto negativo en el medio ambiente local, incluyendo la erosión del suelo, la pérdida de hábitats naturales y la contaminación del agua.

Las emisiones de CO_2 asociadas con la producción de cemento Portland son particularmente problemáticas, ya que el CO_2 es un gas de efecto invernadero que contribuye al calentamiento global y al cambio climático. Se estima que la fabricación de 1 Kg de cemento Portland libera alrededor de 0,9 kg de dióxido de carbono, lo que significa que la industria cementera contribuye con el 5-8% de las emisiones globales de gases de efecto invernadero (CIC CONICET). Cada año, se producen aproximadamente 1.600 millones de toneladas de cemento en todo el mundo. Por tanto, muchos investigadores y especialistas en la materia están investigando diversas tecnologías verdes para reducir el impacto ambiental de esta industria (Scian, 2016).

El cemento Portland, el tipo de cemento hidráulico más utilizado actualmente, es uno de los materiales de construcción más costosos y energéticamente exigentes. Se necesitan alrededor de 4 GJ de energía para producir una tonelada de cemento Portland.

La extracción de grandes cantidades de materias primas, como la piedra caliza y la arcilla, y de combustibles, como el carbón, para la producción de cemento, suele provocar una deforestación y una pérdida de suelo. El hormigón ordinario, que contiene alrededor del 12% de cemento y el 80% de áridos en masa, consume anualmente entre 10.000 y 11.000 millones de toneladas de arena, grava y roca triturada en todo el mundo. La extracción, tratamiento y transporte de grandes cantidades de áridos consumen una gran cantidad de energía y afectan negativamente la ecología de los bosques y los ríos.

La producción de hormigón también utiliza grandes cantidades de agua dulce. Se estima que se usan aproximadamente 1 billón de litros de agua de mezcla al año, y aunque no hay

estimaciones precisas, se usan grandes cantidades de agua dulce para lavar los equipos y las instalaciones.

Además del cemento, los áridos y el agua, se agregan muchos aditivos químicos y minerales a las mezclas de hormigón. Todas las operaciones relacionadas con la dosificación, mezcla, transporte, colocación, consolidación y acabado del hormigón consumen mucha energía y materiales, y los combustibles fósiles son la principal fuente de energía utilizada en la actualidad. Es importante destacar que el uso de combustibles fósiles tiene costos medioambientales significativos asociados (Kumar, 2001).

Afortunadamente, se están llevando a cabo una serie de esfuerzos para reducir el impacto ambiental del cemento Portland. Una de las estrategias más comunes es la sustitución parcial del cemento Portland con materiales puzolánicos, como cenizas volantes y escoria de alto horno que pueden reducir significativamente la cantidad de cemento empleada.

Además, también se están promoviendo prácticas de construcción sostenible que reducen la cantidad de cemento Portland utilizado en la construcción. Esto puede incluir la adopción de técnicas de construcción más eficientes, el uso de materiales de construcción alternativos como los geopolímeros o cementos de activación alcalina y la implementación de diseños de edificios más sostenibles.

2.3 Tierras decolorantes

Las tierras decolorantes procedentes de aceites vegetales utilizados en el presente proyecto son ampliamente utilizadas en la industria del aceite y se obtienen como subproductos residuales durante el proceso de refinación de aceite comestible. Durante este proceso, se busca mejorar la calidad del aceite al reducir la presencia de contaminantes como fosfátidos residuales, partículas metálicas y jabones. Esto se logra mediante la interacción física y química entre las tierras decolorantes y el aceite.

Las tierras decolorantes, suministradas por la empresa Clariant, que se especializa en la refinación de aceites vegetales, actúan como agentes adsorbentes que eliminan eficazmente las impurezas del aceite. Al absorber y atrapar los contaminantes no deseados, contribuyen a mejorar la calidad del aceite, garantizando un producto final más puro y con mayor valor nutricional.

El proceso de refinación de los aceites vegetales implica la eliminación de impurezas, como ceras, proteínas y pigmentos. Las tierras decolorantes son esenciales en este proceso, ya que ayudan a eliminar los pigmentos que dan color al aceite y que pueden afectar su sabor y calidad. El tipo de tierra decolorante utilizada en la decoloración de aceite vegetal depende del tipo de aceite y de sus propiedades específicas. En todo el mundo se procesan 120 millones de toneladas de aceite con tierras de blanqueo, lo que genera 2,5 millones de toneladas de tierras de blanqueo usadas como residuo (Aventum). Además, los graves riesgos de incendio y contaminación que surgen durante el almacenamiento y la eliminación de las tierras decolorantes agotadas requieren soluciones técnicas adecuadas. El tratamiento actual de estos residuos no está en consonancia con las nuevas políticas de economía circular promovidas por la Unión Europea, ya que en la mayoría de los casos se eliminan en vertederos (Loh et al. 2017). Es necesario desarrollar nuevas tecnologías que permitan la recuperación y el tratamiento de las tierras decolorantes agotadas, con el objetivo de convertirlas en productos útiles. Actualmente, se están realizando estudios para su posible valorización como adsorbente en el tratamiento de aguas residuales (Tang et al. 2017), fertilizante (Kheang et al., 2012), alimentación animal (Dijkstra et al. 2020), así como para su uso como materia prima de diferentes materiales de construcción (Srisang et al. 2021, Eliche-Quesada et al. 2014). Las tierras de blanqueo de aceites vegetales son bentonitas agotadas, siendo la sílice y la alúmina sus principales constituyentes. Se componen de un 20-40% en peso de aceite residual, impurezas metálicas y otros compuestos orgánicos (Boey et al., 2011). Una vez eliminado el aceite y los compuestos orgánicos, debido a su composición pueden utilizarse como aglutinantes en la fabricación de geopolímeros.

2.4 Geopolímeros

Los geopolímeros son materiales inorgánicos que se crean a partir de la activación alcalina de aluminosilicatos, que pueden ser de origen natural o producidos industrialmente. Su aplicación como materiales de construcción ha sido limitada debido a que la tecnología es relativamente nueva y la investigación en este campo está emergiendo (Davidovits, 1989).

Sin embargo, el uso de geopolímeros en lugar de aglutinantes convencionales tiene ventajas ambientales sustanciales. Estudios previos han investigado la síntesis de geopolímeros a partir de diferentes precursores, los factores que afectan el proceso de geopolymerización y sus propiedades mecánicas, químicas, térmicas y ambientales. Los resultados de la investigación muestran que pueden lograr un rendimiento comparable o superior al de los

aglutinantes y/o el cemento convencional en términos de resistencia al corte y durabilidad, pero con una huella ambiental reducida. (Duxson 2007).

La solución activante altamente concentrada suele ser un hidróxido o silicato alcalino. El tiempo de conversión entre la solución acuosa supersaturada de aluminosilicatos en gel depende de la composición del material de origen, la concentración de la solución activadora y las condiciones de síntesis. La microestructura y el tamaño de los poros y la distribución del material son cruciales para determinar muchas propiedades físicas y mecánicas de los geopolímeros.

Existen tres categorías principales de cadenas poliméricas que pueden ser definidas de la siguiente manera: (Nawaz et al., 2020)

- Polisialatodisiloxo Si-O-Al-O-Si-O-Si-O
- Polisialatosiloxo Si-O-Al-O-Si-O
- Polisialato Si-O-Al-O

2.4.1 Activador alcalino

Un activador alcalino es un compuesto químico que se utiliza en diferentes industrias y procesos para estimular y acelerar reacciones químicas alcalinas. Estos activadores son sustancias básicas que promueven y aumentan la velocidad de las reacciones en un entorno alcalino.

Los activadores alcalinos tienen aplicaciones en diversos campos, como la industria de la construcción, la fabricación de detergentes, productos farmacéuticos y la síntesis química en general. Sus propiedades alcalinas permiten controlar las condiciones de reacción y lograr procesos más eficientes y rápidos.

Los activadores alcalinos juegan un papel fundamental en la activación de los geopolímeros o cementos de activación alcalina. Los activadores alcalinos más utilizados son el hidróxido de sodio (NaOH) y/o silicato de sodio (Na_2SiO_3) que se utilizan individualmente o en combinación. El NaOH proporciona anión de hidróxido (OH), muy importante para la disolución de los aluminosilicatos en la primera etapa y el subsiguiente proceso de geopolimerización. A pesar de que la solución de NaOH es importante para disolver los iones Si^{4+} y Al^{3+} de los precursores y, por lo tanto, para el proceso de geopolimerización, el proceso

a temperatura ambiente es muy lento, por lo que, se obtiene una baja resistencia. Por ello, el NaOH se suele combinar con silicato de sodio (Na_2SiO_3). El empleo de Na_2SiO_3 aumenta la presencia de Si soluble en el activador, favorece la formación de gel, aumenta el grado de condensación y, también, aumenta la resistencia mecánica (Allahverdi et al., 2008). Por lo tanto, uno de los factores más importantes que afectan a las propiedades de los cementos activados alcalinos es la relación entre el NaOH y el Na_2SiO_3 , o módulo activador ($\text{mol SiO}_2/\text{mol Na}_2\text{O} = \text{Ms}$).

Dentro de la construcción, una de las aplicaciones más comunes de los activadores alcalinos es en la producción de hormigón alcalino. Este tipo de hormigón se distingue por tener un contenido alcalino más elevado en comparación con el hormigón convencional. Los activadores alcalinos reaccionan con los aluminosilicatos presentes en el precursor generando compuestos adicionales, como geles de silicato alcalino. Estos geles llenan los poros y las fisuras en la estructura del hormigón, mejorando su resistencia y durabilidad.

Además de las mejoras en las propiedades mecánicas, los activadores alcalinos ofrecen otros beneficios en la construcción. Estos incluyen una mayor resistencia a la corrosión de las armaduras de acero, una reducción en la permeabilidad y una mayor resistencia a los ataques químicos. Además, el uso de activadores alcalinos permite la utilización de materiales de construcción alternativos, como cenizas volantes, escorias de alto horno o residuos industriales, entre los que se encuentran las tierras decolorantes extraídas agotadas, lo que fomenta la sostenibilidad y reduce la dependencia de los recursos naturales.

Es importante destacar que la dosificación y la elección adecuada del activador alcalino son fundamentales para lograr los resultados deseados. La cantidad y el tipo de activador alcalino utilizado pueden variar según las características del precursor, los requisitos específicos de la estructura y las condiciones ambientales.

3. OBJETIVOS

El objetivo general del presente Trabajo Fin de Grado (TFG) es estudiar la viabilidad de utilizar como precursor tierras decolorantes extraídas agotadas en la fabricación de cementos de activación alcalina. Se ha estudiado el efecto del módulo del activador ($\text{Ms} = \text{mol SiO}_2/\text{mol Na}_2\text{O}$) sobre las propiedades tecnológicas de los conglomerantes. Se busca promover la reutilización sostenible de recursos y reducir el impacto ambiental asociado a la fabricación de nuevos conglomerantes más sostenibles alternativos al cemento Portland convencional.

Para lograr este objetivo general, se plantean cuatro objetivos específicos que se describen a continuación:

1. Analizar la composición del residuo empleado como materia prima.

Este objetivo específico busca analizar la composición química y mineralógica de tierras decolorantes de aceites vegetales extraídas agotadas utilizadas como materia prima para la síntesis de los nuevos conglomerantes de activación alcalina.

2. Estudiar las distintas composiciones de mezclas de activación alcalina.

Este objetivo específico busca estudiar las diferentes composiciones de mezclas de activación alcalina en función del contenido de la solución activante. Se busca identificar el módulo de activador óptimo que permita obtener los mejores resultados en términos de resistencia mecánica, propiedades térmicas y físicas.

3. Estudiar las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de los nuevos conglomerantes obtenidos.

Este objetivo específico busca estudiar las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de los nuevos conglomerantes obtenidos. Se busca determinar la resistencia mecánica, la porosidad, la densidad, la conductividad térmica y la absorción de agua para evaluar la calidad y la eficacia de los nuevos materiales de construcción.

4. Estudiar la viabilidad económica de las formulaciones obtenidas.

Este objetivo específico busca estudiar la viabilidad económica de las formulaciones obtenidas. Se busca determinar el costo de producción de los nuevos conglomerantes y compararlo con el costo de producción del cemento Portland convencional. Este análisis permitirá evaluar la competitividad de los nuevos materiales y su potencial para ser adoptados a gran escala en la industria de la construcción.

Por tanto, el objetivo del TFG planteado es desarrollar nuevos conglomerantes de activación alcalina sostenibles, utilizando como materia prima tierras decolorantes de aceites vegetales agotadas previamente extraídas optimizando el módulo del activador o relación entre los activadores comerciales empleados $\text{NaOH}/\text{NaSiO}_3$ evaluando su viabilidad técnica y económica.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El presente estudio ha sido acompañado de un proceso experimental exhaustivo que se detalla a continuación en su totalidad. El procedimiento se inicia con la descripción de las materias primas, precursor y activador alcalino, utilizadas y su obtención, seguido de la exposición detallada de todas las etapas necesarias para la fabricación de los geopolímeros o cementos de activación alcalina.

Además, se ha llevado a cabo una evaluación de las propiedades tecnológicas de los materiales obtenidos y se ha detallado el proceso de obtención de datos para su posterior análisis. Este proceso incluyó la medición de diversas características físicas como densidad aparente, porosidad aparente, absorción de agua, densidad real y porosidad total, mecánicas como resistencia a la flexión y a la compresión y térmicas como conductividad térmica.

4.1 Materias Primas

4.1.1 Tierras decolorantes

En este Trabajo Fin de Grado se presenta una innovadora técnica que implica la activación de tierras decolorantes empleadas en el proceso de decoloración de aceites vegetales previamente extraídas mediante el uso de activadores comerciales. Las tierras decolorantes agotadas (Figura 2) fueron suministradas tras el proceso de refinación de aceites vegetales.



Figura 2. Tierras decolorantes de aceites agotadas.

El resultado del análisis TGA-DTA de las tierras filtrantes extraídas (Figura 3) indicó que la combustión del residuo tiene lugar entre 150° y 700°C.

Se observa la pérdida de masas del residuo entre 150-425°C (8,9% en peso), con un pico exotérmico centrado a 370°C que puede atribuirse principalmente a la evaporación de productos volátiles. Mientras que la pérdida entre 420-650°C (13,2% en peso), con un pico exotérmico menos intenso centrado a 625°C, puede deberse a la combustión de componentes no volátiles.

