

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE GEOPOLÍMEROS SINTETIZADOS A  
PARTIR DE RELAVES MINEROS AURIFEROS**

**JORGE LEONARDO DURÁN MURCIA  
DAVID FELIPE GALVIS ZAMBRANO**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES  
BUCARAMANGA**

**2014**

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE GEOPOLÍMEROS SINTETIZADOS A  
PARTIR DE RELAVES MINEROS AURIFEROS**

**JORGE LEONARDO DURÁN MURCIA  
DAVID FELIPE GALVIS ZAMBRANO**

**TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARA OPTAR EL  
TÍTULO DE:  
INGENIERO METALÚRGICO**

**DIRECTOR:  
Prof. WALTER PARDAVE LIVIA  
INGENIERO METALÚRGICO, MSc**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍA FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES  
BUCARAMANGA**

**2014**

## AGREDECIMIENTOS

Los autores de esta tesis de grado expresamos nuestros agradecimientos a:

La escuela de Ingeniería Metalúrgica y a todo el personal docente por brindar el ejemplo de honestidad, comprensión, tolerancia en general, por contribuir a una formación integral y triunfante.

Nuestro director, Msc Walter Pardavé Livia, por darnos la oportunidad de participar en esta investigación, por su asesoría la cual guió a lo largo de la realización de este proyecto. Agradecemos por enseñarnos en todos los aspectos de la vida principalmente en el área profesional, agradecidos por todo lo brindado.

A la empresa REINA DE ORO LTDA, por facilitarnos la materia prima que nos sirvió de apoyo para la realización de nuestro proyecto incursionando en nuevas áreas del conocimiento.

Ambrosio Carrillo Carrillo, nuestro Técnico de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, por su buena disposición y colaboración en varias pruebas experimentales que se desarrollaron en el proyecto, un gran respeto y admiración. Héctor Javier Gaitán, nuestro técnico de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, por la colaboración en el préstamo de equipos de beneficio de minerales el cual sirvió para la elaboración de algunas de la pruebas de la tesis de grado.

Jairo Hernández, técnico adscrito al edificio Álvaro Beltrán Pinzón de la Escuela de Ingeniería Civil, por su contribución en los ensayos de resistencia a la compresión y estar atento a cualquier inquietud.

Msc José Luis Camargo, Laboratorista de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander, por su apoyo incondicional en los ensayos y análisis de fases cristalinas, dándonos una ayuda para la realización de esta tesis de grado. Un gran respeto y admiración.

Carolina Mendoza, laboratorista de microscopía de la Universidad Industrial de Santander, brindándonos ayuda en la toma de micrografías de los geopolímeros e interpretación de las fases elementales de estos.

Finalmente a todas las personas que participaron indirecta y directamente en el proyecto; Docentes, amigos y técnicos que acompañaron en el transcurso de la elaboración de esta tesis de grado, grandes devociones.

Gracias Totales

## DEDICATORIA JORGE LEONARDO

A Dios por ser siempre ese sentimiento de alegría, tranquilidad y serenidad en cada momento de esta etapa de vida que esta próxima a culminar espero ser digno por tan valioso esfuerzo.

A mis padres, mama (Ana Fidela Murcia), Papa (Alirio Duran), no hay un día en el que no le agradezca a dios el haberme colocado entre ustedes, la fortuna más grande es tenerlos conmigo y el tesoro más valioso son todos y cada uno de los valores que me inculcaron.

A mis hermanos, gracias por servir de guía, por acompañarme siempre y darme el aliento diario para salir adelante en todas mis metas.

A mi compañero de proyecto David Felipe Galvis quien me dio la oportunidad de emprender este desafío del proyecto de grado, y me enseñó tener más interés en las cosas de la vida diaria.

Por último a todos mis amigos, en especial a mis dos amigos que están en el ciclo dándome apoyo diariamente para culminar esta etapa de ser profesional.

Tu trabajo va a llenar gran parte de tu vida y la única forma de estar realmente satisfecho es hacer lo que consideras es un gran trabajo. (Steve Jobs)

## DEDICATORIA DE DAVID FELIPE

Quisiera dedicar este proyecto principalmente:

A Dios

Por haberme permitido llegar hasta este punto dándome salud para lograr mis metas y sueños los cuales con mucha paciencia y tolerancia se lograron con satisfacción.

A mi madre Martha.

Por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos, sus valores, por la motivación

Constante que me ha permitido ser una persona de bien, pero más que nada, por su amor incondicional y siempre alentarme a ser una mejor persona.

A mi padre Marco.

Por los ejemplos de perseverancia y constancia que lo caracterizan y que me ha infundado siempre, para llegar a ser un hombre que posean cualidades que resalten en la sociedad y ser una persona de bien.

A mis familiares.

Especial cariño a mi abuelo paterno Alfonso Galvis por ser el guía en haber escogido esta carrera y seguir el ejemplo que me va a llevar a ser un gran ingeniero. A mi abuelita materna María Helena por ser mi segunda madre y ayudarme incondicionalmente para seguir con adelante. También una dedicatoria especial a mi abuelita paterna que en paz descanse por ser esa persona que me cuida y me protege para ser una persona que ayuda a la gente a ser feliz. Agradeciéndole mucho a José Luis Pinto por ser la persona incondicional que siempre estuvo en todo lo que se necesitaba y ser un bastón para lograr este

objetivo de proyecto de grado. A mis hermanos y familiares que de a poco contribuyeron a culminar con este reto.

¡Gracias a todos ustedes por ser indispensables en mi vida, dios los bendiga!

A mi maestro.

Msc. Walter Pardavé Livia por su gran apoyo y motivación para la culminación de nuestros estudios profesionales y para la elaboración de esta tesis; dándonos la oportunidad de comenzar y terminar con este reto, infinidades de gracias y muchas bendiciones, nunca olvidaré esa ayuda que nos brindó desinteresadamente.

A mi compañero.

Por último pero menos importante a mi compañero Jorge Leonardo Durán Murcia por ser esa persona que compartió todo el camino brindándome su amistad y comprensión. Muchas gracias por permitirme cumplir un sueño, espero poder ser parte de las nuevas metas que nos esperan a los dos y ser compañeros, amigos y hermanos que aprovechan las oportunidades que ofrece la vida. Gracias por todo.

Para terminar deseándoles lo mejor y esta frase para aplicar en la vida de cada una de estas personas importantes en mi vida.

"Cuida tus pensamientos porque se volverán actos. Cuida tus actos porque se harán costumbres. Cuida tus costumbres porque formarán tu carácter. Cuida tu carácter porque formará tu destino, y tu destino será tu vida." Mahatma Gandhi (1869-1948).

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCION .....	21
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	23
1.1 OBJETIVOS .....	24
1.1.1 Objetivo General .....	24
1.1.2 Objetivos Específicos .....	24
2. MARCO TEÓRICO.....	26
2.1 LIBERACIÓN DE MINERAL AURÍFERO .....	26
2.1.1 Mesa Wilfley .....	26
2.1.2 Movimiento de las partículas .....	26
2.1.3 Criterio de concentración .....	27
2.2 GEOPOLÍMEROS .....	27
2.2.1 Definición .....	27
2.2.2 Historia y aplicación de los geopolímeros. ....	28
2.2.3 Composición química y propiedades de los geopolímeros .....	32
2.2.4 Reacción de geopolimerización .....	36
2.2.5 Influencia del silicato soluble en la reacción de geopolimerización .....	38
2.2.6 Importancia de la presencia de cationes Na, K, Ca .....	39
2.2.7 Efecto de la temperatura de curado y tiempo de envejecimiento .....	39
2.2.8 Ventajas y desventajas del uso de geopolímeros .....	40
2.2.9 Normas ASTM para concretos .....	41
2.2.10 Normas NTC para refractarios .....	41
2.3 GENERALIDADES DEL CEMENTO PORTLAND.....	41
2.3.1 Definición .....	41
2.3.2 Tipos de cemento.....	42
3. FASE EXPERIMENTAL .....	44

3.1	METODOLOGÍA .....	44
3.1.1	Revisión y análisis bibliográfico.....	45
3.1.2	Caracterización mineralógica y fisicoquímica de los residuos minero auríferos.....	45
3.1.3	Diseño experimental de la mezcla polimerica .....	49
3.1.4	Materiales y equipos .....	56
3.1.5	Pre-tratamientos de residuos minero auríferos y síntesis de geopolímeros 56	
3.2	DESEMPEÑO Y DURABILIDAD DE LOS GEOPOLÍMEROS.....	62
3.2.1	Prueba de resistencia a la compresión .....	63
3.2.2	Pruebas resistencia al ataque por ácido. ....	64
3.2.3	Prueba de resistencia a altas temperaturas.....	65
3.2.4	Prueba de resistencia al choque térmico. ....	66
3.2.5	Prueba de resistencia al ataque por escoria .....	67
3.2.6	Prueba al medio ambiente. ....	69
4.	ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE DATOS.....	71
4.1	ENSAYO DE HUMEDAD.....	71
4.2	ENSAYO AL FUEGO.....	72
4.3	PRUEBA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN .....	73
4.4	PRUEBAS RESISTENCIA AL ATAQUE POR ÁCIDO .....	78
4.5	PRUEBA DE RESISTENCIA A ALTAS TEMPERATURAS.....	84
4.6	PRUEBA AL MEDIO AMBIENTE.....	88
4.7	PRUEBA DE RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.....	89
4.8	PRUEBA DE RESISTENCIA DE ATAQUE POR ESCORIA.....	91
4.9	PRUEBA DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM). ....	94
5.	CONCLUSIONES.....	100
6.	RECOMENDACIONES .....	102

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 104  
BIBLIOGRAFÍA..... 110

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. (a) Estructura semi esquemática para el Na-PSS por Barbosa et al. (2000) (b) Un modelo de Na-PSS de Davidovits, J. (1993) .....	36
Figura 2. Esquema de formación del material geopolimérico descrito por Davidovits (1993).....	36
Figura 3. Análisis cualitativo a través de Difracción de Rayos X de las principales fases cristalinas presentes en la MINERAL (A0DZ).....	47
Figura 4. Gráfico de caja y bigotes. ....	52
Figura 5. Análisis cualitativo a través de Difracción de Rayos X de las principales fases cristalinas presentes en la muestra número 5 de la tabla 12. ...	55
Figura 6. Proceso manual de secado de los residuos del mineral aurífero. ....	57
Figura 7. Clasificador de serie de tamices para prueba de granulometría.....	58
Figura 8. Material final de geopolímero (mezcla sintetizada a 900°C).....	59
Figura 9. Mezcla con agitador mecánico .....	60
Figura 10. Vibrador mecánico. ....	60
Figura 11. Apariencia externa de los geopolímero sintetizados a partir de hidróxido de potasio (HK) e hidróxido de sodio (HS), una vez finalizado el tratamiento térmico. ....	62
Figura 12. Máquina hidráulica de compresión tipo ALFRED/AMSLE Y CÍA (SCHAFFHASEN/SUIZA). ....	64
Figura 13. Probetas sumergidas en los dos tipos de soluciones químicas utilizadas para la determinación de la resistencia al ataque por ácido. ....	65
Figura 14. Mufla electrónica calibrada que mantiene una temperatura constante la temperatura.....	66
Figura 15. Mufla electrónica calibrada que mantiene una temperatura constante de 1000°C. ....	67

Figura 16. Esquemas y símbolos de la probeta para análisis de ataque por escoria. ....	68
Figura 17. Planta de aceros edificio Álvaro Quiroga. ....	69
Figura 18. Muestra de subproductos mineros en crisoles cerámicos.....	72
Figura 19. Copelas utilizadas para el ensayo al fuego. ....	73
Figura 20. Comportamiento de los geopolímeros de HK a la prueba de resistencia a la compresión (HK= hidróxido de potasio). ....	74
Figura 21. Comportamiento de los geopolímeros de HS a la prueba de resistencia a la compresión (HS=hidróxido de sodio). ....	75
Figura 22. Comportamiento de probetas de CP prueba de resistencia a la compresión (CP=cemento portland). ....	76
Figura 23. Comportamiento de los geopolímeros vs cemento portland a la prueba de resistencia a la compresión.....	76
Figura 24. Fracturamiento frágil de geopolímeros de HS después de ser sometidos a prueba de resistencia a la compresión. ....	78
Figura 25. Comportamiento de los geopolímeros en los dos diferentes tipos de ácido y el cemento portland tipo 1. ....	80
Figura 26. Probeta sumergida en HNO <sup>3</sup> inspeccionada a los días.....	81
Figura 27. Saturación del espacio poroso de solución ácida (HSO <sub>4</sub> ) a los 14 días de inmersión ocasionando agrietamiento del geopolímero. ....	82
Figura 28. Solución ácida de HNO <sub>3</sub> analizada después de 28 días de inmersión.. ..	83
Figura 29. Cambio físico registrado entre una probeta estándar de 28 días de curado y una probeta sumergida en ácido HNO <sub>3</sub> durante 28 días.....	83
Figura 30. Cambio físico (cristalización) registrado entre una probeta estándar de 28 días de curado y una probeta sumergida en ácido HSO <sub>4</sub> durante 28 días. ....	83
Figura 31. Comportamiento de los Geopolímeros de HS frente a altas temperaturas.....	85
Figura 32. Comportamiento de las probetas de CP frente a altas temperaturas	86

Figura 33. Comportamiento de los Geopolímeros de HS vs probetas CP frente a altas temperaturas .....	86
Figura 34. Cambio en la tonalidad y en la forma de los geopolímeros de hidróxido de sodio a temperaturas entre 600-1000°C.....	87
Figura 35. Comparación de una probeta estándar con una de 28 días sometida a efectos ambientales (planta de aceros).....	89
Figura 36. Probetas después de primer y segundo ciclo de calentamiento respectivamente.....	91
Figura 37. Probeta después de 3 ciclo de enfriamiento aplicando una carga de compresión de 150 kg/cm <sup>2</sup> .....	91
Figura 38. Difractograma de la escoria utilizada en el ensayo de resistencia al ataque por escoria.....	92
Figura 39. Imagen de la escoria utilizada para la resistencia al ataque por escoria.....	93
Figura 40. Probeta atacada por escoria después de 2 horas en la mufla.....	93
Figura 41. Corte diagonal que muestra el perfil del ataque por escoria.....	94
Figura 42. Micrografía a 5000x de la probeta de 3 días con una mezcla de NaOH (12M) y Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (16M) .....	95
Figura 43. Micrografía a 10000x de la probeta de 3 días con una mezcla de NaOH (12M) y NaSiO <sub>3</sub> (16M) .....	95
Figura 44. Mapeo seleccionado para el análisis elemental para probeta 3 días. ....	96
Figura 45. Determinación de las fases elementales de un punto seleccionado. ..	96
Figura 46. Micrografía a 5000x de probeta de 28 días de curado.....	97
Figura 47. Micrografías a 1000x de probeta de 28 días de curado.....	97
Figura 48. Mapeo seleccionado para el análisis de la probeta de 28 días.....	98
Figura 49. Determinación de las fases elementales de un punto seleccionado. ..	98

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Clasificación de las estructuras de polisialatos con sus respectivas aplicaciones .....	34
Tabla 2. Identificación de la principales fases cristalinas dentro de la muestra denominada MINERAL (D0AZ).....	46
Tabla 3. Cuantificación porcentual de compuestos mayores de la muestra denominada RELAVE MINERO AURÍFERO (A0OK) .....	48
Tabla 4. Variables independientes del diseño experimental.....	49
Tabla 5. Variables dependientes del diseño experimental. ....	49
Tabla 6. Diseño factorial $2^k$ para Geopolimerización.....	50
Tabla 7. Resumen estadístico de las muestras de sílice, alúmina y oxido de hierro. 52	52
Tabla 8. Resumen estadístico final.....	52
Tabla 9. Variables independientes optimizando puntos de $\text{SiO}_2$ . ....	53
Tabla 10. Variables independientes optimizando puntos de $\text{Al}_2\text{O}_3$ . ....	53
Tabla 11. Variables independientes optimizando puntos de $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . ....	54
Tabla 12. Resultados del diseño experimental $2^k$ .....	54
Tabla 13. DRX de la muestra utilizada en la Geopolimerización.....	55
Tabla 14. Cantidades de preparación de la mezcla del geopolímero.....	61
Tabla 15. Mezcla de la solución alcalina.....	61
Tabla 16. .Valores obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de potasio.....	73
Tabla 17. Valores promedios obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de potasio.....	73
Tabla 18. Valores obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de sodio.....	74

Tabla 19. Valores promedio obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de sodio.....	74
Tabla 20. Valores obtenidos de probetas con cemento portland .....	75
Tabla 21. Valores promedio obtenidos de probetas con cemento portland .....	75
Tabla 22. Prueba de compresión de las probetas de 7 días en inmersión en ácidos .....	79
Tabla 23. Prueba de compresión de las probetas de 14 días en inmersión en ácidos .....	79
Tabla 24. Prueba de compresión de las probetas de 28 días en inmersión en ácidos .....	79
Tabla 25. Comparación de la resistencia a la compresión en la inmersión de los dos tipos de ácidos con el cemento portland tipo 1. ....	79
Tabla 26. Valores aritméticos de los geopolímeros de HS expuestos a altas temperaturas.....	84
Tabla 27. Valores aritméticos de las probetas de CP expuestas a altas temperaturas.....	85
Tabla 28. Valores aritméticos de los geopolímeros vs probetas de CP expuestos a altas temperaturas .....	86
Tabla 29. Resultados del análisis de la resistencia por ataque por escoria. ....	93

## RESUMEN

### TITULO:

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE GEOPOLÍMEROS, SINTETIZADOS A PARTIR DE RELAVES MINEROS AURIFEROS.\*

### AUTORES:

JORGE LEONARDO DURÁN MURCIA \*\*  
DAVID FELIPE GALVIS ZAMBRANO\*\*

### PALABRAS CLAVES:

Cementos geopoliméricos, activación alcalina, granulometría de subproductos mineros, caracterización de minerales, propiedades mecánicas, relaves mineros.

### DESCRIPCIÓN:

El proyecto de investigación "Obtención y Caracterización de Geopolímeros, Sintetizados a partir de Relaves Mineros Aurífero" está enfocado en el estudio de un diseño experimental del desempeño de materiales geopoliméricos cementantes, obtenidos y sintetizados a partir de activación alcalina de residuos industriales de un mineral aurífero de la zona de Vetás, Santander. En el proceso de geopolimerización se realizó la activación alcalina de los residuos industriales con agentes activadores tales como el hidróxido de sodio (NaOH), hidróxido de potasio (KOH) y como complemento el silicato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), tomando tiempos y temperaturas de curado de 24 horas y 80-90°C. Como aspectos generales se realizará un diseño experimental para encontrar la mejor mezcla y activación alcalina de estos residuos industriales desde el estudio de propiedades mecánicas y químicas, analizando si cumplen los parámetros como un buen sustituto del cemento portland tipo 1 para el mejoramiento ambiental en la fabricación de estos nuevos tipos de productos. De acuerdo a lo anterior, para la preparación de las materias primas tales como los relaves se realizó ensayos de granulometría, secado, conminución, humedad, ensayo al fuego, cuarteo para la posterior utilización en la obtención del producto geopolimérico. Para la evaluación del comportamiento y desempeño de estos materiales geopoliméricos se emplearon pruebas de resistencia a la compresión, resistencia al ataque por escoria, resistencia al choque térmico, resistencia a ataques por ácido, resistencia al medio ambiente y ensayos de resistencia a altas temperaturas. La obtención y sintetización de estos productos geopoliméricos es una buena opción de tratar los relaves mineros dando lugar a materiales con buenas propiedades mecánicas y químicas y una alta durabilidad que puede ser aplicada en diferentes tipos de construcción controlando el aspecto ambiental.

---

\* Trabajo de grado

\*\*Facultad de ingenierías Físico- Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y ciencia de los Materiales. Director: Walter Pardavé Livia

## ABSTRACT

### TITLE:

**EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF GEOPOLYMERS, SYNTHESIZED FROM AURIFEROUS MINING TAILINGS**

### AUTHORS:

LEONARDO JORGE DURAN MURCIA \*\*

DAVID FELIPE GALVIS ZAMBRANO \*\*

### KEYWORDS:

Geopolymeric cements, alkali activation, grain by-products of mining, mineral characterization, mechanical properties, mine tailings.

### DESCRIPTION

The research project "Production and Characterization of Geopolymers, Synthesized from Mining Wastes gold" is focused on the study of an experimental design performance of geopolymeric cementitious materials obtained and synthesized from alkali activation of industrial waste from a gold ore Vetas zone, Santander. In the process the alkali activation geopolymerization industrial waste was carried out with activating agents such as sodium hydroxide (NaOH), potassium hydroxide (KOH) and in addition sodium silicate ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), using curing times and temperatures 24 hours and 80-90 ° C. As general aspects will take an experimental design to find the best mix alkaline activation of these industrial wastes from the study of mechanical and chemical properties, analyzing if they meet the parameters as a good substitute for portland cement type 1 for environmental improvement in manufacturing these new types of products. According to the above, for the preparation of raw materials such as grain tailings tests dried comminution, moisture, fire assay, crazing for later use in obtaining the product geopolymeric was performed. To evaluate the behavior and performance of these geopolymeric materials testing compressive strength, resistance to attack by slag, thermal shock resistance, resistance to acid attacks, environmental resistance and strength tests were used at high temperatures. Obtaining and synthesizing these geopolymeric products is a good option to treat tailings resulting in materials with good mechanical and chemical properties and high durability that can be applied to different types of construction controlling the environmental aspect.

