

# ESTUDIO COMPARATIVO DE LA POROSIDAD EN MORTEROS DE GEOPOLÍMERO POR LAS TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE IMAGEN Y ADSORCIÓN FÍSICA DE GASES

**Gálvez-López, M.F.<sup>1</sup>, Rosas-Cásarez, C.A.<sup>1</sup>, Arredondo-Rea, S.P.<sup>1</sup>, Corral-Higuera, R.<sup>1</sup>, Medina-Serna, T.D.J.<sup>1</sup>, Gómez-Soberón, J.M.<sup>2</sup>.**

<sup>1</sup>Universidad autónoma de Sinaloa, Facultad de ingeniería Mochis. Fuente Poseidón y prolongación A. Flores S/N, fraccionamiento las fuentes, CU Los Mochis Sinaloa México.

<sup>2</sup>Departamento de Construcciones Arquitectónicas II, Av. Doctor Marañón 44-50, 08028. Barcelona. España.  
f\_er27@hotmail.com

## RESUMEN

La finalidad de esta investigación radica en evaluar los porcentajes de porosidad mediante la técnica no destructiva de análisis de imagen en muestras de morteros elaborados con ceniza volante activada alcalinamente, también llamados geopolímeros. Y además compararla con la técnica de adsorción física de gases comúnmente utilizada. Los resultados presentados muestran que a menor tamaño de partícula menor será el porcentaje de porosidad presente en los morteros, los cuales disminuyen conforme se alejan de la zona de transición interfacial (ZTI). La comparativa entre las técnicas anteriormente mencionadas arroja resultados de porosidad similares, destacando que la mayoría de los poros presentes en los morteros son de tipo mesoporoso.

**Palabras Clave:** Materiales cementantes suplementarios, Geopolímeros, Ceniza volante, Análisis de imagen.

## ABSTRACT

The purpose of this investigation was assessing the percentage of non-destructive porosity by image analysis technique in samples of mortars made with alkali activated fly ash, also called geopolymer. And compared with the technique of physical adsorption of gases commonly used. The results presented show that the smaller the particle size smaller the percentage of porosity present in mortars, which decrease as they move away from the interfacial transition zone (ITZ). A comparison between the aforementioned techniques yields results similar porosity, noting that most of the pores present in mortars are mesoporous type.

**Key Words:** Supplementary cementing materials, Geopolymer, Fly ash, Image analysis

## 1. INTRODUCCION

Actualmente una de las principales problemáticas que ataca a nuestro planeta es la contaminación, donde la industria de la construcción se ve involucrada por medio de la fabricación del cemento portland (CP). Durante el proceso de producción del CP se generan grandes emisiones de gas CO<sub>2</sub> hacia la atmosfera, además se requieren de grandes cantidades de energía eléctrica, lo que también aumenta la problemática a nuestro medio ambiente.

Conforme el mundo va evolucionando y crece la demanda a nivel poblacional y económico, se producen mayores cantidades de CP para satisfacer las necesidades humanas, por tal motivo es fundamental encontrar materiales alternativos para la construcción, que sean amigables con el medio ambiente y que cumplan con la demanda de infraestructura. Estos materiales alternativos son residuos industriales, entre estos la ceniza volante (CV) y están presentes en grandes cantidades, los cuales presentan una problemática para los sitios de disposición final. La ceniza volante al ser activada mediante aluminosilicatos, adquiere resistencias mecánicas y propiedades de resistencia química similares a las del cemento portland tradicional, estos materiales alternativos también son conocido como polímeros inorgánico ("geopolímeros"). Buscando la utilización de estos materiales se realizan estudios a profundidad para conocer sus propiedades y características, mediante diferentes y costosas técnicas de caracterización. Entre las distintas propiedades estudiadas encontramos la porosidad, la cual tiene una estrecha relación con la resistencia mecánica y durabilidad. La porosidad es estudiada en su mayoría mediante la técnica destructiva de adsorción física de gases e intrusión de mercurio, por tal motivo el análisis de imagen (ADI) resulta una técnica no destructiva, eficaz, precisa y de más bajo coste para la medición de esta propiedad. Lo anterior por medio del software NI-VISION (ADI), lo que aportar datos de interés en nuevas investigaciones científicas.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1. Materiales

La CV empleada para esta investigación es proveniente de la carboeléctrica José López Portillo en la Ciudad de Nava, Coahuila, México. El material se caracterizó por Fluorescencia de Rayos X (FRX) para determinar los principales componentes químicos mediante la norma (ASTM C618). La CV utilizada corresponde a una CV de tipo F (Ver tabla 1).

