

Evaluación de arcillas activadas como materiales puzolánicos en la formulación de cemento

Pórtland

Silvia Juliana Gómez Castro

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniera Química

Modalidad pasantía de investigación

Director

Dionicio Antonio Laverde Cataño

Doctor Ingeniería Industrial, área Ciencia de los Materiales

Codirector

Gustavo Adolfo Sánchez Mathon

Doctor en Ingeniería Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2025

Dedicatoria

Agradezco primeramente a Dios, por darme la fortaleza, la sabiduría y paciencia para alcanzar mis metas.

A mi madre, Diana Castro, quien desde siempre ha sido mi mayor fuente de amor y fortaleza. Gracias por demostrarme lo orgullosa que estás de mí, incluso en los momentos en que yo misma dudaba de mis capacidades, y por ser mi apoyo constante. Te amo profundamente.

A mis hermanos, Julián y Montserrat, quienes son la razón de mi constante esfuerzo por ser una mejor persona cada día. Los adoro.

A mi nona, Gladys Bolívar, quien ha sido mi fiel compañera. Gracias por estar siempre a mi lado, por tus oraciones constantes y por brindarme tu amor incondicional. Te amo.

A mi tío, William Castro, quien siempre ha estado a mi lado, brindándome su apoyo incondicional en cada momento de mi vida. Gracias por darme el amor y la orientación de un padre. Eres mi mejor amigo, mi confidente, y te amo con todo mi corazón.

A mi nono, Álvaro Castro, aunque ya no estés físicamente conmigo, sé que estás orgulloso de mí. Tu amor y tus enseñanzas siguen vivos en mi corazón.

A toda mi familia, incluyendo a mi padrastro, por su amor, apoyo constante. Este logro es también suyo. Los quiero con todo mi corazón.

A mis amigas, Angie y Andrea, por ser mi apoyo incondicional en cada etapa de mi carrera. Gracias por su amor, risas y motivación. Su amistad es muy valiosa para mí.

Finalmente, este logro me lo dedico a mí misma. A mi esfuerzo, mi perseverancia y a no rendirme. Me siento orgullosa de mí misma, porque este logro es el reflejo de mi lucha y mis sueños.

Agradecimientos

A mi alma máter, la Universidad Industrial de Santander, por brindarme las herramientas, el conocimiento y el apoyo necesario para desarrollar este trabajo. Me ha dado una formación sólida y me ha permitido crecer académica y personalmente.

A la Universidad de la República en Uruguay, que fue mi hogar durante la pasantía de investigación, por darme la oportunidad de realizar este proyecto con éxito.

A la Escuela de Ingeniería Química y todos sus profesores, quienes fueron mi hogar durante estos años, por el apoyo brindado en cada etapa de mi carrera y por compartir sus conocimientos.

Al profesor Dionicio Laverde, mi director, por haber confiado en mí desde el inicio y por brindarme su apoyo constante. Su confianza ha sido clave en mi crecimiento personal y académico.

Al profesora Gustavo Sánchez, mi codirectora, por haber aceptado que fuera su alumna en Uruguay, por su dedicación y paciencia al enseñarme desde cero, y por brindarme su valiosa orientación. Gracias por confiar en mí y por compartir su conocimiento de manera tan generosa.

A el programa de movilidad académica MARCA, por brindarme el apoyo necesario para estar en Uruguay y realizar mi pasantía con éxito. Su colaboración fue fundamental para que este proyecto se hiciera realidad.

Finalmente, gracias a todos los que hicieron posible que este proyecto se hiciera realidad. Su apoyo, dedicación y colaboración han sido fundamentales en cada paso de este proceso.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	9
1. Objetivos	11
1.1 Objetivo General	11
1.2 Objetivos Específicos.....	11
2. Estado del arte.....	12
3. Metodología	15
3.1 Fase I: selección y caracterización de arcillas	15
3.2 Fase II: tratamiento térmico	16
3.3 Fase III: análisis estructural, microestructural y evaluación de la puzolanicidad.....	17
4. Análisis de resultados	27
4.1 Fase I: selección y caracterización de arcillas	27
4.2 Fase II: tratamiento térmico	31
4.3 Fase III: análisis estructural, microestructural y evaluación de la puzolanicidad.....	35
5. Conclusiones	45
6. Recomendaciones	46
Referencias Bibliográficas	47

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 <i>Composición química de las arcillas mediante fluorescencia de rayos X (XRF).</i>	27
Tabla 2 <i>Caracterización química arcilla M1 mediante análisis de fluorescencia de rayos X.</i>	30
Tabla 3 <i>Resultados del método de Frattini para la evaluación de la actividad puzolánica de las arcillas.</i>	41
Tabla 4 <i>Resultados del índice de puzolanidad.</i>	43

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 <i>Diagrama de las fases en la metodología de la investigación</i>	15
Figura 2 <i>Diagrama para la determinación de la puzolanicidad.</i>	24
Figura 3 <i>Composición cristalográfica de las arcillas mediante difracción de rayos X (XRD)</i>	28
Figura 4 <i>Resultado para la arcilla M1 del análisis de difracción de rayos X.</i>	31
Figura 5 <i>Comportamiento térmico de las arcillas a diferentes temperaturas.</i>	32
Figura 6 <i>Análisis TGA-DTG de las tres arcillas.</i>	34
Figura 7 <i>Espectros FTIR de las arcillas antes y después del tratamiento térmico.</i>	36
Figura 8 <i>Curvas granulométricas de las arcillas 1 y 3 según la norma ASTM D7928.</i>	38
Figura 9 <i>Relación entre la concentración de CaO y OH⁻ a 40°C para el análisis de comportamiento puzolánico.</i>	42
Figura 10 <i>Microscopía electrónica de barrido (SEM) para morteros de cemento sin y con adición de arcilla (30% arcilla 1 y 30% arcilla 3).</i>	45

Resumen

Título: Evaluación de arcillas activadas como materiales puzolánicos en la formulación de cemento Pórtland*

Autor: Silvia Juliana Gómez Castro**

Palabras Clave: Arcillas activadas, Material puzolánico, Cemento Pórtland.

Descripción: La creciente preocupación por el cambio climático y la necesidad de un desarrollo sostenible han impulsado a la industria cementera a buscar alternativas más ecológicas en sus procesos productivos. Entre los principales desafíos ambientales, la industria cementera ha explorado diversas estrategias para reducir la huella de carbono, en especial el caso del cemento Pórtland, cuyo proceso de producción demanda gran cantidad de energía y genera significativas emisiones de gases de efecto invernadero debido a la calcinación en el proceso de fabricación del clínker. Ante esta problemática, el presente estudio se centra en evaluar el uso de materiales puzolánicos como adiciones en la formulación de cemento Pórtland, con el objetivo de reducir parcialmente el contenido del clínker.

La metodología incluyó la caracterización físico-química y mineralógica de tres muestras de arcillas mediante análisis termogravimétrico (TGA-DTG), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y análisis granulométrico por hidrómetro. Las arcillas fueron sometidas a activación térmica a diferentes temperaturas para optimizar sus propiedades puzolánicas. Posteriormente se evaluó su índice de puzolanidad según la Norma UNIT 1035 y su capacidad de reaccionar con hidróxido de calcio mediante el método químico de Frattini.

Los resultados evidenciaron que las arcillas activadas poseen una significativa actividad puzolánica, destacándose aquellas con mayor contenido de caolinita tras la activación térmica a temperaturas entre 600°C y 800°C. Se observó una notable reducción en la concentración de iones hidroxilo y óxido de calcio en solución, evidenciando una alta reactividad química. Además, el análisis FTIR reveló cambios estructurales significativos que correlacionan con el aumento de la actividad puzolánica.

En conclusión, el estudio confirmó que las arcillas activadas constituyen una alternativa viable y sostenible para su uso como material cementante suplementario en la producción de cemento Pórtland.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Programa académico. Director: Dionicio Antonio Laverde Cataño. P.hD en Ingeniería Industrial, área Ciencia de los Materiales. Codirector: Gustavo Adolfo Sánchez Mathon. P.hD en Ingeniería Química.

Abstract

Title: Evaluation of activated clays as pozzolanic materials in Portland cement formulation*

Author: Silvia Juliana Gómez Castro**

Key Words: Activated clays, Pozzolanic material, Portland cement.

Description: The growing concern about climate change and the need for sustainable development have driven the cement industry to seek more eco-friendly alternatives in its production processes. Among the main environmental challenges, the cement industry has explored various strategies to reduce its carbon footprint, particularly in the case of Portland cement, whose production process demands a significant amount of energy and generates substantial greenhouse gas emissions due to calcination in clinker production. In response to this issue, the present study focuses on evaluating the use of pozzolanic materials as additives in Portland cement formulation, aiming to partially reduce the clinker content.

The methodology included the physicochemical and mineralogical characterization of three clay samples through thermogravimetric analysis (TGA-DTG), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), and particle size analysis by hydrometer. The clays were subjected to thermal activation at different temperatures to optimize their pozzolanic properties. Subsequently, their pozzolanicity index was evaluated according to the UNIT 1035 Standard, and their ability to react with calcium hydroxide was assessed using the Frattini chemical method.

The results demonstrated that activated clays exhibit significant pozzolanic activity, with those containing higher kaolinite content standing out after thermal activation at temperatures between 600°C and 800°C. A notable reduction in hydroxyl ion and calcium oxide concentrations in solution was observed, indicating high chemical reactivity. Additionally, the FTIR analysis revealed significant structural changes that correlate with the increase in pozzolanic activity.

In conclusion, the study confirmed that activated clays represent a viable and sustainable alternative as a supplementary cementitious material in Portland cement production. Their incorporation not only reduces clinker dependency and associated CO₂ emissions but also improves the mechanical properties and durability of the cement, contributing to mitigating the environmental impact of the construction industry.

* Degree Work

** Faculty of Physical and Chemical Engineering. School of Chemical Engineering. Academic Program. Director: Dionicio Antonio Laverde Cataño. PhD in Industrial Engineering, Materials Science. Co-director: Gustavo Adolfo Sánchez Mathon. PhD in Chemical Engineering.

Introducción

La creciente preocupación por el cambio climático y la necesidad de un desarrollo sostenible han impulsado a la industria de la construcción a buscar alternativas más ecológicas en sus procesos productivos. En respuesta a estos desafíos ambientales, la industria cementera ha explorado diversas estrategias para reducir la huella de carbono, en especial en el caso del cemento Pórtland, que es un conglomerante hidráulico ampliamente utilizado en la construcción debido a sus propiedades mecánicas, durabilidad y versatilidad, pero que tiene un impacto contaminante debido a la energía requerida en su producción y las emisiones de gases de efecto invernadero generadas durante el proceso de calcinación del clínker, su componente principal.

El clínker es el principal constituyente del cemento Portland y se obtiene mediante un proceso que incluye la calcinación de carbonato de calcio (CaCO_3) a temperaturas cercanas a los 900°C , lo que resulta en la formación de óxido de calcio (CaO) y la liberación de dióxido de carbono (CO_2).

En consecuencia, con una responsabilidad más ecológica, entre las soluciones más estudiadas se encuentra el reemplazo parcial del clínker con materiales cementantes suplementarios (SCM), como escorias de alto horno, cenizas volantes y puzolanas naturales. Estos materiales, al reaccionar con la cal liberada durante la hidratación del cemento, contribuyen a la formación de productos cementantes adicionales, mejorando la resistencia mecánica y la durabilidad del material final. La incorporación de puzolanas en las formulaciones de cemento no solo ayuda a reducir la cantidad de clínker necesario en su producción, sino que también contribuye a mejorar las propiedades mecánicas y la durabilidad del concreto.