---

\* Work of degree

\*\* Faculty of Physical- Chemistry Engineering's. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director: Walter Pardavé Livia

## INTRODUCCION

Para el desarrollo de esta investigación se realizó un estudio de los grandes avances que han tenido los nuevos materiales llamados geopolímeros en los últimos años. Estos se producen como consecuencia de la reacción química entre un aluminosilicatos sólido y una solución acuosa de silicatos o hidróxidos alcalinos a temperatura ambiente o a temperatura ligeramente superior, para dar un nuevo aluminosilicatos alcalino sintético; los geopolímeros pueden proporcionar comportamientos comparables a los de otros materiales cementicos en muchos campos de aplicación, con la ventaja añadida de tener menos contribución a las emisiones de CO<sub>2</sub>, los geopolímeros poseen una amplia variedad de propiedades y características como son su alta resistencia mecánica, resistencia al fuego, resistencia a los ácidos, baja conductividad térmica y rápidos tiempos de fraguado, dependiendo de las materias prima utilizadas, las combinaciones de las mismas y las condiciones de fabricación.

Hoy día el primer material de construcción a nivel mundial es el cemento portland, utilizado como aglomerante para la preparación del hormigón o concreto. Se sabe que el 5% de las emisiones globales de CO<sub>2</sub> se produce por la fabricación del cemento portland; también se generan gases tóxicos debido a dos razones fundamentales: 1) Calcinación de las cenizas para obtener Clinker, 2) Quema de combustibles fósiles para hacer funcionar la planta y otra problemática la contaminación de los empleados en la planta de fabricación donde se enferman de silicosis, beliriosis y asma ocupacional.

Por otra parte, la minería es una actividad económica muy lucrativa desde siglos atrás explotando metales diversos que generan residuos. Las viejas prácticas mineras, el manejo inadecuado de estos han devenido en la acumulación de pasivos ambientales mineros a lo largo de extensas áreas y provocando

contaminación de recursos naturales cuyo uso puede poner en riesgo la salud pública. Así mismo, son amplios los impactos asociados a las presas de residuos o relaves donde estos pueden provocar efectos nocivos en los suelos, también afectan la calidad de aguas superficiales y subterráneas, degradan la fauna y la flora donde se restringen las poblaciones que consumen estos productos ambientales.

Este proyecto presenta los avances de la obtención de un geopolímero a partir de relaves auríferos como sustitución del cemento portland. La caracterización química y mineralógica de los relaves de oro, nos determinan que son reutilizables como materia prima para la obtención de materiales poliméricos de alta calidad.

## 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la actualidad la industria minera es una de la que más perjudica al medio ambiente, esto debido a los procesos metalúrgicos e industriales que son llevados a cabo. Paralelamente son los responsables de la contribución de emisión de CO<sub>2</sub> (dióxido de carbono), al igual que la industria cementera, siendo el CO<sub>2</sub> el que aporta con cerca del 65 % del calentamiento global. Dentro de los elementos contaminantes de la minería también encontramos a los relaves mineros (gangas), de los cuales los más importantes en términos de volumen son los estériles y los desechos de procesamiento, como es el caso de las colas obtenidas a partir del beneficio gravimétrico de menas de oro, por esta razón es vital buscar un aplicación a estos residuos mineros, con el fin de evitar que dichos desechos sean una causa del deterioro del medio ambiente.

Las entidades de control de residuos ambientales exigen prácticas para el manejo de residuos sólidos en la industria, actualmente, como consecuencia de presiones ambientales, algunas empresas de minería y cementeras están empleando alternativas de utilización de residuos, las cuales están encaminadas hacia dos direcciones: Por un lado la minimización y el reaprovechamiento de residuos, por otro el tratamiento y la disposición final.

La demanda de cemento portland como material de construcción a nivel mundial aumenta como consecuencia del crecimiento poblacional y desarrollo socioeconómico. Por otra parte varios esfuerzos han sido realizados con el fin de buscar materiales alternativos que puedan ser incorporados en el proceso de fabricación de materiales cementantes con el fin de contribuir con la seguridad del medio ambiente a partir del tratamiento y reaprovechamiento de relaves auríferos para su transformación en materiales cementantes a base de geopolímeros

amigablemente ambientales y de gran aplicación como materiales de construcción.

La tecnología de los geopolímeros muestra ser muy promisoría para su aplicación en la industria cementera como un ligante alternativo al cemento portland. En términos de calentamiento global, la preparación de materiales cementantes a base de geopolímeros contribuye a reducir las emisiones de CO<sub>2</sub> a la atmosfera sin sacrificios económicos, convirtiendo al mismo tiempo relaves auríferos potencialmente peligrosos en materiales de construcción valiosos.

A través del desarrollo del proyecto no solo se da importancia a la aplicación de relaves auríferos en el desarrollo de nuevos materiales cementantes y mayor valor agregado a las colas obtenidas del beneficio gravimétrico de las menas de oro. En este último caso se revierte el impacto ambiental negativo que hay actualmente.

## **1.1 OBJETIVOS**

**1.1.1 Objetivo General.** El objetivo general de este proyecto es llevar a cabo la preparación y caracterización fisicoquímica y mecánica de materiales geopoliméricos a partir de la activación alcalina de residuos industriales de un mineral aurífero de la zona de Vetas (Santander) en condiciones hidrotermales, con potencial de aplicación en la solución de problemas.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Caracterizar química, granulométrica y fisicoquímica los residuos de mineral aurífero extraído en la zona de Vetas (Santander).
- Proponer un flujograma para la obtención de un geopolímero sintético mediante un diseño experimental apoyado por un programa estadístico.

- Evaluar el desempeño de geopolímeros a base de residuos mineros auríferos a partir de pruebas fisicomecánicas (resistencia a la comprensión), permeabilidad, resistencia a la corrosión y al ataque ácido.
- Promover el desarrollo de procesos industriales para la producción de productos de alta calidad y ambientalmente ecológicos.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 LIBERACIÓN DE MINERAL AURÍFERO

Es la primera etapa mecánica en el proceso de conminución, cuyo principal objetivo es la liberación de las especies valiosas.

Generalmente se utiliza para reducir rocas cuyo tamaño puede ser de 1.5 m, hasta obtener partículas hasta de 0.5 cm, lo que se puede realizar en múltiples etapas a las que se les denomina: <sup>[16]</sup>

- Trituración primaria
- Trituración secundaria
- Trituración terciaria

**2.1.1 Mesa Wilfley.** La mesa Wilfley es un equipo que separa relativamente fácil minera minerales pesados de minerales ligeros. <sup>[17]</sup> Esto permite descartar hasta un 85% del material original en el que no se encontrarán minerales pesados: Esta mesa aprovecha la densidad de los minerales para separarlos mediante un flujo de agua con un comportamiento laminar. La mesa Wilfley presenta un movimiento cíclico: un movimiento horizontal paralelo al flujo de agua y un movimiento brusco contrario al flujo del agua, lo que provoca que los minerales más pesados se separen del resto. <sup>[18]</sup>

**2.1.2 Movimiento de las partículas.** La muestra se vierte en la mesa por medio de un alimentador de vibración variable que la dosifica. Esta, al caer en el flujo de agua laminar, separa los minerales más ligeros, los que describen una trayectoria perpendicular al eje mayor de la mesa. Los minerales con densidades intermedias, al golpear la mesa, flotan siguiendo una trayectoria oblicua y muy cercana a los

rizos longitudinales de la mesa. Los minerales pesados no flotan y solo se arrastran con el movimiento de la mesa en dirección del flujo de agua, siguiendo una trayectoria casi paralela al eje mayor de la mesa. Al final se obtiene un concentrado de minerales pesados. [19]

**2.1.3 Criterio de concentración.** Mide la capacidad que tienen dos minerales de separarse en función de la gravedad. Esta dada por la siguiente expresión (1): [20]

$$\text{Criterio de concentración (C.C)} = \left[ \frac{(D_1 - D)}{(D_2 - D)} \right] \quad (1)$$

Dónde:

D<sub>1</sub>= peso específico del mineral pesado

D<sub>2</sub>= peso específico del mineral liviano

D= peso específico del fluido, generalmente agua, se asume igual a 1.

- A. Si C.C es mayor o igual a 2.5, la separación es irrealizable para todos los rangos granulométricos superiores a malla 200.
- B. Si C.C está entre 2.5 y 1.75, la separación es efectiva para granulometrías superiores a malla 100.
- C. Si el C.C está entre 1.75 y 1.5, la separación es posible para granulometrías superiores a malla 10.
- D. Si el C.C es menor que 1.25 la separación gravimétrica no es aplicable económicamente.

## 2.2 GEOPOLÍMEROS

**2.2.1 Definición** Un geopolímero es un tipo de material cementante compuesto de grupos mineralógicos aluminosilicatos activados alcalinamente por soluciones básicas, a condiciones de temperatura y presión constantes. Si bien es cierto que

el termino ya había sido empleado por alguna Unión Soviética en los años '50, se atribuye como promotor de este concepto a Joseph Davidovits, en los comienzos de los años '80, para designar a aquellos polímeros sintéticos inorgánicos de aluminosilicatos que proceden de la reacción química conocida como geopolimerización. [21]

Los geopolímeros tienen un enorme potencial de ser usados en diferentes campos, pero son aplicados en la actualidad como sustitutos del cemento portland ordinario. Existen varias razones que explican la consolidación de los geopolímeros en los últimos tiempos como materiales cementantes alternativos, entre las que se encuentran las bajas emisiones de CO<sub>2</sub> en su producción, y las grandes resistencias mecánicas, químicas y térmicas.

**2.2.2 Historia y aplicación de los geopolímeros.** La implementación de los materiales cementantes alternativos tienen como objetivos la investigación y comercialización de sustitutos competentes al cemento portland ordinario. El sector de la construcción necesita nuevos tipos de productos que sean al menos lo suficientemente buenos como los cementos rutinarios.

Como se ha mencionado anteriormente, la calcinación de la caliza (la principal materia prima en la producción de cemento convencional) con minerales aluminosilicatados a temperaturas comprendidas entre 1450 – 1500 °C, producen gases de efecto invernadero como lo es el CO<sub>2</sub>. La reacción que se da entre los diferentes compuestos químicos es el siguiente (2):



Algunos estudios han demostrado que por cada tonelada de cemento portland ordinario se generan casi 0.94 toneladas de CO<sub>2</sub>. Esta proporción ha sido tenida en cuenta por algunas potencias mundiales en acuerdos ambientales de talla

global. Las previsiones establecen que para la fabricación de cementos, durante los periodos 1988 y 2015, habrá un aumento en 6% de las emisiones de gases de efecto invernadero. [22]

Muchos programas de talla internacional están encaminados a ampliar el uso de materiales reciclables mediante la mezcla de cementos rutinarios con materiales alternativos, como una solución a largo plazo para reducir las emisiones de gases tóxicos. Los materiales alternativos son por lo general compuestos inorgánicos de origen natural dentro de los que se destaca la caolinita calcinada (misma metacaolinita), los subproductos industriales (como por ejemplo las escorias de altos hornos, hierro de la industria de acero), las cenizas volantes resultantes de la combustión de mantos de carbón, y ciertos tipos de subproductos generados por la minería.[23] A parte de estas soluciones ambientales que consisten en mezclar materiales de diferente origen y naturaleza química, no se conocen otro tipo de tecnologías sostenibles que vayan encaminadas a la producción de cementos.

En un comienzo, los geopolímeros fueron preparados mediante la mezcla de minerales derivados de ciertos tipos de arcillas. Las caolinitas eran utilizadas en las síntesis geopoliméricas con el uso de soluciones alcalinas de NaOH Y KOH en grados variables de concentración molar, a temperaturas comprendidas entre los rangos de 25 a 120 °C. Con el fin de lograr mayor reactividad, las caolinitas eran artificialmente convertidas en metacaolinitas a través de un proceso de calcinación de 650 °C durante algunas horas. Las metacaolinitas resultantes tenían un alto contenido de aluminosilicatos amorfos y partículas de tamaño más pequeñas (desde el punto de vista textural), lo que se traducía en una mayor reactividad al contacto con la solución alcalina.

En la actualidad, algunos geopolímeros a base de metacaolinita han sido encontrados con propiedades mecánicas superiores (resistencia a la compresión y al fuego), en comparación con cualquier otro tipo de ligante orgánico. Los materiales geopoliméricos pueden ser formados rápidamente a bajas

temperaturas, en tiempo de unas pocas horas a 30 °C, unos pocos minutos a 85 °C, o inclusive unos pocos segundos en un horno de microondas. [21] Se ha podido establecer experimentalmente resistencias a la compresión del orden de 60 MPa, después de un solo día de curado, llegando incluso a 100 MPa. Térmicamente estos materiales son estables a altas temperaturas (1000-1200 °C), en donde cualquier otro tipo de resina orgánica o cemento no podría serlo. [22] Estos hallazgos han servido para que los geopolímeros se hayan hecho camino de forma progresiva en las industrias de la cerámica de los materiales de revestimiento refractario y de materiales para la construcción.

Teóricamente, cualquier fuente o materia prima de naturaleza alumino-silicatada puede ser usada en la preparación de geopolímeros. [25] Varios autores han utilizado diferentes residuos como fuente alternativa de materias primas, como las cenizas volantes [26], escorias de alto horno [27] y residuos de la minería de tungsteno. [28]

El uso de materiales residuales ha producido geopolímeros de alta calidad de forma eficiente y de bajo costo. Además del factor netamente metalúrgico, este aspecto contribuye con el medio ambiente por lo menos en dos perspectivas: 1) reducción de la producción de cementos convencionales, lo que se traduce en reducción de la emisiones de gases de efecto invernadero; y 2) proporciona una tecnología diferente para el tratamiento de residuos y encapsulación de desechos tóxicos. [9] [29] [30]

Los geopolímeros no conservan agua en su estructura molecular, como si lo hacen los cementos convencionales para un mayor proceso de hidratación. La circulación de agua en la estructura interna de los materiales rutinarios durante el secado o la aplicación de altas temperaturas, a menudo genera encogimiento y agrietamiento.

Del mismo modo, los cementos convencionales típicos presentan desgaste a 300-400 °C <sup>[31]</sup>, mientras que el punto de fusión de los geopolímeros puede variar entre los 600 y 1200 °C. <sup>[32]</sup>

Se han puesto de moda de uso de un nuevo supercemento basado en geopolímeros, semejante a las que utilizaron en la construcción de las pirámides egipcias; con una resistencia que podría soportar el ataque de misiles nucleares. Estos supercementos o geopolímeros, fueron redescubiertos por el investigador francés Joseph Davidovits en la década del 80, quien además, formulo la hipótesis de que las pirámides egipcias se construyeron con una clase de geopolímero formados por piedra caliza. La pirámide de Giza tiene más de 5 millones de bloques. Por siglos se creyó que las piedras eran talladas, hoy hay evidencias de que fueron construidas con un concreto de piedra caliza aglomerada. Son rocas artificiales, que se ven exactamente como las rocas naturales. Los elementos prefabricados fueron vaciados in situ. <sup>[3]</sup>

### Concreto de piedra caliza

Este tipo de concreto se fabricó con piedra caliza (fósiles de conchas) y se fundió en moldes. Los egipcios trabajaron piedra caliza dispersa con agua y al lado formado se le mezcló hidróxido de calcio, tecto (caolines) y sal de natro (carbonato sódico). El material se dejó secar hasta una consistencia de tierra húmeda y luego fue transportado y vertido en formaleas de madera, este concreto de piedra caliza aglomero los bloques, los endureció y unió por la reacción geoquímica llamada hoy cementos geopoliméricos. <sup>[37]</sup>

Los geopolímeros son un nuevo material, un nuevo pegante, un nuevo concreto ya que son nuevos materiales para revestimientos y adhesivos, nuevos pegantes para hacer materiales compuestos a partir de fibras, sirven para encapsular residuos y son nuevos cementos para preparar concreto. Son una nueva clase de materiales cerámicos considerados revolucionarios debido a sus ventajas

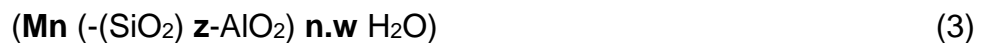
técnicas, tales como: resistencia mecánica elevada y excelente estabilidad frente a medios agresivos.; su producción coadyuva a la utilización de tecnologías verdes, mitigando problemas ambientales como consecuencia del tipo de, materias primas utilizadas. [37]

Los geopolímeros se pueden sintetizar a partir de diferentes fuentes de materiales como arcillas calcinadas, minerales naturales, desechos industriales, rocas volcánicas o mezclas de dos o más materiales; además estas tecnologías de procesamiento están asociadas a un bajo consumo energético y de explotación de recursos minerales. Es un material de ingeniería con potencial para aplicaciones estructurales y/o funcionales, tales como:

- Reforzamiento en la producción de moldes
- Cementos y concretos en varios ambientes
- Materiales resistentes al fuego
- Aislamiento térmico
- Materiales de construcción de bajo costo
- Artefactos decorativos
- Refractarios resistentes al choque térmico
- Inmovilización tecnológica de residuos tóxicos y radioactivos

**2.2.3 Composición química y propiedades de los geopolímeros** El proceso de geopolimerización es llevado a cabo al poner al material aluminio-silicatado en contacto con la solución activadora alcalina, lo cual da como resultado la formación de cadenas poliméricas tras haberse dado una reorientación de iones en solución. Estas cadenas poliméricas pueden ser consideradas hipotéticamente como el resultado de la policondensación de iones de ortosialato. Dado que el mecanismo exacto de reacción aún no ha sido determinado completamente, se asume usualmente que la síntesis es llevada a cabo por medio de oligómero, los cuales proveen las estructuras unitarias de la red macromolecular tridimensional.

Los geopolímeros que están basados en aluminosilicatos son llamados polisialatos. Este término es una abreviación de poli-(silico-oxo-aluminato) o  $(-\text{Si-O-Al-O-})_n$ , siendo  $n$  el grado de polimerización. La red sialato consiste en tetraedros de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$  unidos por átomos compartidos de oxígeno. Dentro de las cavidades de la red, deben presentarse iones positivos ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Ba}^{++}$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{H}_3\text{O}^+$ ) para contrarrestar las cargas negativas del  $\text{Al}^{3+}$  para que el aluminio pueda estar unido a tres oxígenos, como el silicio. La fórmula empírica de los polisialatos está determinada por la siguiente expresión (3):



En donde **M** es cualquiera de los cationes mencionados arriba; **n** es el grado de polimerización; **z**, que puede ser 1, 2 o 3, determina el tipo de geopolímero resultante, lo cual significa, que si **z** es igual a 1 la red será de tipo polisialito, si **z** vale 2 la red será poli (sialato-siloxo) y si **z** vale 3, la red será poli (sialato-disiloxo); y **w** es el número de moléculas de agua asociadas.

La estructura sialato lleva una carga negativa debido a la sustitución de  $\text{Si}^{4+}$  con  $\text{Al}^{3+}$ . El exceso de carga se ve compensada por un catión de metales alcalinos ( $\text{Na}^+$  o  $\text{K}^+$ ). Basándose en el número de átomos de silicio sustituidos por el aluminio, se cree que hay tres diferentes tipos de estructuras monoméricas  $-\text{Si-O-Al}-$  que define los geopolímeros. Davidovits, J. (1993) [3] clasifico los tipos de polímeros  $-\text{Si-O-Al}-$  en: polisialato (PS); polisialatosiloxo (PSS); y polisialatodisiloxo (PSDS). Las estructuras de sus respectivos polisialatos, así como sus respectivas aplicaciones, están enumeradas en la siguiente tabla:

Tabla 1. Clasificación de las estructuras de polisialatos con sus respectivas aplicaciones

Clasificación	Estructura monomérica	Aplicación
<b>Polisialato (PS)</b> Si: Al = 1:1	$Mn-(Si-O-Al-O)_n$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aislamiento térmico</li> <li>• Resistencia al fuego</li> </ul>
<b>Polisialatosiloxo (PSS)</b> Si: Al = 2:1	$Mn-(Si-O-Al-O-Si-O)_n$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Refractarios para fundición de Al</li> <li>• Cementos de alto rendimiento</li> <li>• Residuos tóxicos</li> <li>• Compuestos resistentes al fuego</li> </ul>
<b>Polisialatodisiloxo (PSDS)</b> Si: Al = 3:1	$Mn-(Si-O-Al-O-Si-O-Si-O)_n$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Compuestos resistentes al fuego</li> <li>• Material de herramientas para su uso en el rango de temperatura de 600-1000 °C</li> </ul>

Fuente: Davidovits, J. 1993

De aplicaciones se extienden a la inmovilización de residuos tóxicos y productos de construcción. Sin embargo, PSDS posee propiedades físicas y térmicas superiores en comparación con los formadores, por lo que se puede utilizar como revestimiento refractario o como herramienta en la preparación de materiales compuestos. [21]

Barbosa, V.F.F et al (2000)[32] observo que los geopolímeros preparados a partir de metacaolinita con estructura de PSS de Na y K sometidos a diversos análisis térmicos, presentaban un perdida inicial de agua alrededor de 200 °C, que se asocia con la evaporización de agua. Esta pérdida conduce a un pequeño grado de contracción. Sin embargo, la estructura de PSS-Na es dimensionalmente estable entre 250-800 °C. Un encogimiento irreversible solo se produce a temperaturas superiores a los 800 °C, es decir, cuando el gel cristaliza. En el PSS-Na comienza a fundirse a temperaturas que van desde 1200-1300 °C, mientras que el PSS-K muestra pocos signos de fusión a 1400 °C. En este caso, parece que la estructura PSS-K tiene más estabilidad térmica que la estructura PSS-Na, también las propiedades térmicas de ambos geopolímeros se ven afectadas por la cantidad de agua en la estructura. A 1000 °C, la estructura amorfa de PSS-K es

reemplazada por el feldespato cristalino, leucita y kalsilita. Un estudio de RMN sugiere a ambos sistemas un balanceo de cargas de cationes alcalinos en el PSS-K Y PSDS-K, de manera similar se comporta los PSS-Na y PSDS-Na respectivamente, es decir, en términos de la deshidratación y mecanismos de transformación cristalina.