*Tabla 1. Porcentaje de óxidos presentes en la CV de origen (%wt.)*

CV N	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	LOI*
	56.9	26.24	5.56	4.25	0.72	1.21	0.346	0.71	1.21	2.47

LOI\*: Pérdida por ignición

La ceniza volante utilizada se activó con solución alcalina de NaOH, con una molaridad de 8 M, la relación solución/ceniza fue de 0.4, posteriormente se colocaron en moldes de plástico y curadas a 80 °C, se colocaron en bolsas herméticas por el método de inmersión, posteriormente

se mantuvieron con una humedad relativa del 99 % durante 28 días. Para una mejor comprensión, los geopolímeros obtenidos fueron llamados GN, G200 y G325.

La ceniza volante utilizada se le realizó la técnica de distribución del tamaño de partículas (DPA) mediante el equipo de difracción de laser (mastersizer 2000), obteniendo (ver figura 1), donde se observa que la CVN muestra una gran distribución de tamaño partículas que van de 0.3-2000  $\mu\text{m}$  aproximadamente, por otro lado, la CV325 muestra mayor porcentaje de partículas menores a 45  $\mu\text{m}$  (94%), mientras que en la CV200 se observa una mayor cantidad de partículas que van desde 20-200  $\mu\text{m}$ . Sin embargo la CV325 y CV200 contienen una menor distribución de tamaños que CVN, debido al tamizado realizado.

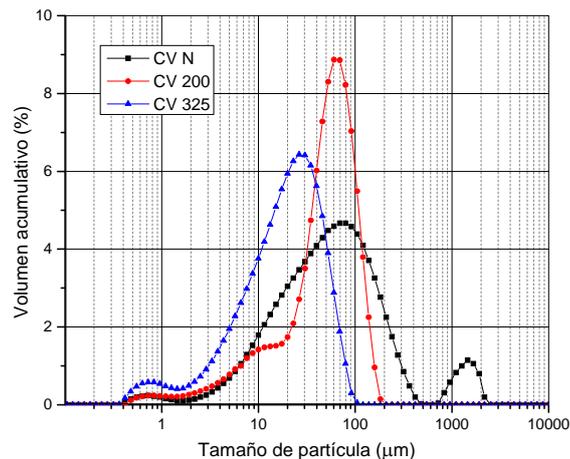


Figura 1. Distribución del tamaño de partículas de la CV.

## 2.2 Análisis de imagen

El análisis de imagen se realizó con imágenes adquiridas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) (figura 2) y con imágenes obtenidas a través del mapeo por puntos de espectroscopia de rayos X (EDX). Las imágenes anteriores se tomaron con el objetivo de crear un filtro y así definir la ZTI entre la pasta y el agregado. El análisis de cada una de las imágenes se realizó con la ayuda del software NI-VISION ASSISTANT 2012, el cual realiza operaciones lógicas y morfológicas que permiten la segmentación y binarización de cualquier imagen, con lo cual es posible analizar características de interés como formas, tamaño de partículas, porosidades y porcentajes de área.