Por último, a 700°C la combustión del residuo finaliza, por tanto, indicando que esta es la temperatura de calcinación del residuo tierras decolorantes extraídas. El residuo ha sido calcinado a esta temperatura, durante cinco horas en un horno Carbolite 1200F con una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

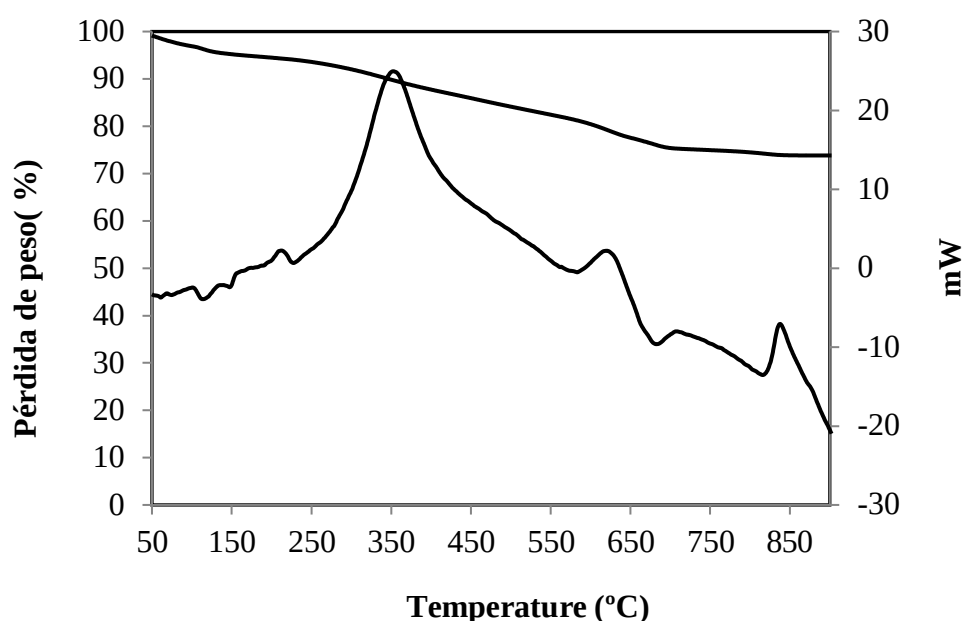


Figura 3. TGA-DTA de las tierras decolorantes extraídas

Tras el proceso de calcinación, las tierras decolorantes fueron molidas en molino de bolas y tamizadas hasta un tamaño de partícula inferior a 0.1 mm (Figura 4).

4.1.2 Solución activante

Se ha empleado como activador alcalino pellets de hidróxido de sodio con una pureza del 98% (Figura 4), para la preparación de la solución de NaOH y



Figura 4. Hidróxido de sodio

una solución de silicato de sodio (Figura 5) con una densidad de 1,365 kg/L con un pH de 11,5. En términos de su composición en peso, este silicato de sodio está compuesto por un 29,2% de SiO_2 , un 8,9% de Na_2O y un 61,9% de H_2O .

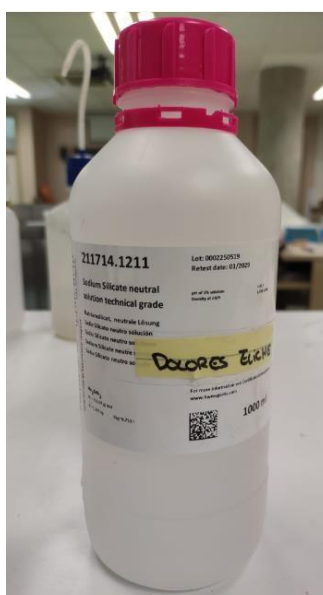


Figura 5. Silicato de sodio empleado

4.2 Preparación de los geopolímeros o cementos de activación alcalina

Se ha estudiado, la influencia del módulo de activador= M_s ($\text{mol SiO}_2/\text{mol Na}_2\text{O}$) en la activación de geopolímeros a base de tierras decolorantes de aceite agotadas extraídas. Para ello en primer lugar se prepararon las disoluciones activantes de NaOH pesando la cantidad adecuada de NaOH en agua destilada. Una vez enfriada la disolución se le adiciona la cantidad de silicato sódico adecuada procediendo a su mezclado en agitador magnético (Figura 6). En

todos los cementos se ha empleado un % de Na_2O del 15 % en el activador. Las cantidades de solución de NaOH y de solución de Na_2SiO_3 se han modificado para obtener distintos módulos de activador ($M_s=0,5$; 1.0; 1,5 y 2.0) (Figura 7). Las proporciones de las materias primas empleadas en la síntesis de los geopolímeros se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Proporciones para la conformación de los conglomerantes

FORMULACIÓN CON ACTIVADOR COMERCIAL (Silicato de sodio y NaOH)				
Masa precursor (g)	200	200	200	200
% deseado de Na_2O	15	15	15	15
M_s (mol SiO_2 / mol Na_2O)	1,5	1	0,5	2
Pureza NaOH	0,98	0,98	0,98	0,98
Agua/binder	0,8	0,8	0,8	0,8
Masa silicato (g)	149,4	99,600	49,800	199,200
Masa NaOH (g)	21,99	27,828	33,664	16,157
Masa a añadir de agua (g)	67,52	98,348	129,174	36,695

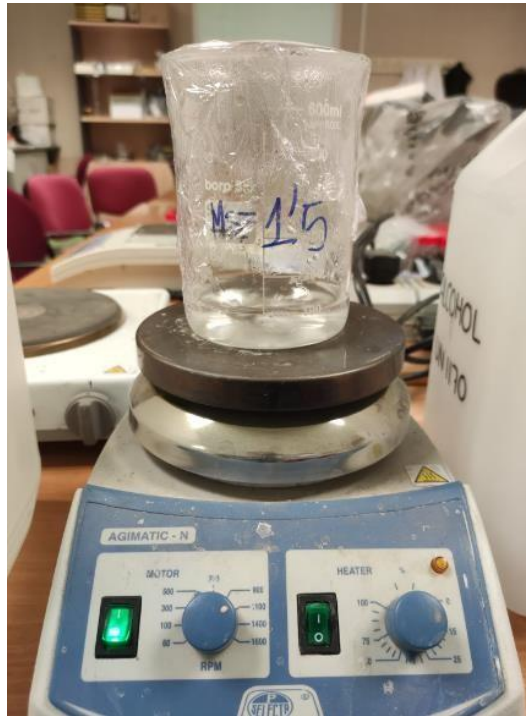


Figura 6. Mezcla de la solución

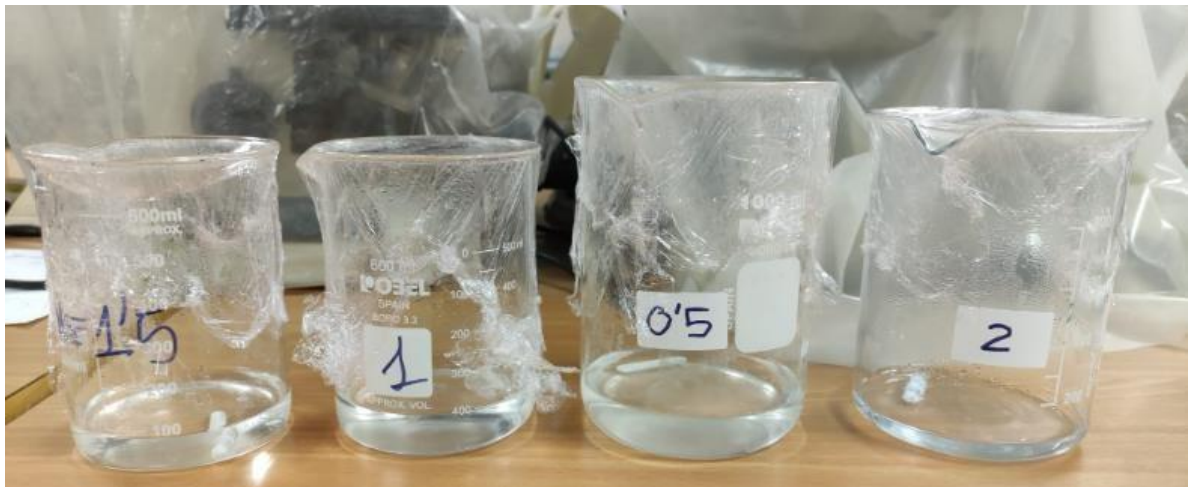


Figura 7. Soluciones activantes con distinto módulo de activador

Para fabricar el cemento de activación alcalina se mezcla el precursor, tierras decolorantes de aceites agotados con la solución activadora alcalina en una amasadora planetaria durante 90 segundos (Figura 8).



Figura 8. Mezclador planetario

A continuación, se elimina el material que puede haber quedado adherido tanto a las paredes como a la paleta de la amasadora con una espátula y se mezcla nuevamente durante 30 segundos (Figura 8). Después, se vierte la mezcla en moldes de acero prismáticos para obtener especímenes de de 60x10x10 mm (Figura 9) y moldes cilíndricos de plástico previamente impregnados con una capa de desencofrante para evitar que el cemento se adhiera al fondo y paredes del molde (Figura 11).



Figura 9. Moldes de acero

Los moldes rellenos con la pasta se someten a 60 golpes sobre una mesa de sacudidas PROETI (Figura 10) con el fin de eliminar las burbujas de aire atrapadas en la pasta y conseguir mayor compactación. Por último, se elimina el material sobrante con una regla o espátula y se envuelve en papel film transparente (Figura 11).



Figura 10. Mesa de punzonado



Figura 11. Probetas en los moldes

Las pastas moldeadas se curan a temperatura ambiente durante 48 horas (Figura 12). A continuación, una vez que han endurecido, se desmoldan y se mantienen en las condiciones de laboratorio hasta la edad de los tests, 7 y 28 días.



Figura 12. Pastas desmoldeadas

Las muestras son designadas en función del módulo de activador Ms empleado

4.3 Ensayos experimentales

El presente apartado detalla los procedimientos experimentales utilizados para obtener información clave sobre las propiedades de los geopolímeros desarrollados. Estos ensayos se llevaron a cabo con el objetivo de evaluar el rendimiento de los geopolímeros a lo largo de dos tiempos de curado ampliamente utilizados en la industria de la construcción: 7 y 28 días.

Los ensayos seleccionados para este estudio se centran en propiedades mecánicas, físicas y térmicas. Las propiedades mecánicas como la resistencia a compresión y flexión de los geopolímeros son parámetros fundamentales para comprender su resistencia y capacidad estructural. La resistencia a compresión se utiliza para evaluar la capacidad de estos para soportar cargas y deformaciones bajo condiciones de carga, mientras que los ensayos de flexión se realizaron para evaluar la capacidad de los geopolímeros para resistir fuerzas que actúan en ángulos perpendiculares a su eje principal. Estos ensayos proporcionan información sobre la resistencia a la flexión, lo que resulta crucial para comprender su comportamiento estructural y su aplicabilidad en el sector

4.3.1 Ensayo de resistencia a flexión

El ensayo de resistencia a la flexión es una técnica empleada en el ámbito de la ingeniería y la ciencia de materiales para medir la capacidad de un material o estructura para resistir esfuerzos de flexión. Esta prueba tiene una historia que se remonta al siglo XIX, cuando el científico y matemático francés Augustin Louis Cauchy sentó las bases teóricas para el análisis de la flexión en vigas. Sin embargo, fue el ingeniero británico William Rankine quien introdujo el concepto práctico del ensayo de flexión en la década de 1850. Rankine empleó este método para investigar la resistencia de vigas hechas de distintos materiales, estableciendo así los cimientos para futuros avances en el estudio de la resistencia a la flexión. Desde entonces, el ensayo de resistencia a la flexión se ha convertido en una herramienta esencial, ya que es capaz de proporcionar información valiosa para el diseño y la evaluación de estructuras y materiales en diversos campos de aplicación (Harvard University Press 1952).

En el estudio de las propiedades mecánicas de los materiales, resulta de gran importancia comprender la resistencia a la flexión. Sin embargo, en el caso de los cementos utilizados con propósitos estructurales, no es común llevar a cabo este ensayo. En las vigas de hormigón, por ejemplo, se coloca una armadura de acero resistente en la cara sometida a tracciones, mientras que la cara comprimida es soportada por el propio hormigón. Es importante tener en cuenta este contexto ya que los resultados obtenidos mediante el ensayo a flexión no pueden ser equiparables a la resistencia de una viga armada, puesto que en este ensayo se evalúa exclusivamente la capacidad del geopolímero para resistir esfuerzos de flexión sin la presencia de armaduras de refuerzo.

El ensayo de resistencia a la flexión se realiza con el objetivo de medir la fuerza que puede soportar el geopolímero por sí mismo cuando se somete a un esfuerzo de flexión. Durante este ensayo, se aplica una carga que va aumentando progresivamente en un punto central de la muestra y se mide la resistencia que el geopolímero es capaz de ofrecer frente a la deformación causada por la flexión, es decir la resistencia que opone hasta la fractura de este.

Aunque los resultados obtenidos en el ensayo de resistencia a la flexión no reflejan directamente la resistencia de este, son de gran utilidad para comprender las características mecánicas del geopolímero y evaluar su idoneidad en diferentes aplicaciones constructivas. Este ensayo permite determinar la capacidad del geopolímero para resistir fuerzas aplicadas en ángulos perpendiculares a su eje principal, lo que proporciona información valiosa sobre su

comportamiento estructural y su capacidad para soportar cargas y deformaciones en escenarios reales de construcción.

Antes de proceder a realizar el ensayo, es fundamental llevar a cabo un exhaustivo proceso de lijado de las muestras. Este procedimiento se realiza con el objetivo de eliminar meticulosamente cualquier tipo de imperfección que pudiera encontrarse en las caras que estarán en contacto directo con las máquinas utilizadas durante el experimento.

El lijado de las muestras se realiza de manera minuciosa, de manera manual con papel de lija, para lograr una superficie lo más lisa posible y libre de cualquier defecto visible. Esto implica la remoción de rugosidades, protuberancias, o cualquier irregularidad que pueda alterar los resultados del experimento.

La razón principal detrás de este proceso es prevenir la formación de concentradores de tensiones en las muestras. Estos concentradores son puntos o áreas en la superficie de la muestra donde las tensiones se acumulan y se magnifican, lo cual podría dar lugar a resultados anómalos o incorrectos durante el desarrollo del experimento.

Al eliminar todas las imperfecciones de las caras en contacto con las máquinas, se garantiza que las tensiones se distribuyan de manera uniforme en toda la muestra, evitando así la generación de puntos críticos de tensión. Esto contribuye a obtener mediciones más precisas y confiables, permitiendo un análisis más riguroso y fundamentado de los resultados obtenidos durante el ensayo.

