



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE DOCTORADO EN CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS DE
LOS MATERIALES

**EMPLEO DE JALES DE ORO Y PLATA ACTIVADOS COMO MATERIAL
CEMENTANTE SUPLEMENTARIO EN LA ELABORACIÓN DE UN CEMENTO
PORTLAND**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTORA EN CIENCIAS EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

M.C. SUSANA MARITZA HERNÁNDEZ RAMOS

DIRECTORA DE TESIS:

DRA. NOEMI ORTÍZ LARA

CO-DIRECTORA:

DRA. DANNA LIZETH TREJO ARROYO

MORELIA, MICHOACÁN A'OE'VWDTE 2024

DEDICATORIA

A mis hijas

-Toda buena dádiva y todo don perfecto descienden de lo alto, donde está el Padre que creó las lumbreras celestes, y que no cambia como los astros ni se mueve como las sombras- Santiago 1:17

AGRADECIMIENTOS

La culminación de este proyecto me genera una enorme satisfacción, ciertamente puedo decir que este objetivo lo he alcanzado por y con el favor de Dios, por eso agradezco al Eterno, a mi amado padre el haberme permitido finalizar este trabajo, por darme vida, salud, entendimiento y sustento en cada etapa de mis estudios.

Agradezco infinitamente a mis padres, un tesoro invaluable, que en TODO momento me han apoyado en cada aspecto que he necesitado. A mi hermana Claudia, que me ha inspirado a ser mejor y a dar lo mejor de mí. A mi amiga Indra Bernal, por ser y estar siempre para mí, por tu aliento y tus ánimos.

A las Dras. Danna Trejo y Noemí Ortiz, grandes mujeres que me han acompañado a lo largo de estos años, gracias por sus conocimientos y enseñanzas, gracias por sus consejos, por su paciencia y comprensión, gracias por guiarme a través de este proceso para obtener los resultados deseados.

Al Dr. Gerardo Rodríguez, gracias por su conocimiento, por enseñarme que los verdaderos profesores con vocación de servicio sí existen, ha sido el mejor y más apasionado profesor que he tenido el gusto de conocer, mis respetos y admiración siempre.

A la Dra. Diana Cholico, gracias por sus conocimientos y tiempo invertido en mi proyecto, mi admiración y respeto a su persona.

Al Dr. Juan Zárate, gracias por brindarme sus conocimientos y motivarme a mejorar mis presentaciones, gracias por dedicar el tiempo a mi proyecto.

Al IIMM por haberme acogido para la realización de este proyecto y sobre todo a los doctores y maestros que tuve el gusto de conocer y que de alguna manera fueron partícipes, Dr. Jorge Verduzco, Dr. Víctor Hugo López, Dr. Ariosto Medina, M. en C. Remedios, M. en C. Antonio Rodríguez y con especial cariño a la maestra María del Carmen Ramírez López.

Agradezco sinceramente al personal de la UMSNH, del IMM de la UNAM campus Morelia y a la Facultad de Ingeniería Civil de la UMSNH por haberme abierto las puertas de sus instalaciones y haber tenido un excelente trato en cada ocasión que tuve el gusto de trabajar con ustedes.



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

Of. Núm. ST/IIMM-31-2024

Morelia Mich., 20 de agosto de 2024

M. C. SUSANA MARITZA HERNÁNDEZ RAMOS

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Doctor en Ciencias Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada “*Empleo de jales de oro y plata activados como material cementante suplementario en la elaboración de un cemento portland.*”, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

15010073	Dra. Noemí Ortiz Lara	Presidente
CONV1019	Danna Lizeth Trejo Arroyo	Co-Presidente
21000123	Gerardo Manuel Rodríguez Torres	Vocal
15010077	Diana Fabiola Cholico González	Vocal
97003581	Juan Zárate Medina	Vocal
05002699	Dr. Víctor Hugo López Morelos	Suplente

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

UMSNH

 Instituto de Investigación
 en Metalurgia y Materiales
 DIRECCIÓN
 Dr. Ariosto Medina Flores
 Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

#HumanistaPorSiempre

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS	10
LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS.....	11
RESUMEN.....	12
ABSTRACT	13
CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN	14
1.1 JUSTIFICACIÓN	16
1.2 OBJETIVOS	17
1.2.1 Objetivo general	17
1.2.2 Objetivos particulares.....	17
1.3 HIPÓTESIS	17
CAPÍTULO 2 ESTADO DEL ARTE.....	18
2.1 CONCRETO DE CEMENTO PORTLAND	18
2.1.1 Generalidades	18
2.1.2 Clasificación del concreto	19
2.2 CEMENTO PORTLAND.....	19
2.2.1 Generalidades	19
2.2.2 Producción de cemento Portland	21
2.2.3 Demanda energética de la producción de cemento Portland	23
2.2.4 Composición del cemento Portland	26
2.2.5 Hidratación del cemento Portland.....	30
2.2.6 Propiedades de los morteros en estado plástico.....	32
2.2.6.1 Consistencia normal.....	32
2.2.6.2 Fluidéz	33
2.3 MATERIALES CEMENTANTES SUPLEMENTARIOS (SCM).....	34
2.4 LA INDUSTRIA MINERA Y SUS DESECHOS	36
2.5 CARACTERIZACIÓN DE JALES MINEROS	40
2.5.1 Restauración y recuperación de jales mineros	41
2.5.2 Empleo de los jales mineros como materia prima en la industria de la construcción	42
2.5.3 Activación de jales y su comportamiento en morteros y concretos en estado fresco y endurecido.....	43
CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA.....	51
3.1 MATERIALES.....	52
3.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA DE MATERIALES DE PARTIDA	53
3.2.1 Morfología de grano.....	53
3.2.2 Contenido de humedad	53
3.2.3 Pérdida de materia orgánica por ignición (PPI)	53
3.2.4 Determinación de pH	53
3.2.5 Potencial zeta y conductividad eléctrica.....	54
3.2.6 Densidad real	54
3.2.7 ANÁLISIS INFRARROJO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR)	54
3.2.8 Análisis termo gravimétrico (TG).....	54
3.2.9 Finura	55
3.2.10 Distribución de tamaño de partícula	55
3.2.11 Composición química	55
3.2.12 Estructura cristalina	55
3.2.13 Contenido de elementos potencialmente tóxicos	56
3.3 ACTIVACIÓN MECÁNICA Y TÉRMICA	56
3.4 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LOS JALES ACTIVADOS (ACT-GST)	57
3.5 DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN E ÍNDICE DE ACTIVIDAD RESISTENTE (ÍAR).....	58

3.5.1 Preparación de cubos de morteros	58
3.5.2 Determinación de resistencia a la compresión en morteros	60
3.5.3 Determinación del Índice de Actividad Resistente (ÍAR) en morteros	60
3.6 EVOLUCIÓN DE LA RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN Y DETERMINACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE HIDRATACIÓN EN MORTEROS EXPERIMENTALES EN FUNCIÓN DEL TIEMPO DE CURADO	60
3.6.1 Morfología de productos de hidratación	61
3.6.2 Estructuras cristalinas de los productos de hidratación.....	61
3.6.3 Análisis Termogravimétrico (Análisis TG).....	61
3.6.4 Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)	61
3.6.5 Lixiviación de elementos potencialmente tóxicos en morteros (EPT)	61
3.7 PROPIEDADES DE PASTAS CEMENTANTES Y MORTEROS EN ESTADO FRESCO	62
3.7.1 Fluidéz	62
3.7.2 Tiempo de fraguado inicial y final y consistencia normal	62
CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIONES	64
4.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE JALES	64
4.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE JALES ACTIVADOS (ACT-GST).....	73
4.2.1 Activación mecánica.....	77
4.2.2 Activación térmica.....	81
4.3 POTENCIAL ZETA Y CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DE PT-GST Y ACT-GST	85
4.4 RESISTENCIA MECÁNICA A LA COMPRESIÓN E ÍNDICE DE ACTIVIDAD RESISTENTE (ÍAR).....	91
4.5 PRODUCTOS DE HIDRATACIÓN EN MORTEROS A 28 DÍAS DE CURADO CON DIFERENTES PORCENTAJES DE SUSTITUCIÓN	99
4.5.1 Morfología de productos de hidratación	99
4.5.3 Análisis Termogravimétrico.....	117
4.5.4 Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)	121
4.5.5 Lixiviación de elementos potencialmente tóxicos	122
4.6 DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES EN ESTADO FRESCO	126
4.6.1 Determinación de la consistencia normal y tiempo de fraguado	126
4.6.2 Determinación de la fluidéz.....	129
4.6.3 Análisis de la liberación de CO ₂ en la sustitución de jales activados térmicamente por cemento.....	130
4.6.4 Uso de energía en la activación de jales.....	132
CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES	134
5.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE PT-GST	134
5.2 CARACTERIZACIÓN DE ACT-MEC-GST Y ACT-TER-GST	134
5.3 ÍNDICE DE ACTIVIDAD RESISTENTE Y PROPIEDADES EN ESTADO ENDURECIDO DE MORTEROS SUSTITUIDOS CON JALES ACTIVADOS.....	135
5.4 PROPIEDADES EN ESTADO FRESCO DE MORTEROS SUSTITUIDOS CON JALES ACTIVADOS.....	135
5.5 LIXIVIACIÓN DE EPT EN JALES Y MORTEROS.....	136
5.6 VALORACIÓN ENERGÉTICA DE LA UTILIZACIÓN.....	136
5.7 TRABAJO FUTURO.....	136
CAPÍTULO 6 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	138

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 2.1 Diagrama general del proceso de producción de cemento [47,48].	23
Fig. 2.2 Diagrama energético general del proceso de elaboración de cemento [54].	24
Fig. 2.3 Distribución de las emisiones de CO ₂ durante la producción de cemento [59].	25
Fig. 2.4 Gel tobermorita compacto a 28 días de hidratación [68].	27
Fig. 2.5 Gel tobermorita sintetizado a partir de un residuo de vidrio [69].	28
Fig. 2.6 Placas de CH a 28 días de hidratación [70,71].	28
Fig. 2.7 Patrones DRX de Cemento Portland Ordinario (CPO), correspondiente al Tipo I de acuerdo a la Norma ASTM C 150 [73].	29
Fig. 2.8 Evolución de la hidratación de las fases anhídras del clínker de cemento Portland [75].	31
Fig. 2.9 Tipos de minas a Mina de oro a cielo abierto, Pinos Altos, Chihuahua, México y b Mina subterránea, Tajo Prometeo, Coahuila, México [100, 101].	37
Fig. 2.10 Producción mundial de minerales de metal 2016 [104].	38
Fig. 2.11 Presa de jales en Peña de Bernal, Querétaro, México [110].	40
Fig. 2.12 Caracterización de jales de acuerdo al contenido de humedad y consistencia [116].	41
Fig. 2.13 Distribución del tamaño de partícula (DTP) de 8 jales y CPO [18].	45
Fig. 2.14 Representación esquemática de los regímenes de movimiento en un PBM: cascada, cataratas y balanceo, respectivamente [146].	48
Fig. 3.1 Metodología general de la investigación.	52
Fig. 3.2 Jales de oro y plata en condición de pre tratamiento.	52
Fig. 3.3 Determinaciones de a pH en muestras de PT–GST y b Determinación del potencial zeta en PT–GST.	54
Fig. 3.4 Proceso de activación mecánica a Molino de bolas planetario y b Vial con PT–GST y medios de molienda.	56
Fig. 3.5 Proceso de activación térmica a Horno Nabertherm y b PT–GST sometidos a tratamiento térmico.	57
Fig. 3.6 Preparación de cubos de mortero a Colado y b Cubos de mortero en estado fresco.	58
Fig. 3.7 Mediciones para a Determinación de las dimensiones y b Determinación de la masa de los cubos de mortero.	59
Fig. 3.8 Prensa eléctrica digital Elvec.	59
Fig. 4.1 DRX de PT–GST, Q- cuarzo, C- calcita.	68
Fig. 4.2 DRX de arena de sílice.	68
Fig. 4.3 DRX de arena de CPO.	69
Fig. 4.4 Diagrama ternario de las fases SiO ₂ –Al ₂ O ₃ –CaO [Elaboración propia].	70
Fig. 4.5 Micrografía a PT–GST. Puntos I y II, partículas porosas. Puntos III y IV, partículas lisas, b Análisis EDS de punto I y análisis EDS de punto II.	72
Fig. 4.6 FT–IR de PT–GST.	73

Fig. 4.7 Micrografía de a GST, b ACT-MEC-GST-100 min, c ACT-MEC-GST-120 min y d ACT-MEC-GST-140 min.....	75
Fig. 4.8 Micrografía de a ACT-TER-GST-400° C, b ACT-TER-GST-600° C, c ACT-TER-GST 800° C y d ACT-TER-GST-1 000° C.....	76
Fig. 4.9 Difractograma de ACT-MEC-GST. Fases cristalinas: (C) calcita CaCO ₃ y (Q) cuarzo SiO ₂	77
Fig. 4.10 Difractogramas de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST, fase cuarzo. a Plano (100) 20.86°, b Plano (101) 26.62° y c Plano (103) 54.84°.....	79
Fig. 4.11 FWHM y L en función del tiempo de molienda, fase cuarzo. a Plano (100) 20.86°, b Plano (101) 26.62° y c Plano (103) 54.84°.....	80
Fig. 4.12 DRX de jales sometidos a tratamiento térmico. Fases cristalinas: (C) calcita CaCO ₃ y (Q) cuarzo SiO ₂	81
Fig. 4.13 Difractogramas de morteros sustituidos con ACT-TER-GST, fase cuarzo. a Plano (100) 20.86°, b Plano (101) 26.62° y c Plano (103) 54.84°.....	83
Fig. 4.14 FWHM y L en función de la temperatura de tratamiento, fase cuarzo a Plano (100) 20.86°, b Plano (101) 26.62° y c Plano (103) 54.84°.....	84
Fig. 4.15 Potencial zeta de PT-GST.....	86
Fig. 4.16 Conductividad eléctrica PT-GST.....	87
Fig. 4.17 Potencial zeta ACT-MEC-GST-140 min.	88
Fig. 4.18 Conductividad eléctrica ACT-MEC-GST-140 min.	89
Fig. 4.19 Potencial zeta de ACT-TER-GST-1 000° C.....	90
Fig. 4.20 Conductividad eléctrica ACT-TER-GST- 1 000°C.....	90
Fig. 4.21 Resistencia a la compresión promedio de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.	93
Fig. 4.22 Índice de actividad resistente (%) de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000°C.	94
Fig. 4.23 Resistencia mecánica a la compresión en morteros control, sustituidos al 10 % con PT-GST, ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.	97
Fig. 4.24 Resistencia mecánica a la compresión en morteros control y sustituidos al 15 % con PT-GST, ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.	98
Fig. 4.25 Mortero control curado por 28 días a Gel C-S-H fibroso compacto y b Gel C-S-H granular compacto.	100
Fig. 4.26 Micrografías de a Morteros control, b ACT-MEC-GST-140 min E10, c ACT-MEC-GST-140 min E15 y d ACT-MEC-GST-140 min E20.....	102
Fig. 4.27 Micrografías de a Morteros control, b ACT-TER-GST E10, c ACT-TER-GST E15 y d ACT-TER-GST E20.....	103
Fig. 4.28 Micrografía y análisis EDS de morteros a ACT-MEC-GST E10 y d ACT-MEC-GST E15, curados por 3 días.....	105

Fig. 4.29 Micrografía y análisis EDS de morteros a ACT-MEC-GST E10 y d ACT-MEC-GST E15, curados por 14 días.....	106
Fig. 4.30 Micrografías y análisis EDS de morteros a ACT-MEC-GST E10 y d ACT-MEC-GST E15, curados por 90 días.....	107
Fig. 4.31 Micrografía y análisis EDS de morteros a ACT-TER-GST E10 y d ACT-TER-GST E15, curados por 3 días.....	108
Fig. 4.32 Micrografía y análisis EDS de morteros a ACT-TER-GST E10 y d ACT-TER-GST E15, curados por 14 días.....	109
Fig. 4.33 Micrografía y análisis EDS de morteros a ACT-TER-GST E10 y d ACT-TER-GST E15, curados por 90 días.....	110
Fig. 4.34 Difractogramas de morteros control y experimentales sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min, E10, E15, E20 y E30, curados por 28 días.....	112
Fig. 4.35 Difractogramas de morteros control y experimentales sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C E10, E15, E20 y E30, curados por 28 días.....	113
Fig. 4.36 Difractogramas de morteros con ACT-MEC-GST-140 min E10 a diferentes días de curado.....	114
Fig. 4.37 Difractogramas de morteros con ACT-MEC-GST-140 min E15, a diferentes días de curado.....	115
Fig. 4.38 Difractogramas de morteros con ACT-TER-GST-1 000° C E10 a diferentes días de curado.....	116
Fig. 4.39 Difractogramas de morteros con ACT-TER-GST-1 000° C E15 a diferentes días de curado.....	117
Fig. 4.40 Curvas del análisis TGA y tabla de pérdida de masa (%) de los morteros ACT-MEC-GST-140 min.....	119
Fig. 4.41 Curvas del análisis TGA y tabla de pérdida de masa (%) de los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C.....	120
Fig. 4.42 FT-IR de mortero control y morteros con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C, a 3 y 28 días de curado.....	122
Fig. 4.43 Micrografía y mapeo químico elemental de Cd y As de los morteros con ACT-MEC-GST-140 min a 3 días de curado y b 90 días de curado.....	125
Fig. 4.44 Consistencia normal de mortero control morteros con ACT-MEC-GST E10 y E15 y morteros con ACT-TER-GST E10 y E15.....	127
Fig. 4.45 Tiempos de gragado inicial y final de mortero control y morteros experimentales con ACT-MEC-GST-140 min E10 y E15 y morteros con ACT-TER-GST E10 y E15.....	129
Fig. 4.46 Fluidez de mortero control y de morteros experimentales con ACT-MEC-GST-140 min, E10 y E15 y mortero con ACT-TER-GST-1 000° C E10 y E15.....	130