No obstante, la disponibilidad limitada de las puzolanas, en algunas regiones, ha llevado a la búsqueda urgente de alternativas más accesibles y sostenibles. En este contexto, las arcillas

activadas han surgido como una de las alternativas más prometedoras debido a su abundancia, bajo costo y alto potencial puzolánico tras su activación térmica. En particular, las arcillas ricas en caolinita pueden transformarse en metacaolín cuando se someten a temperaturas entre 600°C y 800°C. El metacaolín es una fase amorfa altamente reactiva que ha demostrado mejorar significativamente las propiedades mecánicas y de durabilidad del cemento cuando se utiliza como material cementante suplementario (Fernández, Martirena, & Scrivener, 2011). Además, estudios recientes han demostrado que incluso arcillas con menor contenido de caolinita, pero con presencia de illita y montmorillonita pueden desarrollar actividad puzolánica significativa tras su activación térmica, lo que amplía el rango de arcillas potencialmente utilizables en la producción de cementos más sostenibles.

Por lo anterior, instituciones de investigación ahondan en esfuerzos para disminuir los impactos ambientales de los procesos de construcción. Tal es el caso de La Universidad de la República de Uruguay que ha propiciado pesquisas mediante una pasantía de investigación en el objetivo de evaluar el desempeño de arcillas activadas como materiales puzolánicos en la formulación de cemento Pórtland, con el fin de determinar su viabilidad como aditivo en la industria cementera.

Este informe de pasantía se organiza en los siguientes apartados: en primer lugar, se describe la metodología utilizada para la activación térmica de las arcillas y los procedimientos empleados en la caracterización de sus propiedades puzolánicas. Posteriormente, se presentan y analizan los resultados obtenidos en relación con el desempeño de las arcillas activadas en la formulación de cemento Pórtland. Finalmente, se exponen las conclusiones del estudio, junto con una discusión sobre los alcances.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

- Evaluar el desempeño de arcillas activadas como materiales puzolánicos en la formulación de cemento Pórtland, con el fin de determinar su viabilidad como aditivo en la industria cementera.

1.2 Objetivos Específicos

- Identificar y caracterizar los tipos de arcillas que pueden ser activadas para su uso como materiales puzolánicos, incluyendo análisis de composición química.
- Desarrollar y optimizar procesos de activación térmico y/o química para las arcillas seleccionadas.
- Evaluar el índice de puzolanidad con base en la resistencia mecánica de probetas preparadas de mortero (Norma Técnica UNIT 1035) a efectos de definir la mejor materia prima (arcilla) y tratamiento térmico para la sustitución del contenido de clínker en el cemento Pórtland.

2. Estado del arte

El creciente uso de materiales cementantes suplementarios (SCM) en los últimos años ha traído una creciente atención a nivel mundial debido a su potencial para reducir las emisiones de CO₂ liberadas en la producción de cemento Pórtland. Las arcillas calcinadas, se han convertido en una de las opciones más estudiadas. Su fácil disponibilidad geológica y el bajo costo de su procesamiento las convierten en una alternativa viable y sostenible. La calcinación, al ser una tecnología probada y relativamente sencilla, permite transformar las arcillas en puzolanas artificiales con una alta reactividad, mejorando así las propiedades mecánicas y la durabilidad del cemento modificado (Ayati, Newport, Wong, & Cheesem, 2022).

En este contexto, las arcillas activadas térmicamente destacan por su capacidad para mejorar las propiedades mecánicas del cemento y reducir su impacto ambiental. Los yacimientos arcillosos contienen una mezcla de minerales como caolinita, ilita y montmorillonita, cuyos niveles de reactividad puzolánica varían según su composición y tratamiento térmico aplicado. Investigaciones previas han demostrado que, tras la calcinación entre 550°C y 900°C, minerales como la caolinita y ciertas montmorillonitas presentan una alta actividad puzolánica, mientras que otras arcillas poseen una reactividad limitada (He, Osbaeck, & Makovicky, 1995). Esto indica la importancia de seleccionar y tratar adecuadamente estos materiales para maximizar su eficiencia en la formulación del cemento.

Dentro de estos materiales, uno de los más prometedores es el metacaolín, que se obtiene a partir de la calcinación de la caolinita. Su incorporación en porcentajes del 5% al 10% en la mezcla de cemento ha mostrado mejoras significativas en resistencia a la compresión, reducción de la permeabilidad y mayor durabilidad ante ataques químicos. En comparación con otras

puzolanas artificiales, como el humo de sílice y las cenizas volantes, el metacaolín exhibe una actividad puzolánica similar o incluso superior (Fragoso Doria & Visbal Jacome, 2021), lo que lo convierte en una excelente opción para la producción de cemento Pórtland.

Para evaluar la actividad puzolánica de las arcillas calcinadas, se emplean distintas técnicas de caracterización, que pueden clasificarse en métodos directos e indirectos. En los métodos directos, se encuentran técnicas como titulación química, difracción de rayos X (XRD) y análisis termogravimétrico (TGA), que permiten estimar o cuantificar el consumo de hidróxido de calcio (CH) durante la reacción puzolánica. Por otro lado, los métodos indirectos evalúan los cambios en propiedades mecánicas del material, como el Índice de Actividad Puzolánica (SAI), que mide la resistencia de morteros con adiciones puzolánicas en comparación con una mezcla de referencia (Donatello, Tyrer, & Cheeseman C.R., 2010). La aplicación de estas técnicas es crucial para determinar con precisión la efectividad de las arcillas activadas como sustitutos del clínker en el cemento.

Investigaciones recientes han analizado cómo la temperatura de tratamiento térmico influye en la reactividad puzolánica de arcillas calcinadas. Por ejemplo, (Mejía-Barrera, Sierra-Arango, Arboleda-López, & Zuluaga-De Los Ríos, 2021) identificaron que el metacaolín, obtenido a partir de la calcinación de la caolinita, presenta una reactividad puzolánica superior a otras arcillas activadas térmicamente, lo que resulta en mejoras en la resistencia a la compresión y la durabilidad del concreto. Estos hallazgos resaltan la importancia de optimizar los parámetros de calcinación para obtener el mejor desempeño posible en aplicaciones cementicias.

Por su parte, (Aguilera Casabella, 2016) utilizó un método de solubilidad alcalina para evaluar la reactividad puzolánica de arcillas calcinadas, concluyendo que las condiciones óptimas de activación dependen no solo de la temperatura sino también del tiempo de residencia y el

enfriamiento controlado. Estos factores juegan un papel determinante en la eficiencia de la reacción puzolánica.

En Colombia, un estudio reciente evaluó el índice de actividad puzolánica de varios materiales disponibles en el mercado local, incluyendo metacaolín, humo de sílice, y escorias de alto horno (Romero González, 2020). Los resultados destacaron que las escorias de alto horno y de arco eléctrico registraron los mayores índices de actividad puzolánica, con valores de 1,43 y 1,36 respectivamente, lo que sugiere su potencial como sustitutos parciales del cemento Pórtland en la industria del concreto.

Desde una perspectiva ambiental y de sostenibilidad, las arcillas activadas térmicamente han sido evaluadas como constituyentes del cemento Pórtland, destacando su capacidad para mejorar las propiedades físicas del concreto y reducir el impacto ambiental (Sanjuán & Zaragoza, 2020). Estas arcillas, al ser sometidas a un proceso de activación térmica, aumentan su reactividad puzolánica, lo que las hace útiles para reducir el contenido de clínker en el cemento y, por lo tanto, disminuir las emisiones de gases de efecto invernadero asociadas con su producción.

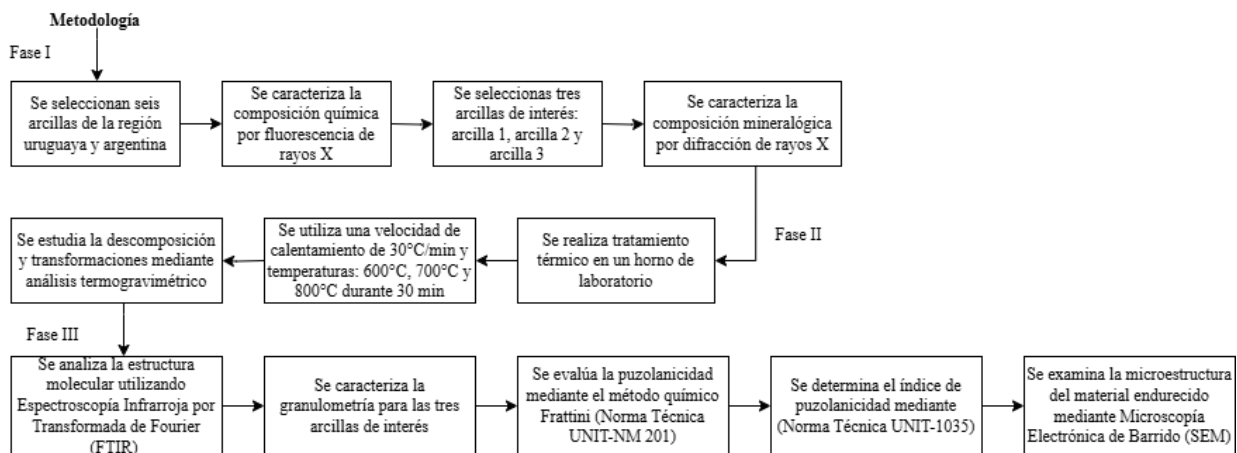
En resumen, la incorporación de arcillas activadas y metacaolín en la formulación de cemento Pórtland ofrece una solución viable para mejorar el desempeño mecánico y la durabilidad del concreto, al mismo tiempo que contribuye a la reducción de emisiones de CO₂. La optimización de los parámetros de calcinación y la evaluación de su impacto en la hidratación del cemento continúan siendo áreas clave de investigación. Además, la combinación de diferentes materiales puzolánicos y la mejora en los procesos de activación térmica abren nuevas oportunidades para el desarrollo de cementos más sostenibles y eficientes.

3. Metodología

El desarrollo metodológico de la pasantía permitió el abordaje de elementos conceptuales y experimentales que se resumen en tres (3) fases, la primera de selección y caracterización de las arcillas; la segunda, del tratamiento térmico y la tercera que se enfocó a hacer el análisis estructural, microestructural y evaluación de la puzolanicidad. Para describir este proceso, a continuación, se presenta el siguiente diagrama:

Figura 1

Diagrama de las fases en la metodología de la investigación



3.1 Fase I: selección y caracterización de arcillas

Esta primera fase se divide en dos etapas. En la primera etapa, se seleccionaron seis arcillas provenientes de Uruguay y Argentina. Para analizar su composición química elemental y evaluar su viabilidad como materiales puzolánicos, se empleó la técnica fluorescencias de rayos X (XRF). Después del análisis, se seleccionaron tres arcillas.