Por otra parte, Rahier et al. (2007) encontró que la transición vítrea de geopolímeros de metacaolinita se produce a 650 °C, en lugar de 800 °C. La diferencia radica principalmente en la composición de Si: Al y el contenido de agua de los geopolímeros. De hecho, estos dos factores, sumados a la concentración de álcalis (Al / K o Na), son parámetros que determinan la estructura y las propiedades fisicoquímicas de los geopolímeros. [33]

Barbosa, V.F.F et al. (2000) encontró que, independientemente de la composición, el curado y, el método de secado, la óptima formación del polímero de PSS-Na se produce cuando la proporción de  $\text{SiO}_2 / \text{M}_2\text{O}$  es de 4.0 y la proporción de  $\text{H}_2\text{O} / \text{Na}_2\text{O}$  es de 10. Basado en un estudio en estado sólido de RMN Y MAS, también se propuso un nuevo modelo de la estructura molecular del gel de geopolímero, por lo que la armazón de las estructuras están saturadas en Al. Por ejemplo,  $\text{SiQ}_4(3\text{Al})$  Figura 4a, significa que hay 3 átomos de vecinos de Al por un tetraedro de (Si). El nuevo modelo contiene tetraedros de Si y Al que son enlaces cruzados al azar para proporcionar cavidades, con el fin de acomodar el equilibrio en la carga de los iones de sodio hidratado. Este modelo es preferido por que su estructura está en un estado más desordenado y posee la capacidad para dar cabida a los iones de sodio hidratado, a diferencia de los modelos anteriores sugeridos por Davidovits, J. (1993), como se muestra en la Figura 1b. [32]



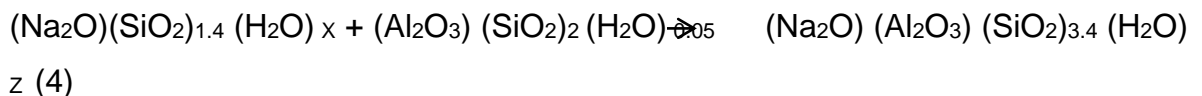
Con base en un modelo de reacción por Davidovits, J. (1993), Xu y Van Deventer, (2000), y Xu y Van Deventer (2002), las reacciones en la geopolimerización se pueden dividir en tres etapas mecánicas:

Disolución/hidrolisis; reestructuración; y policondensación/gelatinización. Estos tres mecanismos pueden ocurrir simultáneamente y son reversibles en cierta medida. La cinética de cada una de estas etapas varía según el tipo de aluminosilicato, la relación sólido solución, la concentración de silicato alcalino, el contenido de agua y la condición de reacción. La explicación de los tres mecanismos es la siguiente:

- **Disolución/Hidrolisis:** la geopolimerización comienza con la hidrolisis de  $H^+$  con cationes monovalentes ( $Na^+$ ,  $K^+$ ); esto es seguido por la disolución continua de los aluminosilicatos precursores, producto de la disolución de la ruptura de las bandas de Si-O-Si o Si-O-Al en las partículas de aluminosilicato para formar reactivos precursores  $Si(OH)_4$  y  $Al(OH)_4^-$  en la solución. Pasada la disolución es probable que se produzca simultáneamente con una gelatinización de aluminosilicato, que ocurre generalmente en la superficie sólida debido a que la densidad del gel es mayor.
- **Reestructuración:** En la solución, los aluminosilicatos precursores son móviles y son capaces de orientarse parcialmente a un mejor estado termodinámicamente estable.
- **Gelatinización:** La condición súper-saturada es alcanzada cuando la concentración de la disolución de las especies son mayores que las concentraciones de los saturados. En el punto de sobresaturación, la polimerización de  $Al^{3+}$  y  $Si^{4+}$  se produce de inmediato. El paso de la gelatinización también se caracteriza por la expulsión de agua molecular del gel geopolimérico, por lo tanto, la contracción de los materiales suele observarse también

- Estos tres mecanismos indican que cualquier material rico en Si o Al podrían llegar a ser fuentes de geopolimerización. <sup>[34]</sup> El proceso químico de geopolimerización involucra dos etapas: (1) Disolución de los materiales de partida en soluciones alcalinas para formar una gel rica en Si y Al sobre la superficie de los materiales; (2) Policondensación para formar cadenas poliméricas.

**2.2.5 Influencia del silicato soluble en la reacción de geopolimerización.** La cinética y el mecanismo de geopolimerización son en gran medida afectados por al menos tres factores: (1) la concentración de silicato; (2) la concentración y tipo de cationes metálicos alcalino; y (3) las condiciones de curado (por ejemplo, temperatura, tiempo y humedad). El efecto de adición de silicato soluble en la síntesis de geopolímeros fue en primer lugar investigada más a fondo por Rahier et al. (2007). En lugar de emplear el término geopolímero, empleaba la palabra GIBT (gel inorgánico de baja temperatura) para referirse al material sintetizado. A partir del estudio del GIBT, se encontró que este tenía un alto límite de elasticidad y resistencia a la compresión, comparable a la de un vidrio convencional o material cerámico. El GIBT era sintetizado mediante la activación de la caolinita calcinada (metacaolinita) en Na-silicato con soluciones  $\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O}$  con relación molar de 1 a 2,15. Rahier et al. (2007) propone que una relación óptima se obtiene cuando en la metacaolinita el Al es totalmente consumido en la estructura de silicato. Esto significa que una relación óptima de Al / Na debe ser igual a 1, para cada Al presente en la estructura del aluminosilicato, un catión es necesario para equilibrar el exceso de carga, como se ilustra en la siguiente ecuación:



Donde **x** se refiere a la cantidad de moléculas de agua enlazadas en la solución de silicato y **z** al número de moléculas de agua en GIBT. El efecto de la concentración de álcalis ( $\text{H}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ ) sobre la reacción cinética, el calor de reacción

y composición del gel no es tan importante como el efecto de la concentración de silicato ( $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ ).

De otro lado, Fernández, Jiménez y Palomo (2007) utilizaron concentraciones más altas de silicato ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 1,0 - 6,0$ ) y encontraron una relación óptima de 1,7 para geopolímeros a base de cenizas volantes. Sin embargo, el estudio no explica el efecto de la relación de silicato en la química de geopolimerización.

**2.2.6 Importancia de la presencia de cationes Na, K, Ca.** Se cree que el catión  $\text{Na}^+$  aumenta la disolución de la fase amorfa, debido a su asociación con el anión monomérico de silicato, mientras que el catión  $\text{K}^+$  mejora el crecimiento de la red de gel debido a su asociación con los aniones más grandes de aluminosilicatos [35]. El comportamiento similar de los cationes de metales alcalinos se observa también en la geopolimerización. Van Jaarsveld (1999) demostró que el grado de disolución de aluminio y los precursores de silicio es mayor en geopolímeros basados en  $\text{Na}^+$  que los basados en  $\text{K}^+$ . Sin embargo, el grado de formación de gel en geopolímeros en base de  $\text{K}^+$  es más alto que los geopolímeros basados en  $\text{Na}^+$ .

**2.2.7 Efecto de la temperatura de curado y tiempo de envejecimiento.** Palomo, A., et al (2008) utilizaron condiciones de la calorimetría para examinar la activación alcalina de metacaolinita con  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  a 35, 45 y 60 °C. Ellos atribuyeron las curvas de calorimetría a la disolución, a la precipitación de fases de aluminosilicato amorfo y a la formación de las fases zeolíticas. Del mismo modo observaron que el aumento en la temperatura de curado da lugar al aumento del índice de reacción. La misma tendencia se aplica a los geopolímeros a base de cenizas volantes, el cual a altas temperaturas de curado, tanto la disolución como la policondensación son aceleradas [36]. La formación de fases zeolíticas, tales como hidroxisodalita y chabazita, son también observadas en las cenizas volantes activadas con soluciones alcalinas a altas temperaturas [36]. Van Jaarsveld et al.

(2002) encontraron que los geopolímeros sintetizados de una mezcla de caolinita y cenizas volantes reportaron que a prolongadas altas temperaturas de curado (70-80 °C) se produce un decrecimiento del esfuerzo mecánico debido a la evaporación de agua de poros y a la desintegración de gel geopolimérico.

**2.2.8 Ventajas y desventajas del uso de geopolímeros** La búsqueda de nuevos materiales cementantes debe contemplar la necesidad de los usuarios de poder emplear un producto con propiedades de alta resistencia mecánica y durabilidad en el largo plazo. Algunas ventajas encontradas en el uso de materiales alumino-silicatados en la síntesis de nuevos cementos geopoliméricos como sustituyentes parciales o totales del cemento ordinario, se enumeran a continuación:

- Pueden llegar a tener propiedades mecánicas muy superiores a los cementos rutinarios
- Presentan una durabilidad mejorada a ambientes químicos agresivos (ambientes costeros, pisos en plantas químicas, etc.)
- No requieren de un tratamiento térmico adicional, proporcionando ahorro de energía y evitando la contaminación ambiental.
- Reducción de la acumulación de desechos inorgánicos en tiraderos o rellenos ( caso particular dando principalmente en las actividades mineras)
- Dentro de las desventajas tendríamos:
- Poca resistencia mecánica a en el corto plazo, cuando los geopolímeros son sintetizados a base de escorias de alto horno. (valores óptimos después de 28 días).
- Los tiempos de fraguado de las escorias activadas son menores a los del cemento convencional, lo que podría generar problemas en los concretos premezclados.
- Alta precaución en el manejo de agentes activantes alcalinos. Este puede ser un factor de riesgo si no se hace con responsabilidad.

## 2.2.9 Normas ASTM para concretos

- ASTM C230/C230M-08, Especificación estándar para tabla de flujo para uso en ensayos de cemento hidráulico.<sup>[13]</sup>
- ASTM C-305, Practica estándar para la mezcla mecánica de pastas de cemento hidráulico y morteros de consistencia plástica.<sup>[14]</sup>
- ASTM C-109, Método de prueba estándar para la resistencia a la compresión de morteros de cemento hidráulico (usando 2 pulgadas o [50 mm] muestras cubicas).<sup>[15]</sup>

## 2.2.10 Normas NTC para refractarios

- NTC 220, Método de prueba estándar para la resistencia a la compresión de morteros de cemento hidráulico (usando 2 pulgadas o [50 mm] muestras cubicas).<sup>[38]</sup>
- NTC 226, METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR LA FINURA DEL CEMENTO HIDRAULICO POR MEDIO DE LOS TAMICES DE 75 UM - NO. 200 - Y 150 UM - NO. 100 .<sup>[39]</sup>
- NTC 1416, PRODUCTOS REFRACTARIOS.DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL ATAQUE DE ESCORIA.<sup>[40]</sup>
- NTC1432 MATERIALES REFRACTARIOS. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.<sup>[41]</sup>

## 2.3 GENERALIDADES DEL CEMENTO PORTLAND

**2.3.1 Definición** El cemento Portland ordinario (CPO) es uno de los materiales más utilizados en la industria de la construcción para la producción de concreto, gracias a sus excelentes propiedades mecánicas en estado endurecido, a su relativo bajo costo y versatilidad (Mejía et al., 2006). A nivel global se producen

aproximadamente  $1.8 \times 10^9$  toneladas de CPO, cifra que se incrementa como consecuencia del crecimiento poblacional y desarrollo socioeconómico. Sin embargo, la industria cementera es también una de las más contaminantes, ya que explota recursos naturales y emite a la atmósfera grandes volúmenes de gases contaminantes ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  y  $\text{NO}_x$ ) (Gartner, 2004, Puertas et al, 2006). Las emisiones de  $\text{CO}_2$  están asociadas a la descarbonatación de la caliza en el horno de clinkerización (Puertas et al, 2006).

La industria cementera a nivel mundial promueve la búsqueda de soluciones para la conservación y protección de los recursos no renovables mediante el desarrollo de materiales cementantes que precisen de un menor consumo de energía en su formación, degraden menos el medioambiente y emitan menos gases contaminantes a la atmósfera, como parte del marco de las políticas de sostenibilidad de los diferentes acuerdos internacionales. En este sentido, el uso de diferentes residuos industriales como materiales alternativos en la fabricación de materiales cementantes se ha convertido en un medio muy efectivo para alcanzar, en gran parte, dicho desarrollo sostenible (Rougemont, 2003). Estos materiales alternativos pueden ser incorporados en el proceso de fabricación de cemento, por la sustitución parcial de los combustibles convencionales y/o de las materias primas del crudo y por la incorporación de adiciones activas al cemento y/o clinker

El cemento Portland normal es de uso general donde no se requieren aquellas propiedades de otros tipos de cementos. Se utiliza en la construcción de casas, edificios, puentes, cimentaciones y trabajos de mampostería, construcciones de concreto reforzado, tanques y productos prefabricados.

**2.3.2 Tipos de cemento.** Cemento Portland tipo 1: el cuál es el más comercializado en nuestro país, se conoce como cemento gris y es usado principalmente en estructuras y obras.

Cemento Portland tipo 1 especial (o modificado): Es considerado un cemento más resistente que el tipo 1, es utilizado generalmente por empresas constructoras.

Cemento Portland tipo 2: Es un cemento usado generalmente donde hay presencia de sulfatos (ej. zonas cercanas al mar).

Cemento Portland tipo 3: Es usado generalmente en prefabricados, y donde se requiere un rápido endurecimiento y buena resistencia.

Cemento Portland tipo 4: se usa para estructuras grandes como presas de concreto, contiene aceptable resistencia a los sulfatos y a la humedad.

Cemento Portland tipo 5: Contiene una altísima resistencia a los sulfatos, es esencial para las construcciones que tienen constante contacto con el agua de mar.

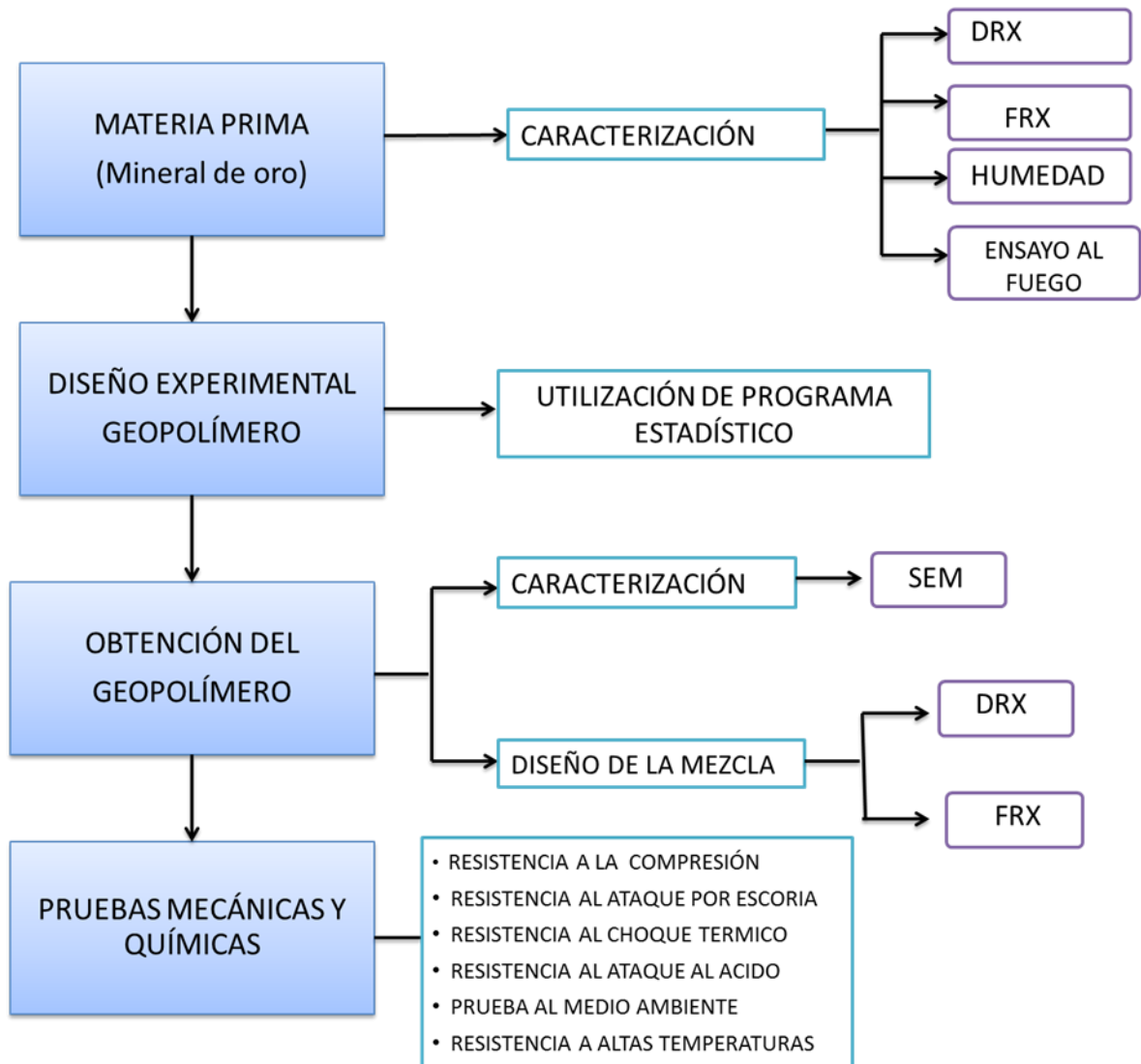
Los tipos de cemento que más se comercializan en nuestro país son el cemento tipo 1 y tipo 3. El primero se comercializa en sacos de 50 kilogramos, y representa alrededor del 75% de la demanda total del país. El segundo es comercializado a granel (venta directa y grandes cantidades) y generalmente es para usos industriales, este representa

Aproximadamente el 20% de la demanda nacional. El restante 5% se divide en los otros tipos.

### 3. FASE EXPERIMENTAL

#### 3.1 METODOLOGÍA

En este capítulo se muestra el desarrollo experimental el cual consta de 4 etapas como se ilustra en el siguiente diagrama de flujo. La materia prima fue proporcionada por la MINERA REINA DE ORO LTDA ubicada en la zona de Vetas, Santander.



**3.1.1 Revisión y análisis bibliográfico..** Se realizará la búsqueda, lectura y análisis de libros, artículos científicos, revistas, trabajos de grado, páginas web y demás fuentes enfatizadas que contengan información relacionada con, evaluación de materiales geopoliméricos, métodos de síntesis de geopolímeros con el análisis de las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de estos productos inorgánicos.

Las Fuentes a utilizar serían : Revistas especializadas tales Como cement and concrete research, Advances in cement research, construction and Engineering, materials letters, Waste materials, Environmental Pollution y Environment Research.

Bases de datos Como: Science Direct, Science Online, American Chemical Society, Wiley Interscience y Springer y Variables específicas de las arenas gravimétricas en el proceso de obtención del oro.

**3.1.2 Caracterización mineralógica y fisicoquímica de los residuos minero auríferos.** Visita técnica a determinadas zonas geológicas, minas y plantas industriales del municipio minero de vetas, en donde se tomarán las muestras representativas del mineral aurífero necesarias para llevar a cabo los análisis y pruebas. Las muestras serán recolectadas en minas del municipio de Vetas, en el departamento de Santander. Sin embargo, la escogencia de tales residuos para preparar geopolímeros depende de factores tales como disponibilidad, costo y tipo de aplicación y la demanda específica.

Diferentes residuos industriales tienen altos contenido de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , los cuales pueden ser usados como materiales de partida en la reacción de geopolimerización.

La composición química de estos materiales se investigara por fluorescencia de rayos x, análisis de difracción de rayos x, la espectroscopia infrarroja y análisis termo gravimétrico.