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Clasificación de cementos (NMX-C-414-ONNCCE-2004) [46].	20
Tabla 2.2 Componentes de los cementos (NMX-C-414-ONNCCE-2004) [46].	21
Tabla 2.3 Principales reacciones químicas durante el proceso de hidratación del cemento [66,67].	26
Tabla 2.4 Propiedades físicas y composición química de un CPO, correspondiente al Tipo I de acuerdo a la Norma ASTM C 150 [74].	30
Tabla 2.5 Composición química (%) y Pérdida de materia orgánica por ignición (PPI) de jales de 9 minas diferentes reportados en literatura [Elaboración propia].	42
Tabla 3.1 Dosificación de cubos de mortero (ASTM C 311-2004) [82].	58
Tabla 3.2 Composición de agua marina y agua subterránea para lixiviación de EPT [153].	62
Tabla 3.3 Dosificación para mezclas para determinación de la fluidez [85].	62
Tabla 3.4 Dosificación para mezclas para la determinación de la consistencia normal y tiempo de fraguado.	63
Tabla 4.1 Características físicas y composición química de los jales en comparación con una puzolana clase N [160].	65
Tabla 4.2 Composición química de CPO Blanco y arena de sílice.	66
Tabla 4.3 Contenido de EPT en PT-GST.	67
Tabla 4.4 Distribución de tamaño de partícula del CPO y de los PT-GST.	71
Tabla 4.5 Distribución de tamaño de partícula de los ACT-MEC-GST.	74
Tabla 4.6 Distribución de tamaño de partícula de los ACT-TER-GST.	74
Tabla 4.7 Resistencia mecánica a la compresión adquirida en un CPO a diferentes días de curado [94].	95
Tabla 4.8 Concentración de EPT en morteros lixiviados con agua subterránea.	123
Tabla 4.9 Concentración de EPT en morteros lixiviados con agua marina.	124

LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

Abreviatura/Símbolo	Descripción
CP	Cemento Portland
CPO	Cemento Portland Ordinario
CPC	Cemento Portland Compuesto
CPP	Cemento Portland Puzolánico
C ₂ S	Silicato dicálcico
C ₃ S	Silicato tricálcico
C ₃ A	Aluminato tricálcico
C ₄ AF	Ferro aluminato de calcio
pH	Potencial de hidrógeno
PZC	Punto cero de carga
a/c	Relación agua/cemento
CH	Portlandita o Hidróxido de Calcio
C–S–H	Silicato de Calcio Hidratado
AFt	Etringita
GST	Jales de oro y plata
PT–GST	Jales en condición de pre tratamiento
ACT–GST	Jales de oro y plata activados
ACT–MEC–GST	Jales de oro y plata activados mecánicamente
ACT–TER–GST	Jales de oro y plata activados térmicamente
DRX	Difracción de Rayos X
MEB	Microscopía electrónica de barrido
EDS	Espectroscopía de energía dispersada
FT–IR	Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier
TGA	Análisis Termogravimétrico
SCM	Material Cementante Suplementario

RESUMEN

El cemento y el concreto constituyen una proporción sustancial del entorno construido. Puentes y presas de impresionante diseño, rascacielos arquitectónicamente innovadores, carreteras y vías férreas, apartamentos de gran altura y viviendas unifamiliares: nada de esto sería posible sin el cemento. Para alcanzar el objetivo en común de tener un mundo más equitativo y sostenible se requerirá una expansión sustancial de nuestro entorno construido, lo que a su vez aumentará la demanda de materiales a base de cemento. Por ello resulta de vital importancia diseñar materiales que igualen o superen las características del cemento, y que a su vez minimicen el daño medioambiental que genera la producción de cemento tradicional. Los materiales cementantes suplementarios a base de residuos o sub-productos industriales son una alternativa viable para mitigar este impacto ambiental. En este trabajo se ha propuesto la reutilización de jales de mina de oro y plata para sustituir parcialmente al cemento en la elaboración de morteros y concretos. Se analizaron las características físicas, químicas y mineralógicas de los jales para determinar el proceso de activación conveniente para mejorar su actividad puzolánica. Se determinó mediante el Índice de Actividad Resistente que la resistencia a la compresión es favorable con el 15 % de sustitución por jales activados mecánicamente durante 140 min de molienda mecánica y jales activados térmicamente mediante calcinación a 1 000° C. Se observó que, a los 90 días de curado, los morteros sustituidos al 15 % incrementan la resistencia a la compresión en comparación con el mortero control. Mediante pruebas de fluidez, consistencia normal y tiempos de fraguado se determinó que las propiedades en estado fresco no se ven afectadas por la sustitución de cemento por jales activados. Finalmente, se determinaron los productos de hidratación de los morteros mediante técnicas como Microscopía Electrónica de Barrido – Espectroscopía de Energía Dispersiva, Difracción de Rayos X, Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier y Análisis Termogravimétrico, encontrando que estos productos son similares a los de una pasta de cemento ordinario.

Palabras clave: Residuos de Minería, Cemento Compuesto, Activación, Actividad Puzolánica.

ABSTRACT

Cement and concrete make up a substantial proportion of the built environment. Stunningly designed bridges and dams, architecturally innovative skyscrapers, highways and railways, high-rise apartments and single-family homes – none of this would be possible without cement. Achieving the common goal of a more equitable and sustainable world will require a substantial expansion of our built environment, which in turn will increase demand for cement-based materials. For this reason, it is of vital importance to design materials that equal or exceed the characteristics of cement, and that in turn minimize the environmental damage generated by the production of traditional cement. Supplementary cementitious materials based on industrial waste or byproducts are a viable alternative to mitigate this environmental impact. In this work, the reuse of gold and silver mine tailings has been proposed to partially replace cement in the production of mortars and concrete. The physical, chemical and mineralogical characteristics of the tailings were analyzed to determine the appropriate activation process to improve its pozzolanic activity. The Resistant Activity Index shows that the compressive strength is favorable with 15 % of substitution by mechanical and thermal activated tailings, and after 90 curing days, the mortars considerably improve the compressive strength compared to the control mortar. Through tests of fluidity, standard consistency and setting times, it is considered that the properties in the fresh state are not affected by the replacement of cement with activated tailings. Finally, the hydration products of the mortars were determined using techniques such as Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive Spectroscopy, X-ray Diffraction, Fourier Transform Infrared Analysis and Thermogravimetric Analysis, finding that these products are similar to those of a paste of ordinary cement.

Capítulo 1 INTRODUCCIÓN

Todo proceso industrial efectuado en la tierra impacta al entorno de manera positiva o negativa. Sin embargo, existe una dinámica que permite minimizar ciertos impactos negativos a un nivel tal, que no se ponga en entredicho la vida futura de nuestro planeta. Ejemplo de ello es la reutilización de los subproductos de las industrias de producción, como es el caso de los desechos de la industria minera, mejor conocidos como jales de minería [1]. La industria minera es una de las más antiguas y de mayor beneficio para el hombre, sin embargo, genera una pesada carga ambiental [2]. Sus efectos repercuten en todos los niveles del ecosistema, ya sea desde el subsuelo hasta la atmósfera [3], siendo los daños más importantes: la contaminación de cuerpos de agua, la sobreexplotación de acuíferos, pérdida de cobertura vegetal [4], la creación de estructuras poco consolidadas que son susceptibles a la erosión eólica e hídrica, generación de acidez y liberación de Elementos Potencialmente Tóxicos (EPT) y con ello la contaminación de aire, ocasionando algunos efectos colaterales sobre la salud humana, el turismo y cultura regionales [5]. Por lo anterior, la generación y gestión de residuos peligrosos de la minería constituye un tema de común interés para la comunidad científica y una problemática que debe ser atendida a la brevedad.

México es un país en donde la minería ha jugado un papel esencial para el desarrollo económico [6], sin embargo, y a pesar de que existe normativa vigente que garantiza la correcta disposición de los desechos de minería [7], existen depósitos abandonados que datan desde épocas de la colonia, cuando aún no existía regulación de los desechos [8], lo que ha conllevado a una serie de irregularidades que generan daño ambiental a corto, mediano y largo plazo a las zonas y distritos mineros a lo largo de la República Mexicana [9,10].

Una manera de mermar la presencia de depósitos de jales es a través de su reutilización como materia prima para la industria de la construcción [11]. El empleo de jales de minas en la industria de la construcción se ha enfocado en su utilización como agregado [12], materia prima en la elaboración de blocks y ladrillos [13], pavimentos, como aditivo en mezclas de morteros y concretos [14], hasta su aprovechamiento como materiales cementantes suplementarios (Supplementary Cementitious Materials SCM) en la elaboración de morteros y concretos [15,16].

Los jales de minería que han sido evaluados como SCM, mayormente son aquellos que provienen de la extracción de minerales de cobre [17–19], hierro [20–23] y zinc [24,25]. Estos jales evaluados coinciden en ciertas características como tamaños de partícula (finura), composiciones químicas, morfología y alta cristalinidad y derivado de esto, baja actividad puzolánica [11,26–28]. Por lo tanto, en estas investigaciones se ha propuesto la activación mecánica, química, térmica o mixta como medio para potenciar su actividad puzolánica y con ello igualar o mejorar las propiedades del cemento (en estado fresco, endurecido y de durabilidad) en contraste con el cemento Portland tradicional.

Existen pocos estudios en los cuales se proponga el uso de jales de oro y plata (Golden and Silver Tailings GST) como SCM. Por lo tanto, en este trabajo se investigó la posibilidad de utilizar GST activados mecánica y térmicamente como SCM, sustituyendo hasta un 30 % por volumen la cantidad de cemento Portland ordinario (CPO). Del mismo modo se estudió el efecto que generó la sustitución de CPO por GST activados en las propiedades en estado fresco de las pastas de cemento compuesto para asegurar que los parámetros se encuentren dentro de los valores normados. Se determinó mediante caracterizaciones físico-químicas y mecánicas que los jales activados mediante tratamiento mecánico y térmico pueden sustituir parcialmente al cemento hasta en un 20 % sin comprometer la resistencia mecánica, incluso incrementándola a los 90 días de curado. Del mismo modo, las propiedades en estado fresco de los cementos compuestos resultaron dentro de los rangos establecidos en la normatividad nacional (Normas Oficiales Mexicanas – Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación, S.C. NMX-ONNCCE) e internacional (American Society for Testing and Materials ASTM) para cementos compuestos, garantizando así que en los procesos de preparación, transporte y colocación no se requieran condiciones especiales en su elaboración y/o suministro. Además, la morfología y estructura cristalina de los productos de hidratación resultan similares a los del cemento compuesto, concluyendo que la incorporación de jales como SCM resulta no solamente en un beneficio tecnológico sino en un beneficio medio ambiental.

1.1 Justificación

La industria del cemento ha experimentado un desarrollo importante en las últimas décadas, sin embargo, es la causa de una explotación excesiva de materia prima, principalmente de materiales arcillosos, generando considerables daños ambientales irreversibles y un agotamiento de los recursos naturales. Aunado a esto, la producción del cemento contribuye considerablemente al calentamiento global, el 10 % de las emisiones de CO₂ a la atmósfera provienen de dicha industria [29], Schneider y Vargas [18] afirman que la producción de una tonelada métrica de cemento Portland implica la emisión de cerca de 1 tonelada de CO₂ a la atmósfera, de la cual aproximadamente el 50 % proviene de la calcinación de la piedra caliza y la otra mitad a la combustión de combustibles fósiles [30]. El impacto de la producción de cemento Portland en el planeta es uno de los factores primordiales que motivan la búsqueda de nuevos materiales y métodos de construcción. Por ello, la utilización de SCM es una forma oportuna de compensar este requerimiento de consumo de cemento Portland, promoviendo con ello el ahorro de energía y de materias primas. Además, es importante considerar también que la demanda de SCM de alta calidad va en aumento, considerando que el factor de clínker promedio mundial (porcentaje de clínker en cemento) disminuyó de 0.85 en 2003 a 0.77 en 2010, y las predicciones a largo plazo son que este número continuará disminuyendo hasta 0.71. De igual manera, se debe considerar que la sociedad exige cantidades cada vez mayores de los recursos de metales y energía, y que ésta demanda es satisfecha por las industrias extractivas. Por lo tanto, la gestión de jales mineros se convierte en tema crucial en las operaciones mineras, en la que se debe considerar su alto volumen, su capacidad de valorización y recuperación energética, su administración, gestión y reciclaje y como última opción, su disposición final. Dicho lo anterior es imprescindible el desarrollo de una propuesta de tratamiento, aprovechamiento y reutilización de los relaves de minería que resulte económicamente viable, tecnológicamente factible y sustentablemente adecuada.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Elaborar un cemento compuesto a través de la sustitución parcial de CPO por GST activados mecánica y térmicamente.

1.2.2 Objetivos particulares

1. Caracterizar las propiedades físicas, químicas y mineralógicas de los GST.
2. Evaluar el efecto de la molienda mecánica en las propiedades físicas y mineralógicas de los jales.
3. Evaluar el efecto de la activación térmica en las propiedades físicas y mineralógicas de los jales.
4. Evaluar la actividad puzolánica de los jales activados mecánica y térmicamente en morteros mediante índice de actividad resistente (ÍAR), análisis termo gravimétrico y determinación de productos de hidratación.
5. Determinar las características físicas, químicas y mecánicas en pastas y morteros con diferentes porcentajes de sustitución de CPO por jales de oro y plata activados mecánica y térmicamente.
6. Determinar la inocuidad de los morteros sustituidos de CPO por jales activados mecánica y térmicamente mediante pruebas de lixiviación y contenido de EPT.

1.3 Hipótesis

Con base en la composición química, tamaño de partícula y actividad química cuando se activan mecánica y térmicamente, se podría sustituir hasta un 30 % el cemento Portland por un material cementante suplementario de GST en la preparación de Cemento Portland Compuesto (CPC). La sustitución parcial de cemento Portland por jales activados (ACT-GST) de hasta un 30 % generará un cemento que cubra los requisitos especificados para morteros en estado fresco y endurecido de acuerdo con las Normas Mexicanas ONNCCE para cementos compuestos.

Capítulo 2 ESTADO DEL ARTE

En este capítulo se presenta la revisión bibliográfica y estado del arte, iniciando por el reconocimiento de los aspectos generales y clasificación del concreto de cemento Portland, se describen generalidades del Cemento Portland, así como de su producción y la problemática energética y ambiental derivada de ésta. Posteriormente se introduce a las características químicas y proceso de hidratación del cemento y derivado de ello la importancia del uso de SCM, así como los diferentes tipos de materiales empleados para dicho efecto. Finalmente, se presentan las investigaciones en las cuales se han utilizado los jales mineros como materia prima en la elaboración de cementos, morteros y concretos, la necesidad de su activación para poder ser empleados como materiales suplementarios en la fabricación de cementos y los resultados obtenidos en sus diferentes caracterizaciones.

2.1 Concreto de cemento Portland

2.1.1 Generalidades

El concreto es un material sintético, similar a una roca, caracterizado por una alta resistencia a la compresión. Se elabora a partir de la mezcla de agregados finos (arena), agregados gruesos (grava o roca triturada), un aglutinante hidráulico (principalmente cemento Portland), agua y en ocasiones aditivos o fibras [31]. Una vez mezclados los componentes, se forma una masa densa semi homogénea empleada para la edificación de innumerables obras de infraestructura y arquitectura [32]. El concreto de cemento Portland continúa siendo en la actualidad el material constructivo más importante en el mundo y de éste se estima que se producen más de 10 billones de metros cúbicos, lo que equivale a 25 – 30 billones de toneladas al año alrededor del mundo [16]. Algunas de las características del concreto que lo hacen un material altamente demandado son: su versatilidad y trabajabilidad, las mezclas tienen buena plasticidad y pueden moldearse en componentes y estructuras de diversas formas y tamaños [33], su alta resistencia a la compresión y a la tensión cuando está reforzado con acero [34], así como su durabilidad [35]. Otra ventaja es su bajo costo en comparación con otros materiales, según el principio económico, ya que las materias primas para su fabricación (que son piedras y arena en más del 80 %) son asequibles prácticamente en cualquier parte del mundo [36].

2.1.2 Clasificación del concreto

El concreto puede clasificarse de acuerdo a las siguientes características [37]:

1. Por tipo de material cementante: concreto de cemento, concreto de yeso, concreto asfáltico y concreto polimérico.
2. Por densidad aparente, existen: concreto pesado ($\rho_o > 2500 \text{ kg/m}^3$), concreto ordinario (ρ_o de 1900 kg/m^3 a 2500 kg/m^3), concreto ligero (ρ_o de 600 kg/m^3 a 1900 kg/m^3), y concreto súper ligero ($\rho_o < 600 \text{ kg/m}^3$). La densidad aparente del concreto depende de su propia naturaleza, así como de las variedades de agregados. Muchas propiedades del concreto están relacionadas con la densidad aparente.
3. Por rendimiento y aplicación, se distinguen: concreto estructural, concreto hidráulico, concreto ornamental y concretos especiales (concreto resistente al calor, resistente a los ácidos, resistente a los álcalis, etc.).
4. Por métodos de construcción, existen: concreto bombeado, concreto proyectado, concreto vibrado o auto compactante, etc.
5. Por su mezcla con otros materiales se encuentran: concreto de cenizas volantes, concreto de humo de sílice, concreto de escoria fina de alto horno, concreto de fibra entre otros.