El ensayo descrito se realizó de acuerdo con la norma UNE-EN 1015-11:2020 (UNE-EN 1015-11:20209 Métodos de ensayo para mortero de albañilería-Parte 11: Determinación de la resistencia a la flexión y a la compresión del mortero endurecido; Asociación Española de Normalización: Madrid, España, 2020) en la máquina de flexión MTS Insight 5 de Material Testing Systems, tal y como se puede apreciar en la Figura 13 y 14. Con el objetivo de obtener resultados sólidos y representativos, se llevaron a cabo pruebas utilizando múltiples muestras (al menos 6 especímenes) para cada combinación específica de composición y tiempo de endurecimiento.

Durante el desarrollo del experimento, se colocaron las probetas en la máquina de flexión y se aplicó un esfuerzo de flexión simple de manera gradual. Se registró la fuerza en Newtons necesaria para que cada probeta se fracturara. Para garantizar mediciones precisas y

consistentes, la máquina de flexión MTS está configurada para operar a una velocidad constante de 2.0 mm/min.



Figura 13. MTS Insight 5. Muestra al inicio del ensayo



Figura 14. MTS Insight 5. Muestra fracturada

La ecuación de la ley de Navier es una fórmula muy importante que nos ayuda a entender cómo los materiales se comportan cuando se les aplica fuerza y deformación. En el contexto del ensayo de resistencia a flexión, esta ecuación nos permite examinar las tensiones y deformaciones que ocurren en una viga cuando se le aplica una carga en su plano transversal.

En este caso la ecuación queda de acuerdo con la ecuación 1:

$$\sigma = (My * z) / Iy \text{ (Ec. 1)}$$

Donde:

σ : Es la tensión en un punto dado de la viga, medida en fuerza por unidad de área.

My : Es el momento flector aplicado a la viga en ese punto.

z : Es la máxima distancia de la fibra neutra con respecto al eje de inercia.

Iy : Es el momento de inercia de la sección transversal de la viga, que describe la resistencia de la viga a la flexión.

La ecuación indica que la tensión en un punto de la viga es directamente proporcional al momento flector aplicado a la viga y a la distancia vertical desde el eje neutro hasta el punto en consideración. Además, muestra que la resistencia a la flexión de la viga está relacionada con el momento de inercia de su sección transversal. A medida que aumenta el momento de inercia, la resistencia a la flexión de la viga también se incrementa.

Esta ecuación desempeña un papel crucial en el diseño y análisis de estructuras sujetas a cargas de flexión, ya que permite calcular las tensiones máximas que se generarán en la viga y determinar si la estructura es capaz de soportar la carga aplicada sin superar sus límites de resistencia.

Cuando se tiene una viga biapoyada, como es el caso, significa que tiene dos puntos de apoyo en los extremos. Si se aplica una carga puntual en el centro de la viga, esta se flexiona y se genera un momento flector en ese punto.

Se puede calcular el momento flector en el centro de la viga utilizando la ecuación 2:

$$M = (P * L)/4 \text{ (Ec. 2)}$$

Donde:

M : Es el momento flector en el centro de la viga.

P : Es la carga puntual aplicada en el centro de la viga.

L : Es la longitud total de la viga.

Esta fórmula establece que el momento flector en el centro de la viga es proporcional a la carga puntual aplicada y a la longitud total de la viga. Si se aumenta la carga puntual o la longitud de la viga, el momento flector en el centro también se incrementará.

Es importante tener en cuenta que esta fórmula supone que la viga tiene una sección uniforme y que los materiales siguen un comportamiento elástico lineal. Sin embargo, en casos más complejos, es necesario emplear métodos de análisis más avanzados que consideren otros factores, como la distribución de la carga a lo largo de la viga.

El momento de inercia es una propiedad geométrica que se utiliza para describir la resistencia de una sección cuadrada a la flexión. Se calcula utilizando la ecuación 3:

$$I_y = (b * h^3)/12 \text{ (Ec. 3)}$$

Donde:

I_y : Es el momento de inercia de la sección cuadrada.

b : Es la longitud del lado del cuadrado.

h : Es la altura del lado del cuadrado.

La ecuación muestra que el momento de inercia de una sección cuadrada se incrementa en proporción al cubo de la altura y está influenciado por la longitud del lado del cuadrado. A medida que la altura o el lado del cuadrado aumentan, el momento de inercia también se incrementa, lo cual indica una mayor capacidad de resistencia ante la flexión.

En este ensayo realizado, todos los datos son conocidos, siendo la resistencia ejercida sobre la muestra, la única variable que va cambiando a lo largo del período de ejecución del ensayo.

Después de recopilar los datos del ensayo de resistencia a flexión, se realizaron cálculos para determinar las tensiones presentes en las muestras. Se utilizaron los valores medios obtenidos a partir de las mediciones realizadas.

Posteriormente, se procedió a representar gráficamente las fuerzas de resistencia a la flexión para cada composición de material, comparando los resultados obtenidos a los 7 y 28 días. Estas representaciones gráficas permiten visualizar y comparar de manera clara las diferencias en las propiedades de resistencia a lo largo del tiempo de curado.

Una vez que se ha concluido exitosamente el ensayo de resistencia a flexión, se da inicio al siguiente paso crucial del proceso, el ensayo de resistencia compresión, para obtener

información adicional sobre las características mecánicas del material en estudio. Es importante destacar que estas pruebas de compresión se llevan a cabo, de igual forma, a los dos tiempos de curado, 7 días y 28 días de curado.

4.3.2 Ensayo de resistencia a compresión

El ensayo de resistencia a compresión se utiliza para determinar la capacidad de un material para resistir fuerzas de compresión. Durante este ensayo, se somete una muestra a una carga axial gradual que se aplica en dirección opuesta al interior del material. El objetivo principal es identificar la carga máxima que el material puede soportar antes de sufrir una deformación permanente o una falla.

Para llevar a cabo el ensayo, se colocan las muestras entre dos placas de compresión, normalmente hechas de acero, que distribuyen la carga de manera uniforme sobre la superficie de la muestra. Luego, se aplica una carga de manera gradual y controlada, aumentándola progresivamente, hasta que se alcanza el punto en el que el material falla o se rompe.

La resistencia a la compresión se calcula dividiendo la carga máxima aplicada por el área transversal de la muestra. Es importante destacar que el cálculo se realiza utilizando el área bruta, sin considerar ninguna imperfección superficial presente en la muestra de acuerdo con la ecuación 4.

$$\sigma = F/b^2 \text{ (Ec. 4)}$$

Donde:

σ : Es la tensión a compresión.

F: Es la fuerza de compresión.

b: Es el lado de la sección de la muestra.

Esta prueba proporciona información valiosa sobre la estabilidad y la capacidad de carga del material, especialmente en aplicaciones donde se espera que el material soporte fuerzas compresivas, como columnas, pilares y cimientos. Los resultados de este ensayo son esenciales en ingeniería civil y estructural, ya que permiten garantizar la seguridad y el rendimiento adecuado de las estructuras.

El ensayo de compresión a los 7 días se realiza para evaluar la resistencia inicial del material y su capacidad para soportar cargas compresivas tempranas. A esta etapa, el material aún está en proceso de endurecimiento y desarrollo de resistencia. Por lo tanto, los resultados obtenidos a los 7 días brindan una indicación temprana de su desempeño bajo compresión.

El ensayo de compresión a los 28 días es crucial para determinar la resistencia y la estabilidad a largo plazo del material. Tras este período de curado prolongado, el material ha alcanzado su máximo potencial de resistencia y durabilidad. Los resultados obtenidos a los 28 días proporcionan información precisa sobre la capacidad del material para resistir cargas compresivas en condiciones más realistas y representativas de su uso a largo plazo.

Realizar pruebas de compresión tanto a los 7 días como a los 28 días permite evaluar la evolución del material a lo largo del tiempo y observar cualquier cambio en su comportamiento mecánico. Esto es especialmente importante para proyectos de construcción y aplicaciones estructurales, donde la resistencia a la compresión es una propiedad fundamental.

Además, tal y como se ha comentado, es importante destacar que el ensayo de compresión se realiza después del ensayo de resistencia a flexión, ya que ambos ensayos exploran diferentes aspectos de la resistencia del material. La realización secuencial de estos ensayos permite una evaluación más exhaustiva y precisa de las propiedades mecánicas del material, contribuyendo así a un análisis completo y confiable de su comportamiento bajo diferentes cargas y condiciones.

Antes de llevar a cabo el ensayo, se realiza un proceso de lijado en las muestras con el fin de eliminar posibles defectos superficiales que puedan influir en los resultados del experimento. El ensayo se realizará siguiendo las directrices establecidas en la norma UNE-EN 772-1. Para llevar a cabo el ensayo de resistencia a compresión, se utiliza la máquina MTS 810 Material Test System, mostrada en la Figura 15 la cual ha sido configurada específicamente para este tipo de ensayos.

Para determinar la resistencia a compresión se emplea un útil de con una sección cuadrada de 10 mm de lado, para que la fuerza se aplique en esta sección de la muestra que será sometida a una carga axial que se aplicará de forma gradual. El sistema informático integrado en el banco de ensayos proporcionará el valor máximo de fuerza en Newtons (N) que la muestra pudo soportar antes de su colapso total.



Figura 15. MTS 810 Material Test System

Durante la ejecución del ensayo de compresión, se adoptaron medidas para preservar los restos de las probetas utilizadas. Se procedió a sumergir una parte de dichos restos en acetona (Figura 16), a fin de detener el proceso de curado. Estos fragmentos se almacenaron en envases apropiadamente etiquetados, con la finalidad de utilizarlos en futuros ensayos. Asimismo, se llevaron a cabo acciones similares con las mitades de las muestras de las probetas que se rompieron en el ensayo de flexión y no fueron rotas a compresión.

La elección de la acetona como agente conservante se basó en su capacidad para frenar la reacción de endurecimiento del material. Gracias a esta elección, es posible realizar ensayos en días posteriores sin que las propiedades del material se vean alteradas.

Este meticuloso proceso de almacenamiento y conservación de los restos de las probetas garantiza la posibilidad de llevar a cabo ensayos adicionales en el futuro, obteniendo datos confiables y comparables sin que las propiedades del material se vean afectadas por el paso del tiempo.

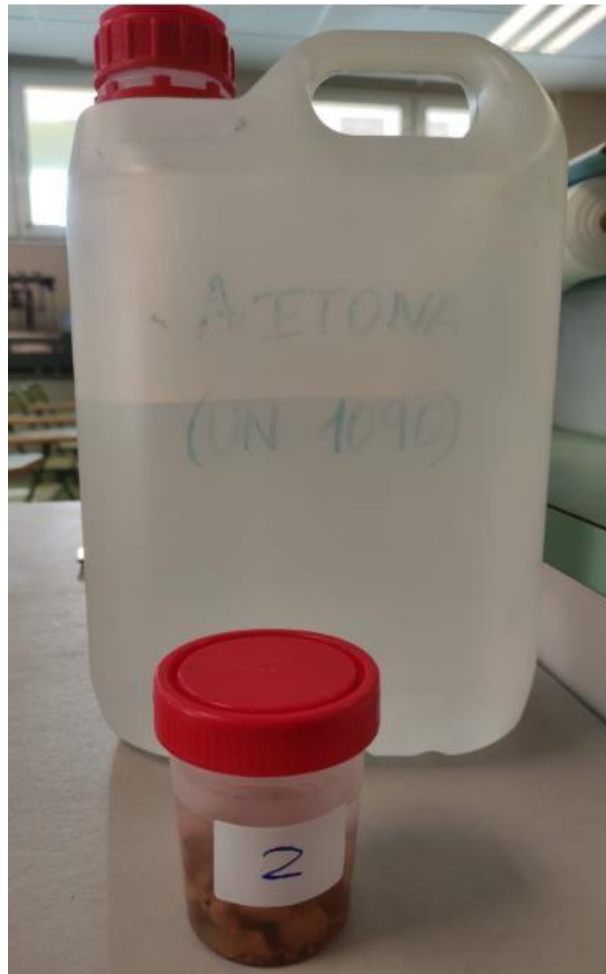


Figura 16. Ejemplo de muestra sumergida en acetona

4.3.3 Densidad aparente, porosidad aparente y absorción de agua

Para determinar si la resistencia mecánica de los geopolímeros fabricados está influenciada por la presencia de poros en su estructura interna, es fundamental llevar a cabo mediciones precisas de estas propiedades. El ensayo para determinar la porosidad aparente, porosidad aparente y absorción de agua consta de tres etapas distintas, durante las cuales se debe medir el peso de cada muestra en diferentes condiciones: en estado seco, completamente saturada de agua y sumergida en agua.

Para realizar este ensayo, se emplea una balanza de alta precisión. En la primera etapa, siguiendo las directrices establecidas en la norma UNE-EN 101510 (UNE-EN 1015-10, 2020) se determina el peso en seco de las probetas (Figura 17) para evaluar su densidad aparente en condiciones secas.



Figura 17. Medición de las probetas en seco

Inicialmente, se identifican las seis probetas de cada muestra mediante la aplicación de marcas con un rotulador permanente, y se colocan en un folio siguiendo un orden específico. Este procedimiento se realiza con el fin de llevar a cabo los tres experimentos subsiguientes sin correr el riesgo de confundir o extraviar las muestras. Los pesos de cada probeta se registran siguiendo el mismo orden y disposición mencionados anteriormente.

Para llevar a cabo los dos ensayos siguientes, es necesario saturar las probetas con agua. Para ello, se colocan en el recipiente, y se sumergen en agua, dejándolas reposar durante un período hasta saturación. De esta manera, el agua penetra en los poros del geopolímero, llenándose por completo.

Después de transcurrido el tiempo necesario para saturación, las probetas son pesadas en la balanza de alta precisión. Con el fin de realizar un pesaje preciso, se colocan en un soporte especialmente diseñado para este propósito. Para garantizar la exactitud de los resultados y evitar daños durante la manipulación manual, se utilizan pinzas para manejar las probetas con

delicadeza. Este enfoque asegura que no se introduzcan errores en el pesaje y se preserva la integridad física de las muestras.

En la tercera etapa del ensayo, se procede a medir el peso sumergido de las probetas de geopolímero, es decir, el peso que tienen cuando están completamente inmersas en agua (Figura 18). Durante esta medición, se observa que el valor obtenido es menor al peso registrado durante la etapa de saturación. La razón detrás de esta diferencia radica en la aplicación del principio de Arquímedes.

El principio de Arquímedes establece que un cuerpo sumergido en un fluido experimenta una fuerza de empuje ascendente igual al peso del líquido desalojado por dicho cuerpo. En el caso de las probetas de geopolímero sumergidas en agua, el líquido ejerce una presión hacia arriba que contrarresta parcialmente su peso. Esto se debe a que el volumen ocupado por la probeta es ocupado por una cantidad equivalente de agua, generando una fuerza de empuje hacia la superficie.