### **Análisis cualitativo y cuantitativo de fases cristalinas a través de DRX**

Esta técnica analítica constituyo una fase de gran importancia en el estudio ya que nos permitió conocer tanto cualitativa como cuantitativamente cada una de las fases cristalinas dentro del mineral aurífero proporcionado por la minera REINA DE ORO LTDA. Este análisis se llevó a cabo en el Parque Tecnológico Guatiguará en el Laboratorio de Difracción de Rayos X. Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci bajo condiciones estipuladas por el laboratorio de Difracción de Rayos x. Los resultados de respectivo análisis se muestran a continuación:

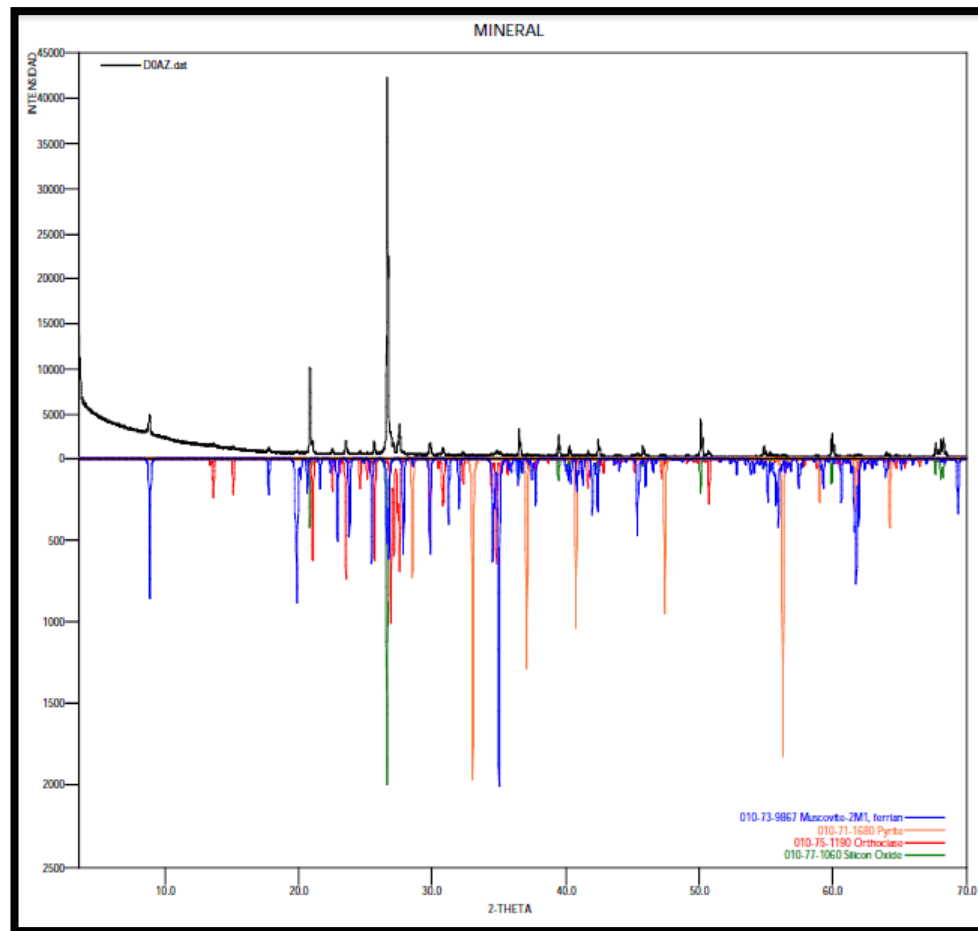
Tabla 2. Identificación de las principales fases cristalinas dentro de la muestra denominada MINERAL (D0AZ)

1. MINERAL (D0AZ)			
	FASE	NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	$\text{Si O}_2$	Cuarzo	57.2 % (0.2)
	$\text{K ( Al Si}_3 \text{ ) O}_8$	Ortoclasa	30.7 % (0.2)
	$\text{Fe S}_2$	Pirita	<1 %
	$\text{K Al}_3 \text{ Si}_2 \text{ Al O}_{10} \text{ ( OH )}_2$	Moscovita	11.3 % (0.2)

Cortesía: José Antonio Henao Martínez, laboratorio de Difracción de Rayos X- Parque Tecnológico Guatiguará

Según el análisis mostrado en la prueba de DRX se notó una predominancia composicional del cuarzo (57.2%), ortoclasa (30.7%), pirita (<1) y moscovita (11.3%). El cual con ayuda de un análisis adicional para la determinación de compuestos y fases que ayudaría a verificar si esta muestra de MINERAL (D0AZ) sirve para la fabricación y obtención de materiales geopoliméricos.

Figura 3. Análisis cualitativo a través de Difracción de Rayos X de las principales fases cristalinas presentes en la MINERAL (A0DZ).



Cortesía: José Antonio Henao Martínez, laboratorio de rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará

### Análisis de compuestos mayores a través de FRX

Como complemento del análisis para la determinación de compuestos en la caracterización mineralógica se empleó la Fluorescencia de Rayos X. Este análisis fue realizado por Qco. José Luis Pinto – Laboratorio de Rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará.

Los resultados obtenidos de este ensayo de FRX se muestran a continuación:

Tabla 3. Cuantificación porcentual de compuestos mayores de la muestra denominada RELAVE MINERO AURÍFERO (A00K)

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Si	14	36,81%	SiO <sub>2</sub>	78,75%
Al	13	5,32%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,05%
K	19	4,83%	K <sub>2</sub> O	5,82%
Fe	26	1,24%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,78%
Na	11	0,27%	TiO <sub>2</sub>	0,36%
Mg	12	0,22%	MgO	0,36%
Ti	22	0,22%	Na <sub>2</sub> O	0,36%
Ba	56	0,15%	BaO	0,17%
Ca	20	0,04%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07%
P	15	0,03%	CaO	0,06%
Zr	40	0,02%	SO <sub>3</sub>	0,05%
S	16	0,02%	ZrO <sub>2</sub>	0,03%
Cu	29	0,02%	CuO	0,02%
Sr	38	0,02%	SrO	0,02%
Mn	25	0,01%	MnO	0,02%
As	33	0,01%	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02%
Rb	37	0,01%	ZnO	0,02%
Zn	30	0,01%	Rb <sub>2</sub> O	0,01%

CORTESÍA: Qco. Jhon Deiver Bonilla Jaimes.

Según el resultado mostrado por el ensayo de Fluorescencia de Rayos X podemos ver la presencia en su gran porcentaje de SiO<sub>2</sub> (78.5%), seguido de compuestos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (10,05%), K<sub>2</sub>O (5,82%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1,78%) entre otros. Para la geopolimerización es necesario tener primordial cuidado con la relación SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Davidovits, J. 1993), para que la obtención de materiales geopoliméricos sea adecuada para tener buenas propiedades mecánicas y desempeño a la hora de comparar con la normas técnicas.

Para el análisis de esta relación de  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  tenemos un dato de 7,8. De acuerdo con la bibliografía de Dusxon ET (2005), nos encontramos por fuera del rango de geopolimerización el cual se encuentra entre 2,5 -4 aproximadamente. Sin embargo este material cementante sintetizado con este tipo de relave minero tuvo propiedades mecánicas y desempeño óptimo comparándolo con probetas de cemento portland tipo 1 sacadas de archivos bibliográficos, el cual con aditivos y aglomerantes se pudo observar una geopolimerización efectiva el cual se mostrara más adelante en el análisis de resultados.

**3.1.3 Diseño experimental de la mezcla polimerica** Utilización de un diseño experimental para escoger la mezcla que tenga las mejores propiedades químicas para la realización del geopolímero.

Tabla 4. Variables independientes del diseño experimental.

VARIABLE INDEPENDIENTE	VALORES	
	Mínimo	Máximo
Temperatura	600	800
Relación	3:1	5:1
Malla	100	120

Tabla 5. Variables dependientes del diseño experimental.

VARIABLE DEPENDIENTE	CARACTERISTICAS	
% $\text{Al}_2\text{O}_3$	CONSTANTE	20%
% $\text{SiO}_2$	CONSTANTE	55%
% $\text{Fe}_2\text{O}_3$	CONSTANTE	2%

Por medio de un paquete estadístico, se tomó un modelo de  $2^k$

Dónde:

2: Es el número de niveles

K: Es el número de variables independientes

Por tanto se obtuvo un modelo de  $2^3$ , y se consideraron 4 repeticiones en los puntos medios, lo cual nos da un total de 12 pruebas.

#### Planteamiento del problema

Como escoger la mejor relación de mezcla polimérica de acuerdo al tamaño de partícula, temperatura de homogenización y relación entre relave y componentes agregados.

Tabla 6. Diseño factorial  $2^k$  para Geopolimerización

Muestras	Malla	Relación	Temperatura	Relave(gr)	Alúmina(gr)	Caolinita(gr)
1	100	5=1	800	270.8	108.4	270.8
2	100	3=1	600	225	150	225
3	120	5=1	800	270.8	108.4	270.8
4	120	3=1	600	225	150	225
5	100	5=1	600	270.8	108.4	270.8
6	100	3=1	800	225	150	225
7	120	5=1	600	270.8	108.4	270.8
8	120	3=1	800	225	150	225

De acuerdo a la reacción de geopolimerización; entre mayor sea la cantidad de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  proporcionara un mayor desempeño en las propiedades mecánicas del geopolímero.

#### Desarrollo del diseño experimental

Se tomaron 8 muestras con diferentes relaciones, temperatura y tamaño de partícula diferente; primero se pesó en la balanza previamente calibrada 270.8 gr de relave, 270.8 gr de caolín y 108,4 gr de alúmina; Mezclándose en un mortero artesanal manual durante 15 min, luego puesto en un crisol de barro, posteriormente llevado a la mufla electrónica calibrada a diferentes temperaturas durante 1 hora y enfriado a temperatura ambiente; En la tabla 6 se muestran las diferentes combinaciones y con la ayuda de un paquete estadístico se escoge la mejor opción con las mejores propiedades mecánicas guiándonos en la literatura.

## Hipótesis

El experimento busca encontrar una muestra la cual optimice teniendo en cuenta las 3 diferentes variables utilizadas, para tomar una decisión en el estudio para determinar cuál compuesto utilizar en su producto. La respuesta a esta interrogante la obtenemos al plantearnos una hipótesis que busque probar (o negar) la igualdad entre las variables tamiz, relación y temperatura.

H0:  $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \mu$  (Las medias de los tres variables son estadísticamente iguales)

HA:  $\mu_i \neq \mu_j$  para algún  $i \neq j$  (Al menos dos son distintos) Con un criterio de Rechazo:

$F_0 > F(\alpha, k-1, N-k)$ , expresión arrojada por el paquete estadístico.

## Comparación de Varias Muestras

Muestra 1: SiO<sub>2</sub>

Muestra 2: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Muestra 3: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Muestra 1: 8 valores en el rango de 48,65 a 63,23

Muestra 2: 8 valores en el rango de 30,43 a 43,89

Muestra 3: 8 valores en el rango de 0,51 a 2,07

Este procedimiento (paquete estadístico), compara los datos en 3 columnas del archivo de datos actual. Realiza varias pruebas estadísticas y gráficas para comparar las muestras. La prueba-F en la tabla ANOVA determinará si hay diferencias significativas entre las medias. Si las hay, las Pruebas de Rangos Múltiples le dirán cuáles medias son significativamente diferentes de otras. Si le preocupa la presencia de valores atípicos. Las diferentes gráficas le ayudarán a juzgar la significancia práctica de los resultados, así como le permitirán buscar posibles violaciones de los supuestos subyacentes en el análisis de varianza.

## Resumen Estadístico

Tabla 7. Resumen estadístico de las muestras de sílice, alúmina y óxido de hierro.

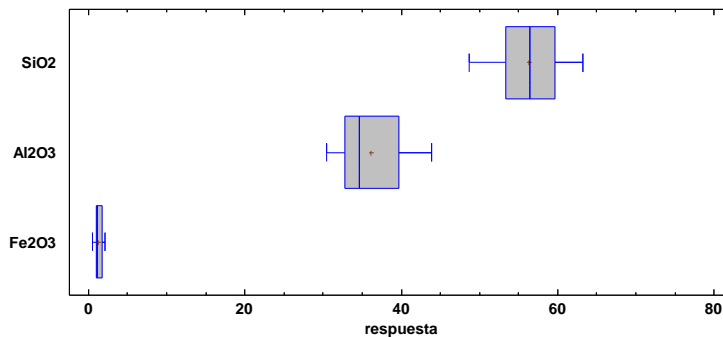
	<i>Recuento</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desviación Estándar</i>	<i>Coefficiente de Variación</i>	<i>Mínimo</i>	<i>Máximo</i>	<i>Rango</i>
SiO <sub>2</sub>	8	56,3413	4,68181	8,30973%	48,65	63,23	14,58
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8	36,0775	4,63025	12,8342%	30,43	43,89	13,46
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8	1,275	0,541822	42,4959%	0,51	2,07	1,56
Total	24	31,2312	23,5137	75,289%	0,51	63,23	62,72

Tabla 8. Resumen estadístico final

	<i>Sesgo Estandarizado</i>	<i>Curtosis Estandarizada</i>
SiO <sub>2</sub>	-0,281446	-0,224431
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,675504	-0,475966
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,570644	-0,32607
Total	-0,538199	-1,54283

Hay una diferencia de más de 3 a 1 entre la desviación estándar más pequeña y la más grande. Esto puede causar problemas puesto que el análisis de varianza asume que las desviaciones estándar de todos los niveles son igual.

Figura 4. Gráfico de caja y bigotes.



Mientras más larga la caja, más dispersa es la distribución de datos (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

La línea que representa la mediana indica la simetría. Si está relativamente en el centro de la caja la distribución es simétrica (marca SiO<sub>2</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Maximizando puntos  
 Optimizar Respuesta  
 Meta: maximizar SiO<sub>2</sub>

Valor óptimo = 61,5537

Tabla 9. Variables independientes optimizando puntos de SiO<sub>2</sub>.

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
Malla	-1,0	1,0	-1,0
RELACION	-1,0	1,0	1,0
TEMPERATURA	-1,0	1,0	-1,0

Esta tabla 9 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza SiO<sub>2</sub> sobre la región indicada. Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

Optimizar Respuesta  
 Meta: maximizar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Valor óptimo = 42,3125

Tabla 10. Variables independientes optimizando puntos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
Malla	-1,0	1,0	1,0
RELACION	-1,0	1,0	-1,0
TEMPERATURA	-1,0	1,0	-1,0

Esta tabla 10 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre la región indicada. . Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

Optimizar Respuesta

Meta: maximizar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Valor óptimo = 1,7775

Tabla 11. Variables independientes optimizando puntos de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Malla	-1,0	1,0	-1,0
RELACION	-1,0	1,0	1,0
TEMPERATURA	-1,0	1,0	-1,0

Esta tabla 11 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre la región indicada. Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

Maximizando los valores se encontró que la muestra 5 mostraba resultados cercanos a los puntos óptimos al maximizados.

En la siguiente tabla podemos ver los resultados del análisis por FRX (Fluorescencia de rayos X), donde nos muestra los resultados elementales y el estado de óxidos en que se encuentran dichos compuestos.

Tabla 12. Resultados del diseño experimental 2<sup>k</sup>

Muestra	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO
1	63.23	30.43	3.07	1.22	0.61	0.04
2	55.02	39.03	2	1.02	0.51	0.04
3	57.88	36.15	2.67	1.02	0.65	0.03
4	52.18	40.36	2.56	1.69	0.51	0.03
5	59.32	33.09	3.05	2.07	0.63	0.04
6	54.49	39.06	2.62	0.93	0.5	0.03
7	59.96	32.58	3.08	2.03	0.65	0.04
8	48.65	43.89	2.33	1.4	0.56	0.03

Con ayuda del paquete estadístico la mejor muestra fue la numero 5 donde nos da un porcentaje adecuado entre SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> según la biografía consultada lo que nos da seguridad en el diseño experimental.

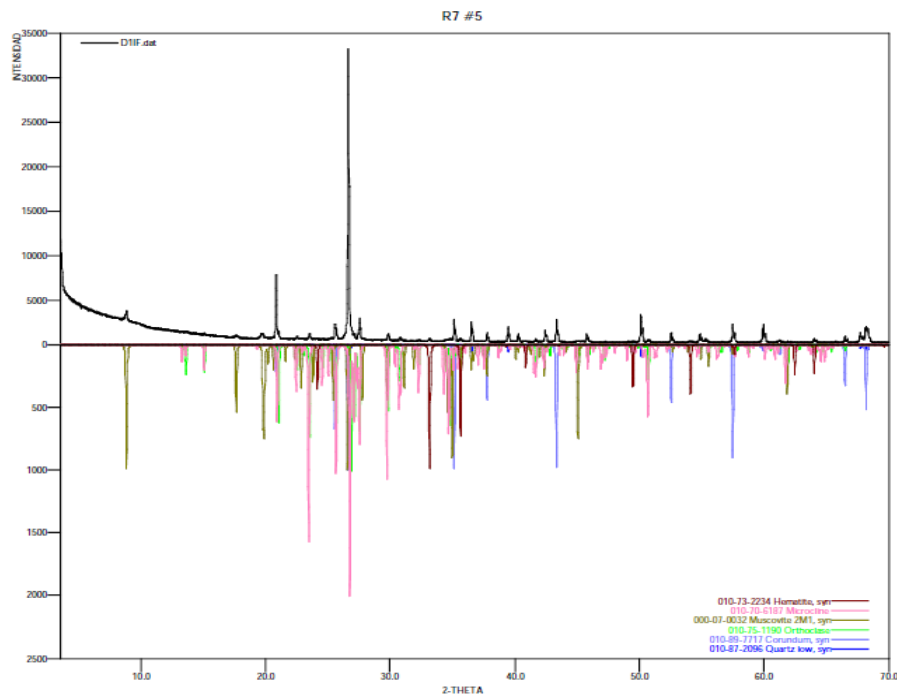
En la tabla 13 podemos ver los compuestos de la muestra número 5 donde los más importantes en la geopolimerización son el cuarzo con un 52,6%, ortoclasa con un 10.3% y Hematita con 1.8% donde fue un factor determinante ya que este compuesto le confiere propiedades cementantes altas al geopolímero.

Tabla 13. DRX de la muestra utilizada en la Geopolimerización

7. R7 #5 (D11F)

	FASE	NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	52.6 % (0.2)
	K ( Al Si <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	Ortoclasa	10.3 % (0.1)
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Hematita	1.8 % (0.1)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Corindón	20.2 % (0.12)
	K ( Al Si <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	Microclina	N.C
	K Al <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> Al O <sub>10</sub> ( OH ) <sub>2</sub>	Moscovita	15.1 % (0.2)

Figura 5. Análisis cualitativo a través de Difracción de Rayos X de las principales fases cristalinas presentes en la muestra número 5 de la tabla 12.



Cortesía: José Antonio Henao Martínez, laboratorio de rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará.

**3.1.4 Materiales y equipos** Los materiales que fueron empleados en la obtención de estos tipos de geopolímeros se enumeran a continuación:

- Relave minero proporcionado por la minera REINA DE ORO LTDA de Municipio de Vetas, Santander.
- Caolín de alta pureza traído de la vereda barro blanco del municipio de OIBA, Santander.
- Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH), Laboratorio LEÓN.
- Solución de Hidróxido de Potasio (KOH).laboratorio LEÓN.
- Solución de Silicato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ).
- Agua destilada.
- Moldes hechos en acrílico de espesor 5mm. Empresa METALCRIL.
- Agitador mecánico marca OLYMPUS.
- Vibrador mecánico marca BesQual.
- Tamizador con series de tamices Tyler N° 20, 50, 100,120, 140 y 200.
- Estufa con temperatura constante.
- Mufla electrónica calibrada.
- Clasificador para ensayo de granulometría.
- Balanza calibrada.
- Máquina hidráulica de compresión tipo ALFRED/AMSLE Y CÍA (SCHAFFHASEN/SUIZA).
- Películas de polietileno.
- Espátula.
- Probetas con diferentes volúmenes (25 ml, 100 ml ,200 ml y 300ml).
- Martillo.

**3.1.5 Pre-tratamientos de residuos mineros auríferos y síntesis de geopolímeros** La materia prima utilizada en el presente trabajo para la síntesis de geopolímeros corresponde a residuos mineros auríferos.

El pre-tratamiento puede incluir:

Lavado del material con agua o soluciones ligeramente acidas para la eliminación tanto de sales solubles que puedan interferir en la síntesis como elementos potencialmente contaminantes.

Separación magnética y/o gravimétrica para extraer óxidos de Fe, que tienen un carácter inerte y no intervienen en el proceso de síntesis, con el fin de mejorar el rendimiento de la activación alcalina.

Secado manual de la muestra durante 7 días, debido a que el relave tenía una gran cantidad de humedad; la cual nos interfería en el proceso de tamizado y selección de la mejor muestra del relave.

Figura 6. Proceso manual de secado de los residuos del mineral aurífero.



Luego del secado manual, iniciamos el proceso de tamizado para comenzar el análisis granulométrico; utilizamos diferentes tamices de mallas 20, 50, 100, 120, 140, 200 dejando 2 minutos por cada tamiz en el clasificador como la muestra la figura 7, luego escogimos los tamaños de tamiz 100 y 120 con el objetivo de tener

un material lo suficientemente homogéneo, desde el punto de vista textural, al cemento convencional. Según la Norma técnica NTC 226, teóricamente la finura de cualquier tipo de material influye en su velocidad de hidratación por lo tanto entre mayor finura mayor será la velocidad de hidratación y mayor será su resistencia mecánica.