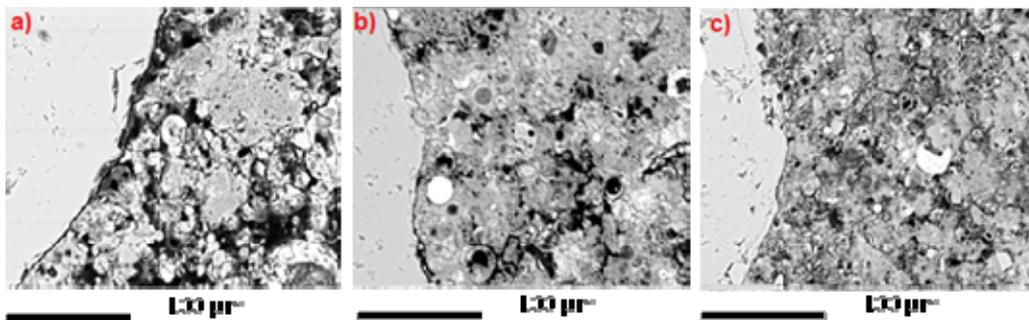


Figura 2.- Micrografías de los morteros a 28 días de curado a) GN, b) G200 y c) G325.

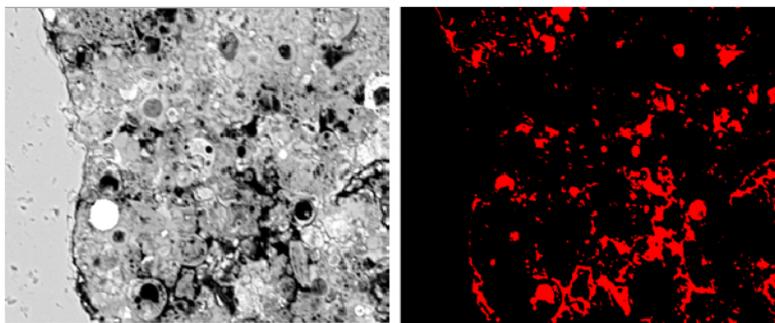


Figura 3. Micrografías de geopolímero G200 y porosidad resultante (color rojo).

En la figura 3 se presenta la micrografía del G200 con su posterior análisis de imagen correspondiente a la porosidad, con este tratamiento a la imagen fue posible cuantificar los porcentajes de porosidad aproximada por medio de una serie de parámetros, como suma de imágenes, límites de áreas y creación de máscaras, por este método también se obtuvo la porosidad en la ZTI. Los porcentajes reales obtenidos se llevaron a cabo mediante la opción “histograma”, la cual consiste en cuantificar las diferentes tonalidades y así mostrar los resultados en gráficas o tablas.

### 2.3 Adsorción física de gases

Para la prueba de adsorción física de gases se utilizó un equipo volumétrico automático de adsorción física de gases AUTOSORB-6 y desgasificador AUTOSORB DEGASSER, ambos de la marca Quantachrome. Los gases disponibles son  $N_2$  y  $CO_2$ , por lo que es posible realizar adsorciones de  $N_2$  a 77K y  $CO_2$  a 273K.

El equipo está indicado para la caracterización de la textura porosa (área superficial y porosidad) de muestras sólidas. Se utilizó un adsorbente de  $N_2$  a una temperatura de 77K para una muestra sólida de material.

Las muestras se sometieron previamente a temperatura para eliminar partículas de agua durante 6 horas, posteriormente en una cámara se sometieron a vacío, de tal forma que los poros estuvieron totalmente desocupados, después se les introdujo  $N_2$ , con la finalidad de que los poros estuvieran llenos de este gas. Para facilitar la técnica de adsorción, se recurrió a la adsorción de  $N_2$  a temperatura constante, obteniéndose una isoterma de adsorción, la cual se determinó gravimétricamente.

## 3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 3.1 Resultados análisis de imagen

Para obtener valores de porosidad, material anhidro y los productos de hidratación totales y a diferentes espesores de ZTI, es importante conocer la cantidad de agregado y de pasta que se obtuvo en la imagen. Donde los productos de hidratación resultan de restar la porosidad y los anhidros a la pasta. Se observa en la Figura 4 un mayor porcentaje de porosidad y material

anhidro en la muestra GN, esto atribuido a ser un mortero elaborado con partículas con menor área de contacto con el activador alcalino, lo que ocasiona que no se formen grandes cantidades de gel N-A-S-H, el cual es el indicativo principal de que existió una mayor reacción y a su vez aumentar la  $f'c$  en los morteros geopoliméricos, además se aprecia que la muestra G325 tiene un menor porcentaje de porosidad y material anhidro, esto debido al proceso de molienda y tamizado, con tamaños de partícula menores de  $45\mu m$ , provocando una mayor área superficial, que se ve reflejado en el índice de reacción.