La proporción del cemento en un concreto varía de rangos entre el 7 al 15 % del volumen (esto es en función de la resistencia deseada y del contenido de aire) [38]. Sin embargo, aunque el cemento Portland es el material cementante más utilizado en la preparación de concretos, no es el único ni el que posee mejores características [39]. A lo largo del tiempo, los investigadores se han enfocado en encontrar materiales que puedan sustituir al cemento Portland con materiales que posean iguales o mejores propiedades [40]. Por ejemplo, en años recientes, el comité C01 de la ASTM aprobó el uso de hasta un 5 % de piedra caliza en sustitución de cemento Portland en la elaboración de concreto [41].

2.2 Cemento Portland

2.2.1 Generalidades

El término cemento es un término genérico y es aplicable a muchos materiales inorgánicos y orgánicos, sin embargo, el cemento más demandado y versátil es el cemento Portland [42]. El cemento Portland se ha consolidado como el aglutinante hidráulico más empleado para la

generación de estructuras de concreto [43]. Este puede clasificarse de acuerdo a los estándares norteamericanos. Para los tipos de cemento Portland, la norma ASTM C 150 [44] describe:

- Tipo I Normal
- Tipo II Resistencia moderada a los sulfatos
- Tipo II (MH) Calor de hidratación moderado (y resistencia moderada a los sulfatos)
- Tipo III Alta resistencia temprana
- Tipo IV Bajo calor de hidratación
- Tipo V Alta resistencia a los sulfatos

Además, la norma ASTM C 595 [45] enmarca los requerimientos específicos de composición química y propiedades físicas para los diferentes tipos de cementos adicionados o compuestos, en dicha norma se presentan las siguientes designaciones:

- Tipo IS – Cemento Portland de escoria de alto horno
- Tipo IP – Cemento Portland puzolánico
- Tipo P – Cemento Portland puzolánico para cuando no se requieren altas resistencias a edades iniciales
- Tipo I (PM) – Cemento Portland modificado con puzolana
- Tipo I (SM) – Cemento Portland modificado con escoria
- Tipo S – Cemento de escoria

Por otro lado, de acuerdo con la normativa mexicana los cementos se clasifican de acuerdo con la NMX-C-414-ONNCCE-2004 [46] mostrada en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Clasificación de cementos (NMX-C-414-ONNCCE-2004) [46].

Tipo	Denominación	Clase Resistente	Características Especiales
CPO	Cemento Portland Ordinario	20	RS Resistente a los sulfatos
CPP	Cemento Portland Puzolánico	30	BRA Baja Reactividad Alkali agregado
CPEG	Cemento Portland con Escoria Granulada de Alto Horno	30 R (R = resistencia rápida)	BCH Bajo calor de Hidratación
CPC	Cemento Portland Compuesto	40	B Blanco
CPS	Cemento Portland con Humo de Sílice	40 R	–
CEG	Cemento con Escoria Granulada de Alto Horno	–	–

De acuerdo con esta misma normatividad se muestra la composición de cada cemento en la Tabla 2.2. Se debe considerar que los componentes minoritarios deben corresponder a uno o más de los componentes principales enlistados en la misma Tabla 2.2. Los materiales puzolánicos que pueden adicionarse en los diferentes tipos de cementos son las puzolanas naturales, puzolanas artificiales y/o cenizas volantes. También debe tomarse en cuenta que el cemento Portland compuesto debe llevar como mínimo dos componentes principales, excepto cuando se adicione caliza, ya que ésta puede ser en forma individual o en conjunto con Clínker + yeso. También se observa que con las diferentes proporciones de los componentes (%), se pueden emplear rangos amplios en cuanto a las adiciones, por lo que la incorporación de otros materiales en la elaboración de nuevos cementos resulta viable.

Tabla 2.2 Componentes de los cementos (NMX-C-414-ONNCCE-2004) [46].

Tipo	Denominación	Componentes (% en masa)					
		Principales					Minoritarios
		Clínker Portland + yeso	Escoria granulada de alto horno	Materiales puzolánicos	Humo de sílice	Caliza	
CPO	Cemento Portland Ordinario	95-100	–	–	–	–	0-5
CPP	Cemento Portland Puzolánico	50-94	–	6-50	–	–	0-5
CPEG	Cemento Portland con Escoria Granulada de Alto Horno	40-94	6-60	–	–	–	0-5
CPC	Cemento Portland Compuesto ⁽³⁾	50-94	6-35	6-35	1-10	6-35	0-5
CPS	Cemento Portland con Humo de Sílice	90-99	–	–	1-10	–	0-5
CEG	Cemento con Escoria Granulada de Alto Horno	20-39	61-80	–	–	–	0-5

2.2.2 Producción de cemento Portland

El proceso de producción de cemento se describe a continuación [47,48]:

1. Extracción y preparación de materias primas

Las canteras se explotan mediante voladuras controladas, en el caso de materiales duros como calizas y pizarras, mientras que en el caso de materiales blandos como las arcillas y margas se utilizan excavadoras para su extracción.

2. Trituración

Una vez extraído y clasificado el material, se tritura hasta lograr una granulometría adecuada para el producto de molienda el cual se traslada a la fábrica mediante cintas transportadoras o camiones para su almacenamiento en la zona de pre homogeneización.

3. Pre homogeneización

El material triturado se almacena en capas uniformes para ser posteriormente seleccionadas de forma controlada. La pre homogeneización permite preparar la dosificación adecuada de los distintos componentes minimizando su variabilidad.

4. Molienda de crudo

Estos materiales se muelen en un molino vertical para reducir su tamaño de partícula e incrementar su área superficial específica favoreciendo así su cocción en el horno. A partir de este proceso el producto se denomina harina o crudo.

5. Pre calentador de ciclones

La alimentación al horno se realiza a través del pre calentador de ciclones. En la parte superior de la torre, los gases provenientes del horno ascienden a contracorriente precalentando el crudo hasta los 1 000° C para facilitar su cocción en el horno. Durante los primeros 100° C se da la pérdida del agua libre de las partículas. De los 100° a los 750° C se da la pérdida del agua estructural o agua enlazada presente en las arcillas.

6. Fabricación del clínker: Piro procesamiento

De los 750° a los 1 000° C se produce la descarbonatación de la calcita, proceso en el cual se libera el CO₂. A medida que el crudo de cemento va avanzando en el interior del horno la temperatura va aumentando hasta alcanzar los 1 500° C, produciéndose entonces las complejas reacciones químicas que dan lugar a las fases alita y belita del clínker. Durante este proceso la llama principal del horno arde a 2 000° C.

7. Fabricación del clínker: Enfriador

A la salida del horno, el clínker se introduce en el enfriador, que inyecta aire frío del exterior para reducir súbitamente la temperatura de los 1 400° C a los 100° C. En el proceso de enfriamiento, hasta antes de los 1 350° C se da la formación de las fases C₃A y C₄AF [49,50].

8. Molienda de clínker y fabricación de cemento

El clínker se mezcla con yeso y adiciones dentro de un molino de bolas de cemento. Este molino consiste en un tubo de gran tamaño que rota sobre sí mismo y que contiene bolas de acero en su interior. Gracias a la rotación del molino, las bolas colisionan entre sí, triturando el clínker y las adiciones hasta lograr un polvo fino y homogéneo denominado cemento. La Fig. 2.1 describe de manera general el proceso de producción del cemento, desde la etapa de la extracción de la materia prima hasta el proceso de adición de aditivos al cemento.

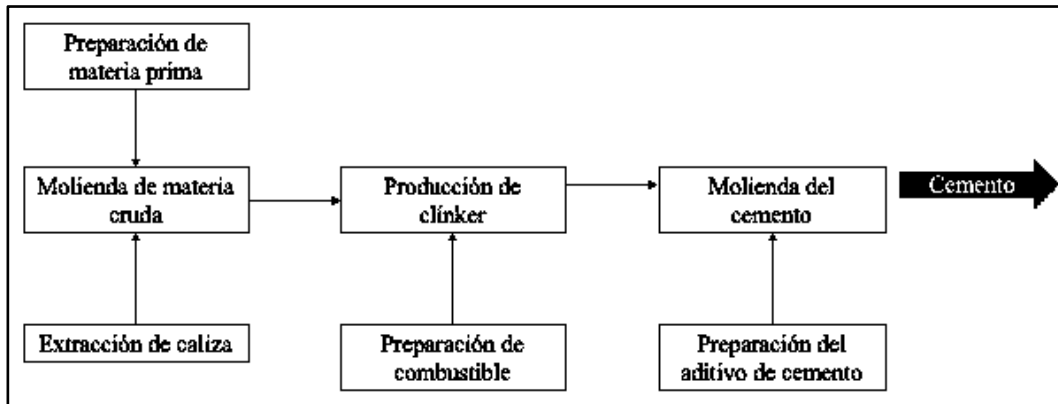


Fig. 2.1 Diagrama general del proceso de producción de cemento [47,48].

2.2.3 Demanda energética de la producción de cemento Portland

A nivel mundial, los impactos asociados con la producción de concreto incluyen entre el 2 y el 3 % de la demanda anual de energía [51]. Esta cantidad energética en promedio asciende a 3.4 GJ de energía térmica (en el proceso en seco) y 110 kW/h de energía eléctrica por tonelada de cemento [52]. Para fines de análisis energético, su fabricación se divide en tres etapas principales: preparación de la materia prima, fabricación de clínker en el horno (piro procesamiento) y elaboración de cemento. La preparación de la materia prima y la fabricación de cemento son los principales procesos que consumen energía eléctrica, mientras que el horno de clínker utiliza casi todo el combustible de una planta de cemento [53,54] La Fig. 2.2 proporciona un flujo de operaciones tecnológicas y el tipo de energía consumida en el proceso de producción del cemento, desde la extracción de las materias

primas que se necesitan para quemar el clinker hasta el transporte y envío del producto terminado a la planta de concreto.

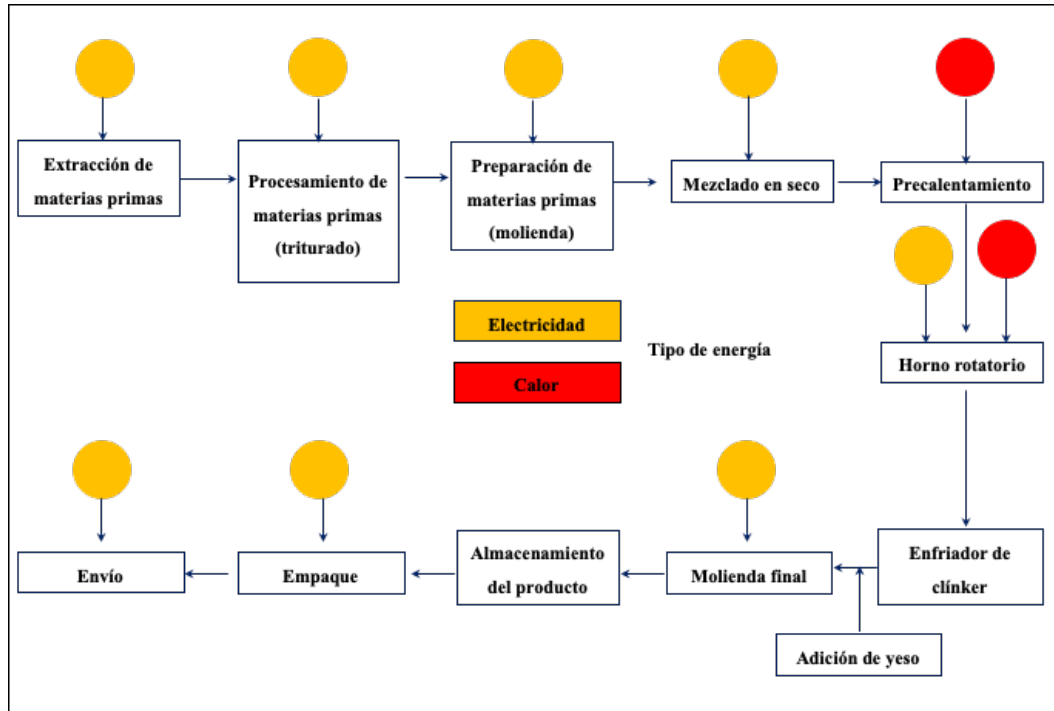


Fig. 2.2 Diagrama energético general del proceso de elaboración de cemento [54].

El piro procesamiento (precalentamiento y horno rotatorio) es una etapa relevante en la producción del cemento, ambiental y energéticamente hablando, debido a que conlleva impactos ambientales colaterales importantes: en primer lugar, para obtener una tonelada de clinker son requeridas de 1.65 a 1.75 toneladas de materia prima, principalmente caliza de alto grado [55,56]. En segundo lugar, el piro procesamiento es la etapa de la producción que consume más energía, siendo responsable de alrededor del 70 al 80 % de la energía total consumida [57]. Finalmente, alrededor del 50 % del CO₂ producido durante la fabricación del cemento se debe a la descomposición térmica de los carbonatos de calcio, por lo que son emitidos a la atmósfera 500 kg de CO₂ por tonelada de clinker procesado [58]. Sin embargo, la emisión de CO₂ en las plantas cementeras no se da únicamente en la zona de calcinación, dentro del horno. De hecho, son cuatro las fuentes principales de formación de CO₂ durante el proceso: la quema de combustibles fósiles, las reacciones químicas, el transporte y la

electricidad, como se observa en la gráfica de la Fig. 2.3 [59], dando como resultado que por tonelada de cemento producido se emita una tonelada de CO₂.

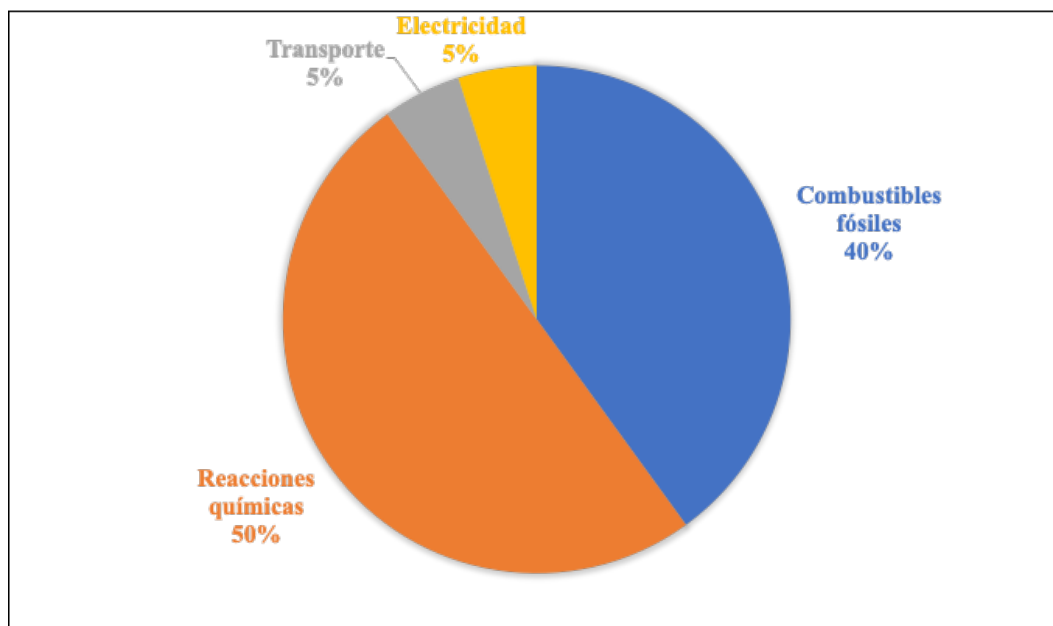


Fig. 2.3 Distribución de las emisiones de CO₂ durante la producción de cemento [59].

Como resultado de lo anterior, en el proceso de fabricación de cemento se trabaja arduamente tanto en hacer más eficiente la utilización de energía y en minimizar las emisiones de CO₂ [15,43] como en adquirir materiales alternativos que disminuyan la explotación de caliza de alto grado y de otros recursos no renovables y consecuentemente se reduzcan los costos de producción. Como parte de estas estrategias, se han explorado formas de fabricar cementos menos costosos utilizando materiales suplementarios [60] para generar cementos compuestos o mezclados. Los materiales suplementarios que se utilizan actualmente incluyen subproductos industriales como la escoria granulada de alto horno (Ground Granulated Blast Furnance - GGBF), cenizas volantes (Fly Ash-FA), humo de sílice (Silica Fume-SF), etc., o materiales naturales como piedra caliza [61–64]. La razón más común para mezclar CPO con estas adiciones es económica, sin embargo, los cementos mezclados se pueden formular para que tengan un mejor desempeño que el CP tradicional ya que ofrecen diversas ventajas potenciales para los fabricantes como: (a) mayor capacidad de la planta sin la instalación de un horno nuevo, (b) menor consumo de combustible por tonelada de cemento y (c) reducción de las emisiones de CO₂ por tonelada de cemento [65].

2.2.4 Composición del cemento Portland

2.2.4.1 Fases anhidras e hidratadas del cemento

El clínker está compuesto principalmente de 4 minerales cristalinos que son: el silicato tricálcico (C_3S) o alita en una proporción del 50 al 60 %, el silicato dicálcico (C_2S) o belita en una proporción del 20 al 30 %, el aluminato tricálcico (C_3A) o celita se encuentra entre un 6 a un 10 % y el ferro aluminato tetra cálcico (C_4FA) o felita en una proporción de 6 a 10 % [48,50]. En la reacción de hidratación del cemento Portland, descrita en la Tabla 2.3, los principales minerales que son la alita y la belita reaccionan exotérmicamente con el hidrógeno del agua para formar geles de silicato de calcio hidratado, también conocido como tobermorita o gel C–S–H (Calcium Silicate Hydrate) [66]. Este producto de hidratación es una materia no cristalina de composición variable (geliforme o compacta), que forma partículas muy pequeñas (menos de 1 micra en cualquier dimensión) [67].