Figura 7. Clasificador de serie de tamices para prueba de granulometría.



Luego se realizó el diseño experimental ya nombrado anteriormente, donde se efectuó la mezcla de relave, alúmina y caolín para darle las propiedades necesarias en la fabricación del geopolímero.

Para ello se tomó 40% de relave, 40% caolín y 20% de alúmina, se llevó a una temperatura de 900° C con una ración 5:1; cinco era la mezcla entre caolín y relave, 1 de alúmina para formar nuestra mezcla final, la cual es la materia prima para formar el geopolímero.

Figura 8. Material final de geopolímero (mezcla sintetizada a 900°C)



La tecnología de síntesis de geopolímeros incluye las siguientes etapas:

Preparación de la solución activante: se prepara disolviendo hidróxido de sodio en hojuelas en agua destilada en concentraciones de 12M, la cual será mezclada con solución de silicato de sodio.

Para la activación alcalina, se usaron NaOH, KOH y silicato sódico. Según la biografía la relación más apropiada para la geopolimerización son:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2.5 - 4.0$ ;  $\text{MgO}/\text{SiO}_2 = 0.2-0.5$ , (siendo M: Na o K). Por tanto se usó como materia prima una mezcla entre el relave, alúmina y caolín, con adición de NaOH, KOH y silicato de sodio, variando la temperatura de curado entre 60° C y 90° C.

Los geopolímeros se realizaron mezclando la materia prima que fue la combinación de relave, alúmina y caolín con las soluciones alcalinas de NaOH y KOH 12 M, usando un 1% de silicato de sodio y mezclándolo todo durante 8 minutos en un agitador mecánico. Ya con la mezcla homogénea se vertió en moldes acrílicos (De 5 mm de espesor) cuadrados de 5x5cm (Teniendo en cuenta el procedimiento dado en la norma técnica NTC 220) los moldes fueron limpiados previamente y engrasados con vaselina.

La norma establece que en primera instancia los moldes debían ser rellenos hasta el 50% de su capacidad; después de realizado esto se debían golpear 16 veces en sentido contrario con el compactador de madera, para luego terminar de rellenarlos en su totalidad y compactarlos otras 16 veces en sentido contrario a la primera instancia. Luego puestos en un vibrador mecánico para eliminar los gases atrapados y el curado se realizó en estufa a una temperatura entre 60 y 90 ° C durante 24 horas.

Figura 9. Mezcla con agitador mecánico

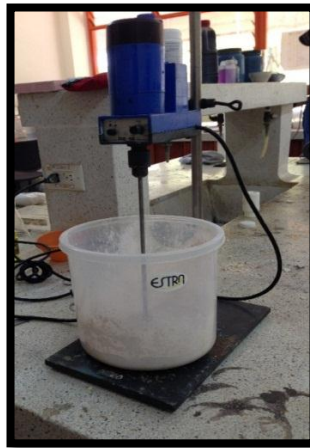
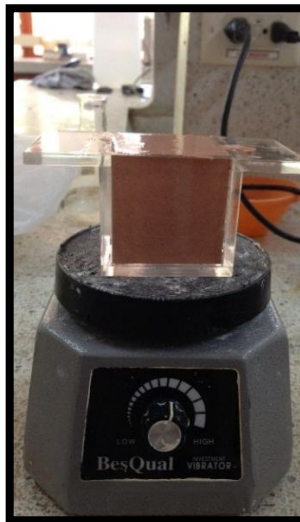


Figura 10. Vibrador mecánico.



Finalizado el tratamiento térmico del geopolímero, se desmoldo fácilmente y posterior almacenamiento del nuevo material sintetizado. El almacenamiento consistió en envolver las probetas en película de polietileno después del 3 día para tratar de aislarlo de la humedad y otras condiciones que nos cambien las propiedades del geopolímero.

En la Tabla 15 vemos los niveles del hidróxido alcalino NaOH y KOH, la cantidad de hidróxido alcalino utilizado fue de 70% de hidróxido de sodio o potasio y 30% de silicato de sodio.

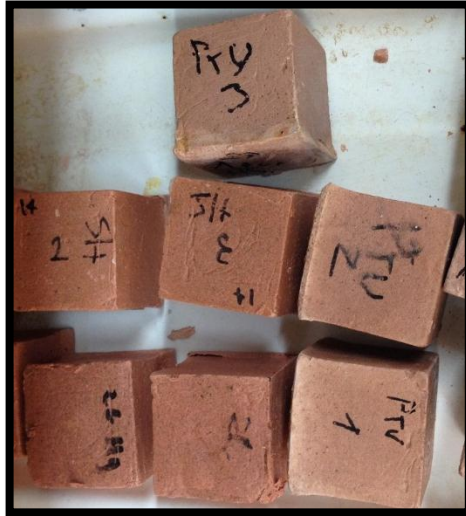
Tabla 14. Cantidades de preparación de la mezcla del geopolímero

Hidróxido de sodio	Hidróxido de potasio	Silicato de sodio	relación
75gr/150ml	75gr/150 ml	18 ml	3=1
75gr/150ml	75gr/150ml	18ml	3=1

Tabla 15. Mezcla de la solución alcalina.

Muestras	Relave(gr)	Alúmina(gr)	caolinita(gr)	Relación
1	270.8	108.4	270.8	5=1
2	225	150	225	3=1

Figura 11. Apariencia externa de los geopolímeros sintetizados a partir de hidróxido de potasio (HK) e hidróxido de sodio (HS), una vez finalizado el tratamiento térmico.



La síntesis de los geopolímeros se realizó en el Laboratorio de Pirometalurgia adscrita a la Escuela de Ingeniería Metalurgia ubicada en el edificio Álvaro Quiroga (Planta de Aceros) Universidad Industrial de Santander, preparando previamente la solución de hidróxido de sodio y silicato de sodio en conjunto de la preparación de la mezcla de los agregados restantes dejándolos durante una hora en una mufla a 800 °C, algunos de los equipos mencionados anteriormente se encontraron en dicho laboratorio y la máquina para la medición de resistencia a la compresión ubicada en el edificio Álvaro Beltrán Pinzón adscrita a la Escuela de Ingeniería Civil.

### 3.2 DESEMPEÑO Y DURABILIDAD DE LOS GEOPOLÍMEROS

Para el análisis de estos materiales y medir sus propiedades mecánicas se realizaron pruebas de resistencia a la compresión, resistencia al ataque por escoria, resistencia al choque térmico, resistencia al ataque por ácidos, resistencia

al ambiente y resistencia a altas temperaturas; cada una de estas pruebas se comparó con análisis previos mostrados en la bibliografía de morteros realizados a base de cemento tipo portland tipo 1.

**3.2.1 Prueba de resistencia a la compresión** Este ensayo se pudo determinar con la preparación previa de la mezcla geopolimérica y almacenando cada probeta con la película de polietileno durante 7, 14 y 28 días de tiempo de curado. Para la toma de la resistencia a la compresión se utilizaron de a 3 probetas por cada tiempo de curado para obtener un promedio representativo de la prueba. Para la toma del procedimiento se basó en la norma técnica NTC 220 “Determinación de la resistencia de morteros de cemento hidráulico usando cubos de 50 mm de lado”.

El ensayo de resistencia a la compresión se llevó a cabo en el edificio Álvaro Beltrán Pinzón, de la escuela de ingeniería civil en la Universidad Industrial de Santander. Se empleó una maquina hidráulica de compresión tipo ALFRED/AMSLE Y CÍA (SHAFFHASEN/SUIZA, FIGURA 12), en el cual se terminó la carga máxima total en Newton antes de que la probeta sufriera una fractura total. Una vez conocido este valor, se empleó la siguiente fórmula de resistencia a la compresión expresada en Kg/cm<sup>2</sup> (5)

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (5)$$

En donde:

$\sigma$ = Resistencia a la compresión en Kg/cm<sup>2</sup>.

F= Máxima carga total en N.

A= Área de la superficie, cm<sup>2</sup>.

Figura 12. Máquina hidráulica de compresión tipo ALFRED/AMSLE Y CÍA (SCHAFFHASEN/SUIZA).



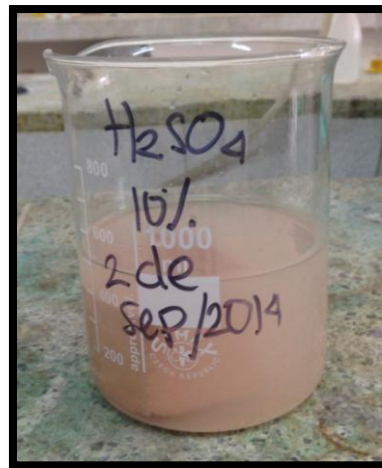
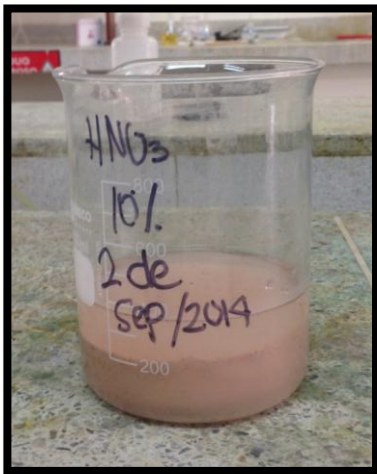
Cada ensayo se llevó a cabo con 3 probetas, estableciendo el procedimiento según la norma NTC 220 en donde tomamos para tiempo de curado de 7, 14 y 28 días de curado y una temperatura aproximadamente de 90°C.

**3.2.2 Pruebas resistencia al ataque por ácido.** Para este ensayo se utilizaron dos tipos de ácidos entre ellos ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) con una concentración molar de 1. Este ensayo fue llevado a cabo en el laboratorio de hidrometalurgia ubicado en edificio Álvaro Quiroga (planta de aceros). Este ensayo se le realizó a probetas con un tiempo de 28 días de curado, con el método de inmersión en estos ácidos durante un reconocimiento de 7, 14, 28 días. Para el mantenimiento de la solución y tener un Ph ácido se mantuvo cada 8 días

agregando o cambiando la solución para simular un ambiente agresivo de tipo químico. Para la determinación de este tipo resistencia se obtuvo la inmersión de dos probetas por cada días de curado utilizado, el objetivo principal fue observar la disminución de la resistencia a la compresión y su desgaste superficial a estar sujetas estas probetas a un ataque químico.

Conjuntamente para este análisis se pesaron las probetas obteniendo un resultado cercano a los 200 gramos en donde después de los días de inmersión ver su pérdida de peso y acabado superficial deteriorado por el ataque químico.

Figura 13. Probetas sumergidas en los dos tipos de soluciones químicas utilizadas para la determinación de la resistencia al ataque por ácido.



**3.2.3 Prueba de resistencia a altas temperaturas.** Para mostrar la eficiencia de estos materiales geopoliméricos se realizó esta prueba con el fin de determinar la utilización en obras civiles y simulación de las altas temperaturas que se puedan presentar en los alrededores, en esta prueba se utilizaron probetas de 28 días de curado en donde sus propiedades mecánicas alcanzan el valor máximo. Se

emplearon diferentes rangos de temperatura (desde 300°C hasta 1000°C), el número de probetas analizadas fueron dos por cada rango de temperatura después de 2 horas de exposición en una mufla electrónica calibrada, ubicada en el laboratorio de Pirometalurgia adscrito a la escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de los materiales del edificio ÁLVARO QUIROGA (planta de aceros) de la universidad industrial de Santander, el cual el principal objetivo es medir el comportamiento de material sometido a altas temperaturas con respecto al cambio de su resistencia a la compresión.

Figura 14. Mufla electrónica calibrada que mantiene una temperatura constante la temperatura.



**3.2.4 Prueba de resistencia al choque térmico.** El ensayo consistió en crear un ambiente en donde la temperatura estuviera lo suficientemente elevada como para apreciar un cambio significativo en el material geopolimérico. Al igual que la prueba de resistencia a altas temperaturas esta realizó bajo la normal NTC1432, el cual su objetivo principal es establecer un método para determinar la resistencia al choque de materiales silico-aluminosos, de sílice y de alta alúmina. Para nuestro caso los materiales geopoliméricos se introdujeron en una mufla calibrada a

1000°C durante media hora , luego se sacaban 10 minutos y se volvían a introducir durante otros 30 minutos, se repite el procedimiento cuantas veces se requiera hasta que la probeta sufriera grietas pronunciadas y/o desprendimiento de la superficie del mismo. Para este procedimiento se emplearon 3 probetas de 28 días de curado, la mufla calibrada que se utiliza se encuentra en el laboratorio de Pirometalurgia adscrito a la escuela de ingeniería metalúrgica ubicado en el edificio ÁLVARO QUIROGUA (planta de aceros), universidad industrial de Santander.

Figura 15. Mufla electrónica calibrada que mantiene una temperatura constante de 1000°C.

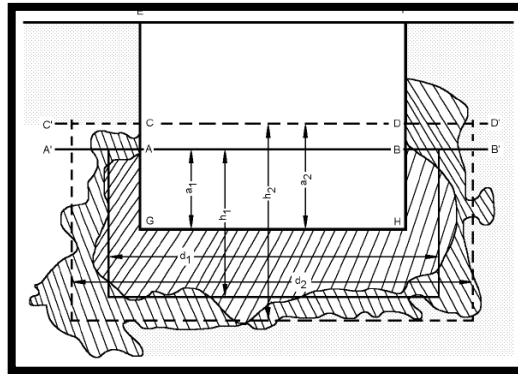


**3.2.5 Prueba de resistencia al ataque por escoria.** El ensayo consistió en establecer un método para determinar la resistencia al ataque por escoria en productos geopoliméricos en donde se necesita observa la acción desarrollada por la escoria sobre este tipo de materiales cuando este se calienta a temperatura de servicio, para este métodos se utilizaron 2 probetas de 28 días de curado basándonos en la norma NTC 1416, para la realización este ensayo se le realizaron unas perforaciones con una broca a las probetas aproximadamente de

27,5 mm desde el centro medida trazando diagonales, como material reactivo se utiliza escoria finamente pulverizada aproximadamente 25 gramos para probeta el cual esa cantidad es la que corresponderá al material en contacto con el geopolímero durante el ensayo, la duración del ensayo a la temperatura indicada fue aproximadamente de 2 horas en una mufla calibrada situada en el laboratorio de Pirometalurgia adscrita a la escuela de ingeniería metalúrgica en el edificio Álvaro Quiroga (planta de aceros).

Para calcular el ataque por escoria se mide y se calcula de la siguiente manera para observar la solubilidad, impregnación total y la penetración total de la escoria en el material geopolimérico, el análisis de estos factores se toma en cuenta la siguiente figura:

Figura 16. Esquemas y símbolos de la probeta para análisis de ataque por escoria.



Para el cálculo de la solubilidad lo hacemos por medio de la siguiente ecuación (6):

$$S_v = V_f - J_f \quad (6)$$

Dónde:

Sv: Solubilidad, en cm<sup>3</sup>

Para el cálculo de la impregnación lo hacemos por medio de la siguiente ecuación (7):

$$I_v = V_2 - S_v - J_2 \quad (7)$$

Dónde:

Lv: Impregnación, en cm<sup>3</sup>

Para el cálculo de la penetración lo hacemos por medio de la siguiente ecuación (8):

$$P = \frac{\pi d_2^2}{4} \times h_2 - \frac{\pi \cdot d_3^2}{4} \times a_2 \quad (8)$$

Dónde:

P: Penetración total, en cm<sup>3</sup>

**3.2.6 Prueba al medio ambiente.** El ensayo consistió en observar el comportamiento de estos materiales geopoliméricos en ambientes comunes en donde este normalmente va a estar sometido, para la realización de este ensayo se tomó como base la climatología de la ciudad de Bucaramanga con una humedad relativa aproximada de 80% y una temperatura máxima de 29 °C. Aparte de otros factores como precipitaciones, polvo y partículas finas se utilizaron 3 probetas de 28 días de curado tomando tiempos de inspección de 7, 14 y 28 días. Las probetas fueron dejadas en la planta de aceros adscrita a la escuela de ingeniería metalúrgica en el edificio Álvaro Quiroga.

Figura 17. Planta de aceros edificio Álvaro Quiroga.



## 4. ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE DATOS

Con base en los resultados de esta investigación es posible establecer una idea detallada de la utilización de materiales geopoliméricos a partir de los subproductos mineros y su aplicabilidad en la industria como un buen sustituto de cemento portland tipo 1. Con el análisis previo y una consulta bibliográfica para la comparación de valores estándares del cemento portland, se utilizaron figuras y tablas que ayudaron a la determinación de los resultados obtenidos en cada una de las pruebas. De acuerdo a lo anterior, se muestran los principales datos generados en el diseño experimental utilizado:

### Pruebas adicionales

#### 4.1 ENSAYO DE HUMEDAD.

El ensayo consistió en observar las cantidades de humedad que presentaba los subproductos mineros en los cuales se evidencia que en el análisis posterior tienen una influencia representativa para la preparación de productos geopoliméricos. teniendo en cuenta lo mencionado, la prueba se realizó en el laboratorio de Pirometalurgia adscrita a la escuela de ingeniería metalúrgica en donde se tomaron muestras representativas en dos crisoles a una temperatura constante durante 4 horas obteniendo una humedad promedia de estos subproductos mineros de 30% medidas en una balanza calibrada. De esta forma, para la obtención del valor utilizamos la siguiente fórmula (9):

$$\% \text{ Humedad: } (P-p/P)*100 \quad (9)$$

**P:** Peso de la muestra inicial.

**p:** Peso de la muestra después de la estufada durante 4 horas.

Figura 18. Muestra de subproductos mineros en crisoles cerámicos



#### 4.2 ENSAYO AL FUEGO.

Este ensayo se realizó con el fin de determinar las cantidades de oro que posiblemente tendrían los subproductos mineros los cuales al exponerlos al fuego, este se convierte en un factor importante para el análisis de la obtención de materiales geopoliméricos. Así mismo, antes de realizar el ensayo se produjo una tostación aproximadamente a 1 hora con unos 750°C ya que esta muestra representativa contenía niveles de azufre bastantes altos. Posteriormente, para la realización del ensayo al fuego se realizó en un crisol la mezcla de 40 gramos de carbonato de sodio, 7 gramos de bórax, 45 gramos de óxido de plomo, 5 gramos de harina como agente reductor y 40 gramos de subproductos mineros. Al culminar el ensayo al fuego observamos que este subproducto minero no tiene en su contenido ninguna cantidad de oro.

Figura 19. Copelas utilizadas para el ensayo al fuego.



### 4.3 PRUEBA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN

Estos son los valores de la resistencia a la compresión a los 7, 14, 28 días de fraguado de probetas con hidróxido de potasio.

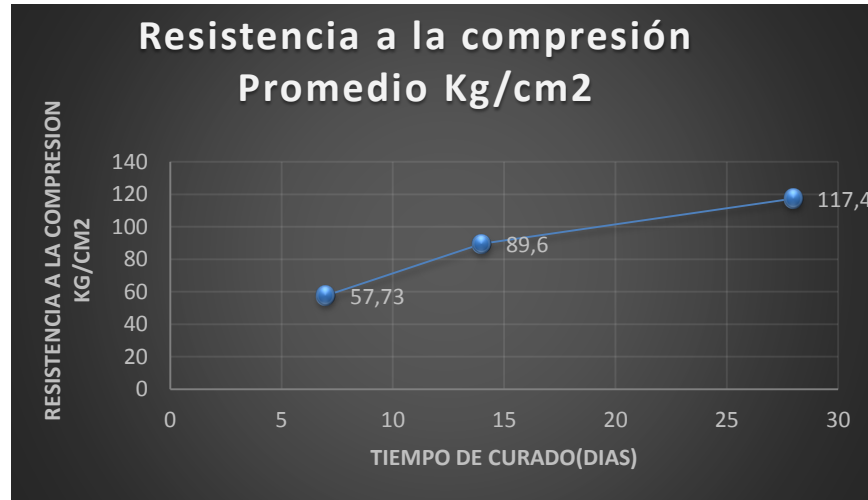
Tabla 16. Valores obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de potasio

Días	R. Compresión en Kg/cm <sup>2</sup> (HK)			Promedio
7	57.8	52.5	62.9	57.73
14	76.2	96.1	96.5	89.6
28	104.5	115.1	132.6	117.4

Tabla 17. Valores promedios obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de potasio

Días	Resistencia a la compresión Promedio Kg/cm <sup>2</sup>
7	57.73
14	89.6
28	117.4

Figura 20. Comportamiento de los geopolímeros de HK a la prueba de resistencia a la compresión (HK= hidróxido de potasio).