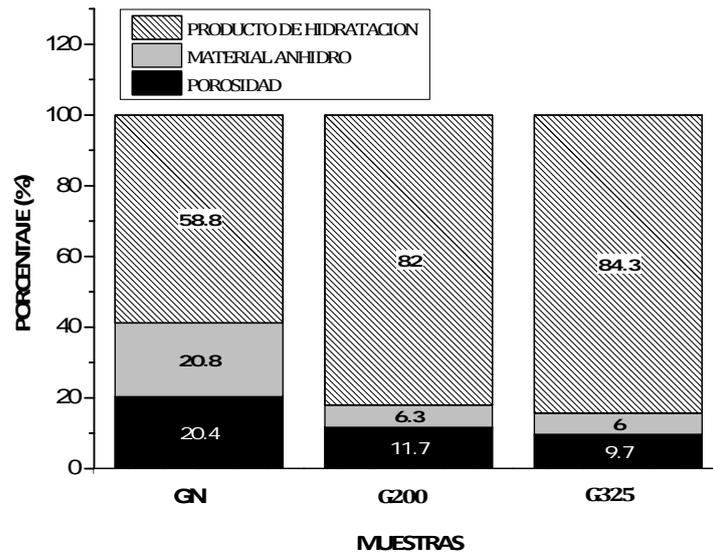


Figura 4. Porcentaje de porosidad total y material anhidro presente en la pasta a los 28 días.

En la Figura 5 se observan los porcentajes de poros y material anhidro presentes en las muestras a diferentes espesores de la ZTI ( $5, 10$  y  $15\mu m$ ), para conocer la distribución de poros y material anhidro en función de la distancia. Los resultados están basados en la cantidad total de pasta de cada muestra, ya que cada imagen es diferente, los porcentajes de pasta cambian. La tendencia muestra que mientras exista menor distancia del agregado, la medida de la porosidad en la ZTI aumentará, lo cual se ve reflejado en los resultados obtenidos, ya que el sitio que contiene mayor porosidad es a  $5\mu m$  y es el sitio más débil en todas las muestras. Esto se debe al efecto pared que existe entre las partículas, el cual afecta a distancias más cercanas de a la separación entre el agregado y la pasta. La muestra GN es la muestra que presenta mayor porcentaje de porosidad y material anhidro a una distancia de  $0-5\mu m$ , comparado con la G200 Y G325, donde la G200 presenta menor porcentaje de material anhidro ( $0.30\%$ ) comparado con la G325 ( $0.54\%$ ) a esta misma distancia. En las tres muestras se puede observar una disminución de porcentajes de porosidad y material anhidro a una distancia de  $5-10\mu m$ , teniendo la G200 menor porosidad comparado con la G325 con valores de  $0.12\%$  y  $0.16\%$  respectivamente.

A distancias de  $10-15\mu m$  de la ZTI los tres morteros muestran una disminución en los porcentajes de porosidad y material anhidro, debido al efecto pared ocurrido principalmente en lugares más cercanos al agregado.