Tabla 2.3 Principales reacciones químicas durante el proceso de hidratación del cemento [66,67].

$2(3CaO \cdot SiO_2)$ Silicato tricálcico	+	$6H_2O$	=	$3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O$ Silicato de calcio hidratado	+	$3Ca(OH)_2$ Hidróxido de calcio
$2(2CaO \cdot SiO_2)$ Silicato dicálcico	+	$4H_2O$	=	$3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O$ Silicato de calcio hidratado	+	$Ca(OH)_2$ Hidróxido de calcio
$3(CaO \cdot Al_2O_3)$ Aluminato tricálcico	+	$12H_2O$	+	$Ca(OH)_2$ Hidróxido de calcio	=	$3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Ca(OH)_2 \cdot 12H_2O$ Aluminato de calcio hidratado
$4(CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3)$ Aluminoferrita tetracálcica	+	$10H_2O$	+	$2Ca(OH)_2$ Hidróxido de calcio	=	$6CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3 \cdot 12H_2O$ Aluminoferrita cálcica hidratada
$3(CaO \cdot Al_2O_3)$ Aluminato tricálcico	+	$10H_2O$	+	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$ Yeso	=	$3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot CaSO_4 \cdot 12H_2O$ Monosulfoaluminato cálcico

Con anterioridad han sido identificadas varias morfologías diferentes de gel C–S–H. La Fig. 2.4 ilustra la morfología de un gel tobermorita típico en una matriz cementante base CPO [68]. Del mismo modo, la Fig. 2.5 ilustra un gel C–S–H sintetizado a partir de un residuo de vidrio y las proporciones típicas de Ca, O y Si [69]. Estos geles, que ocupan la mayoría de

volumen (hasta 70 %) de los productos de hidratación son los aglutinantes y los principales responsables de las características de morteros y concretos, proporcionando la resistencia mecánica a la compresión debido a sus fuertes enlaces mecánicos. La alita es el constituyente de mayor importancia ya que proporciona resistencias a temprana edad (antes de los 28 días de fraguado), debido a que su velocidad de reacción es rápida, mientras que la belita proporciona resistencias a edades posteriores, ya que su velocidad de reacción es más lenta. Se puede observar que a partir de la alita y la belita se generan los mismos productos de hidratación, sin embargo, con la belita existe una reacción más eficiente, ya que se genera la misma cantidad de gel C-S-H, produciendo menos hidróxido de calcio o portlandita (CH), producto de hidratación ilustrado en la Fig. 2.6. La CH es un producto secundario de la reacción de los silicatos cálcicos y se ha demostrado que puede continuar reaccionando con el silicio para formar más gel C-S-H en una reacción secundaria de hidratación en presencia de sílice amorfa [70]. Por otro lado, la reacción del aluminato de calcio al combinarse con el agua y el yeso proveniente del clínker producen etringita (AFt) [71].

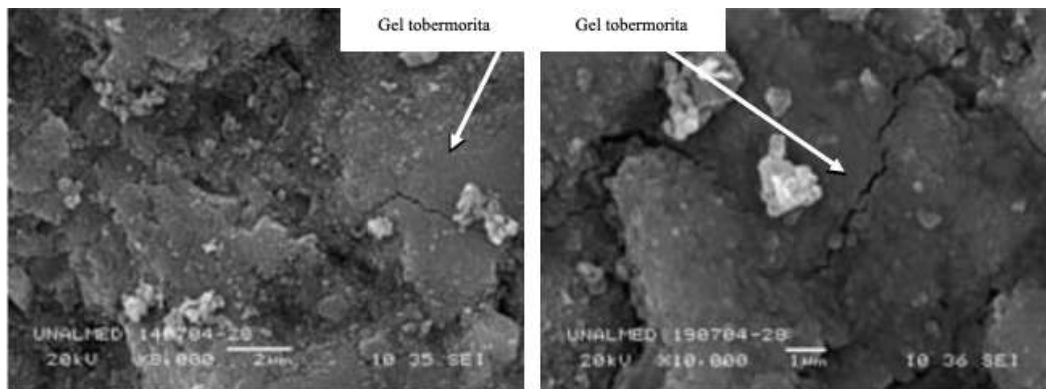


Fig. 2.4 Gel tobermorita compacto a 28 días de hidratación [68].

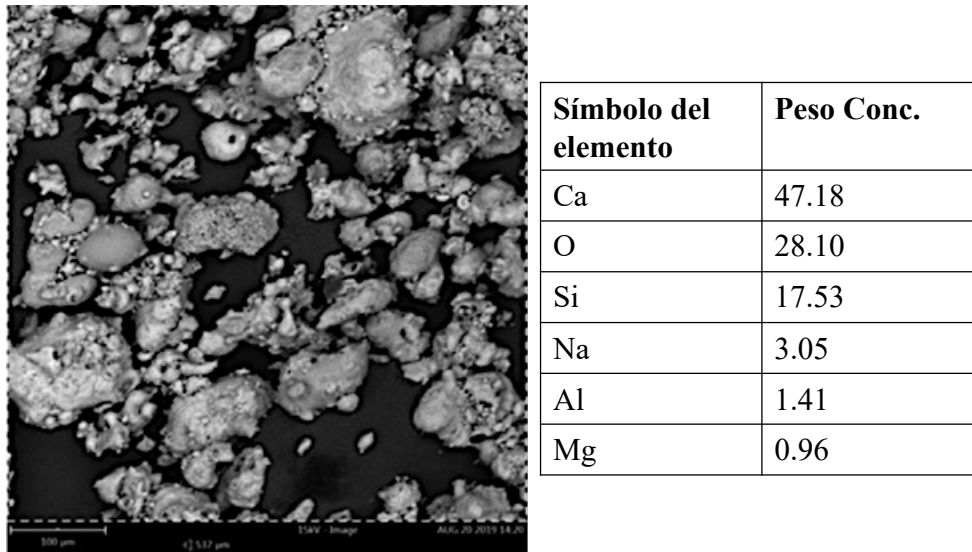


Fig. 2.5 Gel tobermorita sintetizado a partir de un residuo de vidrio [69].

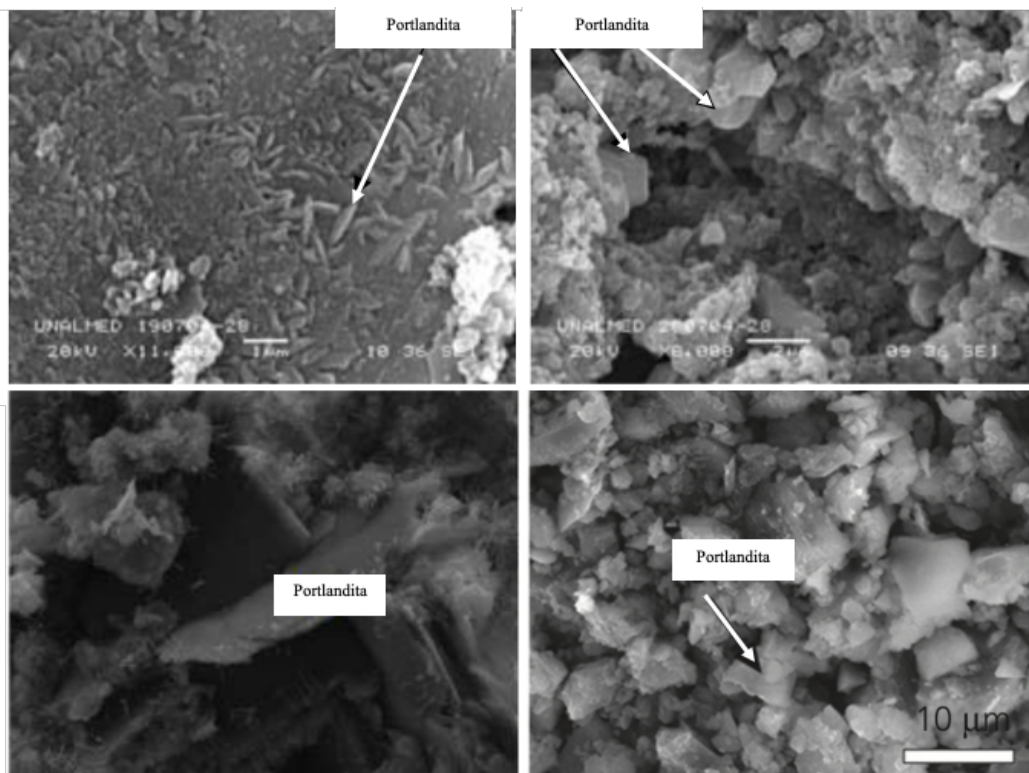


Fig. 2.6 Placas de CH a 28 días de hidratación [70,71].

La belita normalmente está presente total o mayormente como polimorfo β . Esta reacciona lentamente con agua, contribuyendo sustancialmente al aumento adicional de la fuerza que ocurre en edades posteriores a los 28 días. Otros componentes presentes para los cuales sus límites se encuentran regulados debido a un comportamiento desfavorable en mayor cantidad son: óxido de magnesio ($\text{MgO}/4\text{--}5\%$), sulfatos ($\text{SO}_3/3\text{--}5\%$), óxido de potasio y sodio ($\text{K}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{O}/0 - 6\%$), también conocidos como álcalis [72]. La Fig. 2.7 muestra un patrón del análisis de Difracción de Rayos X (DRX) de un CPO Tipo I en él se pueden identificar las fases cristalinas alita, belita y en menor cantidad pentlandita [73].

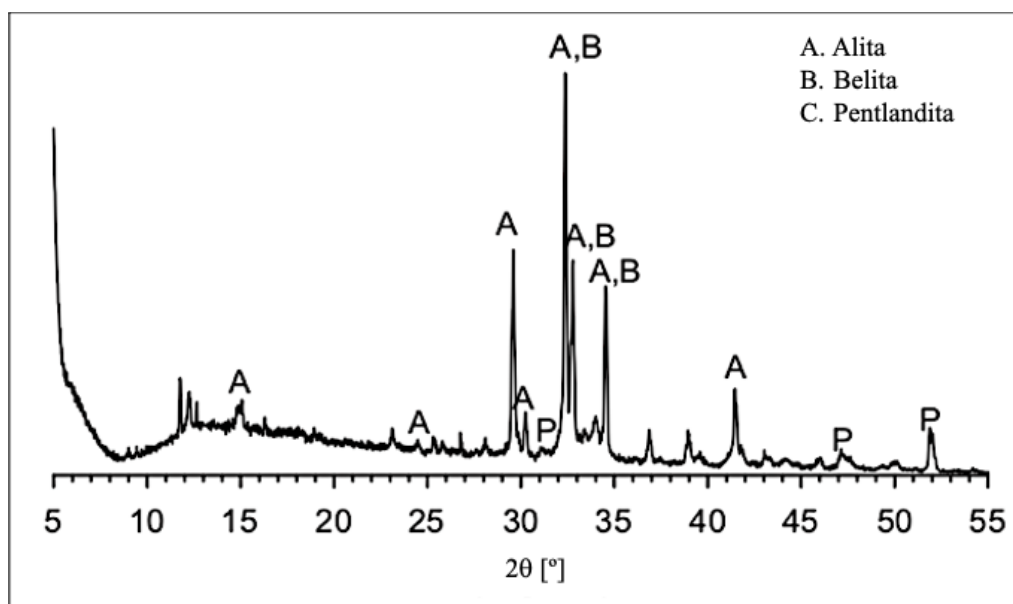


Fig. 2.7 Patrones DRX de Cemento Portland Ordinario (CPO), correspondiente al Tipo I de acuerdo a la Norma ASTM C 150 [73].

La Tabla 2.4 muestra las propiedades físicas y composición química del CPO Tipo I, caracterizado de acuerdo a la Norma ASTM C 150 [74], en ella se observa la prevalencia del CaO (61.96 %) así como del SiO_2 (20.42 %). También se observa una pérdida de materia orgánica por ignición (PPI) del 1.75 %, cumpliendo con lo establecido en la normatividad ASTM, la cual debe ser inferior al 5 % para cementos Tipo I.

Tabla 2.4 Propiedades físicas y composición química de un CPO, correspondiente al Tipo I de acuerdo a la Norma ASTM C 150 [74].

	Cemento Portland Ordinario (CPO)
Gravedad específica	3.15
Finura Blaine cm²/g	3450.00
SiO₂ %	20.42
Al₂O₃ %	4.95
Fe₂O₃ %	3.09
CaO %	61.96
MgO %	3.29
SO₃ %	2.40
Na₂O %	-
K₂O %	-
TiO₂ %	-
Pérdida por ignición (PPI) %	1.75

2.2.5 Hidratación del cemento Portland

La Fig. 2.8 permite apreciar el progreso de hidratación de las diferentes fases del clínker en función del tiempo que ha transcurrido en la hidratación, desde el momento en que el cemento entra en contacto con el agua hasta 1 000 h transcurridas posteriores [75]. En dicho diagrama se observa que tanto la alita como la celita han superado el 50 % de su progreso a los 41 días de fraguado. A partir de las diez horas de fraguado se observa una diferencia considerable en la evolución de la hidratación entre la alita y belita. La alita acelera su proceso de manera significativa, mientras que la belita tiene un proceso lento, en el cual a las 1 000 h de fraguado aún no supera el 30 % de su progreso de hidratación. Se observa también que el fraguado es un proceso largo y continuo, pues a pesar que a los 28 días se han alcanzado las resistencias de diseño, estas continuarán incrementando hasta que la totalidad del cemento se hidrate, lo cual puede tardar años.

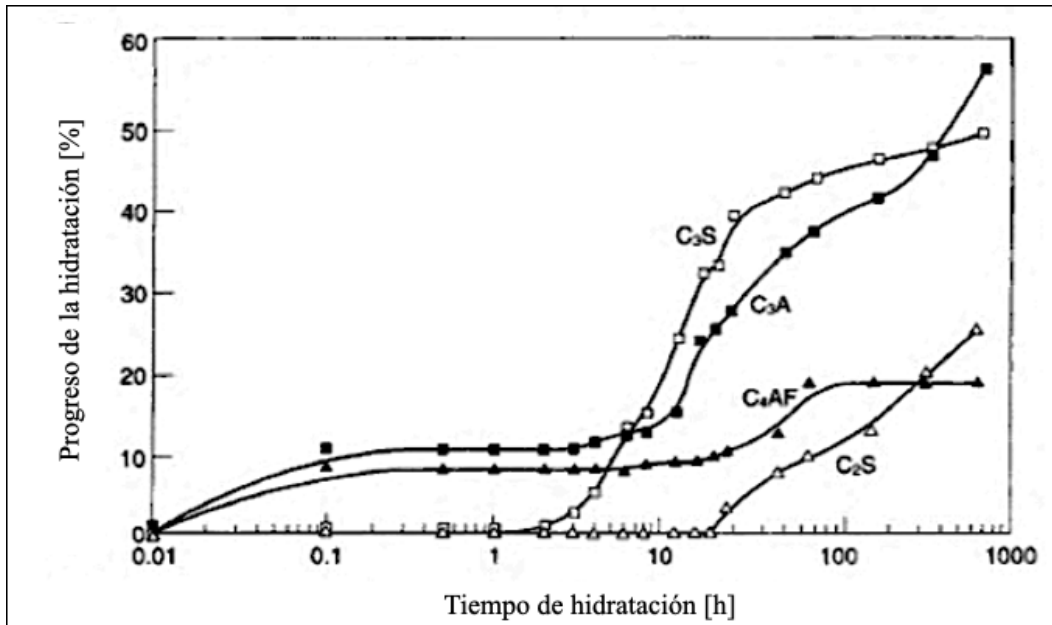


Fig. 2.8 Evolución de la hidratación de las fases anhidras del clinker de cemento Portland [75].

Durante más de un siglo, se han desarrollado teorías para tratar de explicar el proceso de hidratación del cemento. Dicho proceso se da por etapas, autores como Nair P. y col. y Rahimi-Aghdam y col. [76,77] han inferido que la hidratación de las partículas de cemento comprende la hidrólisis de los compuestos de clinker (C_3S y C_2S) para formar hidróxidos que luego reaccionan y se condensan para formar precipitados de C-S-H que crecen y forman una red interconectada de C-S-H. La hidrólisis (de las partículas de clinker) y la condensación (de los productos de hidratación) se producen simultáneamente, cubriendo finalmente las partículas de clinker restantes que no han reaccionado. Tanto la hidrólisis como la condensación son reacciones reversibles y continúan cuando los iones disueltos se transportan hacia el interior y precipitan en los poros o el agua se transporta hacia el exterior para reaccionar con el cemento que no ha reaccionado [78]. Se ha determinado que todas las reacciones están fuertemente acopladas y que el crecimiento de los cristales de CH se ve retardado por los iones de silicato, además datos recientes respaldan que C-S-H y CH pueden crecer a partir de los mismos núcleos [79]. La fuerte correlación entre disolución, saturación, nucleación y crecimiento se ilustra por el efecto contrario de pequeñas y grandes cantidades de hidróxido de calcio: la adición de pequeñas cantidades retarda la reacción de hidratación a medida que cambia la saturación, mientras que la adición de grandes cantidades de CH

conduce a un menor retraso a medida que hay más sitios de nucleación disponibles. Además, diversos autores han sugerido que se forman más de una fase del gel C-S-H [77]. Del mismo modo se ha determinado que durante la disolución, la superficie de disolución cambia constantemente. Se forman especies hidroxiladas con menor solubilidad en la superficie del clínker y, debido a la formación de picaduras, el área de la superficie de disolución aumenta durante la reacción temprana [80].