Estos son los valores de la resistencia a la compresión a los 7, 14,28 días de fraguado de probetas con hidróxido de sodio

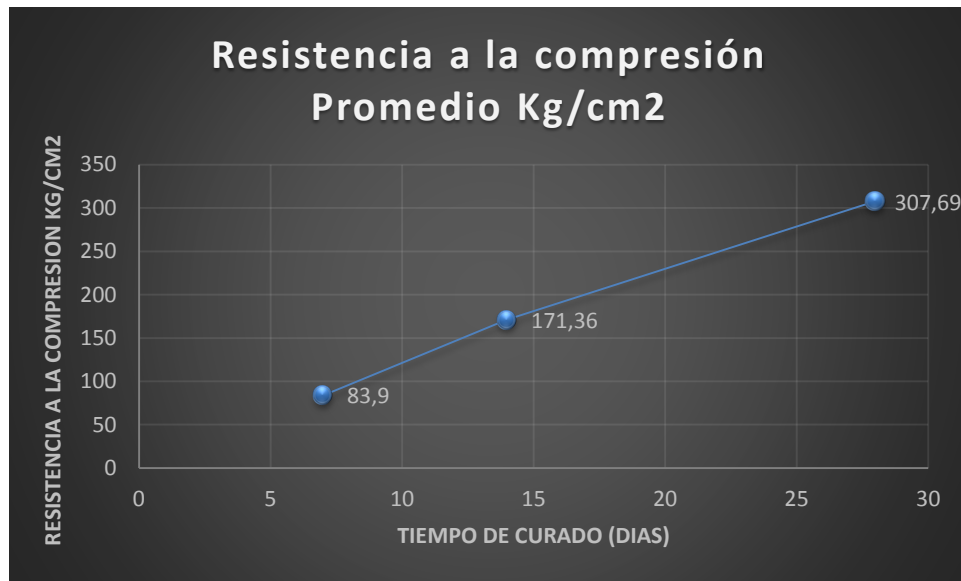
Tabla 18. Valores obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de sodio

Días	R. Compresión en Kg/cm2 (HS)			Promedio
<b>7</b>	71.8	90.6	89.3	83.9
<b>14</b>	114.3	226.2	173.6	171.36
<b>28</b>	308.17	293.7	321.2	307.69

Tabla 19. Valores promedio obtenidos en los geopolímeros sintetizados con solución de hidróxido de sodio

Días	Resistencia a la compresión Promedio Kg/cm2
<b>7</b>	83.9
<b>14</b>	171.36
<b>28</b>	307.69

Figura 21. Comportamiento de los geopolímeros de HS a la prueba de resistencia a la compresión (HS=hidróxido de sodio).



Estos son los valores de la resistencia a la compresión a los 7, 14,28 días de fraguado de probetas con cemento portland tipo I

Tabla 20. Valores obtenidos de probetas con cemento portland

Días	R. Compresión en Kg/cm2 (CP)			Promedio
7	196.9	195.12	193.4	195.14
14	221.8	218.4	217.91	219.37
28	310.15	311.2	308.3	309.88

Tabla 21. Valores promedio obtenidos de probetas con cemento portland

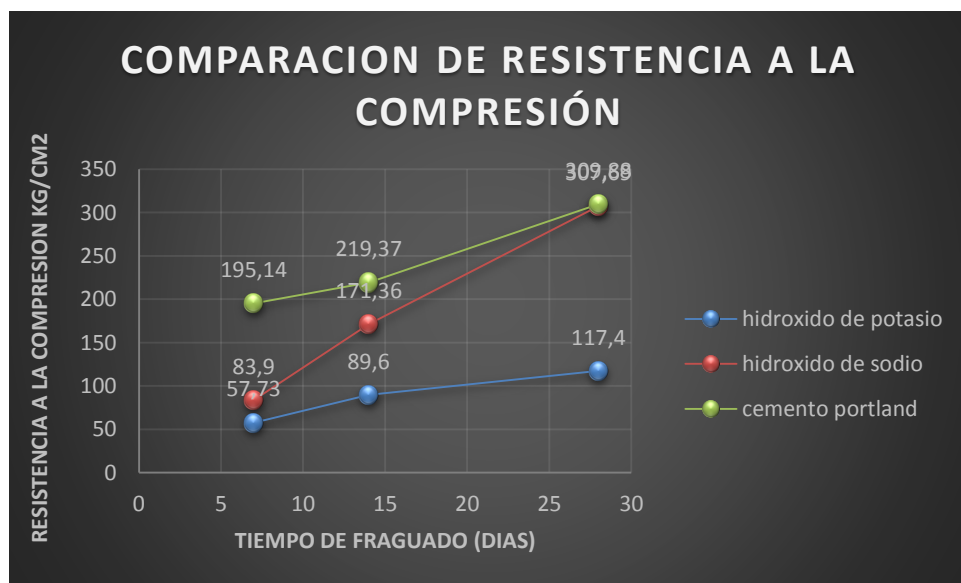
Días	Resistencia a la compresión Promedio Kg/cm2
7	195.14
14	219.37
28	309.88

Figura 22. Comportamiento de probetas de CP prueba de resistencia a la compresión (CP=cemento portland).



Superposición de las 3 graficas resistencia a la compresión de los 3 materiales

Figura 23. Comportamiento de los geopolímeros vs cemento portland a la prueba de resistencia a la compresión



De este modo, se puede apreciar que existe un condicionamiento de tipo químico que controló el desempeño mecánico de los geopolímeros sintetizados. De allí, que surge una evidencia cuando se cambió la solución alcalina de hidróxido de potasio (HK) a hidróxido de sodio (HS) donde el rendimiento de los especímenes aumentó considerablemente en la resistencia a la compresión. Por otro lado, las probetas que estuvieron igual o semejantes al del cemento portland tipo I son aquellas donde se empleó hidróxido de sodio (HS) a una concentración de 12 M durante 24 horas de secado en una estufa a 90°C.

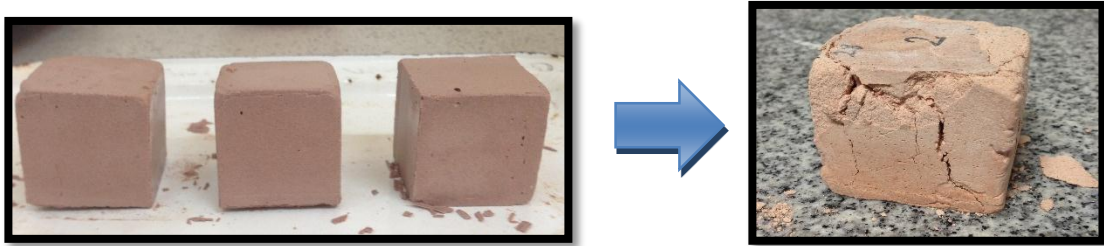
Esta activación alcalina con esta concentración ya había sido estudiado por Wang et en el 2005 [27], comprobándose que si se trabaja en rango entre 4-12 molar, la reacción de geopolimerización ayudara a obtener materiales con mayor resistencia mecánica.

Si bien es cierto que los geopolímeros sinterizados a partir de la solución alcalina hidróxido de potasio (HK) a 12 molar con un tiempo de 24 horas en la estufa a 90°C, presentan un desempeño menor, y su crecimiento de resistencia a la compresión no es tan exponencial como las probetas con hidróxido de sodio y en comparación a las de cemento portland tipo I su resistencia es descomunamente menor. Según el doctor Eduardo sitta Bissari de la universidad Santa Catarina en el sur de Brasil; afirma que las probetas utilizadas con hidróxido de potasio necesita un tiempo de curado en la estufa a una temperatura entre 50-60°C para obtener su mayor resistencia a la compresión.

De allí, el fenómeno de mayor frecuencia en estos ensayos fue el fracturamiento frágil del geopolímero (Figura 24). Del mismo modo hubo casos donde la aglomeración del material fue uniforme dando cohesión entre sus partículas y se mantuvo en su totalidad. Teniendo en cuenta todos los geopolímeros fueron esquematizados de igual manera a una temperatura de 90°C durante 24 horas, luego puestos en una película de polietileno, una de las principales causas o

margen de error fue la máquina de ensayos universal ALFRED/AMSLE Y CÍA (SHAFFHASEN/SUIZA, FIGURA 12)...

Figura 24. Fracturamiento frágil de geopolímeros de HS después de ser sometidos a prueba de resistencia a la compresión.



Cabe de resaltar que, el máximo valor alcanzado de resistencia a la compresión se dio al tiempo de curado de 28 días. Determinando que el tiempo de curado fue el factor principal para evaluar la resistencia a la compresión de los geopolímeros. En la figura (23) en la comparación de los geopolímeros sintetizados a partir de hidróxido de potasio, hidróxido de sodio y cemento portland tipo I se puede claramente que la resistencia de los geopolímeros aumenta exponencialmente al pasar los días de curado y entre más tiempo de curado tengan su resistencia a la compresión va hacer mayor que la del cemento portland tipo I.

#### 4.4 PRUEBAS RESISTENCIA AL ATAQUE POR ÁCIDO

Para el análisis de la resistencia al ataque por ácido se emplearon dos probetas las cuales fueron realizadas con NaOH (12M) y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, con un tiempo de 28 días de curado, la respuesta de los especímenes a dos diferentes tipos de ácidos con un concentración del 10% empleando para este ensayo ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) y ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), inspeccionando dichas soluciones a 7, 14 y 28 días. Los

valores de los días de inspección se muestran a continuación en las siguientes tablas:

Tabla 22. Prueba de compresión de las probetas de 7 días en inmersión en ácidos

Probetas	HNO3(kg.cm2)	H2SO4(kg.cm2)
1	110.9	98.8
2	125.4	93.3

Tabla 23. Prueba de compresión de las probetas de 14 días en inmersión en ácidos

Probetas	HNO3(kg.cm2)	H2SO4(kg.cm2)
1	101.3	78.8
2	97.5	69.51

Tabla 24. Prueba de compresión de las probetas de 28 días en inmersión en ácidos

Probetas	HNO3(kg.cm2)	H2SO4(kg.cm2)
1	57.3	43.75
2	54.4	48.3

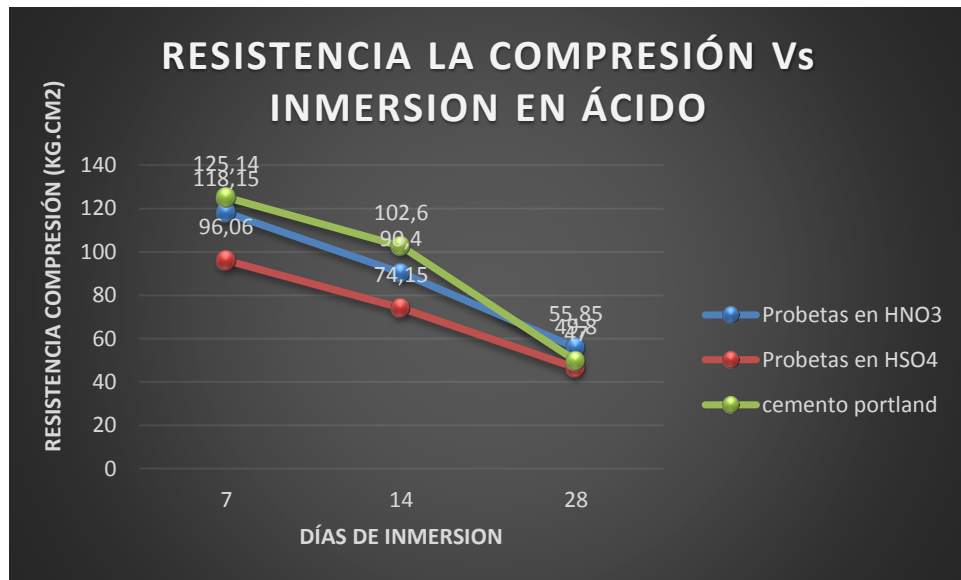
Posteriormente, se muestran los valores promedios y la comparación con el cemento portland tipo 1, evaluados a tiempos de inmersión de 7, 14 y 28 días, en ácido nítrico y ácido sulfúrico el cual se representan en la siguiente tabla:

Tabla 25. Comparación de la resistencia a la compresión en la inmersión de los dos tipos de ácidos con el cemento portland tipo 1.

Días de inmersión	Cemento Portland(kg.cm2)	Probetas en HNO3(kg.cm2)	Probetas en H2SO4(kg.cm2)
7	125.14	118.15	96.06
14	102.6	99.4	74.15
28	49.8	55.85	46.5

El comportamiento de los geopolímeros a un ensayo de ataque por ácido, se puede representar con la siguiente gráfica:

Figura 25. Comportamiento de los geopolímeros en los dos diferentes tipos de ácido y el cemento portland tipo 1.



Al terminar el ensayo de resistencia al ataque por ácido podemos observar que hay un cambio más significativo en las propiedades mecánicas cuando las probetas se sumergieron en el ácido sulfúrico que en el ácido nítrico. La determinación del experimento mostró que durante los primeros días de inmersión en ambas soluciones generó una saturación del espacio poroso en las probetas utilizadas que fueron de 28 días de curado, en donde su compresión estándar inicial fue aproximada de 171.16 (kg/cm<sub>2</sub>). Para los días de inspección de 7 y 14 días, el comportamiento de reducción de las propiedades mecánicas fueron similares, el cual afectó de manera significativa a la probeta con HSO<sub>4</sub>. En resumen, para el análisis del día 28 vemos que la afectación del HNO<sub>3</sub> tuvo menos desgaste con respecto al del cemento portland. Finalmente, para un mejor análisis del comportamiento de estas probetas al ataque por ácido se recomienda realizar

una inspección a los 56 días y 128 días en donde se podría observar la desintegración total de este tipo de material polimérico.

En este tipo de ensayo también podemos observar el papel que juega la activación alcalina en la mezcla para la formación de materiales geopoliméricos. Según la teoría de Wang Et (2005) expresó que geopolímeros con una solución activante de NaOH (12 M) y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (12 M) presenta buenas aptitudes a la resistencia al ataque ácido.

El efecto del ataque por ácido a corto y mediano plazo al utilizar 2 tipos de ácido, no fue favorable para la resistencia mecánica del material geopolimérica, para el caso de largo plazo se observó un disminución más significativa en las propiedades mecánicas del cemento con respecto del material geopolimérico ya que la saturación no siguió afectando la porosidad de nuestro geopolímero.

Sin embargo, en todos los casos la cohesión de las partículas del material se obtuvo cuando se empleó ácido sulfúrico (figura 26), en los otros casos cuando se sumergieron las probetas en HNO<sub>3</sub> se observó fisuración y agrietamiento en casi todas las probetas desde los 7 días de inspección, para el caso del HSO<sub>4</sub> el agrietamiento empezó a notarse desde los 14 días después de haberse sumergido las probetas

Figura 26. Probeta sumergida en HNO<sub>3</sub> inspeccionada a los días.



Ciertamente, el cambio físico no fue notorio en las probetas en corto, mediano y largo plazo, pero la tonalidad de la solución ácida si presento cambios a partir del séptimo de inmersión. El ácido se cambió cada 7 días observando que después del primer cambio la saturación del ácido con la reacción de la activación alcalina, se observó que esta solución tuvo cambio a una más viscosa, esto puede ser debido a que hubo reacción con el silicato de sodio o el hidróxido de sodio. Para el análisis de los 28 días de inmersión se pudo observar en la solución ácida residuos de color azul y verdoso, para el comportamiento del material polimérico fue corroído en su totalidad cuando se cumplieron los días del ensayo sufriendo un proceso de fracturamiento frágil en su estructura.

Figura 27. Saturación del espacio poroso de solución ácida ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) a los 14 días de inmersión ocasionando agrietamiento del geopolímero.



Figura 28. Solución ácida de  $\text{HNO}_3$  analizada después de 28 días de inmersión.

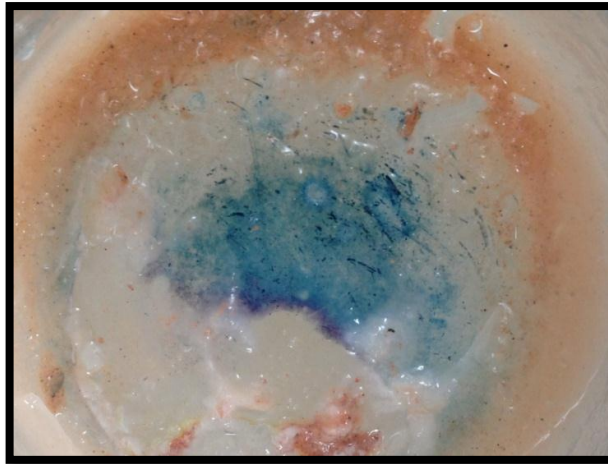


Figura 29. Cambio físico registrado entre una probeta estándar de 28 días de curado y una probeta sumergida en ácido  $\text{HNO}_3$  durante 28 días.

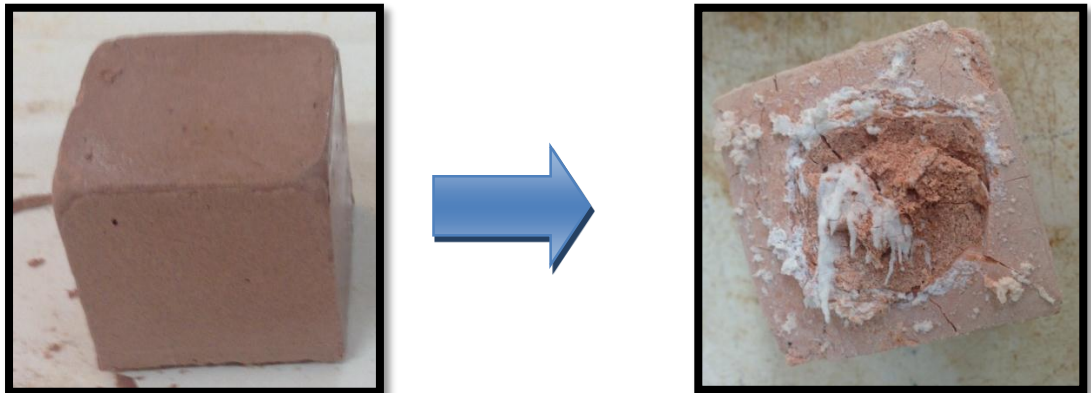
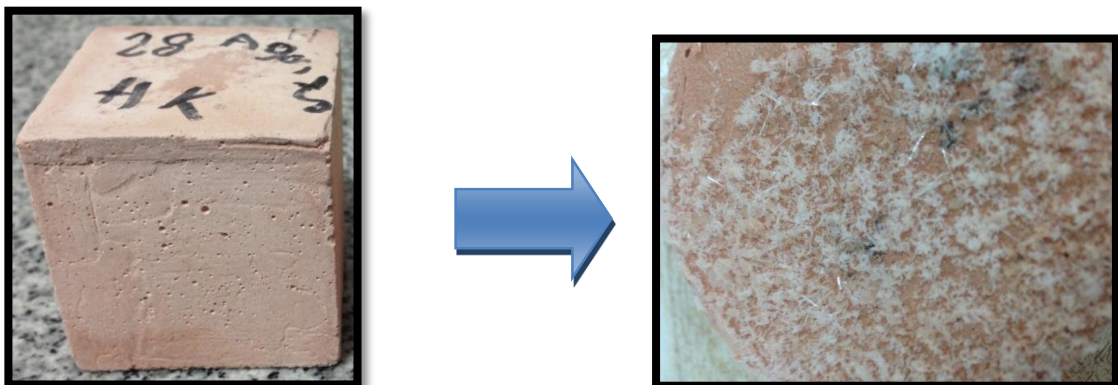


Figura 30. Cambio físico (cristalización) registrado entre una probeta estándar de 28 días de curado y una probeta sumergida en ácido  $\text{H}_2\text{SO}_4$  durante 28 días.



#### 4.5 PRUEBA DE RESISTENCIA A ALTAS TEMPERATURAS

En este punto, se simula la situación donde los materiales quedan expuestos a altas temperaturas (ejemplo el caso de una planta de fundición), se hicieron ensayos que tenían que ver con la contestación de los geopolímeros cuando son sometidos a temperaturas altas. Esta prueba fue realizada en planta de aceros Álvaro Quiroga, en una mufla electrónica calibrada. De manera Los valores de resistencia a la compresión de esta prueba se muestran a continuación en la siguiente tabla.