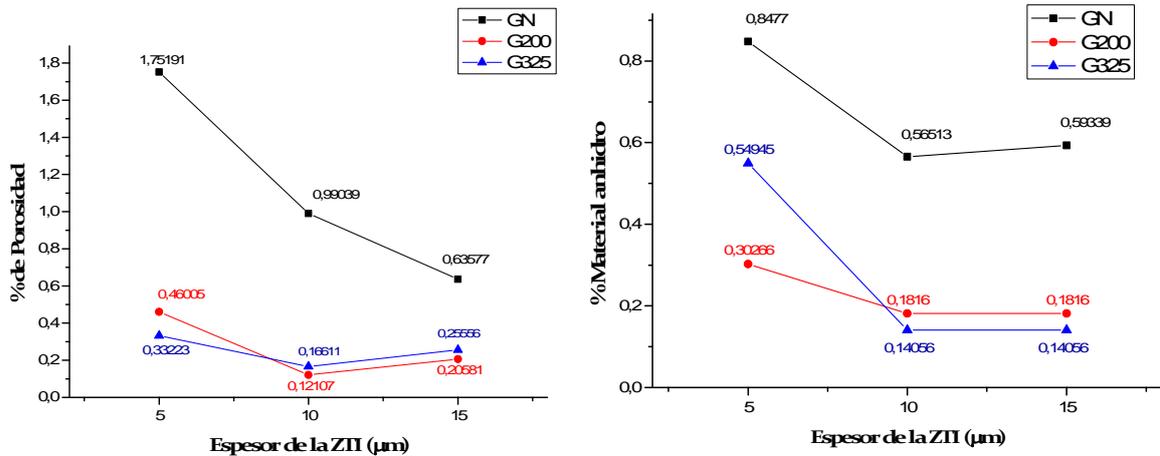


Figura 5. Porcentaje de porosidad total y material anhidro presente en la pasta a los 28 días.

### 3.2 Resultados adsorción física de gases

La adsorción física de gases fue clasificada mediante la presión relativa, volumen de ancho promedio de poro. La figura 6 muestra que el mayor porcentaje de porosidad de los morteros GN 28, G200 28 y G325 28 se concentra en los de tipo mesoporosos, lo que significa que más del 80 % de sus poros se encuentran entre 2 y 50 nm aproximadamente.

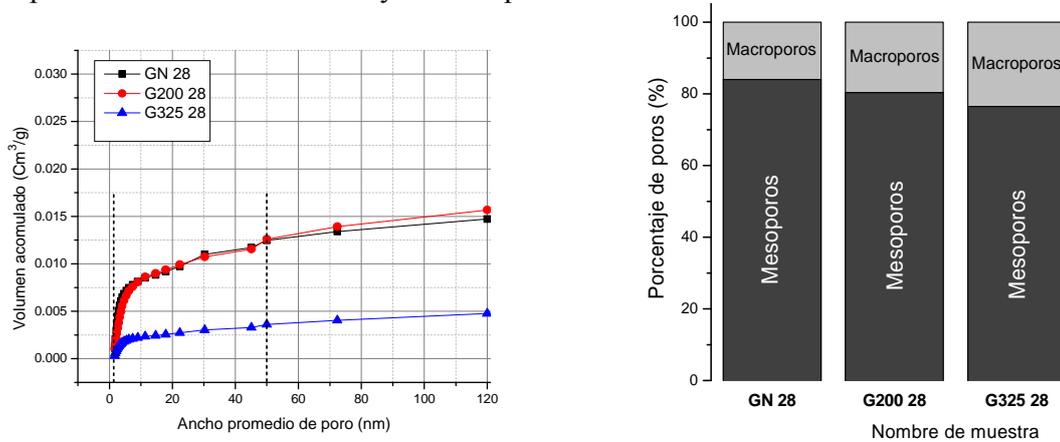


Figura 6. A) Gráfico de volumen acumulado en relación con el ancho promedio de poros, B) Gráfico expresado en Porcentajes de mesoporos y macroporos en relación al ancho de poros de los geopolímeros.

La porosidad en los morteros determinó por medio de la IUPAC, la cual consiste en la distribución del el ancho promedio de poro: Microporos < 2 nm, mesoporos 2-50 nm y macroporos >50 nm.

Los morteros GN, GN 28 y G200 28 se comportaron de manera similar, con mayores porcentaje de poros localizados entre 2nm y 50nm, por otro lado la muestra que menos volumen acumulado de poros presento fue el mortero G325, obteniendo volúmenes de menos de 0.005 cm<sup>3</sup>/gr, analizados hasta los 120nm, G325 28 mostró que su ancho de poro oscila en los rangos mesoporosos.