2.2.6 Propiedades de los morteros en estado plástico

2.2.6.1 Consistencia normal

La prueba de consistencia normal permite conocer la cantidad de agua que es necesaria agregar a un peso de cemento dado. La determinación de esta consistencia sirve como referencia para la realización de otras determinaciones como: resistencia a la tensión y compresión, tiempos de fraguado, sanidad del cemento, fluidez, etc. De acuerdo con la normatividad, la consistencia normal de un CPO debe estar en un 30 % [81], mientras que para cementos compuestos la norma ASTM C187 establece una consistencia normal del 26 % [82]. El agua de consistencia normal puede definirse como el agua necesaria para que la aguja de 1 cm de diámetro del aparato de Vicat penetre $10 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ durante 30 segundos en la pasta de cemento, después de haberse iniciado la prueba. Generalmente se acepta que las propiedades de la pasta de cemento endurecida están estrechamente relacionadas con su porosidad y distribución del tamaño de los poros, que dependen principalmente de la densidad de empaquetamiento de la pasta fresca y del efecto de relleno de los productos de hidratación [83]. El requerimiento de agua para una consistencia normal, que consiste en agua de llenado, agua químicamente combinada, agua de absorción y agua libre, tiene un efecto crucial en la densidad de empaquetamiento de la pasta fresca [84]. El agua de llenado y el agua de absorción están relacionados con la distribución del tamaño de las partículas y la superficie específica del cemento, respectivamente. El agua combinada químicamente se debe a la hidratación superficial de las partículas de cemento en los primeros minutos, mientras que el agua libre contribuye principalmente a la fluidez de la pasta de cemento [85].

2.2.6.2 Fluides

La fluides inicial es una propiedad medida en el laboratorio, e indica el porcentaje de incremento del diámetro de la base de un cono de mortero truncado, cuando es puesto en una mesa de fluides, mecánicamente levantado 12.70 mm y soltado 25 veces en 15 segundos. De acuerdo con el método de prueba de la NMX-C-061-ONNCCE para un mortero, la cantidad de agua debe ser la necesaria para obtener una fluides de $110\% \pm 5\%$ [86]. Algunos de los factores que influyen en la fluides de los morteros es la finura del material. A medida que el tamaño de partícula disminuye y el área superficial específica incrementa, el requerimiento de agua es mayor, como se pudo observar en la determinación de consistencia normal. Con anterioridad se ha estudiado el comportamiento reológico de morteros con diferentes materiales cementantes (ceniza volante, escorias, ceniza de cáscara de arroz, etc.) demostrando que a mayor grado de sustitución de cemento por el material cementante, la fluides decrementa [11,27].

2.2.6.3 Tiempos de fraguado

El tiempo de fraguado se refiere al lapso de tiempo en el cual la pasta de cemento pasa de estado plástico a endurecido una vez que ha entrado en contacto con el agua [87,88]. Este proceso de fraguado es dividido arbitrariamente en dos etapas, tiempo de fraguado inicial y tiempo de fraguado final, dependiendo de la resistencia a la penetración de una aguja (aguja de Gillmore). El tiempo de fraguado inicial es el momento caracterizado por un aumento de la temperatura del concreto tras el periodo de inactividad y también el momento en el que la mezcla comienza a mostrar un cierto nivel de rigidez. Las reacciones que causan fraguado y endurecimiento se describen colectivamente como reacciones de hidratación exotérmica. La reacción de los compuestos de cemento Portland con el agua es exotérmica; es decir, se genera calor a partir de la reacción. El promedio es de 120 calorías por gramo durante la hidratación completa del cemento [89]. Antes del tiempo de fraguado inicial, todavía es posible remover el material y volver a mezclarlo sin dañarlo. La revibración posterior llega a ser favorable, sin embargo, a medida que continúan las reacciones entre el cemento y el agua, la masa pierde su plasticidad. Esta rigidez inicial es de gran importancia para que el concreto soporte la fuerza de tracción provocada por la contracción plástica, si el elemento

de concreto tiene una restricción física, por ejemplo, un engarzado que impide una variación dimensional, sin que se produzca fisuración. Así, los retrasos en el tiempo de inicio del fraguado pueden reducir la durabilidad –con aparición de fisuras– de concreto sujeto a contracción plástica con restricciones físicas. Por otro lado, si el fraguado comienza antes, junto con un tiempo de sangrado más largo, esto puede ser benéfico en la prevención de deformaciones y grietas por contracción plástica. En el momento del fraguado final, el material ha tomado una consistencia rígida y se fractura en lugar de fluir a medida que se aplica una tensión creciente [90]. Los principales factores que afectan el tiempo de fraguado son la composición del cemento, la relación agua/cemento (a/c), la temperatura y los aditivos. Cuando el cemento se hidrata más rápido, se reduce el tiempo de fraguado. Los aumentos en la relación a/c dan como resultado un mayor tiempo de fraguado. Además, el tiempo de fraguado disminuye a medida que aumenta la temperatura [91]. Las mezclas pueden aumentar o disminuir el tiempo de fraguado según el tipo de cemento utilizado. La norma ASTM C 150–02 [44] establece que para un cemento Portland, el tiempo de fraguado inicial debe ser mínimo 60 min y un tiempo de fraguado máximo de 600 min. En el caso de cementos hidráulicos mezclados, la norma ASTM C 595–03 [45] establece un tiempo de fraguado inicial mínimo de 45 min y un tiempo de fraguado final máximo de 420 min.

2.3 Materiales Cementantes Suplementarios (SCM)

Una de las ventajas del cemento y la industria del cemento es su capacidad de utilizar grandes cantidades de desechos sólidos industriales tales como cenizas volantes, escorias granuladas de alto horno, humo de sílice, metacaolín, etc., como materiales suplementarios, los cuales tienen un impacto medio ambiental menor que el clínker de cemento Portland [92]. Los materiales de origen natural o industrial que exhiben un comportamiento cementante cuando se les agrega agua y otros compuestos se denominan ampliamente como Materiales Cementantes Suplementarios (Supplementary Cementitious Materials SCM) [93]. Los SCM generalmente se dividen en dos categorías: materiales auto cementantes y materiales puzolánicos. Los materiales auto cementantes reaccionan de manera similar al cemento Portland; por lo cual, la mezcla resultante se endurece durante una reacción hidráulica irreversible al combinarse con agua. Por otro lado, las puzolanas son materiales que, aunque no son conglomerantes por sí solos, presentan constituyentes que reaccionarán con el CaO a

temperatura ambiente, y en presencia de agua, para formar compuestos insolubles, estables y con propiedades conglomerantes [16]. Se ha encontrado que, en puzolanas naturales, el Índice de Actividad Puzolánica (IAP) está directamente relacionado a los componentes SiO_2 y Al_2O_3 , mientras que componentes como, Fe_2O_3 , MgO y K_2O la disminuyen [94]. Del mismo modo, la presencia de minerales secundarios presentes en su fase amorfa como la caolinita y las zeolitas también influyen en la reactividad de los materiales [95]. El análisis de dichos óxidos (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 y CaO) de los SCM ofrece la posibilidad de calcular teóricamente la cantidad de compuestos cementantes que se formarán durante la hidratación [96]. Los SCM se utilizan para sustituir el clínker de cemento portland en la producción de cementos compuestos o el cemento en la producción de concretos. El potencial de reemplazo del cemento depende de las propiedades químicas y físicas del material suplente y su aporte puede ser tanto de naturaleza química como de naturaleza física [97].

Las propiedades químicas favorables se pueden clasificar en tres tipos:

1. Propiedades hidráulicas (endurece por hidratación, reaccionando con agua).
2. Propiedades puzolánicas (no tiene propiedades hidráulicas en sí, pero se endurecerá por reacción con hidróxidos de calcio en presencia de agua o humedad).
3. Propiedades de activación (promueven la hidratación de materiales hidráulicos y/o puzolánicos al proporcionar óxido de calcio).

La contribución física de un SCM se refiere al efecto de relleno o “filler” donde los materiales inertes actúan sobre la cinética de hidratación del cemento, en parte por su contribución con espacio adicional para productos de hidratación y en parte por su mejora de los sitios de nucleación para productos de hidratación debido a sus pequeños tamaños de partículas [28]. La lista de SCM empleados cada vez es más extensa, incluyéndose el uso de ceniza de cáscara de arroz, aceite combustible de ceniza de palma, ceniza de bagazo de caña, residuos de cenizas de madera, cenizas volantes y finalmente los jales de minería, principalmente de mineral de cobre, hierro y zinc [92,98]. En diversas investigaciones se propone la aplicación de desechos mineros en morteros y concretos [99] mostrando que, en diversos porcentajes, el cemento puede ser reemplazado por jales mineros. Su utilización podría reducir significativamente las emisiones de gases de efecto invernadero de la producción de cemento. Además, las pruebas mecánicas de jales mineros de todo el mundo han documentado que una gran parte de los desechos mineros del mundo se pueden usar sin comprometer la resistencia

del concreto. Las investigaciones revelan que, si bien ciertos jales mineros se pueden usar sin procesar, otros deben tratarse o activarse previo a su utilización. Aunado a lo anterior, se ha estimado con anterioridad una reducción significativa de las emisiones de CO₂ con el empleo de jales como material sustituto del cemento, incluso si los jales mineros se transportan a largas distancias [100].

La sustitución parcial de clínker por una masa equivalente de algún SCM o puzolana es muy importante desde el punto de vista sustentable debido a que:

- Elimina la emisión de CO₂, cada vez que se sustituye 1 kg de clínker por un SCM, 1 kg de CO₂ no se libera a la atmósfera,
- Mejora la durabilidad del concreto endurecido porque la reacción puzolánica transforma cal hidratada que no tiene propiedades de unión en el gel C-S-H,
- Da como resultado el reciclaje de algunos subproductos industriales.

Es importante considerar que el impacto medioambiental que ocasiona la industria del cemento Portland no se limita a la generación de emisiones de CO₂ y el efecto invernadero que conlleva, sino que implica el consumo de grandes cantidades de materiales naturales no renovables como la bauxita, la arcilla, areniscas y el yeso.

2.4 La industria minera y sus desechos

La minería es una industria crucial a nivel mundial debido a su relevancia económica y social, ya que suministra una gran cantidad de recursos importantes [101]. Existen dos métodos de minería, uno es a cielo abierto ilustrado en la Fig. 2.9a y el otro es la minería subterránea mostrado en la Fig. 2.9b. La minería a cielo abierto implica la eliminación de la roca residual completa para exponer el cuerpo mineral o el carbón en tanto que la minería subterránea es aquella se dedica a la explotación de recursos debajo de la superficie de la tierra. En la mayoría de las ocasiones, se llevan a cabo estas explotaciones subterráneas cuando la extracción de los minerales a cielo abierto no es posible [102]. El proceso de eliminación de los desechos mineros en ambos métodos, daña el ecosistema natural al generar diversos daños como; la degradación de la tierra, ya que la disposición de jales ocasiona la ocupación de grandes espacios de tierra potencialmente fértiles, que pierden su valor original y consecuentemente se degradan; la contaminación del aire por polvos, los jales se componen de partículas micrométricas altamente volátiles; la contaminación de cuerpos de agua

principalmente por el drenaje ácido generado por la lixiviación de EPT, entre otros [103]. Los desechos producidos generalmente se vierten fuera de la mina en forma de vertederos sobrecargados. De acuerdo con la Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT) en operaciones de minado a cielo abierto es común que se alcancen volúmenes de generación de residuos superiores a 10 veces por unidad de mineral procesado.



Fig. 2.9 Tipos de minas **a** Mina de oro a cielo abierto, Pinos Altos, Chihuahua, México y **b** Mina subterránea, Tajo Prometeo, Coahuila, México [100, 101].

Los residuos generados por el procesamiento mecánico y químico de las operaciones mineras se denominan jales mineros. Estos materiales que quedan después de la extracción de metales, minerales, combustibles minerales o carbón, son mezclas de roca triturada, lodos de grano molido, agua de proceso con contenido variable de productos químicos, pequeñas cantidades de minerales valiosos y metales pesados [104]. La cantidad de desechos mineros que se producen varía de acuerdo con diferentes autores, sin embargo, el rango va de 14 hasta 25 mil millones de toneladas producidas anualmente alrededor de mundo. De acuerdo con Adiansyah [105], tomando en consideración las minas de metales y de no metales, las estadísticas muestran que la cantidad de jales producidos representa aproximadamente del 97 al 99 % de la materia prima total. Por otro lado, la producción mundial de minerales de metal se encuentra encabezada por las minerales de hierro y bauxita como se puede apreciar en la Fig. 2.10 [104].

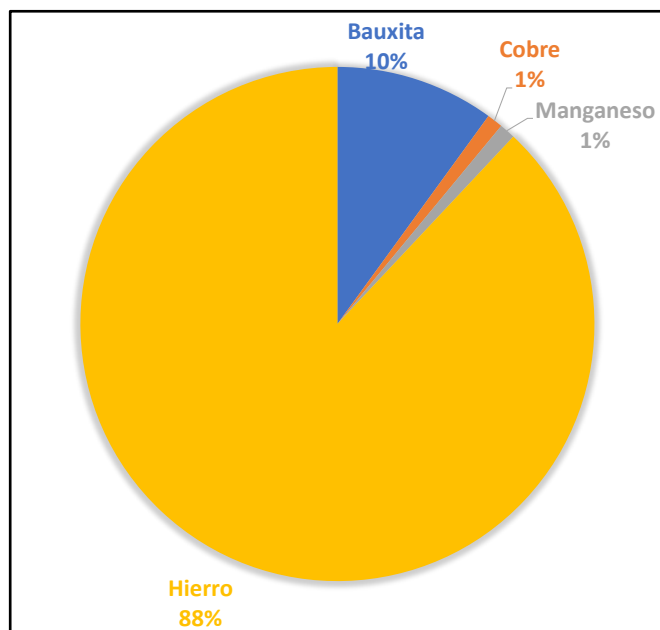


Fig. 2.10 Producción mundial de minerales de metal 2016 [104].

Liu y col. [14] afirman que, para obtener una tonelada métrica de hierro, se genera 1.5 toneladas de jales de minerales de hierro (Iron Ore Tailings IOT), Yi y col. [106] mencionan que por cada tonelada de concentrado de mineral de hierro son descargadas 2.5 toneladas de jales del mineral, para el cobre se produce la misma cantidad de jales de minerales que el total de mineral procesado y los residuos de mina representan más del 50 % de los residuos industriales en el continente europeo [107]. De igual manera, alrededor del mundo es muy probable encontrar depósitos de jales abandonados, generados a partir de la explotación de minas de metales y de no metales. Estos jales representan una amenaza significativa para el aire, el suelo, el agua y aún más para la salud humana. Por lo tanto, las consecuencias ambientales justifican una caracterización intensiva de los atributos físicos, químicos y mineralógicos, para planificar estrategias de seguimiento, gestión, remediación y reutilización de los jales de minería en cada punto geográfico. Adicionalmente, el oro es considerado uno de los metales preciosos más valorados a nivel mundial, siendo usado principalmente en la elaboración de monedas, joyería y electrónica [108]. Sin embargo, los procesos de beneficio del mineral de oro (y plata) son los que generan mayor impacto en la sustentabilidad ambiental comparado, por ejemplo, con la extracción de zinc, cobre o plomo. A pesar de lo anterior, los niveles generales de producción minera de oro han crecido significativamente durante la última década. Para el año 2019 se alcanzaron las 3 300

toneladas métricas del mineral extraídas mundialmente. Entre los principales países productores de oro, se encuentra China, quien se ha mantenido como el primer productor a nivel mundial, con una extracción que llegó a las 380 toneladas métricas en 2019, mientras que México ocupó el noveno lugar en producción, la cual, en el mismo año, superó las 100 toneladas métricas de metal beneficiado [109]. En México, existen regiones mineras en diversos estados, las cuales se dedican a la extracción de oro. El estado de Sonora se posicionó en el primer lugar en extracción a nivel nacional en 2019, con una producción total de más de 36 mil kilogramos. Para el mismo año, el estado de Querétaro de Arteaga ocupó el lugar doceavo con una producción de 369 kilogramos del mineral [110]. En el estado de Querétaro, una de las regiones mineras que se dedica a la extracción de oro y plata es la ubicada en el complejo minero San Martín. Dicha unidad consta de 8 concesiones mineras que cubren alrededor de 13 000 hectáreas, las cuales han estado en funcionamiento desde el año 1993. Inicialmente se procesaban 350 toneladas por día. Para el 2016, ésta cifra incrementó a 1 200 toneladas por día con una ley promedio de 2.55 gramos de oro por tonelada y 24.2 gramos de plata por tonelada. El procesamiento de los minerales se ha realizado mediante trituración, molienda y lixiviación en tanque con cianuro, seguido de precipitación con polvo de zinc y fundición interna del precipitado para producir doré de oro y plata. Una vez finalizado el proceso de extracción y procesamiento se genera una considerable cantidad de residuos que pasan a ser almacenados en presas de disposición final, dichas presas se encuentran al aire libre en forma de taludes. Hasta el 2003, dichas presas tenían confinado un total de 1 740 834 m³ de jales. A partir de esta fecha, las presas se estabilizaron y ampliaron, dando como resultado que en 2023 hayan alcanzado su máxima capacidad de almacenamiento, igual a 6 626 973 m³ (Fig. 2.11) [111].