Tabla 26. Valores aritméticos de los geopolímeros de HS expuestos a altas temperaturas

TEMPERATURA (°C)	RESISTENCIA A LA COMPRESION HS KG/CM2			PROMEDIO
300	110.8	112.3	115.12	112.74
600	78.5	76.7	79.5	78.23
800	60.2	58.2	63.4	60.6
1000	19.6	18.5	18.4	18.83

La representación gráfica de los resultados de altas temperaturas nos muestra un comportamiento descendente de la resistencia a la compresión, mientras mayor sea la magnitud de la temperatura, menor será la resistencia mecánica del geopolímero. Esta relación inversamente proporcional se muestra a continuación:

Figura 31. Comportamiento de los Geopolímeros de HS frente a altas temperaturas

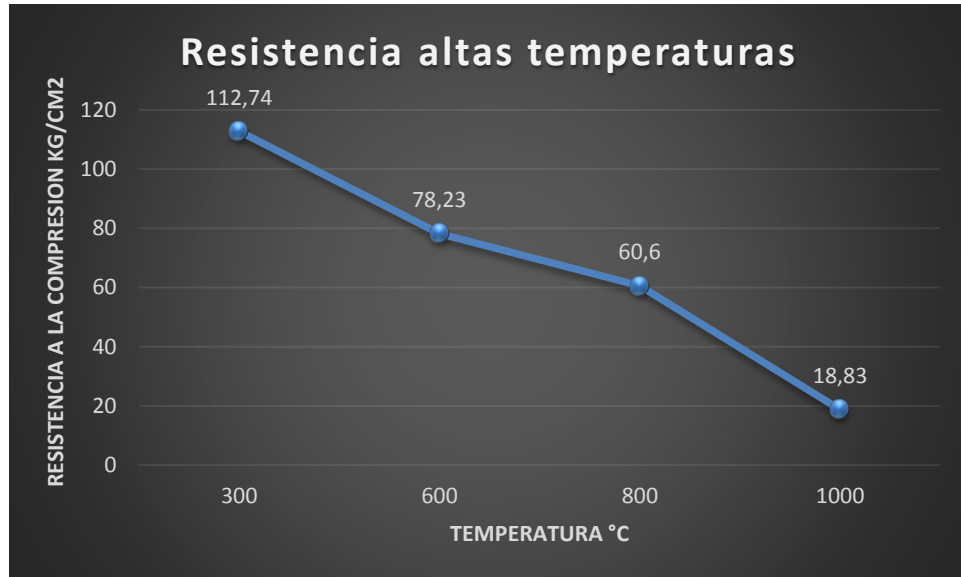


Tabla 27. Valores aritméticos de las probetas de CP expuestas a altas temperaturas

TEMPERATURA (°C)	RESISTENCIA A LA COMPRESION HS KG/CM2			PROMEDIO
300	112,5	113,8	109,7	112
600	75,4	78,8	80,5	78,2
800	55,5	58	60	57,8
1000	20,1	19,1	16,4	18,53

Figura 32. Comportamiento de las probetas de CP frente a altas temperaturas

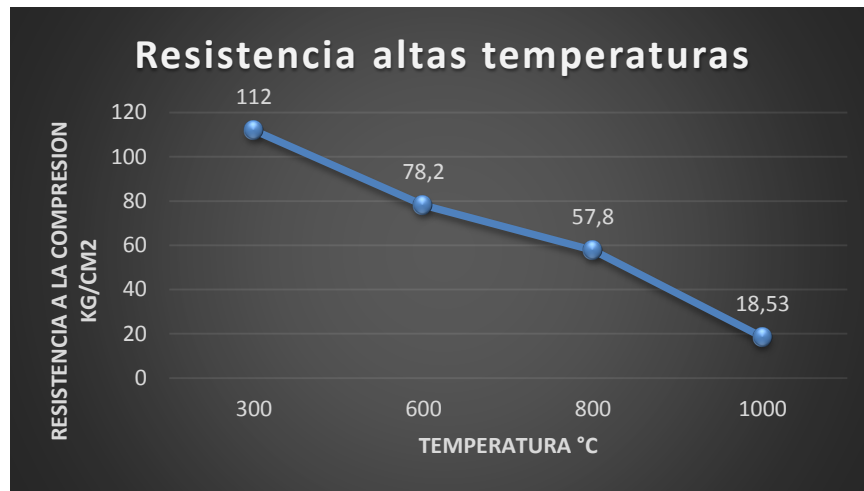
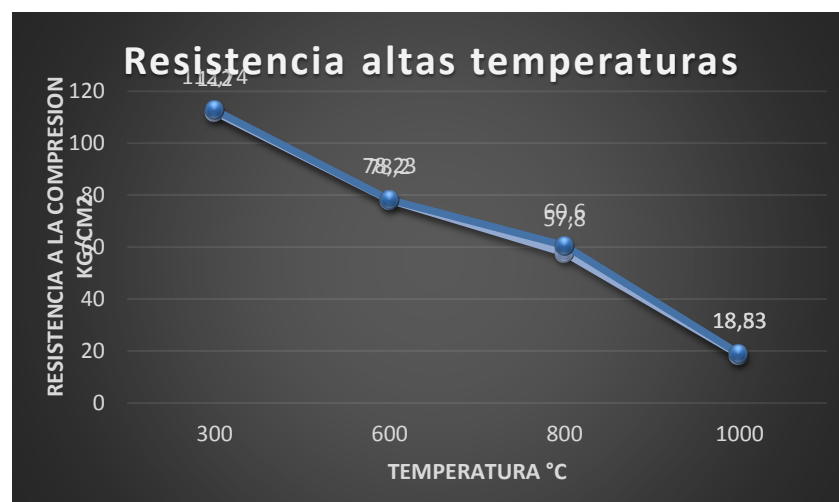


Tabla 28. Valores aritméticos de los geopolímeros vs probetas de CP expuestos a altas temperaturas

TEMPERATURA (°C)	CP (KG/CM <sup>2</sup> )	HS(KG/CM <sup>2</sup> )
300	112	112,74
600	78,2	78,23
800	57,8	60,6
1000	18,53	18,83

Figura 33. Comportamiento de los Geopolímeros de HS vs probetas CP frente a altas temperaturas



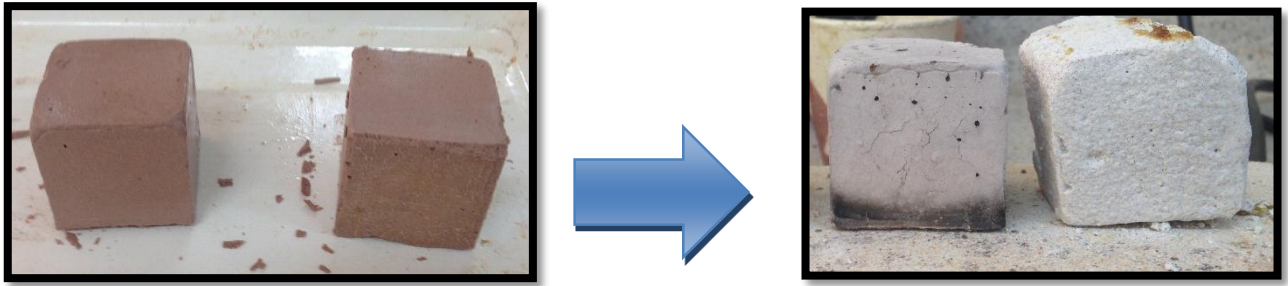
Nuevamente utilizamos polímeros sintetizados con hidróxido de sodio (HS) 12 molar, y silicato de sodio, puesto que ellos fueron los que mostraron mejores propiedades de resistencia a la compresión y durabilidad. Al igual que las pruebas de resistencia a la compresión los valores dados al aplicar altas temperaturas fue similar o mayor a las probetas sintetizadas a partir de cemento portland ordinario tipo I.

Cabe resaltar que esta prueba fue destructiva ya que después de sacadas las probetas de altas temperaturas se llevaron hacer las pruebas de compresión, y además se observó un cambio de coloración de las probetas al aumentar la temperatura y cuando la temperatura llegó a los 1000°C el material sufrió cambios físicos, se deformó plásticamente, hubo fenómenos de fracturamiento frágil unánime las temperaturas eran mayores.

Queda demostrado, al menos desde el punto de vista experimental, que los cementos geopoliméricos presentan una respuesta mecánica similar o mayor frente a los cementos ordinarios portland tipo, cualquiera que sea la prueba excepto de sumergido en ácidos. Es cierto que los cementos convencionales son materiales que tienen alta resistencia mecánica a pocos días de curado, se observó que los geopolímeros tienen mejores propiedades en varios ámbitos de la vida cotidiana y pueden ser materiales alternativos con alta durabilidad en el tiempo.

Figura 34. Cambio en la tonalidad y en la forma de los geopolímeros de hidróxido de sodio a temperaturas entre 600-1000°C.



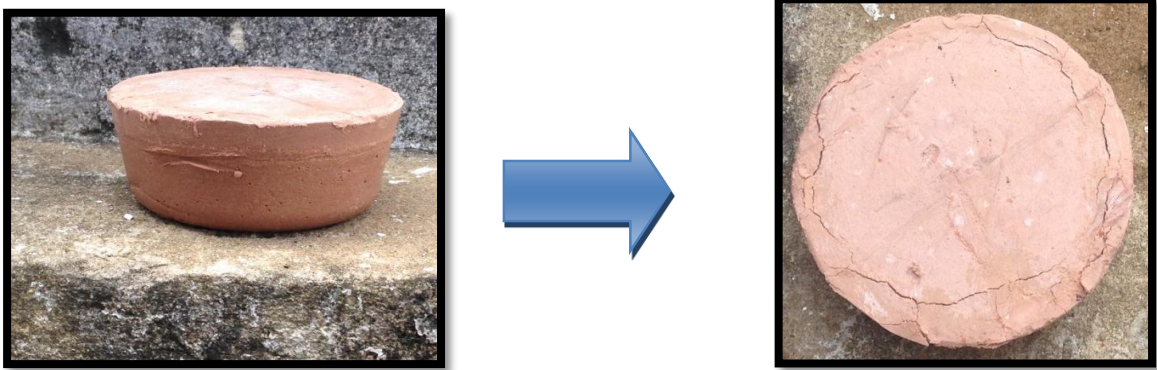


#### **4.6 PRUEBA AL MEDIO AMBIENTE.**

Al igual que en la prueba de resistencia al ataque por ácidos, los geopolímeros con tiempos de curado de 28 días con activación alcalina de NaOH (12M) y  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (12M) fueron llevados a un prueba que simulara condiciones ambientales típicas en este caso a precipitaciones, humedad y cambios de temperatura, contemplando nuevamente tiempos de inspección de 7, 14 y 28 días.

Los resultados obtenidos para este ensayo arrojó que los geopolímeros en los primeros 14 días experimentaron precipitaciones constantes, con una humedad relativa del 80% y una temperatura promedio de 28°C, en donde soportaron disminuyendo muy poco la resistencia a la compresión, a los 28 días estas probetas sufrieron un agrietamiento severo en la capa superficial el cual su compresión disminuyó sustancialmente ocasionando una fractura frágil.

Figura 35. Comparación de una probeta estándar con una de 28 días sometida a efectos ambientales (planta de aceros).



#### 4.7 PRUEBA DE RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.

En resumen, el análisis de la resistencia al choque térmico de materiales silíco-aluminosos o de alta alúmina se debe realizar a unos  $1000^{\circ}\text{C}$  con un tiempo de calentamiento de 30 minutos y un tiempo de enfriamiento de 10 minutos. El ensayo se realizó con 3 probetas de 28 días de curado, un activante de NaOH (12 M) y  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (silicato de sodio). Para la interpretación de los datos según la norma NTC 1432 se deben analizar el número de ciclos de calentamiento y enfriamiento junto con la descripción de la naturaleza de la falla. En términos generales las probetas soportaron 3 ciclos de calentamiento hasta la aparición de la primera grieta a temperaturas entre  $950\text{-}1000^{\circ}\text{C}$  y 4 ciclos de enfriamiento el cual se sumergieron en agua ( $25^{\circ}\text{C}$ ) durante 10 minutos, se le aplica una fuerza de compresión aproximada de  $150\text{ kg/cm}^2$  hasta donde estas sufrieran una disminución en la fractura media de fractura a la compresión, según la norma NTC 1432.

Comparando con trabajos previos de P. Kittl, G. Díaz y H. Alarcón [42] en donde analizaron choque térmico de cementos tipo Portland, discutieron el comportamiento mecánico y se observó que estos cementos sin ningún agregado que lo hagan refractario tienen una resistencia al choque térmico apenas de dos ciclos de calentamiento y 3 de enfriamiento aplicando una carga a la compresión de 150 kg/cm<sup>2</sup>.

Por otro lado, el cemento a partir del segundo ciclo de enfriamiento se presentó una gran fisuración y una fractura media de carácter frágil el cual determinó que sin agregados este tipo de material cementante no presenta los mejores resultados. Para el caso del test de fatiga del material geopolimérico la fractura media se fue presentando con pequeñas fracturas pero en la mayoría de sus casos al entrar en contacto con la temperatura estas se expandieron y al aplicar el enfriamiento y posterior carga las esquinas fueron las más afectadas ya que la tensión se concentró en las esquinas de las probetas.

Cabe mencionar que la utilización de agregados como alúmina y mezcla de NaOH (12M) y un tiempo de curado de 28 días ayuda a general propiedades refractarias, claro que para el caso de este diseño experimental la resistencia al choque térmico no tiene buenos resultados ya que mejoraría con agregados de cemento o aditivos refractarios para mejorar este tipo de resistencia, o se podría utilizar según la norma NTC 1432 una temperatura más baja y catalogar este tipo de material geopolimérico como uno de sílice y observar su comportamiento a una temperatura de 450°C durante 3 horas.

A continuación se nota el comportamiento de las probetas de material geopolimérico en el ensayo de resistencia de choque térmico mostradas en las siguientes figuras:

Figura 36. Probetas después de primer y segundo ciclo de calentamiento respectivamente.



Figura 37. Probeta después de 3 ciclo de enfriamiento aplicando una carga de compresión de 150 kg/cm<sup>2</sup>.



#### 4.8 PRUEBA DE RESISTENCIA DE ATAQUE POR ESCORIA.

En este ensayo se utilizaron probetas de 28 días con un tiempo de curado en donde se simuló un ambiente el cual estos materiales geopoliméricos sean resistentes a la corrosión por medio del ataque de escoria, por lo tanto se trabajó con una temperatura de 1000°C y una escoria ácida. Previamente se le realizó la perforación para la realización del ensayo en una mufla calibrada durante dos horas.

Por otro lado, el análisis se realizó con el diagrama del perfil obtenido en la probeta después de un corte diagonal, en donde se analizaron factores influyentes en la determinación de la resistencia al ataque por escoria entre los cuales nos arrojará valores de impregnación total, solubilidad de la escoria en las paredes de la probeta y su penetración total.

Para determinar la eficiencia de este ensayo trabajamos con una escoria carácter ácido proporcionado por la empresa METALURGICA DE SANTANDER LTDA, el cual proviene de fundiciones por horno cubilote.

A continuación se presenta el análisis de DRX de la escoria el cual comprueba el carácter ácido de la muestra.

Figura 38. Difractograma de la escoria utilizada en el ensayo de resistencia al ataque por escoria.

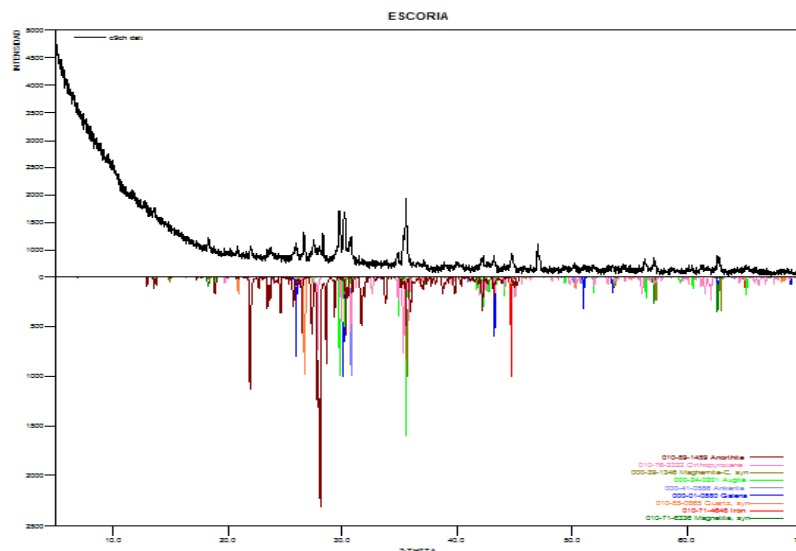


Figura 39. Imagen de la escoria utilizada para la resistencia al ataque por escoria.



En la siguiente tabla con uso de fórmulas se determinó los factores más importantes para determinar la resistencia al ataque por escoria.

Tabla 29. Resultados del análisis de la resistencia por ataque por escoria.

Probetas	Solubilidad	Impregnación	Penetración total
1	0,025	1,375	0,39
2	0,01	0,4	0,55

Figura 40. Probeta atacada por escoria después de 2 horas en la mufla.



Figura 41. Corte diagonal que muestra el perfil del ataque por escoria.



En la interpretación obtenida por el ensayo de ataque por escoria podemos ver que esta mezcla posee buenas propiedades de resistencia a la corrosión cuando se trabajan con escorias ácidas, para que sean utilizados en hornos de cubilote o como un refractario se tendría que mejorar las propiedades de resistencia a altas temperaturas como se muestra en la figura 41, al elevar la temperatura se agrieta fácilmente.

#### **4.9 PRUEBA DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).**

En el análisis del material geopolimérico se utilizó un ensayo de microscopía electrónica de barrido en conjunto de un análisis de EDS para observar la aglomeración, sintetización de las partículas y presencia o ausencia de fases cristalinas.

El principal objetivo de este ensayo era buscar que la mezcla geopolimérica tuviera aglomeración al transcurrir su tiempo de curado. Para este ensayo se utilizaron 2 probetas el cual se analizó el cambio de tiempo de curado de 3 y 28 días en donde el objetivo es hacer una comparación en cuanto la aglomeración y sinterización de las partículas en dos tiempos diferentes.

Por consiguiente, la preparación de la muestra se empleó un recubrimiento de carbono para determinar más fácil las fases cristalinas presentes, con un vacío previo de 20 minutos para la toma de las fotografías. Las probetas del análisis fueron una de 3 y 28 días de curado con activante alcalino de NaOH y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. A continuación se presentara las fotografías de las dos probetas con su respectivo análisis de EDS en donde se corroboran las fases elementales presentes en el material geopolimérico.

Figura 42. Micrografía a 5000x de la probeta de 3 días con una mezcla de NaOH (12M) y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (16M)

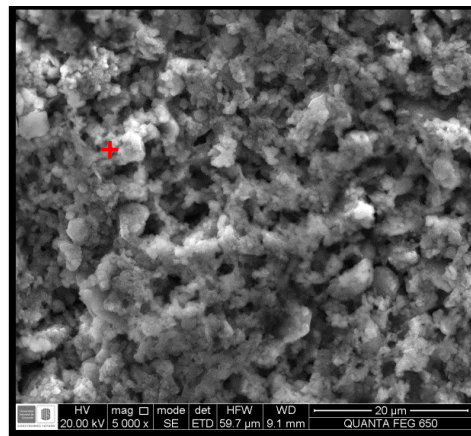
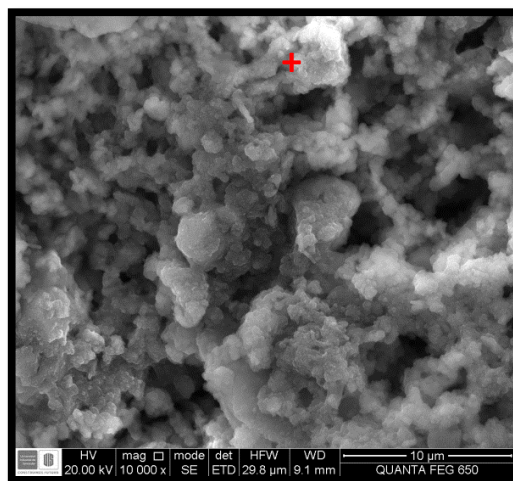


Figura 43. Micrografía a 10000x de la probeta de 3 días con una mezcla de NaOH (12M) y NaSiO<sub>3</sub> (16M)



En estas micrografías podemos observar la sinterización que tuvieron las partículas en el poco tiempo que tiene el material geopolimérico. También podemos determinar que las zonas claras en las micrografías vendría siendo la matriz aluminosilicato en conjunto con los agregados de caolín y alúmina.

### Análisis elemental por EDS de probeta de 3 días.

Figura 44. Mapeo seleccionado para el análisis elemental para probeta 3 días.

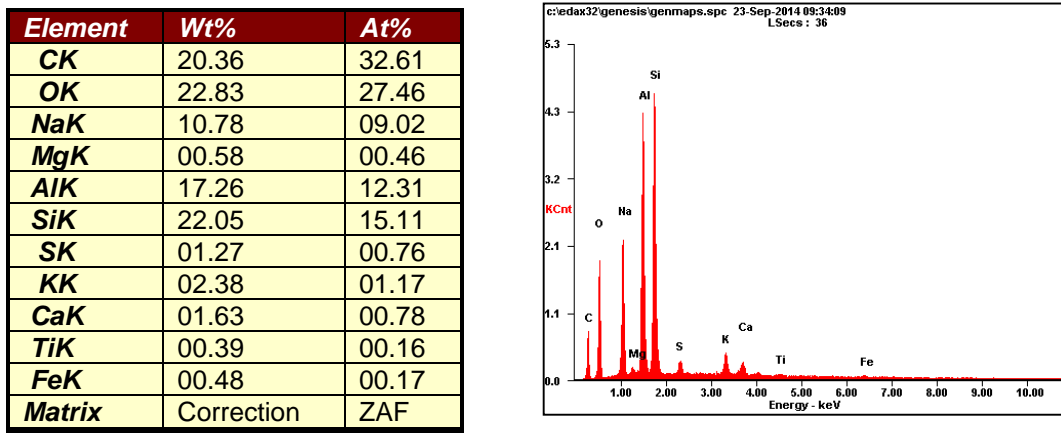
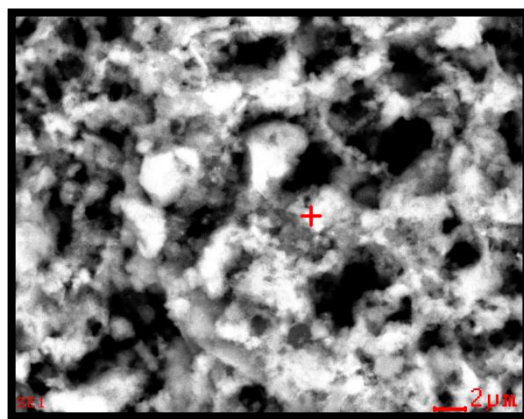


Figura 45. Determinación de las fases elementales de un punto seleccionado.