Para identificar las fases cristalinas presentes, en la segunda etapa, se realizó un análisis de difracción de rayos X (XRD) en las tres arcillas seleccionadas. Las muestras fueron secadas a temperatura ambiente, molidas hasta obtener un polvo fino y homogéneo, y posteriormente

prensadas en porta-muestras de aluminio de forma de asegurar una distribución uniforme y minimizar la orientación preferencial de los cristales. El análisis XRD se llevó a cabo utilizando un difractómetro de rayos X equipado con una fuente de radiación Cu-K α ($\lambda=1.5406\text{\AA}$). Se implementó un escaneo en un rango de 3° a 90° (2θ), con un tamaño de paso de 0.02° y un tiempo de integración ajustado para optimizar la relación señal/ruido. Los datos obtenidos fueron procesados mediante el software Crystallographica Search-Match, utilizando la base de datos ICDD-PDF4 para la identificación de fases minerales.

3.2 Fase II: tratamiento térmico

En esta segunda fase, se divide en dos etapas. En la primera etapa, las tres arcillas de interés se sometieron a un tratamiento térmico en un horno de laboratorio a diferentes temperaturas entre 105 y 1000°C a efectos de definir tres temperaturas de calcinación de interés para evaluar en los siguientes ensayos. Para cada ensayo, se utilizaron 10 g de cada arcilla, las cuales fueron depositadas en crisoles y llevadas a un horno de laboratorio para su tratamiento térmico. Se aplicó un calentamiento controlado con una velocidad de $30^\circ\text{C}/\text{min}$, alcanzando temperaturas de 600°C , 700°C y 800°C durante 30 minutos, que fueron las tres temperaturas seleccionadas. Durante el rango de temperatura de 400°C y 700°C , la caolinita presente en las arcillas sufre un proceso de deshidroxilación, dando lugar a la formación de metacaolín (MK), una fase amorfa que proporciona sílice y alúmina en estado reactivo. La efectividad puzolánica del metacaolín dependerá del grado de deshidroxilación alcanzado y de la superficie disponible para la reacción (Tironi , Trezza, Scian, & Irassar, 2012). Una vez alcanzada cada temperatura, las arcillas calcinadas fueron cuidadosamente extraídas del horno y depositadas en un desecador para evitar la absorción de humedad y posibles contaminaciones antes de sus análisis posteriores.

El análisis termogravimétrico (TGA), fue utilizado en la segunda etapa, y es una técnica de análisis térmico basada en la medición de la ganancia o pérdida de la masa de una muestra respecto del tiempo o de la temperatura. Respecto a la termogravimetría derivativa (DTG), esta permite registrar la variación de la masa en el tiempo con respecto a la temperatura o el tiempo, siendo esto equivalente a la primera derivada del TGA. En esta fase, ambas técnicas se utilizan en las tres arcillas seleccionadas para evaluar la estabilidad térmica y los cambios en la composición de las tres arcillas calcinadas a distintas temperaturas (Queiroz, Da Costa, & De Souza, 2023).

Posteriormente, se realizó el análisis termogravimétrico (TGA) y su derivada (DTG) en las tres muestras de arcilla. Para ello, cada muestra fue pulverizada y aproximadamente 15 mg fueron depositados en una celda de alúmina. El ensayo se llevó a cabo en una atmósfera de aire sintético con un caudal de 50 mL/min, utilizando una velocidad de calentamiento de 10°C/min hasta alcanzar una temperatura 950°C. Este análisis permitió evaluar los cambios de masa en función de la temperatura, proporcionando información sobre la pérdida de agua, la deshidroxilación de minerales como la caolinita y la estabilidad térmica de las muestras (Torres, Mejía, Castelló, & Vizcayno, 2011).

3.3 Fase III: análisis estructural, microestructural y evaluación de la puzolanidad

En esta tercera fase, se compone de cinco etapas. En la primera, se realizó la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) para evaluar la mineralogía y cristalografía de una muestra de mineral arcilloso. Este método, ampliamente utilizado en el análisis molecular, se destaca por su alta precisión, rapidez, sensibilidad y facilidad de uso. Su principio de funcionamiento se basa en la detección de las vibraciones atómicas de las moléculas, que absorben frecuencias específicas de radiación infrarroja, permitiendo su identificación. Para ello, emplea un

interferómetro que mide la energía transmitida a la muestra, codifica las señales y las procesa mediante la transformada de Fourier. Además, es una técnica no destructiva, lo que la hace ideal para estudios detallados de composición química (Undavalli, Ling , & Khandelwal, 2021).

Para la caracterización de las muestras, se empleó la técnica de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes en las arcillas sometidas a diferentes tratamientos térmicos. Inicialmente, las arcillas fueron tratadas térmicamente a 600°C, 700°C y 800°C en un horno de laboratorio. Tras este proceso, las muestras se pulverizaron y prepararon para el análisis espectroscópico. La lectura fue directa sobre polvo empleando accesorio de reflectancia total atenuada (ATR). El análisis se llevó a cabo en un espectrofotómetro con un rango de 4000 a 400 cm^{-1} , obteniendo así espectros que permiten determinar la presencia de enlaces químicos, cambios estructurales y fases minerales.

En la segunda etapa, para determinar la distribución del tamaño de partículas finas, se aplicó el análisis de hidrómetro conforme a la Norma ASTM D7928. Esta técnica permite cuantificar la proporción de partículas menores a 0.074 mm (tamiz No. 200) mediante su sedimentación en un medio acuoso. Su fundamento se basa en la ley de Stokes, que describe la velocidad de asentamiento de las partículas en función de su tamaño y densidad (ASTM International, 2017). Es fundamental realizar el análisis granulométrico antes del ensayo químico de Frattini, ya que las arcillas activadas, destinadas a desempeñar el papel de material puzolánico, deben cumplir con la especificación máxima recomendada por la norma UNIT 20 para adiciones puzolánicas que establece un límite del 34% de material retenido sobre tamiz (45 μm) (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2022).

Como consecuencia, previo a la caracterización de granulometría, se realizó un proceso de molienda. Para ello se introdujo en molino de bolas de laboratorio muestra de cada arcilla calcinada

junto con los cuerpos molidores, y se mantuvo en rotación por una hora. Este procedimiento permite reducir el tamaño de partícula del material mediante impactos y fricción generados por el movimiento de las bolas en el interior del tambor. Seguido de esto, una fracción representativa del material resultante fue pasado a través de tamices de malla con aberturas de: 150, 74 y 44 μm , donde fue agitado manualmente bajo corriente de agua durante un tiempo determinado para facilitar la separación de las partículas. Se recoge, se seca y se pesa el material retenido en cada tamiz y se calcula el porcentaje de material en cada fracción con la siguiente ecuación (1).

$$\%Retención = 100 - \left(\frac{M_r}{M_t}\right) \times 100 \quad (\text{Ec. 1})$$

donde,

Mr = masa retenida de la arcilla en el tamiz (g)

Mt = masa total de la arcilla (g)

Para la determinación de la distribución de tamaño de partícula inferiores a 44 μm se procede como sigue. Se pesan aproximadamente 50 g de muestra y se vierten en un vaso de precipitados de 250 mL. A la muestra se le añaden 125 mL de solución de hexametáfosfato de sodio al 4% y se deja en remojo alrededor de 16 horas. Posteriormente, se agita durante 1 minuto para lograr una adecuada dispersión de las partículas, la mezcla se transfirió a una probeta de 1000 mL y se agrega agua destilada hasta alcanzar ese volumen.

Para las mediciones, se requieren tres probetas de 1000 mL: una con la suspensión de arcilla, otra con solución de hexametáfosfato de sodio y una tercera con agua destilada. Luego de iniciar la prueba se controla el tiempo con cronómetro y se sumerge el hidrómetro en la probeta a efectos de realizar las lecturas de densidad a los 30 segundos, 1, 2, 4, 8, 15, 30, 65, 120, 240, 480, 1440 y 2880 minutos. Al finalizar cada lectura se realiza un protocolo de limpieza del hidrómetro:

enjuagándolo en agua destilada, corrigiendo así, posibles desviaciones en la lectura por el material depositado sobre el mismo en la sedimentación. También se registra la temperatura de la solución y la lectura de densidad de la probeta conteniendo exclusivamente solución de hexametáfosfato de sodio. Para determinar el porcentaje de material particulado que queda en suspensión en cada lectura, se calcula con la siguiente ecuación (2):

$$P = \left[\frac{100000}{W} * \frac{G}{G - G_1} \right] (R - G_1) \text{ (Ec. 2)}$$

donde,

W = masa del suelo secada al horno en gramos

R = lectura del hidrómetro aplicando la corrección

G = gravedad específica de las partículas de suelo

G₁ = gravedad específica del líq. en el cual las partículas están suspendidas

El diámetro de la partícula se calcula con la siguiente ecuación (3):

$$D = K\sqrt{L/T} \text{ (3) (Ec. 3)}$$

donde,

K = constante que depende de la temperatura y la gravedad específica

L = profundidad efectiva

T = intervalo de tiempo desde el comienzo de la sedimentación en minutos

En la tercera etapa, para evaluar la puzolanicidad del cemento Pórtland puzolánico formulado con las arcillas calcinadas, se aplicó el método químico de Frattini, siguiendo los lineamientos de la Norma UNIT-NM 201:2004. Esta técnica permite determinar la capacidad de un material puzolánico para reaccionar con el hidróxido de calcio Ca(OH)₂ en solución acuosa,

dando lugar a la formación de compuestos cementantes secundarios (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2004).

Para la ejecución del ensayo, se tomó una muestra siguiendo el método descrito en la Norma UNIT-NM 201:2004. Se seleccionaron aproximadamente 100 g de material mediante un saca muestras, se tamizó con un tamiz de 150 μm o 125 μm hasta alcanzar residuo constante y se separó el hierro metálico con un imán. Luego, la muestra se molió hasta que pasara completamente por el tamiz utilizado y se almacenó en un frasco hermético y se agitó para garantizar su homogeneización.

Se utilizaron reactivos de calidad analítica reconocida y agua destilada, incluyendo ácido clorhídrico concentrado (HCl), ácido clorhídrico diluido (1:2), hidróxido de sodio (NaOH), carbonato de calcio (CaCO_3), cloruro de potasio (KCl), murexida, EDTA y carbonato de sodio (Na_2CO_3). Como indicadores, se utilizaron naranja de metilo y murexida.

Se emplearon equipos y materiales de laboratorio, incluyendo recipientes de polietileno de 500 ml de capacidad y aproximadamente 70 mm de diámetro con tapa hermética, embudos de vástago ancho y Büchner con papel de filtro de poro fino (diámetro medio de poro de 2 mm), kitsatos para filtrado con vacío de 250 ml, matraces aforados de 500 ml y 1000 ml, matraces cónicos de 250 ml, vasos de precipitación de 250 ml y 400 ml, buretas de 50 ml, pipetas de 50 ml y 100 ml, un comportamiento termostático a $(40 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$. Para la medición del pH, se utilizó un pH-metro.

La solución de EDTA se valoró utilizando carbonato de calcio como patrón primario y murexida como indicador, siguiendo los procedimientos establecidos en la Norma UNIT-NM 201:2004.

El factor (f_1) de la solución de EDTA se calcula a partir del volumen consumido mediante la siguiente ecuación (4):

$$f_1 = \frac{m_1}{100,09} * \frac{1000}{10 * 0,025 * V_1} = \frac{m_1}{V_1} * 39,96 \text{ (Ec. 4)}$$

donde,

m_1 = masa de carbonato de calcio (g)

V_1 = volumen de la solución de EDTA que se ha gastado en la valoración, en mililitros

100,09 es la masa molecular del de carbonato de calcio

La solución de la solución de ácido clorhídrico 0,1 mol/L se realizó mediante titulación con carbonato de sodio e indicador de naranja de metilo, siguiendo el procedimiento establecido en la Norma UNIT-NM 201:2004.