Fig. 2.11 Presa de jales en Peña de Bernal, Querétaro, México [110].

Éste cuantioso volumen de material carece de propósito y aunado a que ocupa grandes extensiones de tierra, también comienza a repercutir en la salud pública de las regiones aledañas, así como a contaminar cuerpos de agua, pues ambas son consideradas zonas vulnerables debido a la cercanía con la presa (800 – 1 000 m) [112,113].

2.5 Caracterización de jales mineros

Las características físicas y químicas de los jales varían considerablemente dependiendo el mineral extraído, el método de extracción, así como la zona geográfica [114]. Estas características incluyen: composición mineralógica y química, gravedad específica de partículas, distribución del tamaño de partícula, pH, superficie específica, comportamiento de asentamiento, resistencia al cizallamiento y compresión, relaciones de permeabilidad vs. densidad, plasticidad del suelo (límites de Atterberg), comportamiento de consolidación, características de reología/ viscosidad, química del agua de poro y propiedades de lixiviación [115]. Por otro lado, por las características de su disposición final, los jales se pueden clasificar como se muestra en la Fig. 2.12.

Tipo de Jales	Consistencia		Humedad (Contenido de Agua)
Jales en Pulpa	Agua con Arena	Saturados	> 70 %
Jales Espesados	Crema Batida		35 - 70 %
Jales en Pasta	Yoghurt Arenoso		25 - 35 %
Jales Filtrados	Arena Húmeda	Secos	< 25 %

Arrows indicating trends:

- Left side: CONTENIDO DE AGUA (DISMINUYE) - arrow pointing down.
- Center: BOMBEABLE (up arrow) and NO BOMBEABLE (down arrow).
- Right side: VEL. CONSOLIDACIÓN (AUMENTA) - arrow pointing down.

Fig. 2.12 Caracterización de jales de acuerdo al contenido de humedad y consistencia [116].

De igual manera, los jales suelen denominarse de acuerdo con su fuente de origen o el cuerpo mineral, por ejemplo, jales de mineral de hierro, jales de plomo-zinc, jales de cobre, jales de oro, jales de arenas bituminosas, etc. [116]. La composición química de los jales depende de la mineralogía del cuerpo mineral, la naturaleza de los fluidos de procesamiento utilizados para extraer los metales, la eficiencia del proceso de extracción y el grado de meteorización durante el almacenamiento en la represa [117]. Las principales composiciones de elementos de jales varían, sin embargo, existe una tendencia casi general en presentar Si, Fe y O, siendo estos generalmente los elementos más abundantes, además también se han encontrado cantidades de Al, Ca, K, Mg, Mn, Na, P, Ti y S como componentes principales [11,28,118,119].

2.5.1 Restauración y recuperación de jales mineros

Durante mucho tiempo, los jales se consideraron residuos sin posibilidad de ser aprovechados en un futuro. Sin embargo, empezar a utilizarlos eficiente e integralmente se ha vuelto de gran relevancia para el desarrollo sustentable de la industria minera. Para utilizar integralmente los jales es necesario involucrar cuatro aspectos principales:

1. Reconcentrar o reprocesar los jales, que significa: extraer los metales de valor, minerales o nuevos componentes valiosos,
2. Utilizarlos como relleno para regenerar las minas explotadas,
3. Reutilizarlos como materia prima para la elaboración de nuevos productos en la industria (p.ej. en los materiales de construcción),
4. Reclamar tierras de cultivo en el vertedero de desechos para plantar árboles y cultivos.

2.5.2 Empleo de los jales mineros como materia prima en la industria de la construcción

Cong y col. [120] postulan que los jales tienen poco valor como materia prima, por lo que no pueden tener un beneficio económico a menos que sean utilizados a gran escala, por ejemplo, como materia prima en la industria constructiva. A pesar de que, en su mayoría, los jales contienen EPT o metales pesados, no todos son considerados desechos peligrosos y pueden considerarse como un recurso provechoso debido a que presentan una gran cantidad de componentes útiles. En los jales caracterizados en diversas investigaciones en todo el mundo, la composición química prevalente es de SiO_2 , Al_2O_3 , CaO y Fe_2O_3 , aunque varía en rango dependiendo del tipo de jal, como se puede apreciar en la Tabla 2.5, la cual compara valores para dichos compuestos en jales de 9 minas diferentes, revisados en la literatura.

Tabla 2.5 Composición química (%) y Pérdida de materia orgánica por ignición (PPI) de jales de 9 minas diferentes reportados en literatura [Elaboración propia].

Referencia	Tipo de jal	País de origen	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O	PPI
Surendra y col. [121]	Oro	India	56	11.9	10.2	8.4	8.6	-	-	-	2
Vargas y col. [18]	Cobre	Chile	62.90	9.50	12.60	2.8	1.10	0.7	3.30	1.30	4.40
Cheng y col. [122]	Hierro	China	73.23	2.64	11.31	1.47	2.10	0.08	0.40	0.49	-
Onuaguluchi y col. [123]	Cobre	Chipre	11.20	-	85.30	-	-	-	-	-	-
Luo Li y col. [106]	Hierro	China	45.41	19.07	10.86	12.41	7.23	0.44	-	-	1.22
Qiang y col. [56]	Oro	China	72.86	13.68	1.11	1.06	0.08	0.16	5.32	3.04	-
Zhao y col. [124]	Hierro	China	52.06	17.14	9.13	12.74	3.68	-	0.3	0.97	3.23
Shetimma y col. [125]	Hierro	Malasia	56	10	8.3	4.3	-	-	1.5	-	3.3
Kiventera y col. [126]	Oro	Finlandia	49.9	10.4	9.7	11.1	5.9	-	1.3	3.0	12.9

Para algunos tipos de jales ricos en sílice, algunos investigadores han propuesto su empleo para desarrollar SCM. Sin embargo, para poder darles esta aplicación, es necesario que los jales posean cierta actividad puzolánica, en tanto que, en la práctica, los jales generalmente tienen una baja actividad [127]. En las primeras investigaciones, los jales eran utilizados en su mayoría, tal cual eran colectados, sin aplicarles tratamiento adicional al secado y tamizado, mostrando una baja capacidad cementante, permitiendo ciertos niveles de reemplazo del cemento (menos del 40 %) [128], esto debido a que son materiales cristalinos, estables a temperatura ambiente, lo que hace imposible su uso como aditivos activos en materiales cementantes. Para mejorar su actividad de reacción, algunos investigadores han explorado métodos efectivos, como la activación térmica, la activación química y la activación mecánica. En el aprovechamiento de sub productos de la industria minera se ha encontrado que los materiales con altos contenidos de Si y Al le confieren al concreto fresco y endurecido diversas ventajas, como lo son: reducción de la segregación, mejoramiento del acabado y facilidad de bombeo, reducción de la permeabilidad y el ataque de sulfatos, incremento de la resistencia al congelamiento y el daño a las reacciones químicas, mejoramiento de la resistencia mecánica y la durabilidad [96,129–132].

2.5.3 Activación de jales y su comportamiento en morteros y concretos en estado fresco y endurecido

El proceso de activación mecánica se puede definir como una secuencia de cuatro eventos relacionados con el estrés de las partículas que incluyen: compresión, corte (desgaste), impacto y colisión. El principal objetivo del proceso de activación es transferir la mayor cantidad de energía posible desde las bolas o medios de molienda al material molido. La energía acumulada mejora la reactividad química de los materiales procesados; las partículas sólidas frente al efecto de una fuerza pueden cambiar tanto física como químicamente, disminuyendo sus tamaños de partículas, aumentando el área superficial específica, cambiando también la estructura interna a través de dislocaciones o defectos inducidos, modificando así las propiedades físicas o químicas [133]. Las sustancias sólidas a menudo se activan bajo la acción de fuerzas mecánicas (como molienda, fuerza de impacto y presión). Cuando se presentan cambios en las composiciones químicas, dicha activación se conoce como activación mecano-química [134]. Este tipo de activación ha adquirido mayor

relevancia como tratamiento para la reutilización de jales como SCM. Se ha determinado que niveles apropiados de molienda dan como resultado transformaciones químico estructurales de los minerales, un efecto de amorfización ocasionado por la formación de distorsiones y dislocaciones, así como por defectos puntuales de la estructura cristalina [135]. Además, la molienda ocasiona la disminución del tamaño de partícula resultando en un aumento del área superficial específica, propiciando de manera directa el aumento de la actividad puzolánica [136]. Ermolovich y col. [137] reportaron que la amorfización de los jales de cuarcita ferruginosa se incrementó en función del tiempo a través de la molienda mecánica, lo que propició un aumento gradual de la reactividad. Los resultados revelaron que la activación mecánica mediante un molino planetario causó cambios microestructurales y morfológicos sustanciales. Después de 12 h de molienda, el tamaño de partícula de los jales se redujo de 69 a 1.22 μm . Los tamaños de cristalitas obtenidos variaron de 149.7 a 20.1 nm para la fase cuarzo, de 108.6 a 21.1 nm para la fase hematita, de 11 a 4.8 nm para la fase dolomita y de 14.9 a 6.8 nm para la fase magnetita, dependiendo del tiempo de activación. Lo anterior brinda la posibilidad de utilizar jales activados como material de relleno compuesto, incrementando el rendimiento de los materiales denominados “fillers”. En la literatura, Geng Yao y col. [138] concluyeron que, mediante un tiempo de molienda prolongado, se produce una degradación estructural de los jales, principalmente en las fases minerales de estilpnomelano y moscovita. La activación mecánica induce la amorfización de los polvos de jales, lo que resulta benéfico para mejorar su actividad puzolánica. En este mismo estudio, al preparar morteros con jales de mina y realizar un análisis MEB-EDS, se observaron agujas de etringita y el gel amorfo C-S-H como los principales productos de hidratación, indicando que la incorporación de jales propició la formación de geles de hidratación similares a los propios del cemento. Con respecto a las pruebas de resistencia a la compresión, se probó que, a los 28 días, y hasta con 30 % de adición, el mortero de cemento con jales de hierro cumplió los requisitos de los estándares chinos para un cemento Portland compuesto 32.5. Por su parte, Cheng y col. [122] activaron mecano químicamente jales de hierro con alto contenido de silicio, los cuales fueron utilizados en la preparación de concreto como SCM para sustituir el cemento hasta en un 40 %. Ellos concluyeron, en función de la composición, tamaño de partícula y actividad puzolánica, que la activación mecano química proporcionó a los jales una actividad potencial puzolánica, que indujo una reacción de hidratación secundaria de CH,

formando más gel C–S–H, lo que mejoró la resistencia del concreto en gran medida. Por lo anterior, se ha concluido que el efecto de la molienda mecánica promueve de manera directa el incremento de área superficial específica a través de la amorfización y disminución del tamaño de partícula, además de que incrementa la reactividad debido a que parte de la energía suministrada en la molienda es retenida internamente en las partículas de jales. Por otro lado, la activación térmica, generada principalmente mediante calcinación, es especialmente adecuada para jales con alto contenido de caolinita, la cual al calcinarse forma metacaolín, el cual es considerado altamente puzolánico [139]. Vargas y col. [18] investigaron la aplicación de tratamientos térmicos y mecánicos en ocho jales de cobre para determinar cuáles mejorarían su capacidad como SCM a través de la activación compuesta. El tamaño de partícula se redujo en un 50 % después de 60 minutos de molienda de baja energía (Fig. 2.13), aplicando además un tratamiento térmico entre 600° C y 800° C. Los resultados mostraron que el rendimiento mecánico de las mezclas se puede mejorar hasta en un 40 % a los 90 días de curado, en comparación con los jales no tratados a un nivel de reemplazo del 40 %.

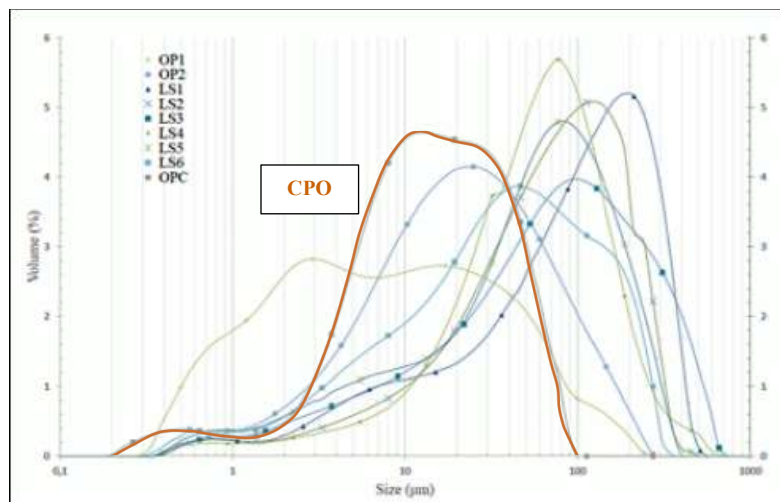


Fig. 2.13 Distribución del tamaño de partícula (DTP) de 8 jales y CPO [18].

Del mismo modo, Yi Zhong y col. [140] emplearon jales de mineral de hierro para preparar materiales cementantes. Estudiaron las propiedades cementantes de los jales de mineral de hierro activados mediante un proceso térmico compuesto. Mediante métodos de prueba como DRX, termogravimetría con análisis térmico diferencial (TG–DTA) y análisis infrarrojo (FT–IR) investigaron la variedad de fases y estructuras de los jales de mineral de hierro en el proceso de activación térmica compuesta. Los resultados revelaron que se puede obtener un nuevo material cementante con un contenido del 30 % de jales de mineral de hierro tratados

mediante activación térmica combinada, cuya resistencia alcanza los estándares establecidos para morteros convencionales. Por su parte, Wong R. y col. [141] calcinaron jales finos de caolinita en un rango de temperatura de 600° a 1000 °C, para producir metacaolín. En su investigación describen el comportamiento de los jales finos calcinados como SCM en un concreto de alto rendimiento, comparándolo con el rendimiento del metacaolín y humo de sílice. Se descubrió que los jales calcinados tienen una excelente actividad puzolánica en el concreto, por lo que puede ser un material suplementario ecológico y potencialmente rentable. En su investigación Wang y col. [142], compararon las propiedades físicas, los mecanismos de reacción y los tipos de productos de hidratación del cemento preparado con minerales de oro GT (C–GT) y del Cemento Portland Ordinario (C–SS). Mediante el análisis de DRX, el análisis termo gravimétrico (TG) y el análisis MEB–EDS se estudiaron las fases mineralógicas del clinker y de las materias primas, los tipos de productos de hidratación y la micro topografía. También estudiaron la consistencia, el tiempo de fraguado, la resistencia a la flexión y los valores de resistencia a la compresión de las muestras de cemento (C–GT y C–SS), y la capacidad de combustión de las materias primas. El análisis de capacidad de combustión indicó que los GT proporcionaron una mayor reactividad. Los resultados de DRX mostraron que las fases de clinker de los C–GT fueron C_3S , C_2S , C_3A y C_4AF . Sus resultados de DRX, TG y MEB–EDS mostraron que los productos de hidratación fueron hidróxido de calcio escamoso, etringita en forma de barra y gel C–S–H granulado. Su resistencia a la compresión y resistencia a la flexión fueron 30.4 MPa y 6.1 MPa a la edad de curado de 3 días y 59.1 MPa y 9.8 MPa, respectivamente a la edad de curado de 28 días, que fueron ligeramente más altas que las del C–SS. Además, los resultados mostraron que la consistencia, el tiempo de fraguado inicial y el tiempo de fraguado final para los dos tipos de cemento fueron similares, lo que sugiere que los GT podrían usarse para preparar cemento Portland. En un estudio, Geng Yao y col. [143] prepararon diferentes tipos de mezclas para investigar el efecto de la molienda mecánica sobre la actividad puzolánica y propiedades de hidratación de los jales de mineral de oro. Los resultados demostraron que la cristalinidad relativa de las principales fases minerales en los jales se redujo por molienda mecánica, además los jales molidos poseen una mayor actividad puzolánica en comparación con los jales crudos en un ambiente alcalino, y esta misma actividad aumentó gradualmente con el tiempo de molienda (hasta en un 78.99 %). Se concluyó que los jales activados son adecuados

como aditivo de cemento Portland dado su índice de actividad. Los principales productos de hidratación encontrados fueron el gel amorfo C–S–H en un sistema de jales molidos activados por CaO, así como cristal de AFt en presencia de anhidrita. Basado en el análisis MEB, el gel C–S–H amorfo solidifica Al_3^+ , K^+ y Na^+ durante el proceso de hidratación. En 2014, Lilies Widojoko y col. [144] dieron continuación a estudios previos, en los que se propone el uso de jales para la fabricación de concreto convencional. Para su estudio se emplearon jales de oro como sustituto del agregado fino en la producción de concreto proyectable. Sus resultados mostraron que el porcentaje de sustitución óptima de jales es de hasta un 25 % tanto para concreto convencional como para concreto proyectado. En los estudios de laboratorio realizados, se añadió un aditivo, el cual es un material compuesto de monómeros, denominado comercialmente como Polcon y posteriormente se realizaron pruebas de resistencia mecánica. La resistencia a la compresión alcanzada en el laboratorio fue de 32.7 MPa cuando no se usó el aditivo Polcon. Al usar Polcon, la resistencia a la compresión alcanzó 33.5 MPa. La resistencia a la compresión del concreto proyectado en el ensayo de campo fue de 20.3 MPa.