Por lo tanto, durante la medición del peso sumergido, se registra un valor inferior debido a la fuerza de empuje de Arquímedes. Esta información es fundamental para comprender la flotabilidad y la estabilidad de los objetos sumergidos en un fluido, y en el caso específico de las probetas de geopolímero, nos proporciona datos valiosos sobre sus propiedades físicas y su comportamiento en entornos acuosos.

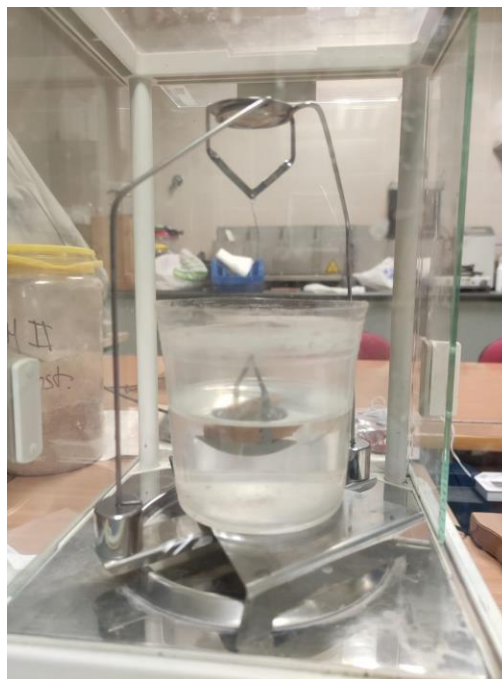


Figura 18. Medición de las probetas saturadas sumergidas en agua

4.3.4 Densidad real y porosidad total

Para llevar a cabo la determinación de la densidad real, es necesario preparar las muestras de material en forma de polvo con un tamaño de partícula inferior a 0,063 mm. Se utilizan las probetas previamente utilizadas en los ensayos de flexión y compresión, las cuales se habían conservado en acetona.

Para garantizar que las probetas estén completamente secas, se introducen en estufa a una temperatura de 60 °C (Figura 19). Después de este proceso, se dejan enfriar antes de comenzar el tamizado.



Figura 19. Estufa a 60°C

Inicialmente, se muelen en un molino de bolas Retsch PM100 (Figura 20) durante 15 minutos a una velocidad de 403 rpm, utilizando una configuración específica. Este paso permite obtener un polvo de tamaño uniforme y garantiza la homogeneidad de las muestras.



Figura 20. Equipo de molido Retsch PM100

Si es necesario, se lleva a cabo un molido adicional de forma manual en mortero de ágata (Figura 21) para obtener el tamaño de grano deseado. Esto se realiza con el fin de asegurar que las muestras cumplan con las especificaciones requeridas antes de llevar a cabo el ensayo.



Figura 21. Proceso de molido manual

Finalmente se tamizan a un tamaño de partícula indicado 0.063 mm (Figura 22). El proceso de preparación de las muestras, que incluye el secado, tamizado y molido, es crucial

para obtener resultados precisos y confiables durante el ensayo subsiguiente (Figura 23). Este enfoque meticulouso garantiza la uniformidad de las muestras y su adecuada preparación antes de someterlas a las pruebas requeridas.



Figura 22. Proceso de tamizado



Figura 23. Material tamizado

Para determinar la densidad real, se emplea el método del picnómetro..

El procedimiento comienza llenando completamente el picnómetro únicamente con etanol, cuya densidad ya se había calculado previamente para la presión y temperatura estándar del laboratorio. Luego, se registra el peso del picnómetro lleno utilizando una balanza de precisión.

A continuación, se pesa aproximadamente 2 gramos de la muestra tamizada, que se vierte dentro del picnómetro. Posteriormente, se vuelve a pesar el picnómetro para obtener la masa total del picnómetro y la muestra.

Finalmente, se coloca el picnómetro con el material y el etanol en un recipiente con agua a temperatura ambiente, en un equipo que genera vibraciones mediante ultrasonidos (Figura 24), con el fin de asentar el material en la base del picnómetro. Posteriormente, se realiza una última medición del peso del picnómetro lleno de la muestra y etanol.



Figura 24. Picnómetros en el equipo de vibraciones de ultrasonidos

Al finalizar el experimento, se obtienen tres datos: el peso de la muestra, el peso del picnómetro lleno solo con etanol y las mediciones de peso del picnómetro con la muestra y lleno de etanol. Estas mediciones se realizan al menos dos veces para la misma muestra.

La densidad real del material se calcula de acuerdo con la ecuación 5.

$$\rho_r = \frac{m_e}{m_e + m_{liq} - m_1} * \rho_{etanol} \quad (\text{Ec. 5})$$

Siendo:

- *me*: es la masa del conglomerante.
- *mliq*: es la masa del picnómetro lleno de etanol.
- *m1*: es la masa del picnómetro con la muestra del cemento lleno de etanol.
- *petanol*: es la densidad del etanol empleado (789 g/l).

La porosidad total se determina según la ecuación 6:

$$PT = \left(1 - \frac{\varphi_a}{\varphi_r}\right) * 100 \quad (\text{Ec. 6})$$

Donde:

φ_a es la densidad aparente

φ_r es la densidad real.

4.3.5 Difracción de rayos X (DRX)

La Difracción de Rayos X (DRX) es un método de investigación no destructivo ampliamente utilizado para explorar la estructura interna de materiales sólidos cristalinos. Esta técnica se basa en la forma en que los rayos X interactúan con la disposición de átomos en la red cristalina de una muestra.

En el proceso de DRX, se dirigen rayos X a la muestra cristalina, y estos rayos son redirigidos en patrones específicos debido a la disposición de los átomos en la muestra. Al analizar los patrones resultantes se puede extraer información sobre las distancias entre los átomos, los ángulos de enlace y la estructura tridimensional de la muestra.

La aplicación de esta técnica es diversa y se extiende a campos como la química, la física de materiales y la biología estructural. Desde la investigación farmacéutica hasta la electrónica y la geología, esta técnica es esencial para identificar fases cristalinas y comprender cómo se organizan los átomos en diferentes materiales.

Aunque la DRX es valiosa para revelar detalles en materiales cristalinos, no es adecuada para muestras amorfas o desordenadas. Además, interpretar los patrones de difracción requiere experiencia en análisis de datos y cristalografía.

En resumen, el procedimiento implica la evaluación de la alteración que experimenta un rayo X primario monocromático al incidir sobre una muestra. Esto resultará en la identificación cualitativa de las distintas fases cristalinas de naturaleza mineral, detectables tanto en la materia prima original como en los geopolímeros desarrollados después de 28 días de proceso de

curado. Este análisis proporciona valiosa información sobre la composición cristalina de los materiales en estudio y su evolución durante el proceso de formación y endurecimiento.

Se ha determinado mediante un equipo de difracción de rayos X en polvo Empyrean con un detector PIXcel-3D de muestras en polvo PANalytical (Malvern). Los patrones de DRX registrados por análisis se evaluaron utilizando el software HighScore.

4.3.6 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

La técnica analítica conocida como espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es ampliamente empleada para investigar la estructura molecular y la composición de distintos tipos de materiales. Este enfoque se basa en la interacción entre la radiación infrarroja y las moléculas en una muestra, permitiendo así la obtención de información sobre las vibraciones moleculares y los enlaces químicos.

En esencia, la FTIR implica enviar radiación infrarroja a través de una muestra y luego capturar la radiación transmitida después de que interactúa con las moléculas. Diversas longitudes de onda infrarrojas se utilizan para exponer la muestra, y el espectro resultante se registra, es decir, en lugar de medir la intensidad de la radiación en función del tiempo, como en las técnicas convencionales, la FTIR mide la intensidad en función de la frecuencia. Este espectro, que muestra la absorción de energía en diferentes frecuencias, es característico de las vibraciones moleculares y esencial para identificar los enlaces químicos presentes.

La aplicación de FTIR es diversa, utilizándose en campos como química, biología, farmacología y ciencia de los materiales. Es particularmente útil para identificar grupos funcionales en moléculas orgánicas e inorgánicas y analizar muestras en estado líquido, sólido y gaseoso. Además, puede combinarse con otras técnicas, como microscopía infrarroja, para obtener información detallada sobre áreas específicas de una muestra.

En el ámbito de la espectroscopia infrarroja, se destacan dos tipos esenciales de vibraciones moleculares: las vibraciones de tensión (stretching) y las vibraciones de flexión (bending). Las vibraciones de tensión ocurren cuando los enlaces químicos entre átomos en una molécula se alargan o acortan, mientras que las vibraciones de flexión implican el movimiento de los átomos en un plano perpendicular al enlace, manteniendo el ángulo constante.

Por otro lado, las vibraciones de flexión son como el movimiento de un péndulo en un plano perpendicular. Aquí, los átomos de la molécula se mueven hacia arriba y hacia abajo, o lateralmente, en un plano perpendicular al enlace químico.

Estas vibraciones son cruciales en espectroscopia infrarroja, ya que las moléculas absorben radiación infrarroja de acuerdo con sus frecuencias de vibración. Cada tipo de enlace químico tiene frecuencias características de vibración, lo que permite identificar grupos funcionales en una molécula y obtener información sobre su estructura y composición.

Se ha empleado un espectrofotómetro de infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR) Vertex 70 Bruker. Se ha llevado a cabo en el rango de números de onda 400 a 4000 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} y se realizaron 100 ciclos para registrar el espectro.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Caracterización del precursor, tierras filtrantes de aceites extraídas agotadas.

5.1.1. Fluorescencia de rayos X (FRX)

El análisis de la composición de la materia prima se realiza por medio de FRX empleando el equipo Zetium de Malvern Panalytical. En la Tabla X, se puede observar que las tierras filtrantes de aceites agotadas extraídas están mayoritariamente compuestas por SiO_2 , MgO y Al_2O_3 . Los óxidos SiO_2 y Al_2O_3 son fundamentales en la formación de la estructura del geopolímero.

Tabla 2. Composición de la materia prima tras la calcinación a 700°C

Compuesto	% en peso	Error
SiO_2	58,91	0,37
MgO	18,81	0,43
Al_2O_3	7,39	0,11
P_2O_5	4,01	0,08
CaO	3,61	0,13
Fe_2O_3	2,70	0,11
K_2O	1,61	0,10
SO_3	0,907	0,05
Na_2O	0,544	0,06

TiO ₂	0,320	0,0045
NiO	0,172	0,0065
MnO	0,0378	0,0017
CuO	0,0219	0,0019
ZrO ₂	0,0197	0,0043
V ₂ O ₅	0,0117	0,0021
LOI	0,88	0,02

5.1.2 Difracción de rayos X (DRX)

Las fases cristalinas presentes en el precursor se determinaron utilizando la técnica de difracción de rayos X con el equipo Empyrean de PANalytical, y se empleó el software HighScore para su identificación.

El análisis de difracción de rayos X (Figura 25) reveló que la materia prima exhibe una estructura semicristalina, siendo la fase cristalina principal el silicato de magnesio (clinoenstatita). Además, se detectaron otras fases, como los feldespatos cálcicos sódicos (anortita), minerales de carbonato de calcio y magnesio (dolomita), y polimorfos del cuarzo (coesita).

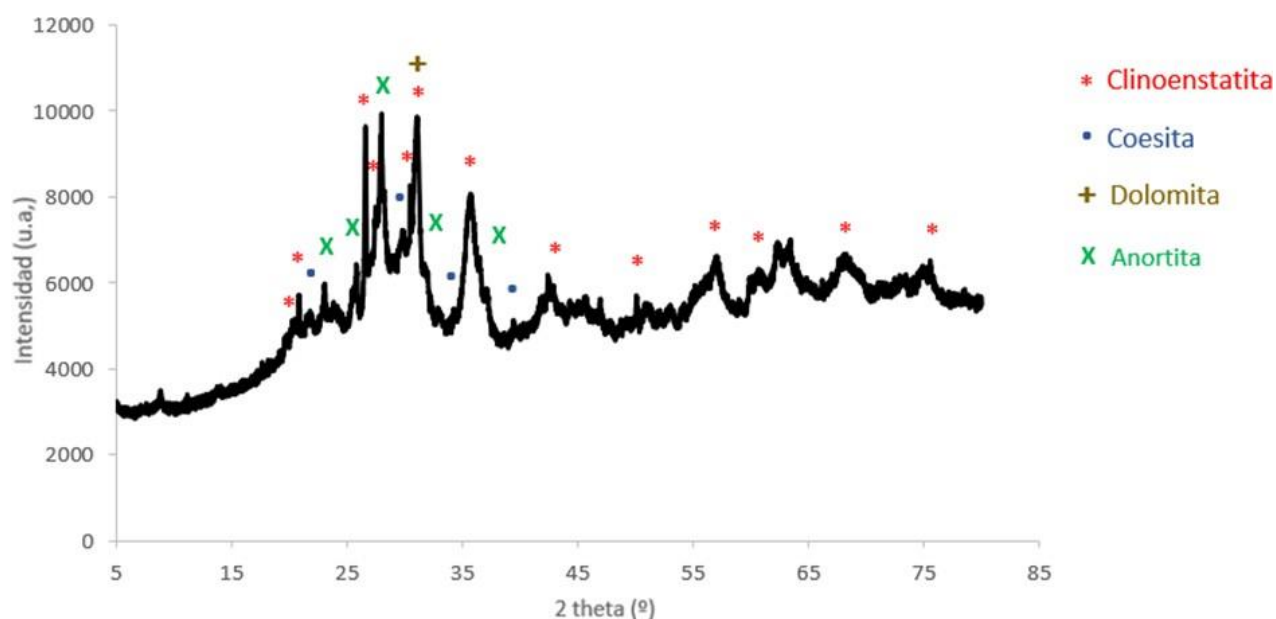


Figura 25. DRX en la materia prima

5.2. Caracterización de los geopolímeros

5.2.1 Difracción de rayos-X

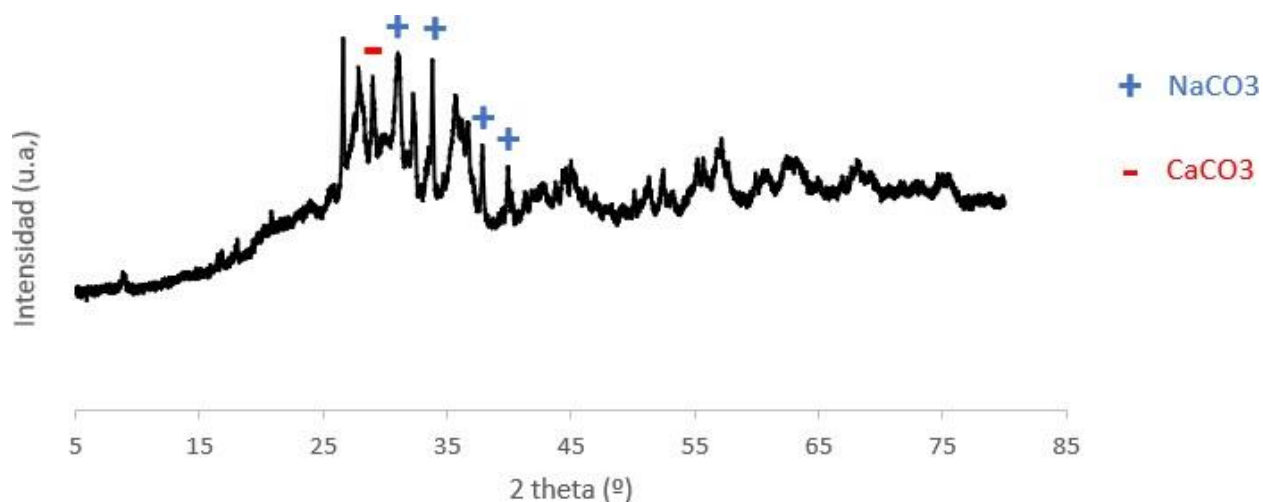


Figura 26. DRX en la muestra Ms=0.5 tras 28 días de curado

El análisis de DRX es un método que proporciona información acerca de la composición mineralógica y la presencia de fases amorfas en las muestras de geopolímero. En la Figura 26 se muestra el DRX de la muestras Ms=0.5 tras 28 días de curado y en la Figura 27 se muestran los diferentes difractogramas obtenidos para todos los geopolímeros en función del módulo de activador después de un período de curado de 28 días. Además, se incluye el patrón de difracción del precursor para fines de comparación.