Según el punto seleccionado para la inspección de las fases elementales, podemos ver que la cantidad significativa de elemento como Si, Al, Na y K

haciendo referencia a la aglomeración que presentó la combinación de aluminio-silicato con la activación alcalina de NaOH y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.

Figura 46. Micrografía a 5000x de probeta de 28 días de curado.

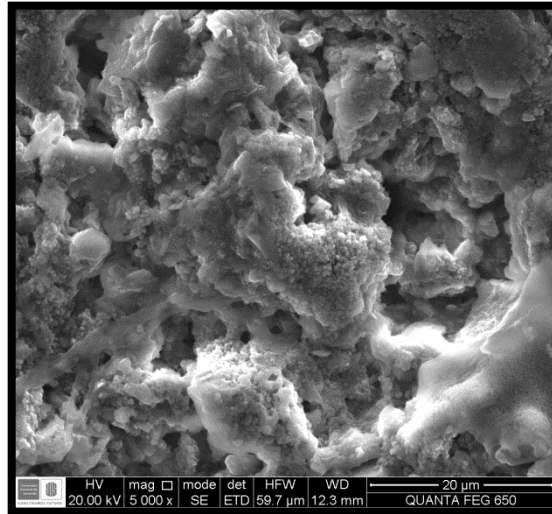
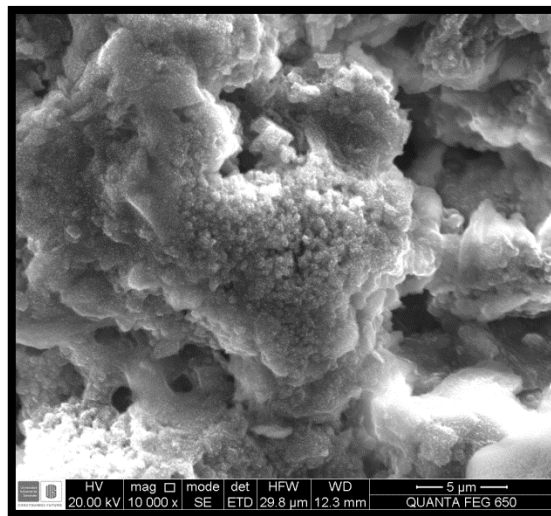


Figura 47. Micrografías a 1000x de probeta de 28 días de curado.



En estas micrografías podemos observar una sinterización y aglomeración más profunda el cual la unión de la mezcla con la activación alcalina, confirman la

unión cementante que ayuda a que estos materiales geopoliméricos presenten buenas propiedades mecánicas.

**Análisis elemental por EDS de probeta de 28 días.**

Figura 48. Mapeo seleccionado para el análisis de la probeta de 28 días.

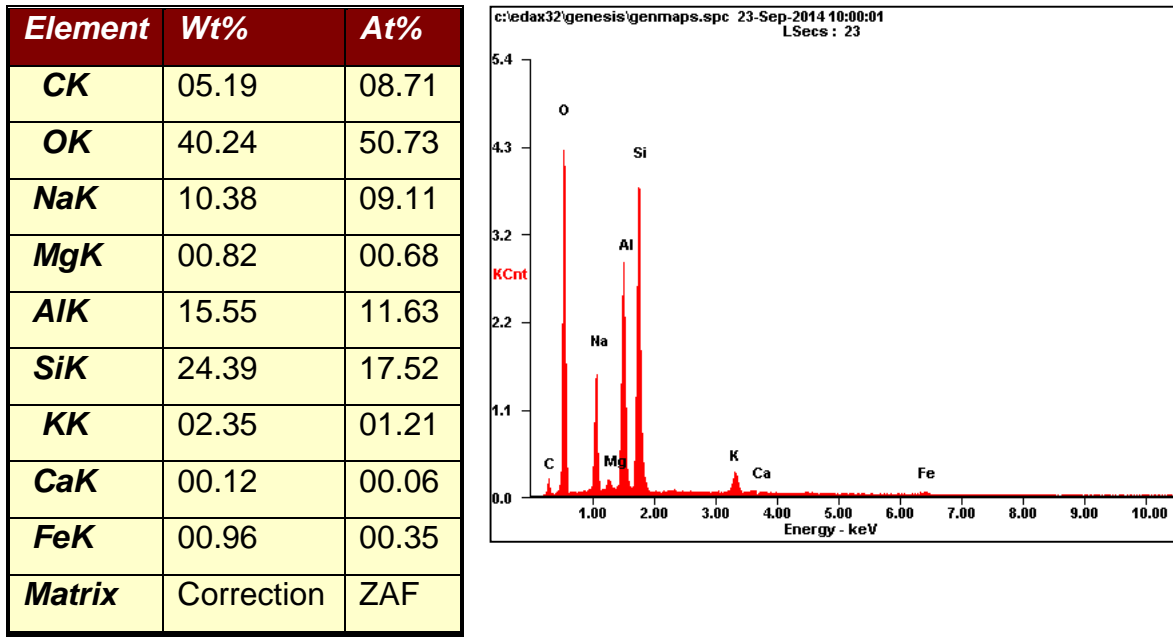
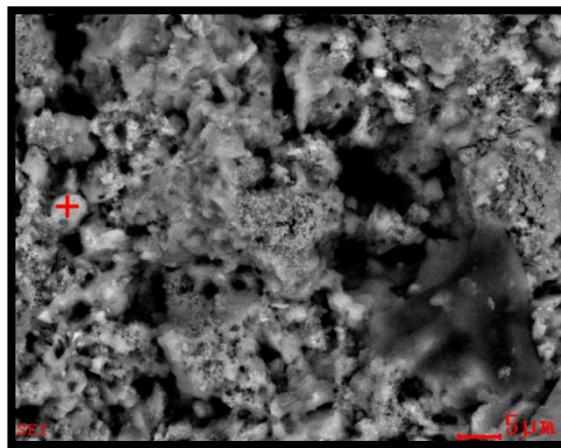


Figura 49. Determinación de las fases elementales de un punto seleccionado.



Según el punto seleccionado para la inspección de las fases elementales, podemos ver que la cantidad significativa de elemento como Si, Al, Na y K haciendo referencia a la aglomeración que presento la combinación de aluminio-silicato con la activación alcalina de NaOH y Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> de manera más efectiva con respecto al análisis de la probeta de 3 días observando unos picos más semejantes el cual ayudan a que estos materiales geopoliméricos tengan más propiedades cementantes.

En la figura 45 y 49 muestra los resultados representativos de la caracterización por mapeo químico elemental de energía dispersa de rayos x, estas dos figuras se seleccionaron las zonas brillantes en donde representa en el mayor de los casos la mezcla de aluminio-silicatos del subproducto minero con los demás aglomerantes utilizados en la obtención del material geopolimérico. En el análisis de las zonas un tono más gris y apariencia viscosa es la activación alcalina que se produjo durante el curado de 24 horas en el horno a temperatura constante.

Durante el desarrollo de la prueba de microscopía se trató de inspeccionar y tomar micrografías en todas las partes visibles de la probeta, encontrando algunos casos partículas brillantes que asemejan a las moléculas de TiO<sub>2</sub>, unas partículas menos brillantes que asemejan a compuestos de SiO<sub>2</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y unas partículas más opacas que asemejan a partículas de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## 5. CONCLUSIONES

- Se logró llevar a cabo el proceso de síntesis de geopolímeros a base de subproductos mineros abarcando la caracterización granulométrica, química y fisicoquímica de los materiales empleados como sustituyentes parciales del cemento ordinario portland tipo I. Igualmente se pudo determinar experimentalmente el comportamiento de estos materiales en diferentes ámbitos y pruebas de resistencia mecánica.
- Análogamente se determinó que el uso de los residuos de mineral aurífero como sustituyente del cemento portland ordinario tipo 1, resulta interesante desde el punto de vista de durabilidad y resistencia mecánica de los materiales. Aquellos geopolímeros sintetizados a partir de hidróxido de sodio, presentaron una resistencia mecánica similar frente a los morteros elaborados con cemento ordinario; Coexistiendo una relación exponencial de la resistencia mecánica de los geopolímeros comparados con los cementos rutinarios.
- Se comprobó que con la ayuda de los paquetes estadísticos en el desarrollo del diseño experimental, fue satisfactorio ya que con este se logró escoger la mejor combinación de minerales para la materia prima del geopolímero. Entre más repeticiones y combinaciones de los diferentes minerales se logra un mejor estudio de las propiedades químicas y físicas, dando así un resultado óptimo en el geopolímero resultante.
- El comportamiento de los geopolímeros en los diferentes ensayos de desempeño y durabilidad (como lo fueron las pruebas de resistencia a la compresión, permeabilidad, resistencia ataques con ácidos, resistencia a la corrosión y resistencia a altas temperaturas), fueron similares o mayores frente a los materiales que fueron elaborados de cemento portland ordinario tipo I. Con esto se pudo dar valor agregado a los residuos de mineral aurífero

generados de la mina REINA DE ORO LTDA en el municipio de Vetas, Santander.

- Los resultados de las diferentes pruebas experimentales fueron prósperas, lo cual demuestra que los geopolímeros a base de residuos mineros auríferos representan una alternativa viable como materiales de construcción. De esta manera se podría pensar en la posibilidad de promover un material amigable con el medio ambiente, con altas propiedades físicas y químicas.

## 6. RECOMENDACIONES

- La influencia del parámetro experimental de la solución empleada en la síntesis geopolimérica deber ser estudiada con mayor profundidad, variando la concentración y porcentajes. Si bien es cierto que el éxito de la reacción de geopolimerización esta argumentada en la literatura únicamente en el grado de finura del material de partida, es muy probable que la solución alcalina juegue un papel importante en dicha reacción.
- Buscar nuevas alternativas de estabilización del geopolímero como lo puede ser agregando pequeñas cantidades de cemento o feldespato que ayuden a mejorar las propiedades físicas y químicas. También se recomienda hacer un diseño experimental en el tiempo de curado a diferentes rangos de temperatura, o curado al ambiente para tener mejores resultados a la hora de escoger una mejor opción de sintetizar un geopolímero.
- La Escuela de Metalúrgica necesita seguir promoviendo el desarrollo de proyectos de investigación de nuevos materiales amigables con el medio ambiente. El ingeniero metalúrgico debe saber manejar los residuos que se generan en la minería, fundición, entre otros procesos y aprovecharlos en la reutilización para crear nuevos materiales o darles un uso adecuado que no contaminen el ambiente.
- Por último, en la reacción de geopolimerización existen condicionantes de tipo químico y físico determinantes en su óptimo resultado. Entre los primeros parámetros se tuvo en cuenta la solución alcalina (compuesta por hidróxido de sodio o de potasio y por una solución de silicato de sodio) con la que se iba a trabajar. La concentración de 12 molar la más adecuada según la literatura, repercutió de manera positiva en la resistencia mecánica de cada uno de los

geopolímeros sintetizados. Por lo tanto se comprobó que una combinación de hidróxido de sodio 12 molar y el material con un grado de finura (malla Tyler 100) semejante al del cemento ordinario, se traduce en grandes incrementos en las propiedades mecánicas de los geopolímeros en donde se comprobó que el tiempo y la temperatura de curado óptima en las reacciones de geopolimerización deben ser de 24 horas y 90°C.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SÚPER CEMENTO CON GEOPOLÍMEROS, 2010. Disponible en: <http://www.universoarquitectura.com/super-cemento-con-geopolimeros/>.
- [2] LOS GEOPOLIMEROS, 2012. Disponible en: <http://www.quimicas.net/2012/11/los-geopolimeros.html>.
- [3] DAVIDOVITS, J. AND DAVIDOVICS, M., Geopolymer: room-temperature ceramic matrix for composites, *Ceramics Engineering Science Process*, 9, 7-8, 835-842, (1998).
- [4] M. MONZÓ1, A. FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ2, M. VICENT1, A. PALOMO2, A. BARBA 1. Activación alcalina de metacaolín. Efecto de la adición de silicato soluble y de la temperatura de curado.
- [5] MEJÍA, R., BERNAL, S., RODRÍGUEZ, E. (2006). Nuevos concretos para el aprovechamiento de un sub-producto industrial. Congreso Iberoamericano de Metalurgia y Materiales, Habana, Cuba, Octubre 8 de 2006.
- [6] HUA, X., DEVENTER, J.S.J. (2000). The geopolymerization of alumino-silicate minerals. *International Journal of Mineral Processing* 59, 247-266.
- [7] ALONSO, S., PALOMO, A. (2001). Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio. *Materials Letters* 47, 55–62.
- [8] SANJAYAN, J., SIOULAS, B. (2000). Strength of slag-cement cured in place and in other conditions. *ACI Materials Journal* 97, 603-611.

- [9] VAN JAARSVELD, J.G.S., VAN DEVENTER, J.S.J., LUCKEY, G.C. The effect of composition and temperature on properties of fly ash and Kaolinite-Based geopolymers: J. Chem. Eng. V. 89.2002.
- [10] PUERTAS, F., BARRA, A., GAZULLA, M.F., GOMEZ, M.P., PALACIOS, M., MARTINEZ, S. (2006). Ceramic wastes as raw materials in Portland cement clinker fabrication: characterization and alkaline activation. Materiales de Construcción, Vol. 56(281), 73-84.
- [11] ROBERTO YARZUN PABLO HIGUERAS & JAVIER LILLO. Minería Ambiental, Una introducción a los Impactos y su Remediación.
- [12] SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE, RECURSOS NATURALES Y PESCA. INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA DIRECCIÓN GENERAL DE MATERIALES, RESIDUOS Y ACTIVIDADES RIESGOSAS MINIMIZACIÓN Y MANEJO AMBIENTAL DE LOS RESIDUOS SÓLIDOS.
- [13] C230/C230M-08, Especificación Estándar para Tabla de flujo para uso en ensayos de cemento hidráulico.
- [14] C-305, Práctica estándar para la mezcla mecánica de pastas de cemento hidráulico y morteros de consistencia plástica.
- [15] C-109, Método de Prueba Estándar para la Resistencia a la Compresión de Morteros de Cemento Hidráulico (Usando 2 pulgadas o [50 mm] Cube muestras).
- [16] ELEMENTOS DE PREPARACIÓN DE MINERALES. Taggart Arthur. Madrid, España. Interciencia 1966.

[17] KELLY, E and SPOTTISWOOD, D. Introduction to Mineral Processing. John Willy & Sons, Inc. 1982.

[18] PEDRAZA ROSAS, Julio Elías. Manual de Procesos de Minerales II. Concentración. Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Ciencias de Materiales. Facultad de Ciencias Físico-Químicas. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga. 1992.

[19] GEYH, MEBUS A. AND HELMUT SCHLEICHER, 1990. Absolute Age Determination. Physical and Chemical Dating Methods and Their Application. Springer-Verlag.

[20] CASTILLA, J y PASCUAZA, B, Obtención De Mortero A Partir De Residuos Del Beneficio Gravimétrico De La Galena, Tesis investigativa, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga-Colombia, 2006.

[21] DAVIDOVITS, J. 1993, J., From Ancient Concrete to Geopolymers, Adapted from Arts et métiers magazine No 180.1993.

[22] DAVIDOVITS, J. 1993, J., Global warming impact on the cement and aggregates industries, World Resources Review, 6, 2, 263-278. 1994.

[23] PACHECO, F., et al., properties of tungsten mine waste geopolymeric binder. Construction and Building MATERIALS. Magazine No 22. 2008.

[24] PACHECO, F., et al., influence of sodium carbonates addition on the thermal reactivity of tungsten mine waste mud based binders. Construction and Building MATERIALS. Magazine No 24. 2010.

- [25] XU, H., VAN DEVENTER, J.S.J. The geopolymerization of aluminio-silicate minerals: Int. J. Miner. Process. V. 59. 2000.
- [26] FERNANDEZ-JIMENEZ, A., GARCIA-LODEIRO, I, PALOMO, A., Durability of Alkali Activated Fly Ash Cementitious Materials, Journal of Materials Science, v. 42.2007.
- [27] CHENG, T.W., CHIU, J.P., Fire-resistant geopolymer produced by granulated blast furnace slag. Minerals Engineering 16, 205-210. 2003.
- [28] PACHECHO, F., et al., Properties of tungsten mine waste geopolymeric binder. Construction and Building MATERIALS. Magazine No22. 2008.
- [29] KHALE, D. AND CHAUDHARY, R., Mechanism of Geopolymerization and Factors Influencing its Development: a review, Journal of Materials Science, v. 42. 2007.
- [30] PALOMO, A., FERNANDEZ-JIMENEZ, A., KAVALCHUK, G., Activación alcalina de cenizas volantes. Relación entre el desarrollo mecánico y resistente y la composición química de la ceniza. Materiales de Construcción. Vol. 58. 2008.
- [31] NEVILLE, A.M. Properties of Concrete (Fourth and Final Ed.). Essex, England: Pearson Education, Longman group. 2000.
- [32] BARBOSA, V. F. F., MACKENZIE, K. J. D. AND THAUMATURGO, C., Synthesis and Characterization of Materials Based on Inorganic Polymers of Alumina and Silica: sodium polysialate polymers, international Journal of Inorganic Materials. 2000.

[33]RAHIER, H., WASTIELS, J., BIESEMANS, M., WILLEM, R., VAN ASSCHE, G., VAN MELLE, B., Reaction Mechanism, Kinetics and High Temperature Transformations of Geopolymers, Journal of Materials Science, V. 42. 2007.

[34] VAN JAARVELD, J.G.S., VAN DEVENTER, J.S.J., LORENZEN, L. the potential use of geopolymeric Materials to immobilize toxic metal: part I. theory and applications. Minerals Engineering 10, 659-669. 1997.

[35]ANDINI, S., et al., Coal fly ash as raw material for the manufacture of geopolymer based products. Waste Management, Volume 28. 2001.

[36]BAKHAREV, T., Geopolymeric Materials Prepared Using Class F Fly Ash and Elevated Temperature Curing, Cement and Concrete Research, V. 35. 2005.

[37]URL:<http://www.upme.gov.co/Docs/Seminarios/2011/EEE/2%20ALEJANDRO%20SALAZAR>. Pdf.

[38]NTC 220, Método de prueba estándar para la resistencia a la compresión de morteros de cemento hidráulico (usando 2 pulgadas o [50 mm] muestras cubicas).

[39]NTC 226, METODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR LA FINURA DEL CEMENTO HIDRAULICO POR MEDIO DE LOS TAMICES DE 75 UM - NO. 200 - Y 150 UM - NO. 100 .

[40]NTC 1416, PRODUCTOS REFRACTARIOS.DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL ATAQUE DE ESCORIA.

[41] NTC1432 MATERIALES REFRACTARIOS. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.

[42] Dosificación de un mortero refractario cemento-talco chamota sometido a choque térmico. P. KITTL, G. DÍAZ y H. ALARCÓN Departamento de Ingeniería de Materiales, IDIEM, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas Universidad de Chile, Casilla 1420, Santiago, Chile.

## BIBLIOGRAFÍA

BAKHAREV, T., Geopolymeric Materials Prepared Using Class F Fly Ash and Elevated Temperature Curing, Cement and Concrete Research, V. 35. 2005.

C-109, Método de Prueba Estándar para la Resistencia a la Compresión de Morteros de Cemento Hidráulico (Usando 2 pulgadas o [50 mm] Cube muestras).

DAVIDOVITS, J. 1993, J., From Ancient Concrete to Geopolymers, Adapted from Arts ET métiers magazine No 180.1993.

DAVIDOVITS, J. 1993, J., Global warming impact on the cement and aggregates industries, World Resources Review, 6, 2, 263-278. 1994.

DAVIDOVITS, J. AND DAVIDOVICS, M., Geopolymer: room-temperature ceramic matrix for composites, Ceramics Engineering Science Process, 9, 7-8, 835-842, (1998).

ELEMENTOS DE PREPARACIÓN DE MINERALES. Taggart Arthurf. Madrid, España. Interciencia 1966.

MEJÍA, R., BERNAL, S., RODRÍGUEZ, E. (2006). Nuevos concretos para el aprovechamiento de un sub-producto industrial. Congreso Iberoamericano de Metalurgia y Materiales, Habana, Cuba, Octubre 8 de 2006.

PALOMO, A., FERNNDEZ-JIMENEZ, A., KAVALCHUK, G., Activación alcalina de cenizas volantes. Relación entre el desarrollo mecánico y resistente y la composición química de la ceniza. Materiales de Construcción. Vol. 58. 2008.

VAN JAARVELD, J.G.S., VAN DEVENTER, J.S.J., LORENZEN, L. the potential use of geopolymeric Materials to immobilize toxic metal: part I. theory and applications. Minerals Engineering 10, 659-669. 1997.

XU, H., VAN DEVENTER, J.S.J. The geopolymerization of aluminio-silicate minerals: Int. J. Miner. Process. V. 59. 2000.