En este estudio se ha propuesto el empleo de la molienda mecánica con un molino de bolas planetario (PBM) para la activación mecánica de jales de oro y plata. Estos molinos han mostrado buena eficiencia con tiempos de procesamiento cortos, manejo seguro y buena reproducibilidad. El principio de este molino se basa en lo siguiente: el vial está unido a un disco que gira alrededor del eje central. Al mismo tiempo, el vial gira alrededor de su propio eje. Durante el proceso, el movimiento de las bolas puede adquirir diversos regímenes de movimiento los que dependen de varios parámetros del proceso [145,146]. Por ejemplo, el aumento de la velocidad de revolución y/o el volumen contenido en el mismo, así como la relación muestra/medios de molienda. Existen tres tipos de regímenes que pueden ocurrir al interior del vial: régimen de cascada, régimen de cataratas y finalmente a un régimen de balanceo [147], como se observa en la Fig. 2.14.

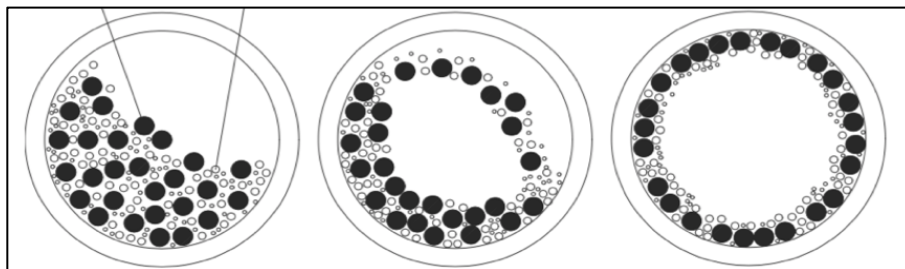


Fig. 2.14 Representación esquemática de los regímenes de movimiento en un PBM: cascada, cataratas y balanceo, respectivamente [146].

En el trabajo presentado se propone el uso del GST para la preparación de un CPC, que desde una perspectiva global es propicio para la gestión eficiente del GST y la disminución gradual de la dependencia de la industria cementera de la materia prima silíceo tradicional.

2.5.3.1 Lixiviación de metales pesados y elementos potencialmente tóxicos (EPT)

Los metales pesados son elementos metálicos presentes de forma natural en el ecosistema, son considerados tóxicos cuando se presentan en concentraciones elevadas o cuando llegan a acumularse en los organismos vivos, incluido el ser humano. Los iones de metales pesados son estables frente a contaminantes ambientales persistentes, ya que no pueden degradarse ni descomponerse bajo condiciones naturales [148]. La toxicidad ocasionada por metales pesados puede provocar daños o reducción de la función nerviosa central y mental, un menor nivel de energía y daños a la composición de la sangre, los pulmones, los riñones, el hígado y otros órganos vitales [149]. Las alergias son frecuentes y el contacto repetido y prolongado con algunos metales o sus compuestos puede incluso causar enfermedades cancerosas y no cancerosas [112]. Debido a la pesada carga de metales pesados que se ha reportado en los residuos de mina, es importante determinar la concentración de estos metales potencialmente disponibles en los materiales de construcción con adiciones de jales de mina. Los minerales de sulfuro presentes en algunos jales de mina como lo son la piritita (FeS_2), la pirrotita (Fe_{1-x}S), y la calcocita (Cu_2S) se oxidan en presencia de aire y agua, produciendo ácido sulfúrico y liberando óxidos metálicos como FeO , dando lugar al proceso denominado drenaje ácido de mina. Éste fenómeno provoca que el pH se acidifique y se dé una mayor lixiviación de metales pesados como Cd, As y Cu. De manera general se han reportado tres métodos para minimizar los riesgos ambientales potenciales ocasionados por los jales de mina y el drenaje ácido [150,151]:

- 1. Aislamiento de los jales de mina:** la técnica más empleada es la contención de los jales del entorno circundante, por ejemplo, tapando y asegurando la superficie de embalse con un sistema de cierre similar al utilizado para los vertederos.
- 2. Estabilización química de los jales de mina:** Es un proceso de conversión de un residuo tóxico a una forma física y químicamente más estable, es decir, altera químicamente los residuos peligrosos para producir una forma menos tóxica o menos móvil. Implica interacciones químicas entre los residuos y el agente aglutinante.
- 3. Inmovilización/encapsulación:** el proceso de inmovilización y encapsulación de metales pesados de los residuos consiste en su mezcla con materiales (como los cementantes) que solidifican y unen las partículas de los desechos con metales pesados. Una vez que la mezcla fragua, se generan residuos monolíticos con integridad estructural y estabilidad a largo plazo.
- 4. Solidificación/estabilización:** la solidificación convierte los desechos líquidos, lodos semisólidos o un polvo en una forma monolítica o material granular que permitirá una manipulación y transporte relativamente fácil a los vertederos.

En todos los casos se obtiene como resultado, la minimización o inhibición de la lixiviación de metales pesados, reduciendo así los riesgos medioambientales que significan.

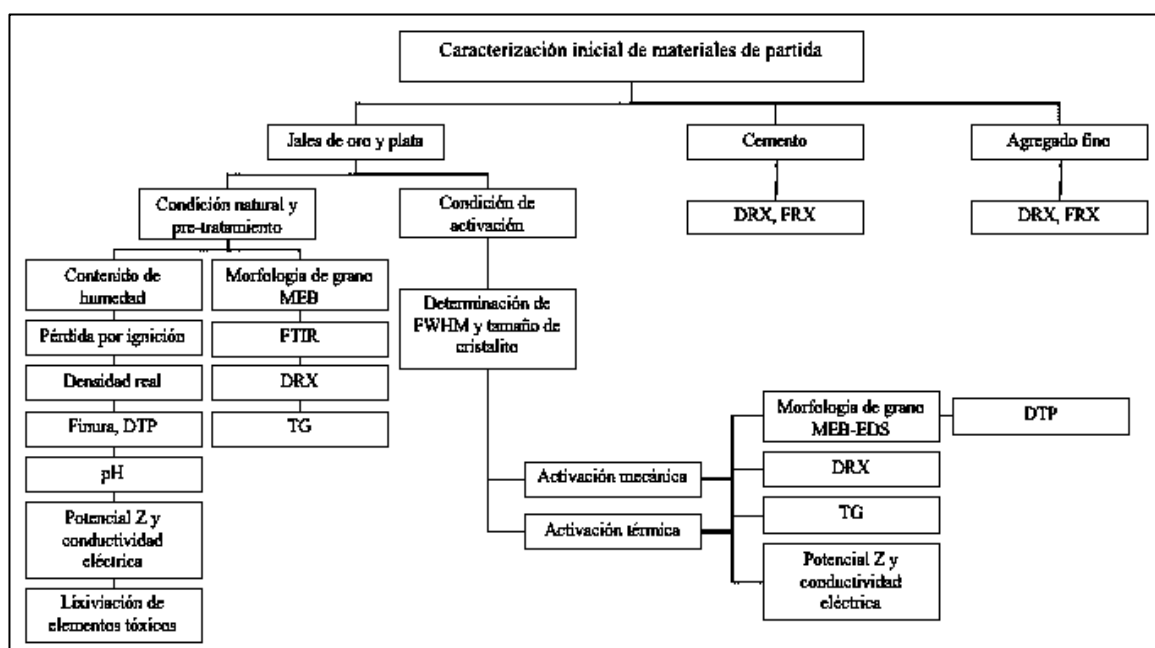
Los aglutinantes más comunes para el tratamiento de residuos con metales pesados y EPT empleados durante los últimos años son: el cemento Portland, los cementos activados alcalinamente o geopolímeros, así como la cerámica de fosfato. Diversos estudios realizados sobre materiales cementantes a base de CPO y con adiciones o sustituciones con residuos o sub productos de otras industrias han demostrado que estos materiales tienen un alto grado de inmovilización de metales pesados [152,153]. Esto es debido a las propiedades de la matriz de cemento endurecida, la cual ha sido aprovechada como un material eficaz y seguro en el proceso de inmovilización permanente de residuos peligrosos [154]. Las propiedades de inmovilización de la matriz de cemento, en morteros y concretos, son atribuidas principalmente al gel C-S-H [155]. Como se mencionó con anterioridad, estos geles de silicato de calcio son el componente dominante de las pastas de cemento endurecidas, representando hasta el 70 % del volumen [48]. La cantidad y morfología de la fase C-S-H depende de la selección de los componentes del aglutinante. Algunos autores creen que los principales factores que influyen en el potencial de inmovilización del gel C-S-H son la

capacidad de incorporar elementos extraños a la estructura, el efecto de los silicatos de calcio hidratados como intercambiadores iónicos, la baja permeabilidad de la fase C–S–H, actuando como barrera a la migración de partículas y su gran superficie específica [156,157]. Además, la fase C–S–H permanece en estado de equilibrio con la fase líquida presente en los poros y, dependiendo de la concentración de hidróxido de calcio en esta etapa, emite o absorbe iones Ca^{2+} de la misma [158]. El pH alto (> 12.4) del líquido presente en los poros favorece la precipitación de hidróxidos y otros compuestos insolubles de metales pesados [159].

Kuterasińska-Warwas y Król [152] estudiaron la lixiviación de metales pesados a partir de compuestos cementantes elaborados con cementos ternarios nuevos. Encontraron que las matrices solidificaron metales pesados como Cu, Cr, Pb y Zn, previamente introducidos en ellas como sales solubles. Por su parte, Huixia Lu y col. [154] midieron la lixiviación de metales en el cemento en diversas condiciones ambientales para evaluar su seguridad ambiental. Se solidificó un producto de cemento que contenía clínker, que se produjo a partir del co-procesamiento de desechos peligrosos en hornos de cemento, y se caracterizó la lixiviación de metales como Cr, Ni, As, Co, V, Cu, Cd; Pb, Zn, Mn, Sb, y Ti. Los resultados indicaron que los metales en los cementos eran lixiviables en varios medios en orden descendente: agua de mar, agua subterránea y lluvia ácida. Cr, Ni, As, Co y V se lixiviaron mediante agua de mar simulada, mientras que Cu, Cd, Pb, Zn, Mn, Sb y Tl no se lixiviaron en agua de mar simulada, agua subterránea o lluvia ácida.

Capítulo 3 METODOLOGÍA

El siguiente capítulo describe la caracterización física, química y mineralógica de los materiales de partida, así como el diseño de un cemento compuesto a través de la sustitución del CPO por PT-GST. El esquema de la metodología general de la investigación se muestra en la Fig. 3.1. La primera etapa consistió en la caracterización de los materiales de partida que permitió proponer un método de activación adecuado para incrementar la reactividad del material. De acuerdo con los métodos de activación propuestos, se valoraron las condiciones óptimas de activación con base en la determinación del ancho de pico (Full Width at Half Maximum *FWHM*) y tamaño de cristalito (*L*). Al seleccionar las condiciones de activación mecánica y térmica óptimas se determinó la resistencia mecánica a la compresión con diferentes porcentajes de sustitución de cemento por jales activados y con ello, el índice de actividad resistente (ÍAR) para cada tipo de activación. Una vez seleccionadas las condiciones de activación óptimas, se evaluaron pastas cementantes y morteros en estado fresco a través de determinaciones de fluidez, consistencia normal, así como tiempos de fraguado inicial y final. Del mismo modo se evaluaron morteros en estado endurecido, determinando la microestructura y mineralogía de los productos de hidratación a diferentes días de curado.



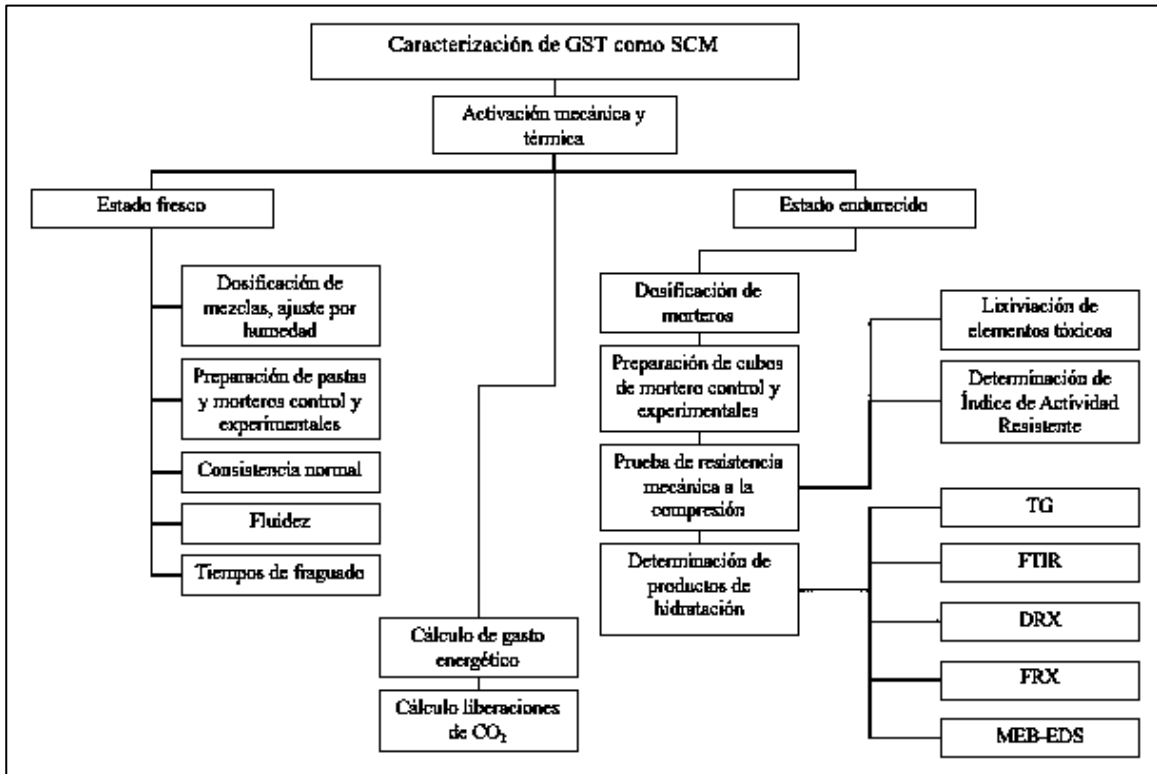


Fig. 3.1 Metodología general de la investigación.

3.1 Materiales

Los jales empleados en este estudio, se obtuvieron de la mina de oro y plata San Martín, de la CIA “Peña de Bernal”, Querétaro, México. Se recolectaron aproximadamente 500 kg de jales del mismo talud a una profundidad de hasta 3 m. Los jales fueron sometidos a un pre tratamiento mediante un secado en mufla a 105° C y tamizado en malla núm. 16. Estos jales se denominaron PT–GST (Fig. 3.2) y fueron utilizados para las pruebas posteriores.



Fig. 3.2 Jales de oro y plata en condición de pre tratamiento.

El cemento Portland empleado fue un cemento Portland Ordinario Blanco CPO 40 B, elaborado por la empresa cementera nacional Cruz Azul S.C.L. La arena empleada fue Sikadur® Arena sílica, conforme a la norma ASTM C 778–2003 [160].

3.2 Caracterización físico química de materiales de partida

3.2.1 Morfología de grano

La morfología de grano de los PT–GST se determinó utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM–6400 basado en un cañón de electrones de cátodo termoiónico con filamento de tungsteno y detector de electrones secundarios y retro dispersados. Las muestras se metalizaron con una capa de cobre.

3.2.2 Contenido de humedad

Para la determinación del contenido de humedad se pesaron 500 g de PT–GST, las muestras se mantuvieron en una mufla durante 24 h a $115^{\circ} \pm 1^{\circ}$ C. El contenido de humedad se determinó por diferencia de pesos en una balanza con una precisión de ± 0.1 g.

3.2.3 Pérdida de materia orgánica por ignición (PPI)

Los PT–GST se tamizaron por la malla núm. 270, se secaron durante 1 h en una mufla a $115^{\circ} \pm 1^{\circ}$ C y posteriormente se efectuó la prueba. La determinación de PPI se realizó en una mufla durante 6 h a temperatura constante de $525^{\circ} \pm 1^{\circ}$ C. El contenido de materia orgánica se determinó por diferencia de pesos en una balanza con una precisión de ± 0.1 g.

3.2.4 Determinación de pH

La determinación del pH en muestras de PT–GST se realizó conforme al método NMX–AA–008–SCFI–2000 [116]. El equipo utilizado fue un Potenciómetro Thermo Scientific Modelo Orion Star A211. Para su calibración se utilizaron soluciones Buffer de 4.00 (± 0.02), 7.0 (± 0.02) y 10.00 (± 0.02) con una calibración del 98 % de exactitud como se muestra en la Fig. 3.3a.

3.2.5 Potencial zeta y conductividad eléctrica

La determinación del potencial zeta se llevó a cabo en un equipo marca Colloidal Dynamics ZetaProbe Analyzer en una solución al 5 % en peso de PT-GST como se observa en la Fig. 3.3b. El medio de disolución en ambos casos fue agua destilada. Para alcanzar los valores de pH de inicio se emplearon soluciones de hidróxido de sodio y ácido clorhídrico.