El factor (f_2) de la solución de ácido clorhídrico se calcula mediante la siguiente ecuación (5):

$$f_2 = \frac{2m_2}{105,989} * \frac{1000}{0,1 * V_2} = \frac{m_2}{V_2} * 188,70 \text{ (Ec. 5)}$$

donde,

m_2 = masa de carbonato de sodio (g)

V_2 = volumen de la solución de ácido clorhídrico diluido que se ha gastado en la valoración, en mililitros

105,989 es la masa molecular del de carbonato de sodio

El ensayo se realizó en un recipiente de polietileno de 500 ml con cierre hermético, donde se vertieron 100 ml de agua destilada recién hervida y se llevó al comportamiento termostático a $(40 \pm 0,5)$ °C y se alcanzó el equilibrio térmico. Se adicionaron $(20 \pm 0,01)$ g de cemento y se agitó

para lograr una dispersión homogénea. Posteriormente, la muestra se dejó en curado durante 8 días en condiciones controladas. Finalizado este período, se realizó la filtración al vacío en un matraz, cerrando los orificios, permitiendo su enfriamiento hasta alcanzar la temperatura ambiente. Se tomaron 50 ml de la solución para la determinación de la alcalinidad total mediante valoración con HCl diluido, utilizando naranja de metilo como indicador.

La concentración de iones hidroxilo $[OH^-]$ en mmol/l, se calculó utilizando la siguiente ecuación (6):

$$[OH^-] = \frac{1000 * 0,1 * V_3 * f_2}{50} = 2 * V_3 * f_2 \text{ (Ec. 6)}$$

donde,

V_3 = volumen de la solución de ácido clorhídrico 0,1 mol/l que se ha gastado en la valoración, en mililitros

f_2 = factor de la solución de ácido clorhídrico 0,1 mol/l

A la solución obtenida se le añadió hidróxido de sodio e indicador de murexida, y se valoró el óxido de calcio mediante la adición gradual de EDTA hasta observar un cambio de color estable.

Se verificó que el pH de la solución fuera igual o superior a 13, ajustándolo con hidróxido de sodio si era necesario.

La concentración de óxido de calcio $[CaO]$ en mmol/l, se calculó utilizando la siguiente ecuación (7):

$$[CaO] = \frac{1000 * 0,025 * V_4 * f_1}{50} = 0,5 * V_4 * f_1 \text{ (Ec. 7)}$$

donde,

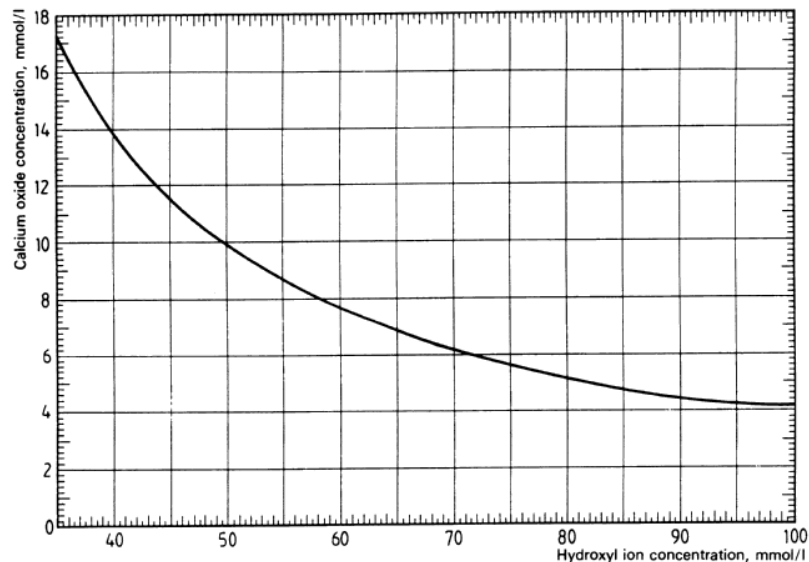
V_4 = volumen de la solución de EDTA que se ha gastado en la valoración, en mililitros

$$f_1 = \text{factor de la solución de EDTA}$$

Los resultados que se obtuvieron en los dos pasos anteriores se representan por medio de un punto en un gráfico de concentraciones de iones de hidroxilo y óxido de calcio, (Gráfica 1), que muestra además la curva correspondiente a la concentración de saturación de hidróxido de calcio de la solución, expresada como concentración de óxido de calcio en función de la concentración de iones hidroxilo para una temperatura de 40°C. El cemento se considera puzolánico cuando el punto obtenido se encuentra por debajo de la curva de concentración de saturación del óxido de calcio, según lo representado en la Gráfica 1.

Figura 2

Diagrama para la determinación de la puzolanidad.



Nota. Tomado de: Instituto Uruguayo de Normas Técnicas. (2004). Cemento Pórtland puzolánico – Determinación de la puzolanidad (UNIT-NM 201:2004).

Asimismo, en la cuarta etapa, para determinar el índice de actividad puzolánica con cemento, se realizó el ensayo de resistencia a la compresión, de acuerdo con la Norma UNIT 1035:98. Esta técnica evalúa la capacidad de un material puzolánico para mejorar las propiedades

mecánicas del cemento, comparando la resistencia de una mezcla con puzolana respecto a una mezcla de referencia sin adiciones, tras un período de curado estándar (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 1998).

Para la preparación y ensayo de las probetas, se emplearon los siguientes equipos: una balanza de precisión, una mezcladora eléctrica con recipiente de acero inoxidable y paleta de mezclado accionada por un motor de velocidad regulable, probetas prismáticas, y moldes metálicos, diseñados para moldear tres probetas simultáneamente.

Además, se empleó un aparato de compactación con plataforma rectangular, fijada a dos brazos conectados a un eje de rotación horizontal, que permite la caída libre controlada por una leva de acero endurecido. Para el ensayo de la resistencia a la flexión, se utilizó un dispositivo con capacidad para aplicar y medir cargas inferiores a 10 kN (precisión del 1 % en los 4/5 superiores de la escala) y una prensa de ensayo de resistencia a la compresión con precisión mínima del 1,5 %, equipada con escalas de carga de 4-5 toneladas y 15-25 toneladas.

El ensayo se realizó con cemento Pórtland conforme a la Norma UNIT 20 y arena normal según la Norma UNIT 525. Se preparó el mortero bajo condiciones controladas de temperatura ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) y humedad relativa ($\geq 65\%$). La finura del cemento y del material puzolánico se determinó mediante tamiz de $44\ \mu\text{m}$, según las normas UNIT NM 76 y UNIT 328. Además, las arcillas activadas fueron secadas a 110°C antes de su evaluación.

Se prepararon dos morteros siguiendo la Norma UNIT 525. El mortero A (patrón) contenía 500 g de cemento Pórtland, 1500 g de arena normal y 250 ml de agua. El mortero B (de ensayo) contenía 325 g de cemento Pórtland, 1500 g de arena normal y 250 ml de agua y una cantidad x de puzolana, determinada con la siguiente ecuación (8):

$$x = \frac{175\rho}{\rho_1} \quad (8)$$

donde,

x = cantidad de puzolana en el mortero B, en gramos

ρ = densidad de la puzolana determinada de acuerdo con
la Norma UNIT – NM 23

ρ_1 = densidad del cemento Pórtland, determinada de acuerdo con
la Norma UNIT – NM 23

La resistencia a la compresión se determinó a los 28 días contados a partir del momento del moldeo.

Se calcula la resistencia a la compresión individual, el promedio de la resistencia a la compresión de las tres probetas y el desvío relativo máximo. En caso de que el desvío relativo máximo sea superior al 6 %, el ensayo debe ser repetido.

Para determinar el índice de actividad puzolánica con cemento Pórtland se calcula mediante la siguiente ecuación (9):

$$I_p = \left(\frac{f_c B}{f_c A} \right) * 100 \quad (Ec. 9)$$

donde,

I_p = índice de actividad puzolánica con cemento Pórtland

$f_c B$ = resistencia media, a los 28 días, de las probetas moldeadas con el mortero B

$f_c A$ = resistencia media, a los 28 días, de las probetas moldeadas con el mortero A

Por último, se empleó la técnica de análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) para analizar la morfología y textura de las muestras obtenidas del ensayo de resistencia a la

compresión. Las superficies de fractura de las probetas fueron limpiadas con agua destilada y secadas a temperatura ambiente. Posteriormente, las muestras fueron montadas en portaobjetos metálicos utilizando una cinta de carbono y se aplicó un recubrimiento ultrafino de oro para mejorar la conductividad y evitar la acumulación de carga electrostática. Una vez preparadas, las muestras fueron colocadas en la cámara de vacío del SEM y se ajustaron los parámetros de operación según la naturaleza del material analizado. Se adquirieron imágenes con un aumento de 500X, lo que permitió evaluar características como el tamaño de grano, la porosidad, la homogeneidad y la presencia de defectos en la estructura.

4. Análisis de resultados

4.1 Fase I: selección y caracterización de arcillas

La fase I de la metodología consta de dos etapas. La primera consiste en el análisis de fluorescencia de rayos X (XRF) que permitió cuantificar la composición química de cada muestra en términos del porcentaje de óxidos presentes en la Tabla 2.

Tabla 1

Composición química de las arcillas mediante fluorescencia de rayos X (XRF).

Muestra	Arcilla 1	Arcilla 2	Arcilla 3	Arcilla 4	Arcilla 5	Arcilla 6
Fe₂O₃	1,73	7,60	2,15	1,62	1,12	3,12
TiO₂	1,77	1,89	2,77	1,43	1,08	3,12
CaO	0,36	0,31	0,42	0,42	0,30	0,44
K₂O	0,53	2,25	0,33	0,46	0,51	0,31
Al₂O₃	24,93	18,52	20,65	15,78	15,71	18,82
SiO₂	54,62	37,30	33,82	53,83	56,44	33,44
SO₃	0,00	0,41	0,00	0,00	0,00	0,00
MgO	0,44	0,43	0,31	0,00	0,31	0,00

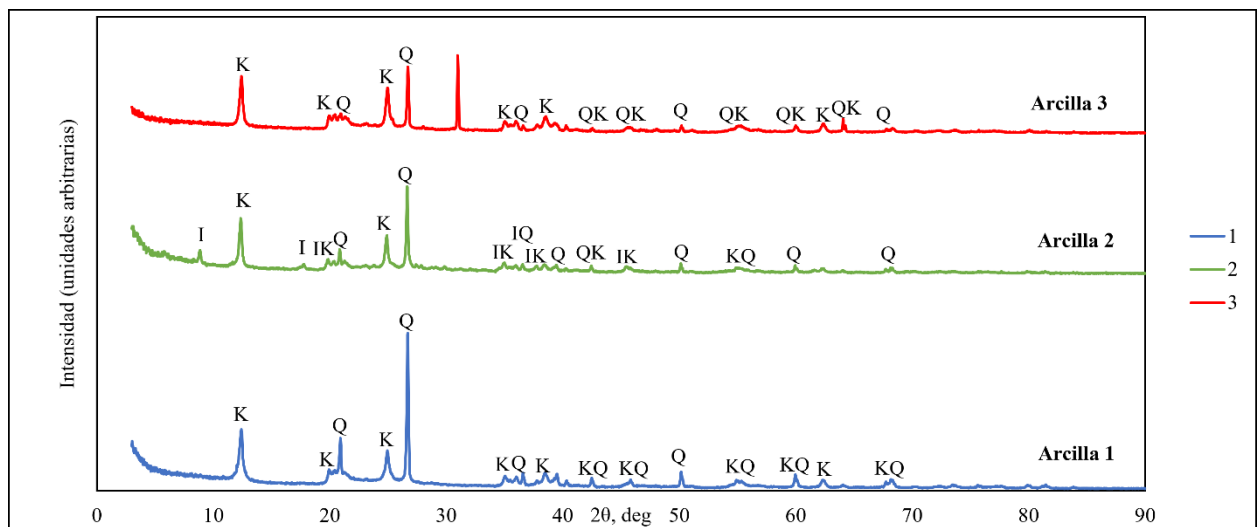
Los resultados muestran la composición de las seis arcillas analizadas. Estos resultados nos permiten identificar cuales tienen mayor potencial para ser utilizadas como materiales cementantes suplementarios. Según la norma ASTM C618, indica que la suma de los contenidos de dióxido de

silicio, óxido de aluminio y óxido de hierro debe ser como mínimo de 70% para garantizar una adecuada reactividad puzolánica en aplicaciones con cemento Pórtland (ASTM International, 2022). En este sentido, como se observa, la arcilla 1 cumple con el requisito, alcanzando un 81,28%. Las arcillas 2 y 3 también fueron seleccionadas.