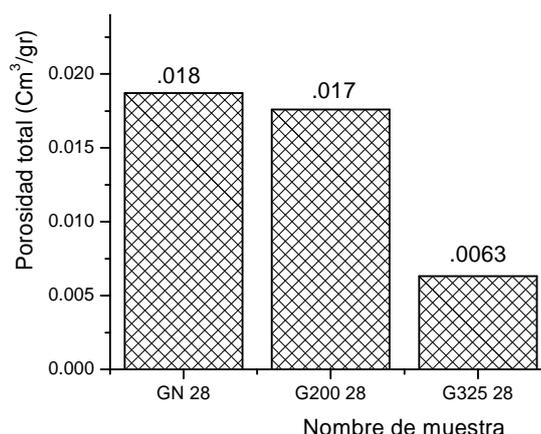


Figura 7. Volumen total de poros de los morteros a los 28 días.

En la figura 7 se observan los resultados de porosidad total, los morteros GN y G200 se comportaron de manera muy similar con valores de 0.018 y 0.017 cm<sup>3</sup>/gr. respectivamente, mientras tanto, en la muestra G325 se observa una disminución significativa con respecto a las muestras anteriormente mencionadas, con .0063 cm<sup>3</sup>/gr, esto debido a una mayor reactividad de la CV 325, la cual se produce principalmente por la molienda que se realizó, donde este proceso se encargó de formar grandes masas de gel N-A-S-H y este a su vez disminuir notablemente la porosidad, por lo tanto podemos deducir que el mortero G325 28 obtuvo menos índice de porosidad.

#### 4 CONCLUSIONES

1. El proceso de molienda de la CV N tiene un efecto positivo en la estructura del geopolímero, disminución de la porosidad, y favorece la obtención del gel N-A-S-H.
2. La técnica de análisis de imagen muestra que el mayor índice de porosidad en los morteros de geopolímero se encuentra en mayor porcentaje en zonas de 0 a 5 μm con respecto al agregado, debido al efecto pared producido, mientras que en zonas más alejadas al agregado, la porosidad disminuye.
3. La muestra G325 obtuvo el menor porcentaje de porosidad, en comparación con GN y G200, esto fundamentado tanto por las técnicas de adsorción física de gases como por análisis de imagen.
4. Por medio de los resultados de porosidad por adsorción física de gases, los materiales geopoliméricos son clasificados como materiales mesoporosos.

#### 5 AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Sinaloa (UAS), a la Facultad de Ingeniería Mochis (FIM) y al Programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

Dra. Susana Paola Arredondo Rea

Dr. Ramón Corral Higuera

Dr. Ramón Álvaro Vargas Ortiz

M.C. Carlos Antonio Rosas Casarez

Ing. Teresita de Jesús Medina Serna

## 6 REFERENCIAS

- S. Diamond, "Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 23, pp. 171–178, 2011.
- C. Lian, Y. Zhuge, and S. Beecham, "The relationship between porosity and strength for porous concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 25, no. 11, pp. 4294–4298, Nov. 2011.
- F. Puertas, A. Barba, M. F. Gazulla, M. P. Gómez, and M. Palacios, "ceramic wastes as raw materials in portland cement clinker fabrication. Characterization and alkaline activation," *mater. Construcción*, vol. 56, pp. 73–84, 2006.
- P. Duxson, J. L. Provis, G. C. Lukey, and J. S. J. Van Deventer, "the role of inorganic polymer technology in the development of 'green concrete'," *Cem. concr. res.*, vol. 37, no. 12, pp. 1590–1597, dec. 2007.
- M. Olivia and H. Nikraz, "Properties of fly ash geopolymer concrete designed by Taguchi method," *Mater. Des.*, vol. 36, pp. 191–198, Apr. 2012.
- A. Fernández-Jiménez and a. Palomo, "Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 10, pp. 1984–1992, Oct. 2005.