Se pueden observar picos de difracción menos intensos correspondientes a la anortita y a la clinoenstatita, lo que sugiere que la superficie del cristal está siendo afectada por el entorno alcalino, y parte de los silicatos cristalinos se disuelven (Gado et al., 2020; Mahmoodi et al., 2021). En cambio, para el polimorfo del cuarzo coesita, se observa que los picos de difracción permanecen inalterados, indicando que esta fase cristalina no es reactiva y por consiguiente no se disuelve después de la reacción con álcali (O. Mahmoodi, H. Siad, M. Lachemi, S. Dadsetan, M. 2021).

Adicionalmente se observa la aparición de picos de difracción intensos correspondientes a la aparición de nuevas fases carbonatadas como CaCO_3 y NaCO_3 . La intensidad del pico correspondiente al NaCO_3 se incrementa conforme disminuye Ms debido al exceso de NaOH en el activador que reacciona con el CO_2 atmosférico.

La desviación de la línea de base en el intervalo de 15-36 2θ en el precursor se vuelve se desplazada ligeramente hasta 20-40° (2θ), en los geopolímeros, indicando que el proceso de geopolimerización ha tenido en el precursor con la adición de la solución activante alcalina (Provis et al., 2015).

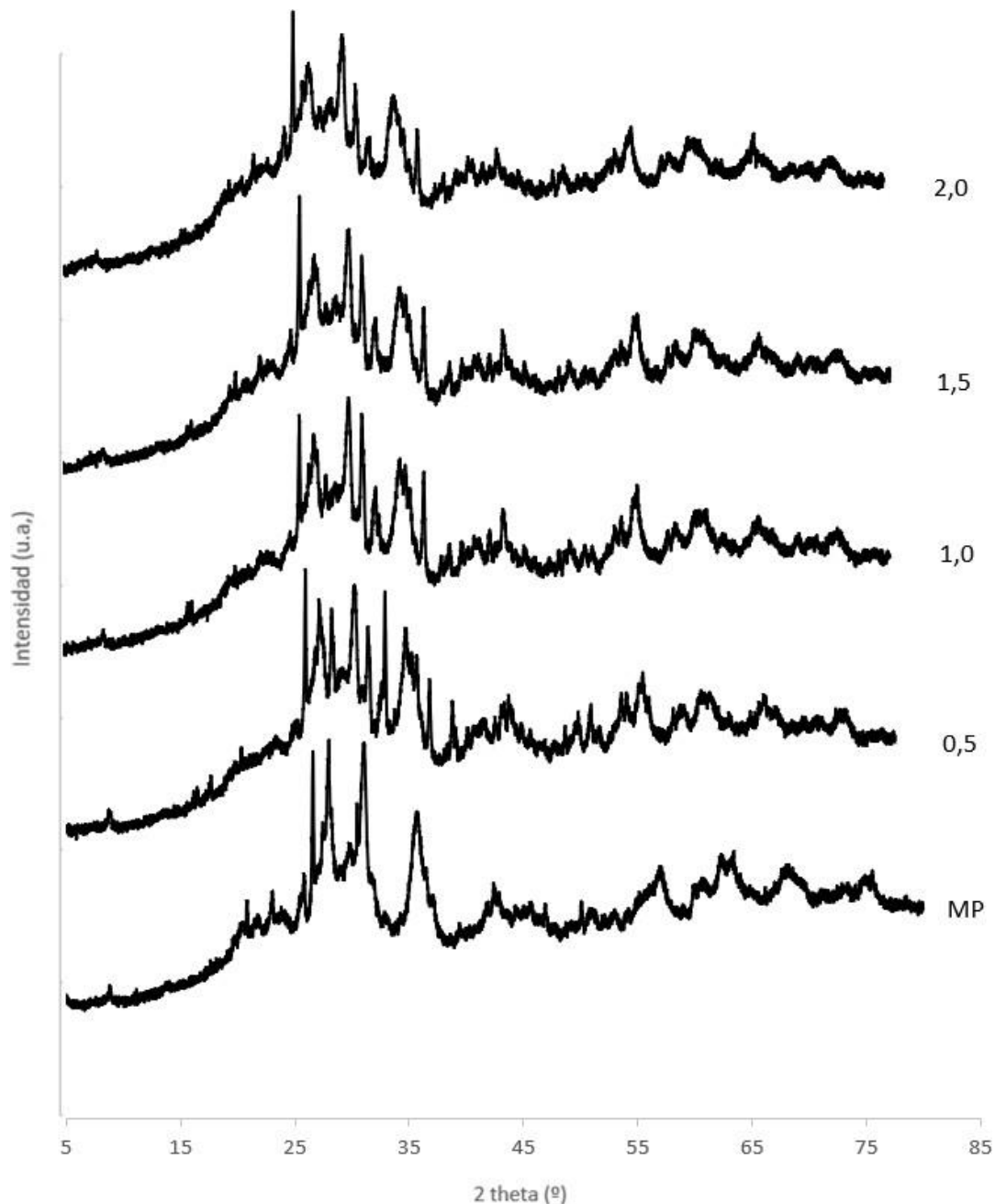


Figura 27. DRX del precursor y de los geopolímeros tras 28 días de curado en función del módulo del activador

En cuanto a la influencia del tiempo de curado, se puede observar en el patrón de DRX de los geopolímeros con un $Ms=1,5$ tras 7 y 28 días de curado (Figura 28). Se observa una ligera disminución de los picos correspondientes a clinoenstatita y anortita, indicando un avance de la reacción de geopolimerización con el tiempo de curado, así como un incremento de los picos correspondientes a los carbonatos, indicando una mayor reacción del Na, Ca y Mg con el CO_2 atmosférico.

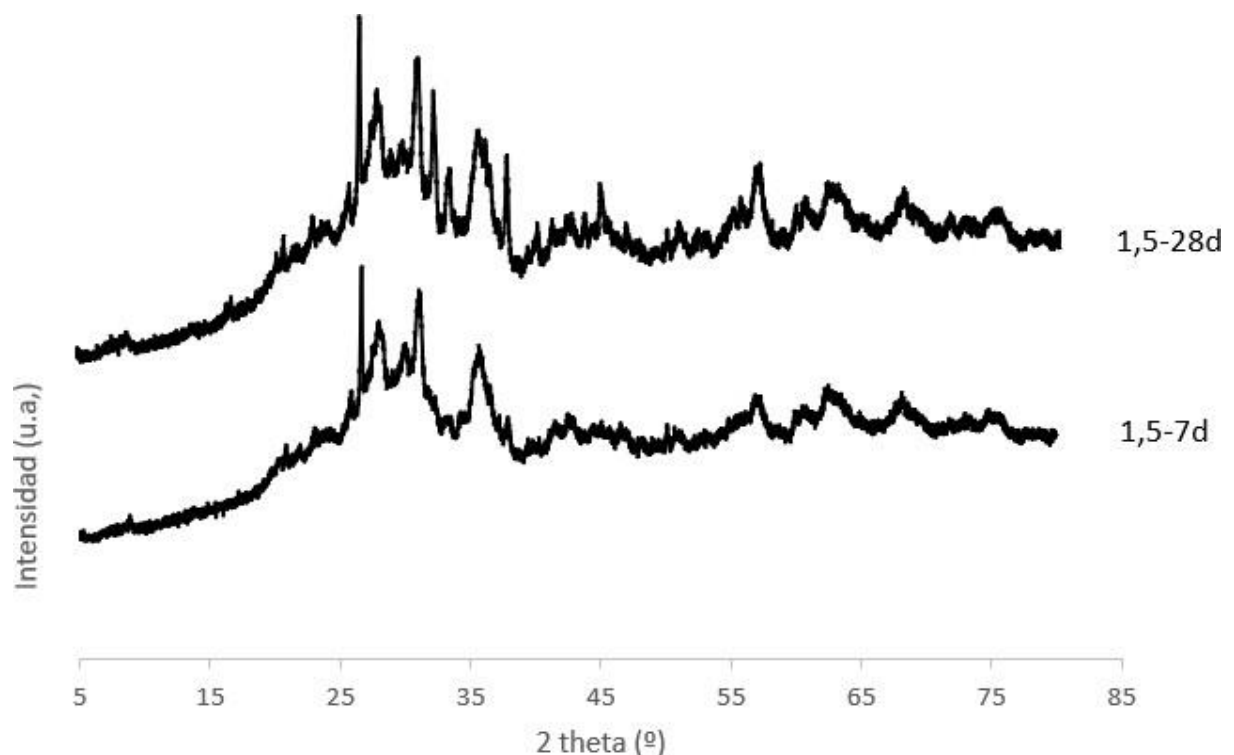


Figura 28. DRX del geopolímero con $Ms=1,5$

5.2.2 Espectroscopía infrarroja (FTIR)

Se analizaron los espectros FTIR tanto de la materia prima como la de los geopolímeros tras 28 días de curado en función de la ratio Ms estudiada para verificar la formación de los principales productos de reacción (geles N-A-S-H) en comparación con el precursor inicial.

De acuerdo con la figura 29, se pueden observar una serie de picos que se describen a continuación:

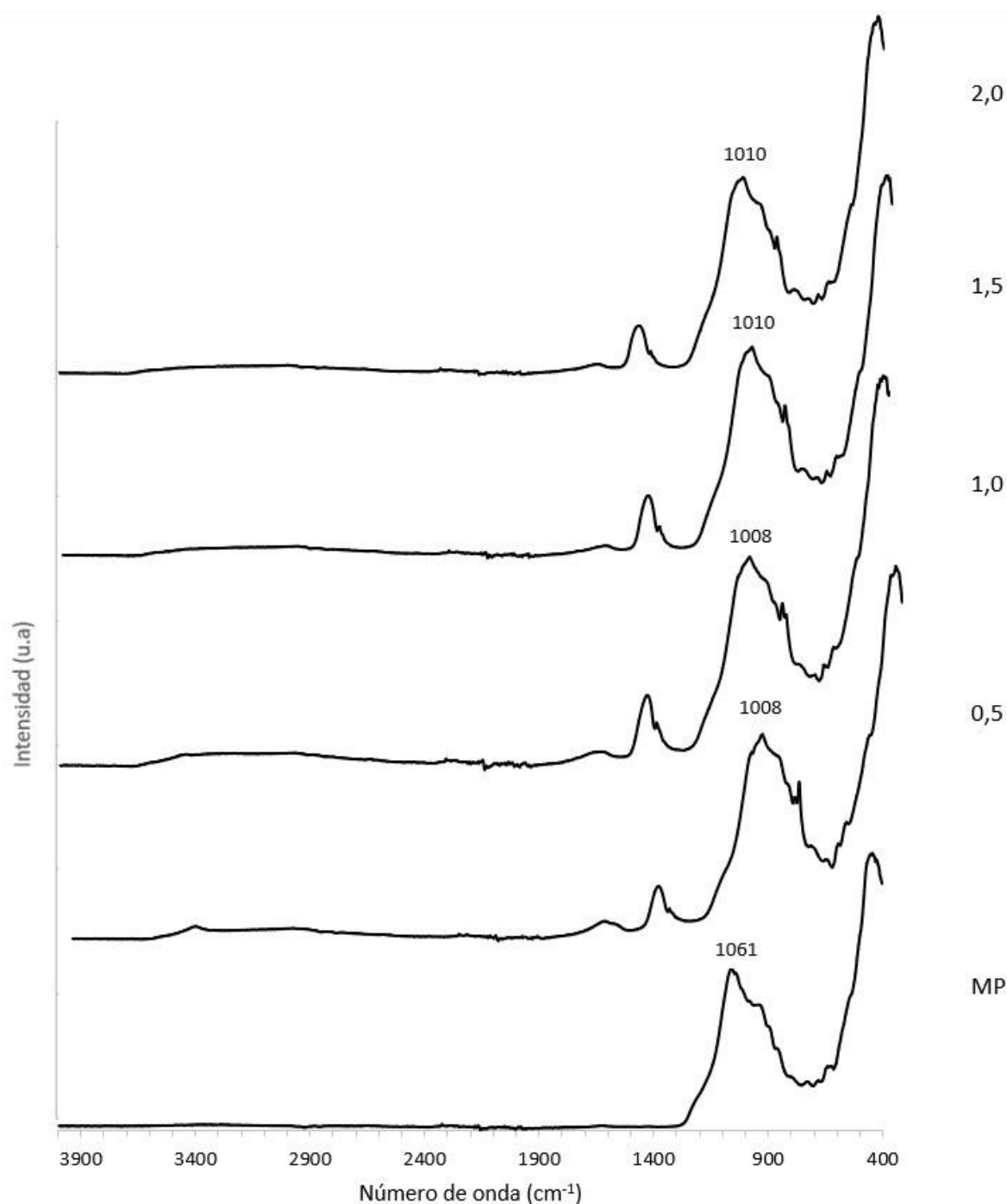


Figura 29. FTIR del precursor y de los cementos geopoliméricos en función de Ms

En el precursor, tierras decolorantes de aceite agotadas extraídas se observa una banda centrada el a 1061 cm^{-1} correspondiente al grupo Si-O-Si. Junto a esta banda se puede observar una débil banda centrada a 940 cm^{-1} correspondiéndose a la vibración del enlace Al-OH de la bentonita (Yang et al (2020)). El módulo de activador, o contenido de NaOH y Na₂SiO₃ presente en la disolución activante provoca un desplazamiento de la banda principal relacionada con los enlaces Si-O-T (donde T puede ser Si o Al en una posición tetraédrica). Esta banda se desplaza

hacia números de onda más bajos comprendidos entre 1008 cm^{-1} para $M_s=0,5$ y $M_s=1,0$ y 1010 cm^{-1} para $M_s=1,5$ y $M_s=2,0$. Este desplazamiento podría ser un indicio de cambios en el grado de activación del proceso. Este desplazamiento podría indicar cambios en el grado de polimerización. El aumento del número de ondas podría indicar un mayor grado de polimerización de la red Si-O, lo que da lugar a geles más altamente polimerizados (Gao et al., 2015)

Las bandas centradas en torno a 2990 cm^{-1} y 1690 cm^{-1} se asignan a las vibraciones de estiramiento del enlace -OH y a las vibraciones de flexión del enlace H-O-H en las moléculas de agua unidas, respectivamente. Estas bandas se originan en moléculas de agua adsorbidas en la superficie o atrapadas en cavidades dentro de las estructuras de geopolímeros (Jurado-Contreras et al., 2022). Además, en los geopolímeros se observan una banda centrada en 1450 cm^{-1} con un desdoblamiento centrado a 1410 cm^{-1} relacionada con las vibraciones de estiramiento del O-C-O en carbonatos. El desdoblamiento sugiere la formación de Na_2CO_3 , $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ así como la formación de CaCO_3 .