Por último, en la fase I, el análisis por difracción de rayos X (XRD) se realizó a las tres arcillas seleccionadas y permitió identificar las fases cristalinas presentes. En la Figura 3 se presentan los difractogramas obtenidos para las muestras en condiciones naturales.

Figura 3

Composición cristalográfica de las arcillas mediante difracción de rayos X (XRD)



Los difractogramas de rayos X revelan que las tres arcillas presentan composiciones mineralógicas y grados de cristalinidad diferentes. En la arcilla 1, se identifica la presencia de caolinita (K) con picos bien definidos en $12,406^\circ$ y $24,952^\circ$ 2θ . Por su parte, el cuarzo (Q) muestra un pico más intenso en $26,689^\circ$ 2θ , lo que sugiere una mayor proporción en comparación con la caolinita. Sin embargo, la presencia de múltiples picos asociados a la caolinita indica que este mineral también se encuentra en cantidades significativas.

El difractograma de la arcilla 2 revela la presencia de ilita (I), caolinita (K) y cuarzo (Q) como principales fases minerales. El pico en $8,863^\circ 2\theta$ corresponde a la ilita (I), mientras que los picos en $12,336^\circ$ y $24,896^\circ 2\theta$ representan la caolinita. Asimismo, el pico en $26,649^\circ 2\theta$ indica la presencia de cuarzo, mostrando una intensidad similar al de la caolinita.

En el caso de la arcilla 3, el difractograma evidencia la presencia de caolinita (K) con picos en $12,420^\circ$ y $24,963^\circ 2\theta$, mientras que el cuarzo (Q) se manifiesta en un pico prominente en $26,672^\circ 2\theta$. La distribución más homogénea y la cantidad de picos observados sugiera una estructura cristalina menos ordenada.

Con el objetivo de comparar las propiedades de la arcilla colombiana con las evaluadas en este trabajo de grado, se realizó una búsqueda bibliográfica centrada en estudios que incluyeron la caracterización química de las arcillas mediante las técnicas XRF y XRD. En ese sentido, el artículo “Caracterización físico-química de una arcilla colombiana” se evaluaron cinco muestras (clasificadas como: M1, M2, M3, M4 y M5) de arcilla provenientes de Ocaña, Norte de Santander, Colombia. El objetivo principal fue analizar las propiedades físicas y químicas para determinar su viabilidad en la fabricación de productos de mampostería (García, Flórez, & Quintero, 2020). El análisis XRF y XRD, se realizó únicamente a la arcilla M1, ya que, fue la que presentó las características más adecuadas como: buen comportamiento mecánico y clasificación del suelo. La Tabla 2, podemos ver su composición química y en la Figura 4, su difractograma.

Tabla 2

Caracterización química arcilla M1 mediante análisis de fluorescencia de rayos X.

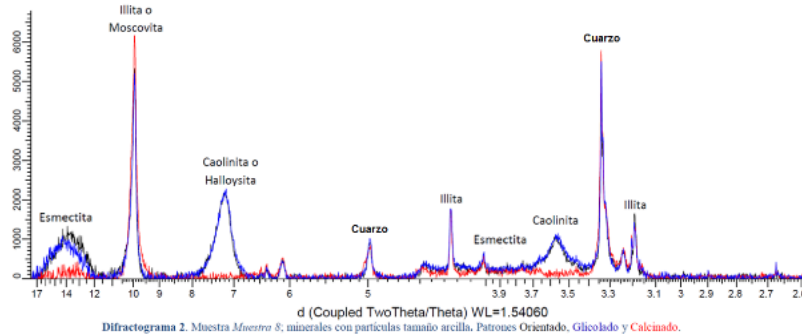
NAME	ELEMENT	RAW MATERIAL (M1)
Aluminum Oxide	Al ₂ O ₃	20.44
Calcium Oxide	CaO	1.27
Iron Oxide	Fe ₂ O ₃	6.70
Potassium Oxide	K ₂ O	3.29
Magnesium Oxide	MgO	1.52
Sodium Oxide	Na ₂ O	0.81
Silice Oxide	SiO ₂	56.7
Sulfur trioxide	SO ₃	0.07
Calcium carbonate	CaCO ₃	5.19
Lost by Ignition	LOI	4.01

Nota. Tomado de RCTA, por García, R., Flórez, E., & Quintero, W, 2020, Caracterización físico-química de una arcilla colombiana.

El análisis de fluorescencia de rayos X (XRF) de la arcilla M1 revela una composición química adecuada para su uso en concreto. Según la norma ASTM C618:22, la suma de óxido de silicio (SiO₂), óxido de aluminio (Al₂O₃) y óxido de hierro (Fe₂O₃) debe ser al menos de 70% para clasificar un material como puzolana tipo N. En el caso de la arcilla M1, esta suma el 83,84%, superando el requisito mínimo establecido. Este resultado confirma que la hace adecuada para ser utilizada como material puzolánico en la formulación del cemento Pórtland.

Figura 4

Resultado para la arcilla M1 del análisis de difracción de rayos X.



Nota. Tomado de RCTA, por García, R., Flórez, E., & Quintero, W, 2020, Caracterización físico-química de una arcilla colombiana.

El difractograma de XRD revela la presencia de illita en las posiciones (2θ) $10,2^\circ$, $5,19^\circ$, $3,68^\circ$ y $3,22^\circ$, mientras que la caolinita se identifica en $7,56^\circ$ y $3,58^\circ$. Además, se detecta montmorillonita en forma de esmeclita en $14,15^\circ$.

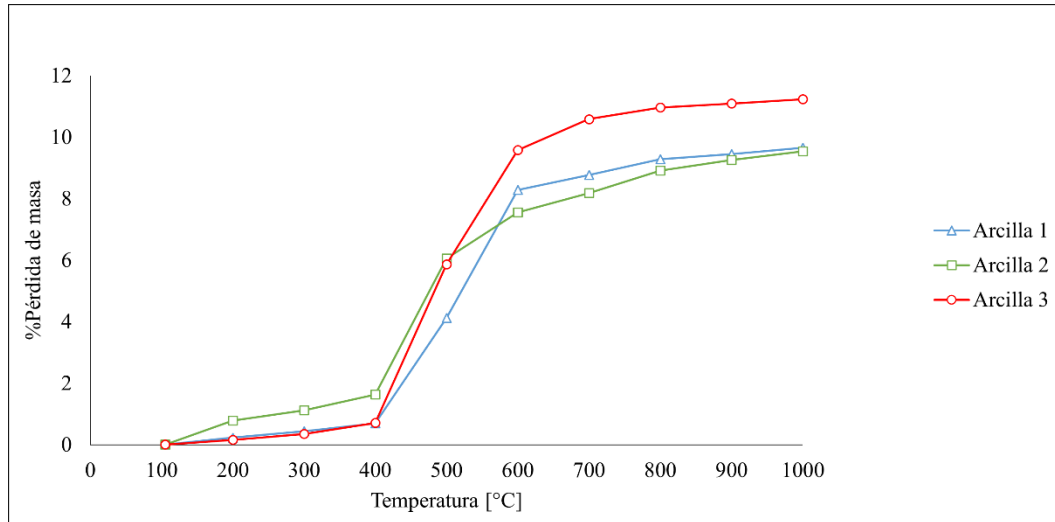
En resumen, los resultados de XRD y XRF indican que la arcilla M1 es una materia prima prometedora para la industria del cemento, no solo por su composición química favorable, sino también por la presencia de minerales altamente reactivos que pueden mejorar las propiedades del material final. Estos hallazgos sugieren que las arcillas colombianas activadas mediante tratamiento térmico de la región de Ocaña, Norte de Santander, también podrían ser utilizadas como materiales puzolánicos en la formulación del cemento Pórtland.

4.2 Fase II: tratamiento térmico

La fase II de la metodología se dividió en dos etapas. En la primera, se realizó un tratamiento térmico con el propósito de identificar y seleccionar las temperaturas más adecuadas para la calcinación de las arcillas, optimizando así su potencial reactividad puzolánica. En la Figura 5 podemos ver el comportamiento térmico de las arcillas a diferentes temperaturas.

Figura 5

Comportamiento térmico de las arcillas a diferentes temperaturas.



El análisis del comportamiento térmico de las arcillas desde 105 hasta 1000°C revela cambios relacionados a la pérdida de masa y transformaciones estructurales propias de los minerales arcillosos. Para el rango de 100 a 200°C, se observa una pequeña pérdida de masa atribuida al secado del agua absorbida (Fernández, Martirena, & Scrivener, 2011). Entre 200 °C y 600 °C, tiene lugar a la deshidroxilación parcial de los minerales arcillosos, acompañada de la descomposición de la materia orgánica presente, liberando gases y generando modificaciones en la estructura interna del material. (Cáceres, Chaparro, & Sanchez Molina, 2021).