5.2.3 Densidad aparente

En la Tabla 3 y Figura 30 se muestra la densidad aparente de los geopolímeros tras 28 días de curado. La densidad aparente sigue una tendencia creciente a medida que aumenta la relación M_s . Específicamente, la muestra con $M_s=0.5$ tiene una densidad aparente mínima de 1204 kg/m^3 , mientras que la muestra con $M_s=2$ incrementa la densidad aparente hasta 1499 kg/m^3 para los geopolímeros.

Tabla 3. Resultados de densidad aparente (kg/m^3) de los geopolímeros tras 28 días de curado

Módulo de activador	Densidad aparente (kg/m^3)	($\pm$ desviación estándar)
0,5	1204,	25
1,0	1372	24
1,5	1402	11
2,0	1499	57

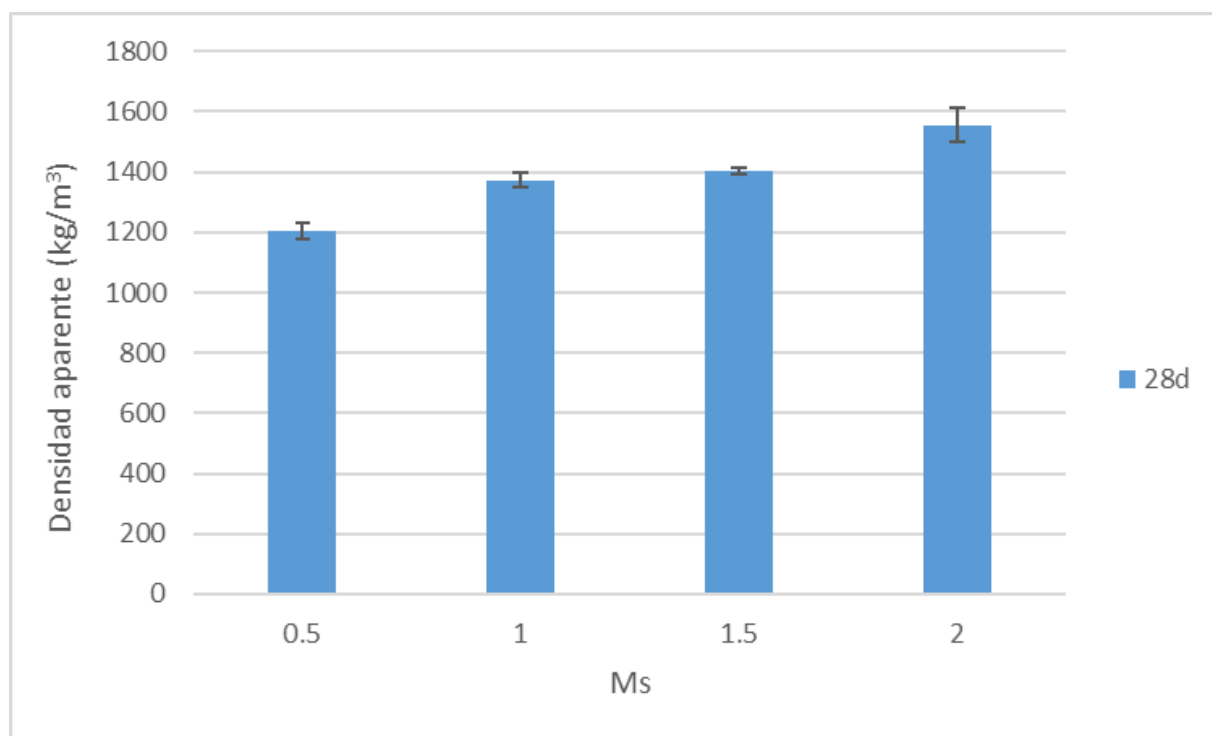


Figura 30. Densidad Aparente de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador.

Un módulo activador bajo ($M_s=0,5$) indica un bajo grado de reacción, lo que resulta en una baja cantidad de productos de hidratación. Al aumentar el módulo del activador $M_s \geq 1$ aumenta el contenido de silicato dando lugar a la formación de estructuras más densas.

5.2.4 Porosidad total

Los resultados obtenidos de porosidad total de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador tras 28 días de curado se muestran en la Tabla 4 y Figura 31. Cantidades inadecuadas de precursor y de solución alcalina da como resultado una disolución menos eficiente del precursor, con la consiguiente creación de poros en la matriz del geopolímero y la formación de una estructura menos homogénea (Ibrahim et al.,2017).

Se puede observar que cuando se emplea una cantidad más pequeña de silicato de sodio ($M_s=0,5$), se obtienen geopolímeros con mayor porosidad total, debido posiblemente a la menor tasa de disolución de la masa precursora produciéndose una escasa reacción entre el precursor y la disolución activante, dando lugar a una gran cantidad de partículas de tierras decolorantes de aceite agotadas sin reaccionar, que presentan una baja cohesión. Se produce una menor cantidad de gel geopolimérico aumentando la porosidad del cemento y como consecuencia se esperan peores propiedades mecánicas. El incremento en el módulo de activador hasta 1,5 produjo un descenso de la porosidad total, debido a una mayor disolución de las fases activas

del precursor que resulta en un aumento de la reacción de geopolimerización y la reducción de la porosidad en la matriz. Un nuevo incremento en el módulo de activador, $Ms=2,0$ produjo un nuevo incremento de la porosidad total, debido posiblemente al incremento de la viscosidad de la solución alcalina lo que dificulta la formación del gel alcalino reduciendo el enlace entre las partículas.

Tabla 4. Porosidad total de los geopolímeros en función de Ms tras 28 días de curado.

Módulo de activador (Ms)	Porosidad total (%)	($\pm$ desviación estándar)
0,5	49,82	1,50
1,0	44,98	2,00
1,5	42,06	2,20
2,0	43,60	1,80

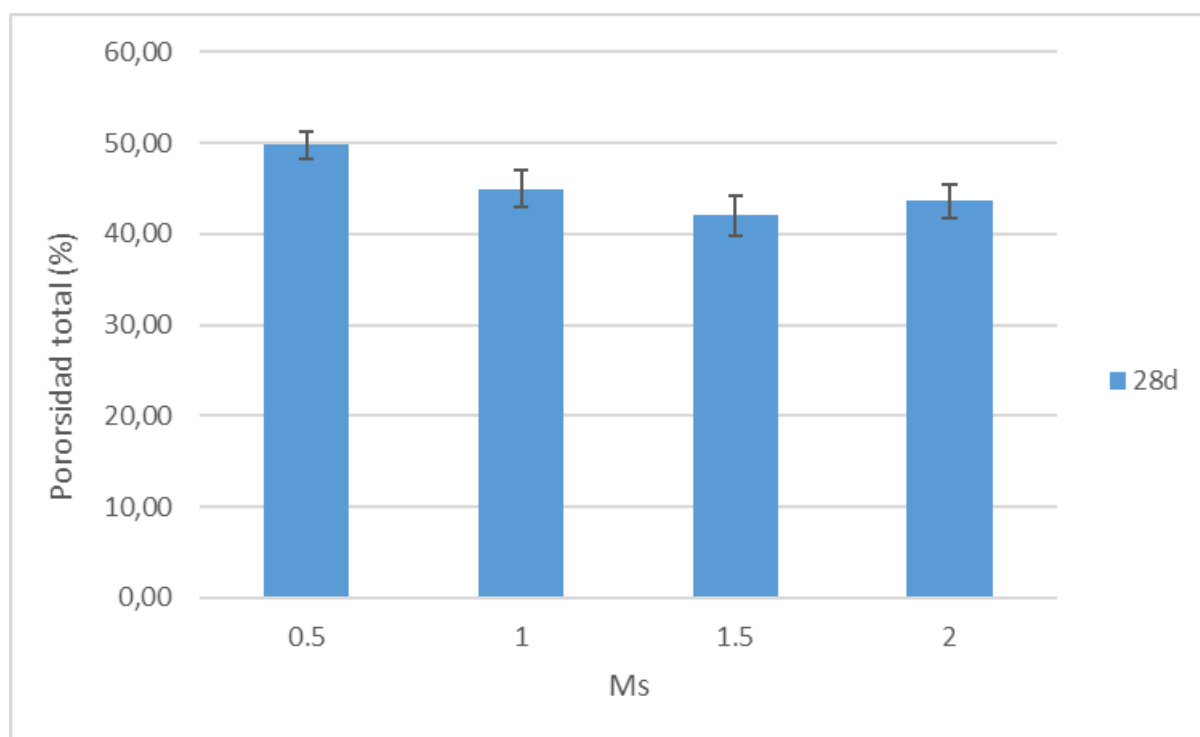


Figura 31. Porosidad Total de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador tras 28 días de curado.

5.2.5 Absorción de agua

Tabla 5. Absorción de agua de los cementos geopoliméricos tras 28 días de curado

Módulo de activador (Ms)	Absorción de agua (%)	($\pm$ desviación estándar)
0,5	25,13	1,74
1,0	16,74	1,17
1,5	13,77	0,87
2,0	9,03	0,48

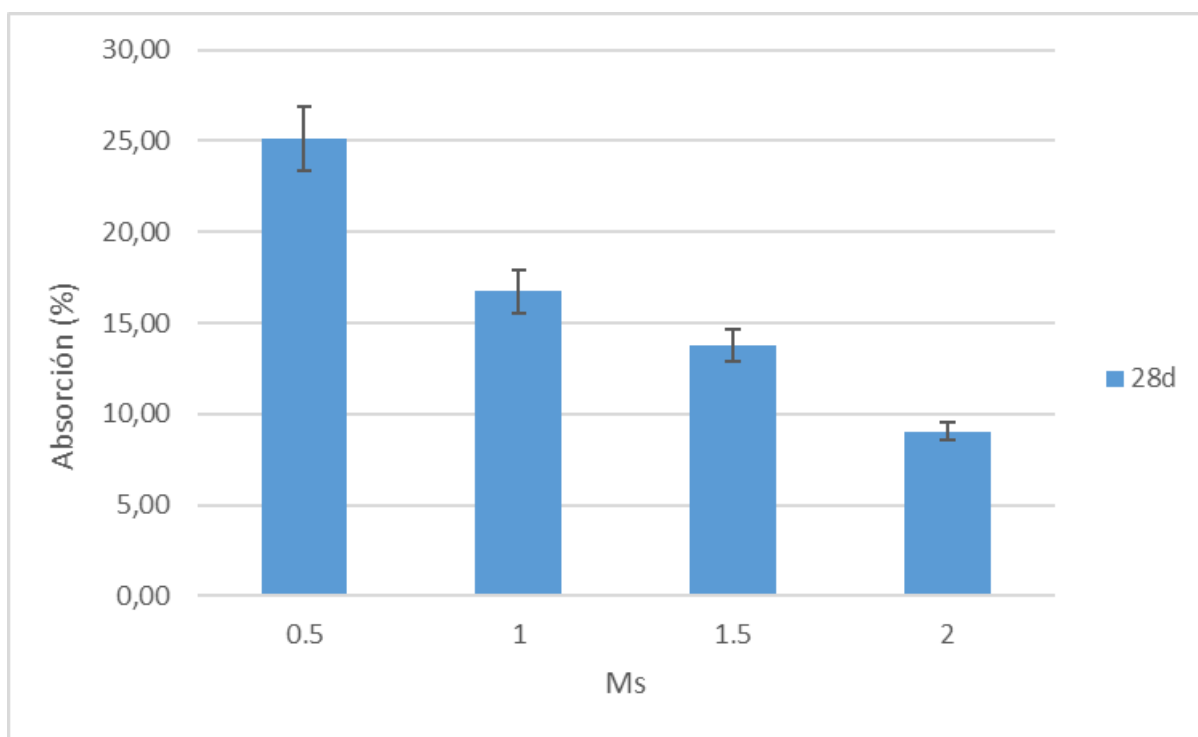


Figura 32. Absorción de agua de los geopolímeros en función de Ms tras 28 días de curado.

En la tabla 5 y Figura 32 se muestra la absorción de agua en función del módulo de activador, Ms, de la solución activante para los cementos geopoliméricos base tierras decolorantes de aceites agotadas. Se puede observar que la absorción de agua sigue una tendencia opuesta a la densidad aparente. A medida que la Ms aumenta se produce un descenso de la absorción de agua desde 25,13% para los geopolímeros con Ms=0.5 hasta el 9,03 % para los cementos con Ms=2,0. Cuando se utiliza un módulo de activador Ms bajo, el proceso de geopolymerización en las primeras etapas puede ser rápido, formando partículas de gel que

pueden envolver las partículas de tierras decolorantes sin reaccionar e impedir parcialmente que sufran la reacción de activación dejando gran porosidad abierta..

5.2.6 Resistencia a Flexión

En la tabla 6 y Figura 33 se muestra la capacidad de los geopolímeros para resistir esfuerzos a flexión tras 7 y 28 días de curado a temperatura ambiente.