A medida que la temperatura aumenta entre 600 y 800 °C, se alcanza una fase de mayor estabilidad térmica para ciertos minerales. En este rango, aunque los cambios estructurales comienzan a estabilizarse, pueden presentarse transiciones de fase, destacando la formación de metacaolinita, una fase amorfa de alta reactividad (Fernández, Martirena, & Scrivener, 2011). Por esta razón, las temperaturas de 600, 700 y 800 °C fueron seleccionadas para la calcinación de las arcillas, ya que permiten equilibrar la reactividad del material y la eficiencia energética,

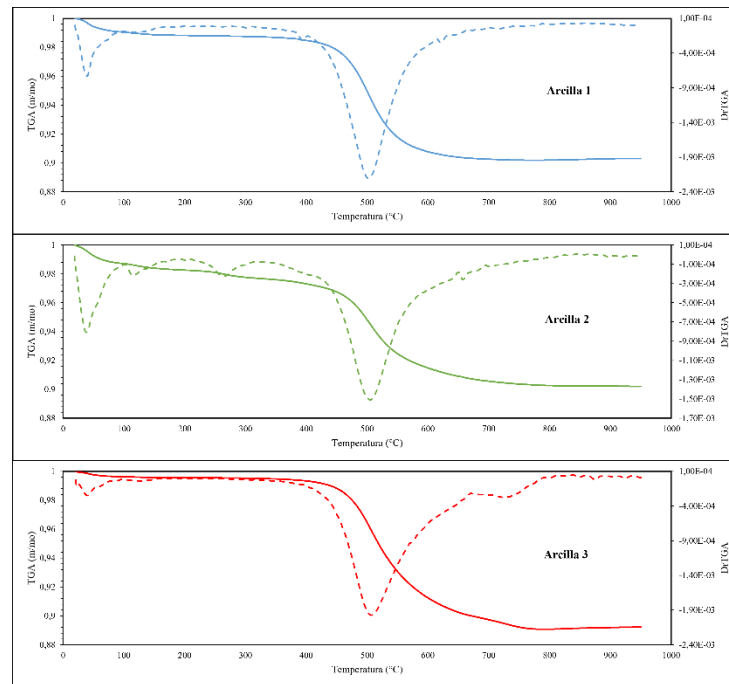
optimizando así su uso como material puzolánico en el cemento Portland. Finalmente, a temperaturas superiores a 1000 °C, los materiales arcillosos experimentan cambios permanentes e irreversibles en su forma, tamaño, estructura y composición (Cáceres, Chaparro, & Sanchez Molina, 2021).

Las temperaturas de 600, 700 y 800 °C se seleccionaron para la calcinación de las arcillas debido a que en este rango ocurre la deshidroxilación de minerales arcillosos y la formación de metacaolinita, una fase amorfa altamente reactiva. Estas temperaturas equilibran la reactividad del material y la eficiencia energética, optimizando su uso como material puzolánico en el cemento Portland.

Finalmente, para la fase II, se presentan los resultados obtenidos mediante el análisis termogravimétrico (TGA) y la termogravimetría derivativa (DTG) de las tres arcillas seleccionadas. Este análisis conjunto proporcionó información clave sobre la estabilidad térmica y los eventos de transformación estructural en las arcillas, permitiendo comprender mejor su comportamiento a distintas temperaturas para aplicaciones como materiales puzolánicos en la formulación del cemento Portland. A continuación, en la Figura 6 se presentan y discuten los resultados obtenidos para cada muestra.

Figura 6

Análisis TGA-DTG de las tres arcillas.



En el análisis termogravimétrico (TGA) de la arcilla 1, se observa una pérdida inicial de masa aproximadamente 0,22% entre 100 y 200°C, asociada a la eliminación de agua absorbida. Posteriormente, entre 400 y 600°C, se registra una pérdida más significativa del 7,8% asociada a la deshidroxilación de la caolinita con formación de metacaolín. En total, la pérdida de masa desde 0 a 1000°C alcanza aproximadamente el 9,7%. Por su parte, la termogravimetría diferencial (DTG) muestra un pico pronunciado alrededor de 500°C, confirmando el proceso de deshidroxilación de la caolinita.

En la arcilla 2, se observa una pérdida inicial de masa aproximadamente de 0,45% entre 100 y 200°C, mayor que en la arcilla 1, lo que indica un mayor contenido de agua. Entre 400 y 600°C, se registra una pérdida del 6%, lo que sugiere una menor proporción de caolinita en

comparación con la arcilla 1. Además, entre 700 y 900°C, se presenta una pérdida de 0,36% relacionado a la presencia de ilita. La pérdida total de masa es de 9,79%. En cuanto a la termogravimetría diferencial (DTG) se observa un pico menos intenso y más ancho alrededor de 510°C, confirmando un menor contenido de caolinita y la presencia de caolinita reflejada en 700 y 800°C.

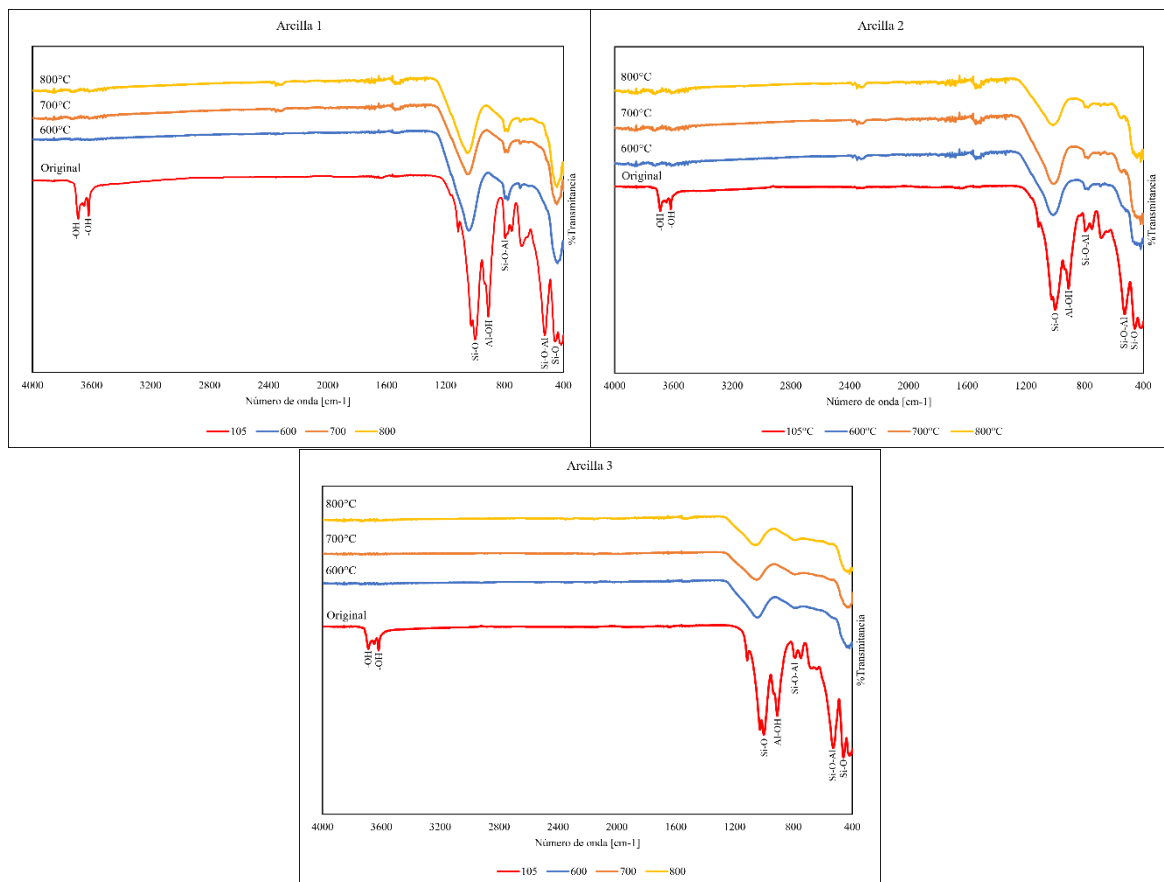
Por último, en la arcilla 3, se registra una pérdida de masa alrededor del 0,6% entre 100 y 200°C. Entre 400 y 600°C se observa una pérdida de 8,15% siendo la más alta de las tres arcillas, lo que indica una mayor cantidad de caolinita. La pérdida total de masa es del 10,76%. En la termogravimetría diferencial (DTG), se presenta un pico más intenso alrededor de 510°C, confirmando mayor contenido de caolinita en comparación con las otras arcillas.

4.3 Fase III: análisis estructural, microestructural y evaluación de la puzolanidad

En esta tercera fase, los resultados se presentarán en cinco etapas. La primera etapa corresponde al análisis mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), técnica utilizada para identificar los grupos funcionales presentes en las arcillas y evaluar posibles cambios estructurales tras el proceso de activación térmica. En la Figura 7, podemos ver los resultados.

Figura 7

Espectros FTIR de las arcillas antes y después del tratamiento térmico.



El análisis FTIR realizado de las tres arcillas nos permite identificar de manera clara los grupos funcionales presentes en sus estructuras. Según el artículo “*Análisis comparativo de caolines de diferentes fuentes para la producción de metacaolín*”, se destacan varias bandas significativas. Las bandas asociadas a los enlaces -OH, tanto de los grupos Al-OH como del agua (H₂O), se ubican en las regiones de 3695 y 3652 cm⁻¹, reflejando las vibraciones características de los hidroxilos presentes en la caolinita (Torres, Mejía, Castelló, & Vizcayno, 2011).

Por su parte, en las regiones de 1000 y 911 cm^{-1} , se observan bandas vinculadas a las vibraciones de los enlaces Si-O y Al-O del grupo Al-O-H, lo que evidencia la estructura laminar típica de este mineral (Torres, Mejía, Castelló, & Vizcayno, 2011).

Por último, las bandas relacionadas a las vibraciones de Si-O-Al se encuentran en 750 y 536 cm^{-1} , completando el perfil espectral de las caolinitas (Torres, Mejía, Castelló, & Vizcayno, 2011). Estos datos coinciden con lo reportado en la literatura, además de confirmar la composición mineralógica de las arcillas.

En los espectros de las tres arcillas se observa cómo el aumento de la temperatura provoca una disminución progresiva en la intensidad de las bandas, lo que confirma la pérdida gradual de agua y la deshidroxilación de la caolinita. En particular, la Arcilla 3 se destaca por presentar una mayor intensidad en las bandas de Si-O y Al-O alrededor de 1000 y 911 cm^{-1} , lo que sugiere una mayor proporción de caolinita en comparación con las otras muestras. Además, los picos en 750 y 695 cm^{-1} se observan más pronunciados en la Arcilla 1 y Arcilla 2 a 600°C, pero tienden a atenuarse a 700 y 800°C, indicando cambios en la estructura cristalina.

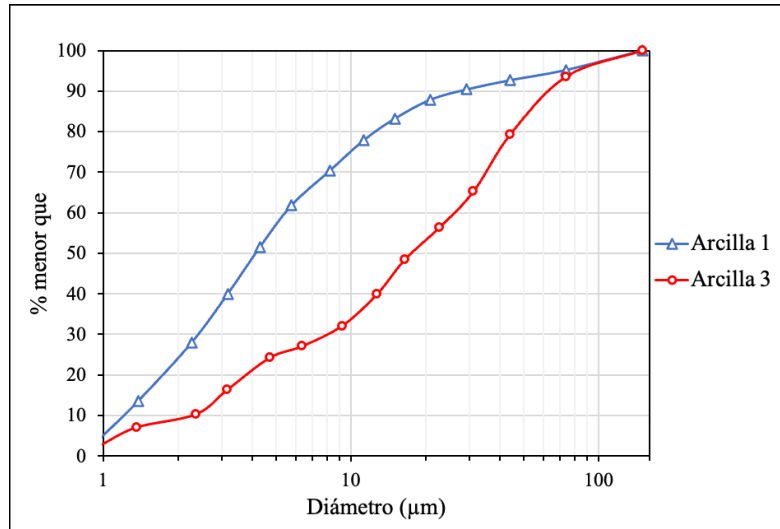
En la segunda etapa, se realizó el análisis de hidrómetro siguiendo la Norma ASTM D7928, con el objetivo de determinar la distribución del tamaño de las partículas finas en las arcillas 1 y 3. Antes del análisis, cada muestra fue sometida a un proceso de molienda y, posteriormente, una submuestra del material resultante se tamizó utilizando mallas con diferentes tamaños de abertura. Como resultado, se obtuvo un 7,71% de material retenido sobre el tamiz 45 μm en la arcilla 1, mientras que en la arcilla 3 el retenido alcanzó el 39,4%. Dado que este último valor supera el límite máximo del 34% establecido por la norma UNIT 20 para adiciones puzolánicas, se realizó

una molienda adicional en un molino de bolas de laboratorio durante 1,5 horas para cumplir con las especificaciones requeridas y obtener un resultado de 20,7%.

La Figura 8 presenta las curvas granulométricas obtenidas mediante el análisis por hidrómetro conforme a la norma ASTM D7928, para las muestras de arcilla 1 y arcilla 3.

Figura 8

Curvas granulométricas de las arcillas 1 y 3 según la norma ASTM D7928.



La curva granulométrica obtenida evidencia diferencias significativas en la distribución del tamaño de partículas entre la Arcilla 1 y la Arcilla 3. La Arcilla 1 presenta un mayor porcentaje de partículas finas a lo largo de todo el rango de diámetros analizados. En particular, se observa que, para diámetros inferiores a $10 \mu\text{m}$, alrededor del 70% de las partículas de la arcilla 1 son menores que este tamaño. En contraste, en la arcilla 3, esta proporción es aproximadamente del 32%.

Según lo reportado en la literatura, el aumento en la finura de las partículas incrementa el área superficial específica y cantidad de defectos superficiales, factores que favorecen la reactividad

con el hidróxido de calcio (Cabrera, Tironi, Scian, & Irassar, 2016). Esto sugiere, que la arcilla 1 podría tener una mayor capacidad para desarrollar actividad puzolánica. Por otro lado, el bajo contenido de partículas finas en la arcilla 3 podría estar asociado a una reactividad más lenta, evidenciando la necesidad de una molienda adicional para mejorar su desempeño como material puzolánico.

En la tercera etapa, para evaluar la puzolanidad del cemento Pórtland puzolánico, se aplicó el método químico de Frattini conforme a la Norma UNIT-NM 201:2004. Este ensayo permitió determinar la capacidad de reacción del material puzolánico con el hidróxido de calcio en solución acuosa, lo que conduce a la formación de compuestos cementates suplementarios. Los resultados obtenidos proporcionan una indicación clara sobre el potencial de cada arcilla activada.

Para la correcta aplicación del método químico Frattini, fue fundamental determinar previamente los factores de valoración de la solución EDTA (f_1) y de la solución de ácido clorhídrico 0,1 mol/l (f_2). Para ello, se utilizaron las siguientes ecuaciones:

El factor f_1 se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$f_1 = \frac{m_1}{100,09} * \frac{1000}{10 * 0,025 * V_1} = \frac{m_1}{V_1} * 39,96 \quad (4)$$

Al reemplazar los valores experimentales, se obtuvo:

$$f_1 = \frac{1 \text{ g}}{39,3 \text{ ml}} * 39,96 = 1,0168$$

Para el cálculo del factor f_2 , se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$f_2 = \frac{2m_2}{105,989} * \frac{1000}{0,1 * V_2} = \frac{m_2}{V_2} * 188,70 \quad (5)$$

Al sustituir los valores correspondientes, se obtuvo:

$$f_2 = \frac{0,2 \text{ g}}{36,24 \text{ ml}} * 188,70 = 1,0413$$

Estos factores de valoración fueron fundamentales para asegurar la precisión en el análisis químico de Frattini y la determinación de la reactividad puzolánica de las muestras estudiadas.

Luego de completar el procedimiento descrito en la norma, se procedió a la determinación de la concentración de iones hidroxilo $[OH^-]$ mediante una valoración ácido-base. Este procedimiento permitió cuantificar la alcalinidad de la solución, un parámetro clave en la evaluación de la actividad puzolánica del material. Para determinar la concentración, se utilizó la siguiente ecuación:

$$[OH^-] = \frac{1000 * 0,1 * V_3 * f_2}{50} = 2 * V_3 * f_2 \quad (6)$$

Después del procedimiento de valoración de iones hidroxilo, se procedió a la determinación de la concentración de óxido de calcio (CaO) en la misma solución resultante. se calculó utilizando la siguiente fórmula:

$$[CaO] = \frac{1000 * 0,025 * V_4 * f_1}{50} = 0,5 * V_4 * f_1 \quad (7)$$

El ensayo se realizó para un cemento de referencia y cemento puzolánico. En este último, la composición correspondió a una mezcla del 70% de cemento y el 30% de material puzolánico, equivalente a 14 g de cemento y 6 g de material puzolánico. Para la formulación de los cementos puzolánicos, se emplearon las arcillas 1, 2 y 3, previamente calcinadas a temperaturas de 600, 700 y 800°C.

En la Tabla 3, se presentan los resultados obtenidos mediante el método químico de Frattini, donde se evalúa la capacidad de los materiales puzolánicos para reaccionar con el hidróxido de calcio (Ca(OH)₂) en solución acuosa, formando compuestos cementantes secundarios. Estos resultados permiten analizar la actividad puzolánica de las diferentes arcillas calcinadas y su desempeño en la formulación de cementos puzolánicos.

Tabla 3

Resultados del método de Frattini para la evaluación de la actividad puzolánica de las arcillas.

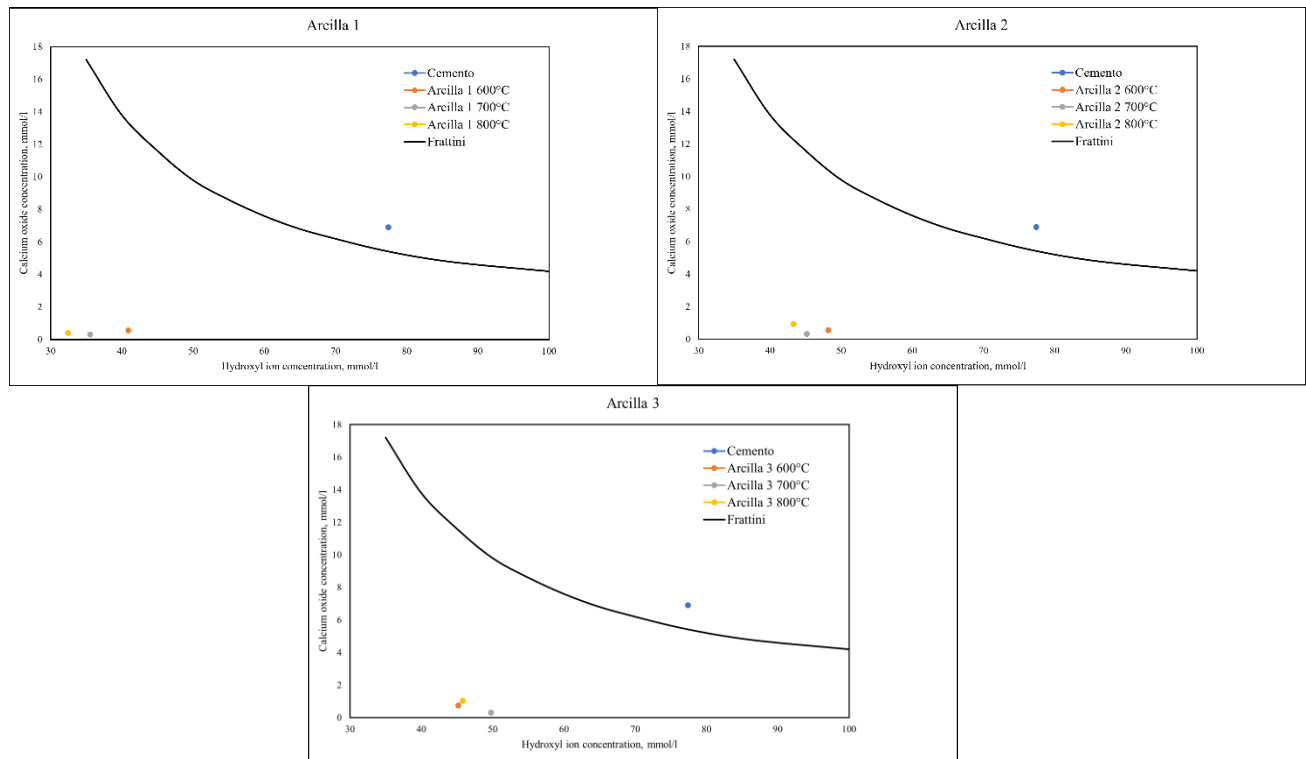
	C1	C + A1 a 600°C	C + A1 a 700°C	C + A1 a 800°C	C2	C + A2 a 600°C	C + A2 a 700°C	C + A2 a 800°C
Gasto HCl [ml]	37,18	19,65	17,08	15,57	36,8	23,15	21,7	20,8
Gasto EDTA [ml]	13,55	1,08	0,6	0,8	12,21	1,1	0,63	1,83
Concentración [OH ⁻]	77,431068	40,92309	35,570808	32,426082	76,63968	48,21219	45,19242	43,31808
Concentración [CaO]	6,88882	0,549072	0,30504	0,40672	6,207564	0,55924	0,320292	0,930372
f ₂					1,0413			
f ₁					1,0168			
	C3	C + A3 a 600°C	C + A3 a 700°C	C + A3 a 800°C				
Gasto HCl [ml]	38	21,7	23,9	22				
Gasto EDTA [ml]	13,4	1,45	0,59	2,03				
Concentración [OH ⁻]	79,1388	45,19242	49,77414	45,8172				
Concentración [CaO]	6,81256	0,73718	0,299956	1,032052				
f ₂					1,0413			
f ₁					1,0168			

Nota. C1 = cemento 1, A1 = arcilla 1, C2 = cemento 2, A2 = arcilla 2, C3 = cemento 3, A3 = arcilla 3

Los resultados se presentan mediante puntos que representan las concentraciones de iones hidroxilo y de óxido de calcio en la Figura 9, donde se muestra la relación entre la concentración de saturación de óxido de calcio y la concentración de iones hidroxilo a una temperatura de 40 °C. Este gráfico permite evaluar el comportamiento puzolánico de las muestras analizadas. En particular, se observan los resultados correspondientes al cemento de referencia y los cementos puzolánicos, proporcionando una comparación clara del grado de reactividad entre ellos.

Figura 9

Relación entre la concentración de CaO y OH⁻ a 40°C para el análisis de comportamiento puzolánico.



Los tres cementos puzolánicos calcinados a 600, 700 y 800 °C cumplen con el ensayo de puzolanicidad, de acuerdo con los criterios establecidos en la Norma. Según esto, se considera que una muestra es puzolánica cuando el punto obtenido se sitúa por debajo de la curva de concentración de saturación de óxido de calcio (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 2004).

Se observó que la arcilla 1 a 800°C y la arcilla 3 a 700°C se encuentran más cercanas al eje x, lo que indica que el calcio liberado durante la hidratación de cemento se eliminó debido al avance de la reacción puzolánica (Tironi A. , Trezza, Scian, & Irassar, 2013). Este comportamiento refleja una mayor capacidad de estas muestras para fijar el hidróxido de calcio, evidenciando su alto potencial como materiales puzolánicos.