Se puede observar que la resistencia a la flexión aumenta a medida que se incrementa el módulo de activador M_s hasta el valor $M_s=1,5$. Así, la resistencia a flexión prácticamente se duplica en comparación con la muestra $M_s=0,5$, pasando de 4.64 a 8.14 MPa tras 28 días de curado. Un nuevo incremento del módulo de activador hasta $M_s=2,0$ produjo una disminución de la resistencia a flexión hasta 7,0 MPa. Por tanto, el incremento en el módulo de activador hasta $M_s=1,5$ provoca un incremento en la cantidad de la red tridimensional de gel de aluminosilicato de sodio N-A-S-H aumentando la resistencia a flexión.

La reducción en la resistencia a flexión cuando se emplea un elevado módulo de activador, $M_s=2$ podría deberse a que el exceso de iones silicato de la solución alcalina que se hidratan junto con iones Al^{3+} y Mg^{2+} precipitan rápidamente sobre los granos de tierra decolorante de aceite agotadas inhibiendo la disolución de los granos del precursor, inhibiendo las reacciones de activación alcalina, resultando en cantidades insuficientes de gel, haciendo los comportamientos menos resistentes (Apithanyanyasai et al., 2020).

Por tanto, un exceso de Na_2SiO_3 y una carencia de NaOH en el activador, como se presenta en el caso de un activador $M_s=2,0$, causa que la solución activadora alcalina sea más viscosa, lo que afecta la manejabilidad de las mezclas y el tiempo de endurecimiento (Gado et al., 2020).

El empleo de bajos módulos de activador $M_s=0,5$ da lugar a cementos con las menores resistencias a flexión debido principalmente a la insuficiente presencia de sílice soluble necesaria para la reacción de polimerización con Mg^{2+} y Al^{3+} en la fase líquida, lo que conlleva a una falta de maduración completa de la estructura molecular y un incremento en la porosidad, de acuerdo con los datos de porosidad total, densidad aparente y absorción de agua (Mahmoodi et al., 2021).

Este aumento en la porosidad también puede ser atribuido a la liberación de agua no utilizada físicamente debido al bajo grado de geopolimerización. Además, el exceso de Na^+ sin

reaccionar puede generar la formación de eflorescencias en la superficie del material (Allahverdi y Kani , 2013; Ye et al. 2022; Robayo et al., 2016).

La resistencia a la flexión de los cementos activados alcalinos aumenta ligeramente con el tiempo de curado, debido a un mayor grado de geopolimerización y a la calidad del gel formado.

Tabla 6. Resistencia a flexión de los cementos geopoliméricos

Módulo de activador (Ms)	Resistencia a Flexión (MPa)			
	7d curado	± Desviación estándar	28 d curado	± Desviación estándar
0,5	4,62	0,04	4,64	0,86
1,0	6,95	2,06	5,94	2,31
1,5	8,11	0,00	8,14	0,00
2,0	6,50	1,30	7,00	0,94

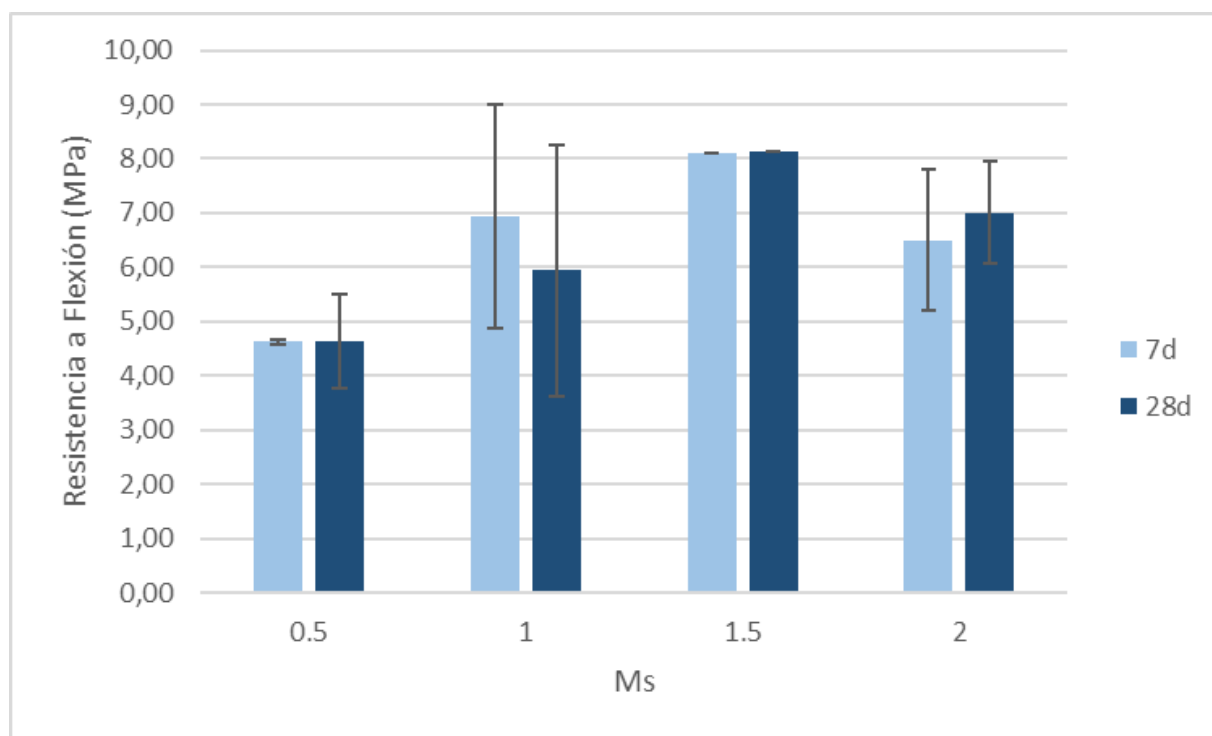


Figura 33. Resistencia a flexión de los geopolímeros en función del módulo de activador tras 7 y 28 días de curado.

5.2.7 Resistencia a Compresión

Las propiedades mecánicas son un indicador importante de la calidad de los materiales cerámicos utilizados en construcción. En la tabla 7 y figura 34, se presentan los resultados de ensayos de resistencia a la compresión de los geopolímeros después de 7 y 28 días de curado. Los valores de resistencia a compresión oscilan entre 7,68 y 13,11 MPa para los geopolímeros con $Ms=0,5$ y 19,54 y 24,32 MPa para los cementos con $Ms=1,5$ tras 7 y 28 días de curado, respectivamente.,

Por tanto, la máxima resistencia se obtiene cuando se emplea una solución alcalina compuesta por una mezcla de silicato de sodio e hidróxido de sodio con un valor de $Ms=1.5$. La adición de cantidades óptimas de especies de silicato conduce a un aumento de las concentraciones de iones de Si solubles que da lugar a cadenas de Si más largas que conducen a geles más densos con una resistencia mecánica superior. Una mayor proporción de silicato ($Ms=2,0$) proporciona más silicio soluble, dando lugar a una mezcla más viscosa reduciendo la trabajabilidad de la pasta y el tiempo de fraguado por lo que, los productos de reacción se forman rápidamente inhibiendo la reacción de geopolimerización (Hanjitsuwant et al., 2014). Mientras que, una alta proporción de NaOH ($Ms=0,5$) contribuye con un mayor contenido de OH en la disolución, dando lugar a una menor disolución de los iones presentes en las tierras

decolorantes agotadas, lo que conduce a una menor formación de gel (Hanjitsuwan et al., 2014).

Tabla 7. Resistencia a Compresión de los geopolímeros tras 7 y 28 días de curado.

Módulo de activador (Ms)	Resistencia a compresión (MPa)			
	7d curado	± Desviación estándar	28 d curado	± Desviación estándar
0,5	7,68	1,13	13,11	0,00
1,0	11,99	1,48	14,38	1,18
1,5	19,54	3,8	24,32	3,15
2,0	14,24	2,2	19,18	2,01

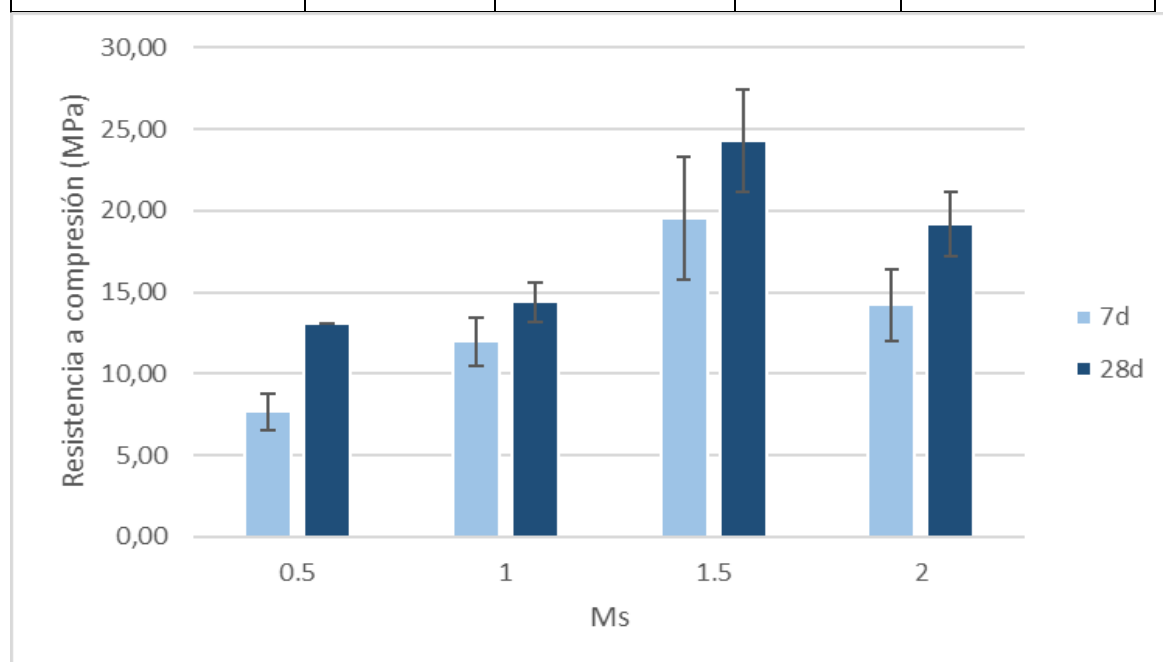


Figura 34. Resistencia a la Compresión de los cementos geopoliméricos en función del módulo de activador tras 7 y 28 días de curado.

5.2.8 Conductividad térmica

En la Tabla 8 y Figura 35, se muestran los resultados de conductividad térmica de los geopolímeros en función del módulo de activador tras 28 días de curado. Se puede observar que los valores de conductividad térmica se encuentran en el rango de 0,22-0,25 W/mK en función de de Ms. Por tanto, la conductividad térmica prácticamente no está influenciada por el módulo de activador. No se encuentra relación entre la porosidad y la conductividad térmica, por lo que la cantidad y composición de los geles formados, así como, la cantidad de partículas de tierra decolorante agotada sin reaccionar que tienen propiedades térmicas intrínsecas diferentes, así como el tipo de porosidad, pueden dar lugar a conductividades térmicas diferentes.

En general, los geopolímeros presentan menores valores de conductividad térmica que el cemento Portland (1,5 W/mk) (Yun y Han,2013). Esto es debido a que una estructura en gel genera una mayor cantidad de agua unida químicamente y el cemento Portland presenta una menor cantidad de poros (Albitar et al.,2017).

Tabla 8. Conductividad Térmica de los geopolímeros tras 28 días de curado

Módulo de activador (Ms)	Conductividad térmica (W/mk)
0,5	0,24±0,01
1,0	0,25±0,01
1,5	0,22±0,02
2,0	0,24±0,02

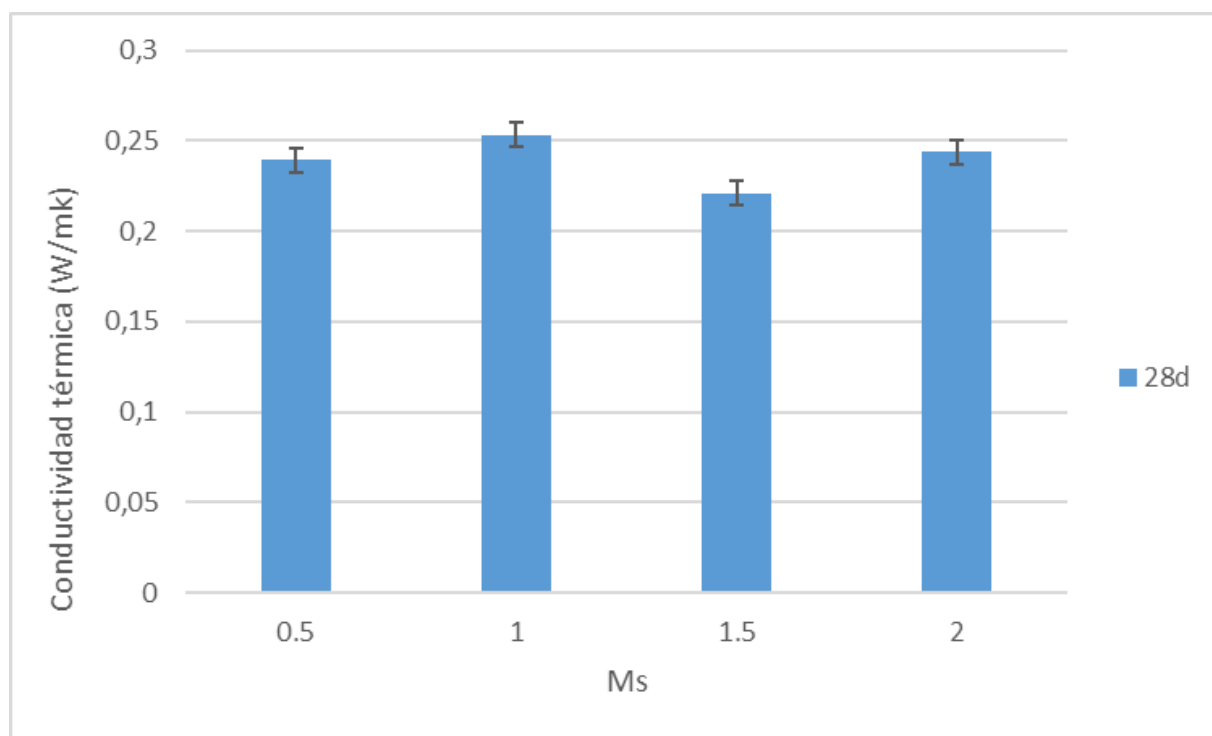


Figura 35. Conductividad térmica de los geopolímeros en función de Ms tras 28 días de curado.