En la cuarta etapa de la tercera fase, se llevó a cabo el ensayo de resistencia a la compresión para determinar el índice de actividad puzolánica con cemento, siguiendo los lineamientos de la Norma UNIT 1035:98. Este método permite evaluar la capacidad de los materiales puzolánicos para mejorar las propiedades mecánicas del cemento, mediante la comparación de la resistencia a la compresión de una mezcla que contiene puzolana con la de una mezcla de referencia sin adiciones, después de un período de curado estándar (Instituto Uruguayo de Normas Técnicas, 1998). Para este ensayo, se seleccionó específicamente la arcilla 1 calcinada a 800°C y la arcilla 3 calcinada a 700°C, debido a su destacado comportamiento puzolánico observado en etapas previas del estudio.

La primera probeta correspondió a una mezcla de cemento sin adiciones, utilizada como referencia. La segunda probeta se elaboró con una sustitución del 30% de cemento por arcilla 1 calcinada a 800°C, mientras que la tercera probeta se preparó con un 30% de sustitución utilizando arcilla 3 calcinada a 700°C. Para calcular el índice de puzolanidad, fue necesario utilizar la siguiente ecuación (9):

$$I_p = \left(\frac{f_c B}{f_c A} \right) * 100 \quad (9)$$

En la Tabla 5, podemos observar el resultado:

Tabla 4

Resultados del índice de puzolanidad.

Muestra	Resistencia a la compresión (MPa)	Índice de actividad puzolánica con cemento (%)
Arcilla 1	50,6	105,6
Arcilla 3	43,4	90,6

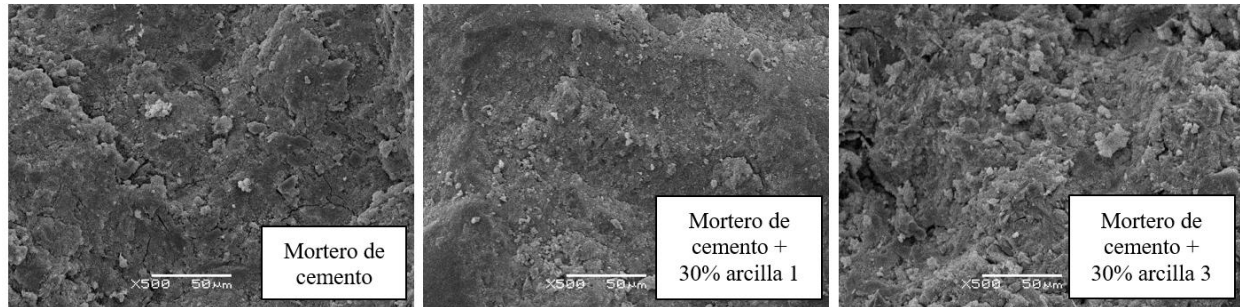
Cemento Pórtland Normal	47,9
----------------------------	------

De los resultados obtenidos se puede concluir que tanto la arcilla 1 a 800°C como la arcilla 3 a 700°C cumplen con el índice de actividad puzolánica con cemento, ya que, según la Norma UNIT 20, este debe ser superior al 75%. La arcilla 1 mostró un mejor desempeño en términos de resistencia a la compresión y del índice de actividad puzolánica, con un valor de 50,6 MPa y un índice del 105,6%, superando tanto al cemento Pórtland normal como a la arcilla 3. Esto indica una mayor capacidad de la arcilla 1 para mejorar las propiedades mecánicas del cemento. Por otro lado, aunque la arcilla 3 presentó un menor índice de actividad puzolánica, con un 90,6%, este valor sigue siendo superior al requisito mínimo de la norma, evidenciando un adecuado comportamiento puzolánico. Estos resultados destacan la influencia de la temperatura de calcinación y la composición mineralógica en el desempeño mecánico de las mezclas evaluadas.

Por último, se presentarán las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) en la Figura 10, las cuales permiten visualizar con alta resolución las características superficiales y la estructura tridimensional de las muestras, brindando información detallada sobre su morfología y textura.

Figura 10

Microscopía electrónica de barrido (SEM) para morteros de cemento sin y con adición de arcilla (30% arcilla 1 y 30% arcilla 3).



El análisis SEM muestra que la incorporación de arcilla calcinada en un 30% al mortero de cemento promueve una microestructura más densa y menos cristalina, con menor contenido de portlandita y mayor presencia de gel C-S-H. Esto sugiere una mejor durabilidad y potencial resistencia mecánica, aunque es recomendable realizar ensayos complementarios (como resistencia a la compresión y permeabilidad) para confirmar estas propiedades.

Es importante señalar que, a 28 días de curado, se requiere el uso de aumentos mayores a 5000X para distinguir con mayor claridad la presencia de minerales o estructuras cristalinas dentro de la pasta. Este nivel de detalle permitiría una caracterización más precisa de los productos de hidratación y de la posible presencia de fases secundarias (Giraldo & Tobón, 2006).

5. Conclusiones

Se identificaron y caracterizaron arcillas de Uruguay y Argentina, destacando que cumplen con los requisitos de la norma ASTM C618-22, según la cual la suma de los contenidos de óxido de silicio, aluminio y hierro debe ser al menos del 70% para asegurar una adecuada reactividad

puzolánica en aplicaciones con cemento Pórtland. Asimismo, se incluyó el análisis de una arcilla colombiana de la región de Ocaña, Norte de Santander, basada en información reportada en la literatura, la cual también cumple con los criterios establecidos. Además, el análisis mineralógico permitió identificar la presencia de caolinita y cuarzo en las arcillas evaluadas, minerales asociados a un buen potencial puzolánico tras la activación térmica.

El rango de temperatura entre 600 y 800°C es óptimo para la activación térmica de las arcillas seleccionadas, ya que en este intervalo se alcanzó la mayor estabilidad térmica y se evidenciaron transiciones de fase clave, destacando la formación de metacaolinita. Esta formación resulta fundamental para potenciar la reactividad puzolánica del material, optimizando su desempeño en la formulación de cemento Pórtland.

Tanto la arcilla 1 calcinada a 800°C y la arcilla 3 calcinada a 700°C cumplen con el índice de actividad puzolánica. Sin embargo, la arcilla 1 destacó por su desempeño mecánico, obteniendo una resistencia a la compresión mayor a la del cemento Pórtland normal. Esto quiere decir, que se presentan resultados más favorables para mayores contenidos caoliniticos y menores tamaños de partícula.

6. Recomendaciones

Se recomienda replicar este estudio utilizando arcillas colombianas, con el fin de evaluar su potencial como materiales puzolánicos en la formulación de cemento Pórtland. Esto permitiría comparar el comportamiento de las arcillas locales con los resultados obtenidos en este trabajo y determinar si ofrecen un desempeño similar o superior.

Referencias Bibliográficas

- Aguilera Casabella, D. (2016). Evaluación parcial de la reactividad puzolánica de arcillas calcinadas a partir de un método basado en la solubilidad alcalina. Obtenido de <https://dspace.uclv.edu.cu/handle/123456789/6397>
- ASTM International. (2017). Standard Test Method for Particle-Size Distribution (Gradation) of Fine-Grained Soils Using the Sedimentation (Hydrometer) Analysis (ASTM D7928-17). *ASTM International*.
- ASTM International. (2022). Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete (ASTM C618-22). *ASTM International*.
- Ayati, B., Newport, D., Wong, H., & Cheesem, C. (2022). Acid activated smectite clay as pozzolanic supplementary cementitious material. *Cement and Concrete Research*, 162, 106969. doi:10.1016/j.cemconres.2022.106969
- Cabrera, L., Tironi, A., Scian, A. N., & Irassar, E. F. (2016). Influencia del grado de molienda en la actividad puzolánica de arcillas que contienen caolinita y halloysita. *Avances en Ciencias e Ingeniería*. Obtenido de <http://hdl.handle.net/11336/54567>
- Cáceres, V., Chaparro, A., & Sanchez Molina, J. (2021). Caracterización de materiales arcillosos y su potencial aplicación en la industria cerámica. *Universidad de Pamplona*.
- Donatello, S., Tyrer, M., & Cheeseman C.R. (2010). Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. *Cement and Concrete Composites*, 32(2), 121-127. doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.10.008

- Fernández, R., Martirena, F., & Scrivener, K. (2011). The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite. *Cement and Concrete Research*, 41 (1), 113-122. doi:10.1016/j.cemconres.2010.09.013
- Fragoso Doria, J. A., & Visbal Jacome, J. E. (2021). El uso de la puzolana de origen natural en concreto hidráulico. Universidad de Cartagena. Obtenido de <https://hdl.handle.net/11227/14628>
- García, R., Flórez, E., & Quintero, W. (2020). Caracterización físico-química de una arcilla colombiana. *RCTA*, 1(35), 57-64.
- Giraldo, M., & Tobón, J. (2006). EVOLUCIÓN MINERALÓGICA DEL CEMENTO PORTLAND DURANTE EL PROCESO DE HIDRATACIÓN. *DYNA*, 73(148). Obtenido de http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0012-73532006000100007
- He, C., Osbaeck, B., & Makovicky, E. (1995). Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: Activation, reactivity assessments and technological effects. *Cement and Concrete Research*, 25(8), 1691-1702. doi:10.1016/0008-8846(95)00165-4
- Instituto Uruguayo de Normas Técnicas. (1998). Materiales puzolánicos - Determinación de actividad puzolánica - Índice de actividad puzolánica con cemento (UNIT 1035:98). *Instituto Uruguayo de Normas Técnicas*.
- Instituto Uruguayo de Normas Técnicas. (2004). Cemento pórtland puzolánico - Determinación de la puzolanidad (UNIT-NM 201:2004). *Instituto Uruguayo de Normas Técnicas*.
- Instituto Uruguayo de Normas Técnicas. (2022). Cementos pórtland para uso general - Definiciones y requisitos (UNIT 20:2022). *Instituto Uruguayo de Normas Técnicas*.

- Mejía-Barrera, C., Sierra-Arango, L., Arboleda-López, S., & Zuluaga-De Los Ríos, U. (2021). Evaluación técnica del potencial cementante de arcillas provenientes de los residuos de la construcción y la demolición. *TecnoLógicas*, 24(52). doi:10.22430/22565337.2038
- Queiroz, L. S., Da Costa, C. E., & De Souza, L. K. (2023). Biomaas conversion by torrefaction process. *Elsevier eBooks*, 623-636. doi:10.1016/b978-0-323-93940-9.00015-3
- Romero González, A. (2020). Determinación del índice de actividad puzolánica de materiales cementates suplementarios disponibles en el mercado colombiano. *Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito*. Obtenido de <https://repositorio.escuelaing.edu.co/handle/001/1206>
- Sanjuán, M., & Zaragoza, A. (2020). *Las arcillas activadas térmicamente como constituyentes del cemento pórtland*. CEMENTO HORMIGÓN. Obtenido de <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=7522345>
- Tironi , A., Trezza, M., Scian, A. N., & Irassar, E. F. (2012). Utilización de caolín calcinado como puzolana: determinación de la temperatura óptima de calcinación. *CORE*. Obtenido de <https://core.ac.uk/outputs/543238879/?source=oai>
- Tironi, A., Trezza, M. A., Scian, A. N., & Irassar, E. F. (2013). Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. *Cements And Concrete Composites*(37), 319-327. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.01.002
- Torres, J., Mejía, R., Castelló, R., & Vizcayno, C. (2011). Análisis comparativo de caolines de diferentes fuentes para la producción de metacaolín. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 31(1), 35-43. Obtenido de https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522011000100006

Undavalli, V., Ling , C., & Khandelwal, B. (2021). Impact of alternative fuels and properties on elastomer compatibility. *Aviation Fuels*, 113-132. doi:10.1016/B978-0-12-818314-4.00001-7