6. ESTUDIO ECONÓMICO

Obtenidas las propiedades mecánicas, físicas y químicas, en las cuales se observa un comportamiento interesante, se va a realizar en este punto, un estudio aproximado de los costes de elaboración, el cual nos servirá para valorar la viabilidad que supondría la fabricación de una tonelada de cemento alcalino o geopolímero. Para el estudio económico únicamente se tendrá en cuenta el coste de las materias primas, no considerándose otros elementos como el transporte, fuentes de energía, mano de obra, equipo, etc.

6.1. Coste unitario de la materia prima

En las tablas 9, 10, 11 y 12, se presenta detalladamente el costo por tonelada de la solución correspondiente a cada tipo de activador utilizado en este proceso. Por otro lado, se proporciona información acerca de los gastos unitarios asociados a las materias primas utilizadas en la creación del geopolímero estudiado.

Tabla 9. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=0,5

Disolución	% peso	€/t	Coste (€/t)
NaOH	15,8	490	77,42
Na ₂ SiO ₃	23,4	270	63,18
H ₂ O	60,8	1.2	0,73
Coste total (€/t)			141,33

Tabla 10. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=1,0

Disolución	% peso	€/t	Coste (€/t)
NaOH	12,3	490	60,27
Na ₂ SiO ₃	44,1	270	119,07
H ₂ O	43,6	1.2	0,52
Coste total (€/t)			179,86

Tabla 11. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=1,5

Disolución	% peso	€/t	Coste (€/t)
NaOH	9,2	490	45,08
Na ₂ SiO ₃	62,5	270	168,75
H ₂ O	28,3	1.2	0,34
Coste total (€/t)			214,17

Tabla 12. Coste tonelada de la disolución para la muestra Ms=2,0

Disolución	% peso	€/t	Coste (€/t)
NaOH	6,4	490	31,36
Na ₂ SiO ₃	79	270	213,3
H ₂ O	14,6	1,2	0,18
Coste total (€/t)			244,84

Las tierras decolorantes no tienen un costo unitario asociado dentro de la empresa, ya que se consideran un problema o residuo en lugar de un subproducto que precisa de gestión para retirada en vertedero. En otras palabras, no se asigna un costo individual al precursor, ya que actualmente su retirada supone un gasto para la empresa

Por lo tanto, el cálculo del costo unitario en la empresa se basa únicamente en el costo por tonelada de la disolución o solución utilizada en cada módulo activador.

6.2. Coste de los geopolímeros

En la tabla 13 se encuentra un resumen del coste de fabricación del geopolímero basado en tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas en función del módulo de activador de la solución activante.

Tabla 13. Coste de fabricación de una tonelada del geopolímero

Geopolímero	Materia Prima	% peso	€/t	Coste (€/t)
0,5	Tierras decolorantes	48,47	0	0
	Disolución	51,53	141,33	72,83
	Coste total (€/t)			72,83
1,0	Tierras decolorantes	46,97	0	0
	Disolución	53,03	179,86	95,38
	Coste total (€/t)			95,38
1,5	Tierras decolorantes	45,57	0	0
	Disolución	54,43	214,17	116,57
	Coste total (€/t)			116,57
2	Tierras decolorantes	44,24	0	0
	Disolución	55,76	244,84	136,52
	Coste total (€/t)			136,52

La fabricación de geopolímeros presenta diferencias significativas en los costos, que dependen exclusivamente de la cantidad de disolución empleada para formar el geopolímero, como se puede observar en la tabla 12. Se observa un incremento del coste de fabricación a medida que se incrementa Ms.

El geopolímero con Ms=0.5, tiene el menor costo total, que asciende a 72,83 euros por tonelada, ya que es el que emplea para su activación la menor cantidad de solución de silicato

sódico, la materia prima mas cara. Sin embargo, los valores de resistencia tanto a compresión como a flexión son los menores y presenta una baja densidad aparente, lo que puede limitar su uso en aplicaciones estructurales críticas.

El geopolímero óptimo, con $M_s=1,5$, tiene un costo de 116,57 euros por tonelada. Este aumento se debe al incremento del empleo de disolución de silicato sódico. Sin embargo, este geopolímero ofrece una resistencia significativamente mejor y una mayor densidad aparente, lo que lo hace atractivo para aplicaciones donde se requiera un alto rendimiento.

Por último, destacar que el geopolímero con $M_s=2,0$ tiene el costo más alto entre todos, alcanzando los 136,52 euros por tonelada. A pesar de su mayor costo, este geopolímero ofrece una resistencia menor y porosidad algo más elevada que el anterior.

En comparación con el cemento Portland, que es el estándar tradicional en la industria de la construcción, es importante señalar que los precios pueden variar según la región y la disponibilidad de materias primas. Sin embargo, de manera general, el cemento Portland tiende a ser menos costoso que los geopolímeros debido a su proceso de fabricación más establecido y el uso de materias primas más comunes. Los precios del cemento Portland suelen estar en el rango de 50 a 100 euros por tonelada, dependiendo de la ubicación y la calidad.

Por tanto, los geopolímeros pueden tener costos ligeramente más altos en comparación con el cemento Portland, pero ofrecen ventajas ambientales y de rendimiento.

7. CONCLUSIONES

Las conclusiones obtenidas en este estudio sobre la fabricación de geopolímeros a partir de tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas, con diferentes relaciones de módulo de sílice (M_s), son las siguientes:

1. Impacto Ambiental y Sostenibilidad:

El estudio destaca la importancia de buscar alternativas más sostenibles al cemento Portland debido a su alto consumo de recursos energéticos y emisiones de CO_2 . Los geopolímeros se presentan como una opción prometedora debido a su menor huella ambiental, especialmente cuando se fabrican a partir de materias primas de bajo valor económico como las tierras decolorantes de aceites agotadas y a temperatura ambiente lo que implica ahorros energéticos considerables.

2. Caracterización del Precursor:

Se analizó en detalle la composición química y mineralógica de las tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas, que están compuestas principalmente por SiO_2 , MgO y Al_2O_3 . Estos óxidos son esenciales en la formación de la estructura del geopolímero.

3. Formación de Geopolímeros:

El estudio mostró que la reacción de geopolymerización ocurre cuando se interactúan disoluciones alcalinas con los silicoaluminatos presentes en el precursor. Se observaron cambios en la estructura cristalina y en las vibraciones químicas, indicando la formación de geles geopoliméricos.

4. Propiedades Mecánicas:

La resistencia a la compresión y a la flexión de los geopolímeros varió significativamente con el módulo de sílice. Se encontró que una relación $M_s=1,5$ produjo la mayor resistencia a la compresión y a la flexión, lo que sugiere que esta proporción es óptima para obtener geles más densos y resistentes.

5. Porosidad y Absorción de Agua:

La porosidad total disminuyó con un módulo de sílice de 1,5 debido a una mayor reacción de geopolymerización y una estructura más densa. En cambio, un incremento en el módulo de sílice hasta 2,0 aumentó la porosidad total debido a una solución activadora más viscosa. La absorción de agua mostró una tendencia opuesta, disminuyendo a medida que se incrementa M_s .

6. Conductividad Térmica:

La conductividad térmica de los geopolímeros no se vio significativamente afectada por el módulo de sílice y fue menor que la del cemento Portland. Esto se atribuyó a la estructura del gel geopolimérico y a una mayor cantidad de agua químicamente unida en los geopolímeros.

En resumen, el estudio demuestra que los geopolímeros fabricados a partir de tierras decolorantes de aceites agotadas extraídas son prometedores como materiales estructurales alternativos al cemento Portland. La relación de módulo de sílice de 1,5 se identificó como la más favorable para obtener propiedades mecánicas óptimas. Estos materiales tienen un menor impacto ambiental y muestran ventajas en términos de resistencia mecánica, porosidad y conductividad térmica en comparación con el cemento Portland. Estos hallazgos respaldan la búsqueda de soluciones más sostenibles en la industria de la construcción.

Bibliografía

- Allahverdi A., Kani E., Esmailpoor S. 2008, *Effects of silica modulus and alkali concentration on activation of blast-furnace slag*, Iran. J. Mater. Sci. Eng. 5, 32-35.
- Allahverdi A., Kani E.N., 2013. *Use of construction and demolition waste (CDW) for alkaliactivated or geopolymer cements*, *Handbook of Recycled Concrete and Demolition Waste*. (pp. 439–475).
- Apithanyanyasai S., Supakata N., Papong S.J.H. 2020. *The potential of industrial waste: using foundry sand with fly ash and electric arc furnace slag for geopolymer brick production*. Heliyon 6, e03697
- Aventum. Retrieved August 29, 2023, from: <https://aventum.net/2017/05/16/tierras-de-blanqueo-de-aceites-hay-alternativas-al-630%20vertedero/>
- Boey P.-L., Ganesan S., Maniam G.P., Ali D.M.H. 2011. *Ultrasound aided in situ transesterification of crude palm oil adsorbed on spent bleaching clay*. Energy Convers. Manag. 52,. 2081–2084.
- Davidovits, J. 1989. In *Geopolómeros y materiales geopoliméricos* (pp. 429-441).
- Duxson P., Fernández-Jiménez A., Provis JL., Lukey GC., Palomo A., Van Deventer JSJ. 2007. Propiedades mecánicas, químicas. In *Tecnología de geopolímeros: el estado actual del arte*. (pp. 2917-1933).
- Eggleston S., Buendia L., Miwa K., Ngara T. & Tanabe K. 2006. *Instituto de Estrategias Ambientales Globales Hayama, Japón. Emisiones globales de CO₂ de la producción de cemento, 1928-2018*.
- Gado R.A., Hebda M., Lach M, Mikula J. 2020, *Alkali activation of waste clay bricks: Influence of the silica modulus, SiO₂/Na₂O, H₂O/Na₂O molar ratio, and liquid/solid ratio*. Materials 13(2), 383; <https://doi.org/10.3390/ma13020383>.
- Gao Q. L., Yu H., Brouwers J.H. 2015. *Reaction kinetics, gel character and strength of ambient temperature cured alkali activated slag-fly ash blends*. Constr. Build. Mater. 80 105–115.
- Gregg JS., Andres RJ & Marland G. 2008. *China: Patrón de emisiones del líder mundial en emisiones de CO₂ por consumo de combustibles fósiles y producción de cemento*.
- Hablando de Cementos Portland* 2019. CEMEX Peru. Retrieved June 11, 2023, from <https://www.cemex.com.pe/-/hablando-de-cementos-portland>
- Harold H. Steinour 1960. *¿Quién inventó el cemento Portland?* (Vol. 2).
- Harvard University Press 1952. *Theory of Elasticity and Plasticity*.
- Hanjitsuwan S., Hunpratub S., Maensiri S., Sata V. y Thongbal P. 2014. *Effects of NaOH concentrations on physical and electrical properties of high calcium fly ash geopolymer paste*. Cem Concr Comp. 45, 9-14.
- Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja. *La activación alcalina de diferentes aluminosilicatos como una alternativa al Cemento Portland: cementos activados alcalinamente o geopolímeros*. (Vol. 32).

Jurado-Contreras S., Bonet-Martínez E., Sánchez-Soto P.J., Gencel O., Eliche-Quesada D, 2022. *Synthesis and characterization of alkali-activated materials containing biomass fly ash and metakaolin: effect of the soluble salt content of the residue*. Arch. Civ. Mech. Eng. 22, 1-21.

Kheang Loh S., James S., Ngatiman M., Yein Cheong K., May Choo Y., Soon Lim W. 2013. *Enhancement of palm oil refinery waste– Spent bleaching earth (SBE) into bio organic fertilizer and their effects on crop biomass growth*. Ind. 49, 775–781.

Kumar P. (n.d.). Reducing the Environmental Impact of Concrete. Retrieved June 11, 2023, from <http://ecosmartconcrete.com/docs/trmehta01.pdf>

Loh S.K., Cheong K.Y., Salimon J. 2017. *Surface-active physicochemical characteristics of spent bleaching earth on soil-plant interaction and water-nutrient uptake: A review*. Appl. Clay Sci. 140, 59–65.

Materiales de construcción amigables con el ambiente 2016. Exactas-UNLP. Retrieved June 11, 2023, from https://www.exactas.unlp.edu.ar/articulo/2016/12/1/materiales_de_construccion_amigables_con_el_a_mambiente

Mahmoodi O., Siad H., Lachemi M., Dadsetan S., Sahmaran M. 2021. *Development and characterization of binary recycled ceramic tile and brick wastes-based geopolymers at ambient and high temperatures*. Const Build Mat. 301, 124138.

Oficemen: Inicio 2023. Retrieved June 11, 2023, from <http://www.oficemen.com>

Provis J.L, Reid A., Wang H., Zhang Z., 2015. *Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete*. Cem Concr Comp. 6297–105.

Robayo R.A., Mulford A., Munera J., Mejía de Gutiérrez R. 2016). *Alternative cements based on alkali-activated red clay brick waste*. Const Buil Mat.128, 163-169.

Sanjuán Barbudo MA., Chinchón Yepes S. 2014. *Introducción a la fabricación y normalización del cemento portland*. Publicaciones Universidad de Alicante.

Nawaz M., Heitor A., Sivakumar M. 2020. *Geopolymers in construction – recent developments*. Const Build Mat. 260, 120472. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120472>.

Srisang S., Srisang N. 2021. *Recycling spent bleaching earth and oil palm ash to tile production: Impact on properties, utilization, and microstructure*. J. Clean Prod. 294, 126336.

Tang J., Mu B., Zong L., Zheng M., Wang A. 2017. *Facile and green fabrication of magnetically recyclable carboxyl-functionalized attapulgite/carbon nanocomposites derived from spent bleaching earth for wastewater treatment*. Chem. Eng. J. 322, 102– 114.

Tonsil®. 2023. Clariant. Retrieved September 5, 2023, from <http://www.clariant.com/en/Innovation/Innovation-Spotlight-Videos/Tonsil>

UNE-EN 1015-10:2020. *Métodos de ensayo para mortero para albañilería-Parte 10: Determinación de la densidad aparente en seco del mortero endurecido*; Asociación Española de Normalización: Madrid, España.

Wiktionary 2020. Retrieved September 5, 2023, from <http://www.clariant.com/en/Business-Units/Additives-and-Adsorbents/Oil-Purification/Edible-Oil/Article--Edible-oil-solutions-2020>

Ye T., Xiao J., Duan Z., Li S. 2022. *Geopolymers made of recycled brick and concrete powder*. Const Build Mat 330, 127232.

YouTube 2023. Retrieved June 11, 2023, from http://www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-50732017000200001&script=sci_arttext&tlng=p