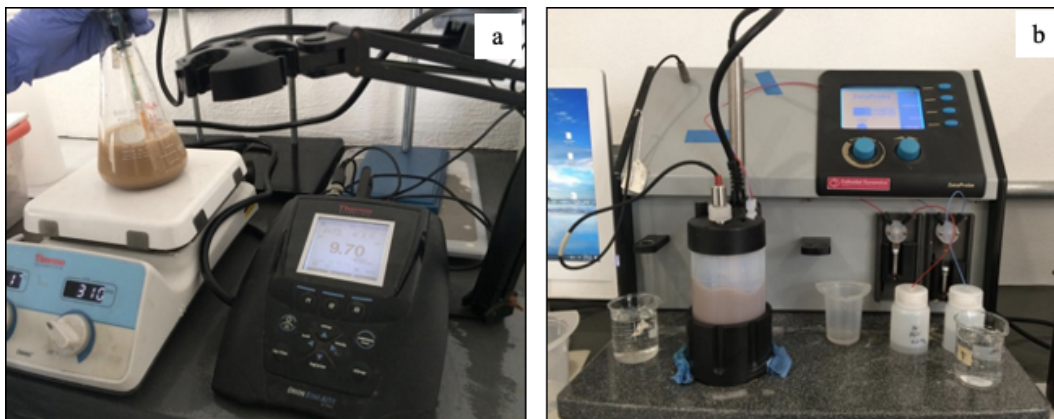


Fig. 3.3 Determinaciones de **a** pH en muestras de PT-GST y **b** Determinación del potencial zeta en PT-GST.

3.2.6 Densidad real

La densidad real se determinó en una muestra de PT-GST de 10 g. El equipo utilizado fue picnómetro de helio marca Micrometrics Cacuy 1330.

3.2.7 Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)

Para las mediciones de FT-IR se mezclaron muestras de 1 mg de PT-GST con 100 mg de bromuro de potasio (KBr) y luego se prensó la mezcla en forma de pastilla, la muestra se analizó mediante un equipo marca Bruker modelo Tensor 27. El rango de análisis fue de 4000 a 400 cm^{-1} , con resolución de 4 cm^{-1} y con tiempo de escaneos de muestra de 32 scans.

3.2.8 Análisis termo gravimétrico (TG)

Se efectuó el análisis de termogravimetría en un equipo Discovery TGA 5 500, marca TA Instruments, en muestras de 5 g de PT-GST. Las condiciones de la prueba fueron un rango de temperatura de 30° a 950° C, en una atmósfera de nitrógeno y a una velocidad de calentamiento de 10° C/min.

3.2.9 Finura

La determinación de finura se llevó a cabo en tres muestras de 500g de PT–GST cada una, para valorar la cantidad de material retenido (en condición húmeda) y que pasa la malla núm. 325, de acuerdo con la norma ASTM C 618 [161].

3.2.10 Distribución de tamaño de partícula

La distribución de tamaño de partícula (DTP) de los PT–GST y del CPO fue analizada con un equipo Beckman Coulter LS 100Q, en medio seco (5 g). Para la determinación de la DTP de los jales activados (ACT–GST), debido a la reducción del tamaño de partícula y a las características del equipo, se realizó en medio húmedo (10 g).

3.2.11 Composición química

La determinación de los componentes químicos se realizó con un equipo de Fluorescencia Bruker S8 Tiger. Mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX) se determinó la composición química por óxidos de los PT–GST, del CPO y de la arena de sílice.

3.2.12 Estructura cristalina

El análisis de las principales fases cristalinas de los materiales de partida se realizó por medio de Difracción de Rayos X (DRX) mediante un Difractómetro Bruker D8 Advance. Las condiciones de estudio fueron: intervalo de paso de 0.02, tiempo de integración 0.6s y el intervalo de ángulo de 20–80° 2θ. Además, fueron determinados el *FWHM* y *L* de las partículas en función del tiempo de molienda y de la temperatura de tratamiento térmico aplicados. El *FWHM* se define como el ancho del pico de difracción (en radianes) a una altura a medio camino entre el fondo y el pico máximo y permite estimar el tamaño de los cristales [14]. Para la determinación del *L* se empleó la ecuación de Scherrer (Ec.1) [15, 16], en dicha ecuación se considera que el ancho de pico es inversamente proporcional al tamaño de cristal:

(1)

$$L = \frac{\lambda \times k}{FWHM \times \cos \theta}$$

Donde:

L = Tamaño promedio de cristalito.

λ = Longitud de onda de los rayos X utilizados para la difracción.

k = Constante de proporcionalidad o constante de Scherrer (0.94).

$FWHM$ = Ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra.

θ = Valor del ángulo en radianes.

3.2.13 Contenido de elementos potencialmente tóxicos

La determinación del contenido de EPT se realizó en agua regia a una relación 3:1 (HCl:HNO₃). Se digirieron los PT-GST en el agua regia a una relación 1:5, se agitaron 24 h a 450 rpm en un agitador magnético y se filtraron. Posteriormente la muestra se analizó por absorción atómica de flama para determinar el contenido de Cd, As, Au y Ag en un espectrómetro de absorción atómica marca Perkin Elmer, modelo 3 100.

3.3 Activación mecánica y térmica

La activación mecánica se realizó en un molino de bolas planetario PM 100 modelo RESTCH, con una capacidad de volumen máximo de 500 ml, alcanza una velocidad de hasta 650 rpm y tiene la posibilidad de rotación en dos sentidos (Fig. 3.4a), el vial y las bolas fueron de acero inoxidable con diámetros de 1/8", 3/16", 3/8", 1/4", 1/2", 5/8" y 3/4" (Fig. 3.4b). La determinación de los diámetros de los medios de molienda se ajustó a la granulometría de los PT-GST. Por otro lado, se consideraron dos constantes, correspondientes a la relación muestra/medios de molienda (1:5) y la velocidad (450 rpm), la variable fue el tiempo de molienda, correspondiente a 100, 120 y 140 min. Los jales activados se denominaron de la siguiente manera ACT-MEC-GST-100 min, ACT-MEC-GST-120 min y ACT-MEC-GST-140 min.



Fig.3.4 Proceso de activación mecánica **a** Molino de bolas planetario y **b** Vial con PT-GST y medios de molienda.

Con respecto al proceso de activación térmica, se realizó en cuatro muestras de PT–GST de 500g cada una, las cuales fueron sometidas a calentamiento a las temperaturas de 400°, 600°, 800° y 1 000° C en un horno marca Nabertherm® (Fig. 3.5a), modelo L08/14 a una velocidad de calentamiento de 10° C/min y un tiempo de permanencia de 30 min. Una vez finalizado el tiempo de permanencia los jales se retiraron del horno y se enfriaron a temperatura ambiente como se muestra en la Fig. 3.5b. Los PT–GST activados se denominaron de la siguiente manera: ACT–TER–GST–400° C, ACT–TER–GST–600° C, ACT–TER–GST–800° C y ACT–TER–GST–1 000° C.

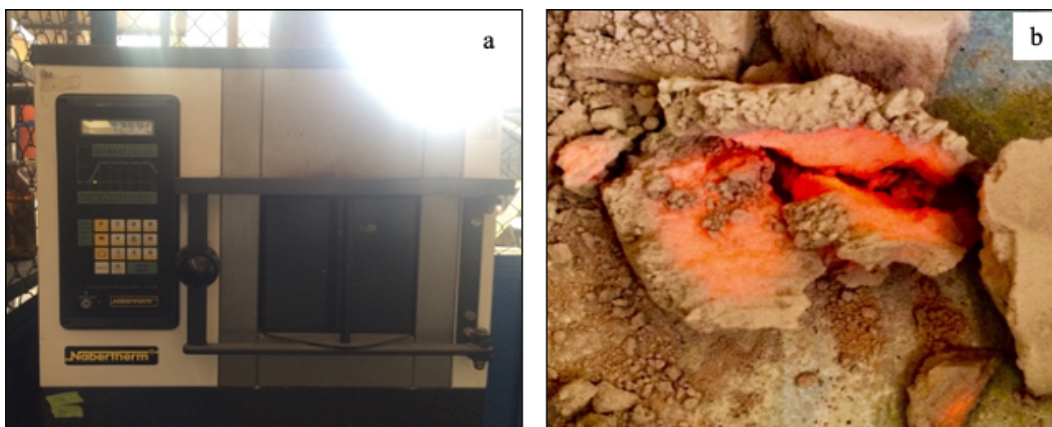


Fig. 3.5 Proceso de activación térmica **a** Horno Nabertherm y **b** PT–GST sometidos a tratamiento térmico.

3.4 Caracterización físico-química de los jales activados (ACT–GST)

Los PT–GST activados (ACT–GST) bajo las diferentes condiciones mencionadas fueron caracterizados mediante los procedimientos empleados para los materiales de partida, descritos en la sección 3.2. Una vez caracterizados y analizados, los ACT–GST en ambas condiciones fueron utilizados para la preparación de pastas de morteros sustituidos en diferentes porcentajes en pruebas en estado endurecido para determinar su actividad puzolánica y el porcentaje óptimo de sustitución para la preparación de cementos compuestos.

3.5 Determinación de la resistencia mecánica a la compresión e Índice de Actividad resistente (ÍAR)

3.5.1 Preparación de cubos de morteros

La resistencia mecánica a la compresión e ÍAR se determinaron a partir de los ensayos efectuados en especímenes cúbicos de morteros control y experimentales. Un total de 30 cubos de 5 x 5 x 5 cm de arista fueron elaborados conforme a los procedimientos descritos en las normas ASTM C 305 y ASTM C 311 [162,163] (Fig. 3.6). Los morteros con sustitución fueron dosificados de acuerdo a las cantidades de la Tabla 3.1 para cada condición de activación. Los morteros se denominaron de la siguiente manera, los sustituidos al 10 % E10, los sustituidos al 15 %, se denominaron E15, los sustituidos al 20 % se denominaron E20 y finalmente, los sustituidos al 30 % se denominaron E30. La relación cemento/arena fue 1:2.75 y la relación a/c fue de 0.45, de acuerdo a lo especificado en las normas. Los cubos se curaron en cámara húmeda durante 28 días de acuerdo a la norma ASTM C 109 [164].



Fig. 3.6 Preparación de cubos de mortero **a** Colado y **b** Cubos de mortero en estado fresco.

Tabla 3.1 Dosificación de cubos de mortero (ASTM C 311–2004) [82].

Materiales	Mezcla de control	ACT–GST			
		E10	E15	E20	E30
Arena (g)	350	350	350	350	350
CPO (g)	127.27	114.55	108.18	101.81	89.08
ACT–GST (g)	0	12.72	19.09	25.46	38.19
Agua (ml)	99	ml de agua requerido para fluidez ± 5 de control.			

Una vez finalizado el tiempo de curado, las dimensiones y masa de los cubos fueron determinadas (Fig. 3.7), posteriormente la prueba de compresión se efectuó en una prensa eléctrica digital marca Elvec con una capacidad de carga máxima de 120 toneladas, de acuerdo a la norma ASTM 270 [165] (Fig. 3.8).

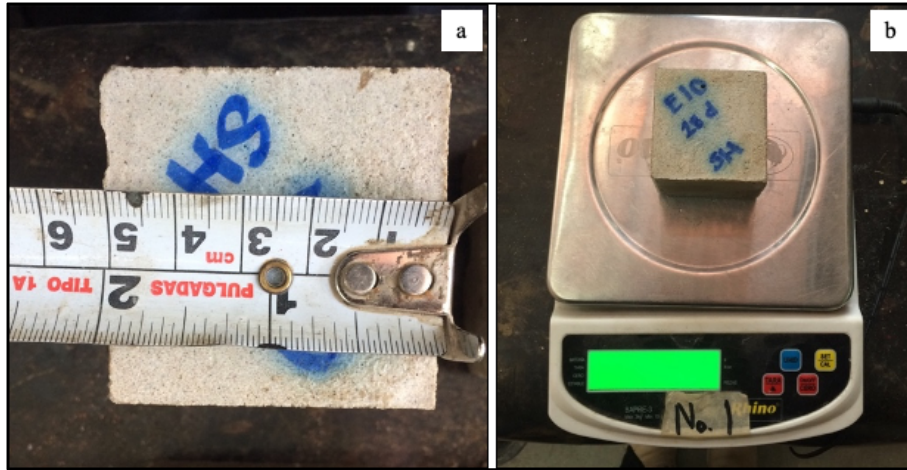


Fig. 3.7 Mediciones para **a** Determinación de las dimensiones y **b** Determinación de la masa de los cubos de mortero.



Fig. 3.8 Prensa eléctrica digital Elvec.

3.5.2 Determinación de resistencia a la compresión en morteros

Para efectuar las pruebas de resistencia mecánica, las muestras de morteros control y experimentales se ensayaron inmediatamente después de sacarlas del cuarto húmedo a los 28 días de curado. Todas las muestras de morteros fueron ensayadas dentro de la tolerancia admisible de la norma ASTM C 109 [164], la cual especifica un tiempo de ± 12 h para una edad de ensayo de 28 días. Una vez obtenida y registrada la carga total máxima indicada por la máquina de ensayo, se calculó la resistencia a la compresión mediante la Ec. 2.

$$f_m = P/A \quad (2)$$

Donde:

f_m = Resistencia a la compresión (MPa).

P = Carga total máxima (N).

A = Área de la superficie cargada (mm^2).

3.5.3 Determinación del Índice de Actividad Resistente (ÍAR) en morteros

El ÍAR hace referencia al valor de resistencia mecánica alcanzada por los morteros experimentales en comparación con el mortero control. La norma ASTM C 618–12 [161] indica que, para que un material sea considerado como una puzolana, debe alcanzar como mínimo el 75 % de la resistencia obtenida en un mortero de control, curados por 28 días en cámara húmeda. Por lo anterior, se consideró como un 100 % la resistencia obtenida en los morteros control y se llevó a cabo la conversión para las resistencias obtenidas en los morteros experimentales sustituidos con ACT–GST en ambas condiciones de activación.

3.6 Evolución de la resistencia mecánica a la compresión y determinación de los productos de hidratación en morteros experimentales en función del tiempo de curado

Una vez seleccionados los porcentajes de sustitución con los cuales se alcanza el ÍAR normado, que correspondieron al 10 y 15 %, se procedió a elaborar muestras de mortero conforme al método descrito en el apartado 3.5.1 para evaluar la resistencia a la compresión a las diferentes edades de curado correspondientes a 3, 7, 14, 28 y 90 días. Una vez finalizada la prueba de compresión, se recuperaron fragmentos de los morteros fracturados, los cuales fueron triturados, tamizados, homogeneizados y colocados en un horno a 100°C durante 24

h con el fin de detener el proceso de hidratación. Dichas muestras se emplearon para realizar los análisis por MEB-EDS, DRX, TG y FT-IR (Sección 3.2.7, 3.2.8 y 3.2.11).

3.6.1 Morfología de productos de hidratación

Para cada porcentaje de sustitución (10 y 15 %) y días de curado (3,14, 28 y 90 días), las muestras secas se analizaron por MEB-EDS para identificar los productos de hidratación de los morteros experimentales y control.

3.6.2 Estructuras cristalinas de los productos de hidratación

Para cada porcentaje de sustitución (10 y 15 %) y días de curado (3,14, 28 y 90 días), las muestras secas se analizaron mediante DRX para identificar los productos de hidratación de los morteros experimentales y control de acuerdo al punto 3.2.12.

3.6.3 Análisis Termogravimétrico (Análisis TG)

Se efectuó el análisis de termogravimetría en un equipo Discovery TGA 5500, marca TA Instruments, en muestras de 5 g. Las condiciones de la prueba fueron un rango de temperatura de 30° a 950° C, en una atmósfera de nitrógeno y una velocidad de calentamiento de 10° C/min.

3.6.4 Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)

Se realizó el análisis en muestras de mortero control y morteros E15 sustituidos con ACT-GST en ambos procesos de activación y curados por 3 y 28 días. El análisis se realizó conforme al punto 3.2.7.

3.6.5 Lixiviación de elementos potencialmente tóxicos en morteros (EPT)

La lixiviación de EPT correspondientes al Cd, Au, Ag y As en morteros E15 curados por 3 y 28 días. Las soluciones para lixiviar fueron agua marina y agua subterránea de acuerdo con la composición química utilizada por Lu y col. [154], la composición se muestra en la Tabla 3.2. Los morteros se diluyeron en las soluciones en la relación jales: solución 1:5, se agitaron durante 24 h, se filtraron y se analizaron mediante absorción atómica de flama en un espectrómetro marca Perkin Elmer, modelo 3100. Además, las muestras de morteros

experimentales se analizaron mediante FRX para determinar la concentración de EPT presentes en la matriz cementante, de acuerdo al punto 3.2.11.

Tabla 3.2 Composición de agua marina y agua subterránea para lixiviación de EPT [153].

Componentes			
Agua marina	(mmol-L ⁻¹)	Agua subterránea	(mmol-L ⁻¹)
NaCl	24.5	MgSO ₄	5.3
MgCl ₂	5.2	CaCl ₂	16.7
CaCl ₂	1.2	NaHCO ₃	16.1
NaHCO ₃	0.20	Na ₂ SO ₄	8.0
NaF	0.003		
SrCl ₂	0.02		
H ₃ BO ₃	0.03		
KBr	0.10		
KCl	0.69		
Na ₂ O ₄	4.1		

3.7 Propiedades de pastas cementantes y morteros en estado fresco

3.7.1 Fluidéz

La fluidez de la mezcla fue determinada conforme al procedimiento dado en el método de ensayo ASTM C 1437–2001 [86]. La fluidez se determinó primero en las mezclas de control y en función de la fluidez obtenida, se empleó la misma cantidad de agua para elaborar los cubos experimentales, la dosificación se muestra en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Dosificación para mezclas para determinación de la fluidez [85].

Materiales	Mezcla de control	ACT–MEC–GST		ACT–TER–GST	
		E10	E15	E10	E15
CPO (g)	300	270	255	270	255
GST (g)	0	30	45	30	45
Agua (ml)	96	96	96	96	96

3.7.2 Tiempo de fraguado inicial y final y consistencia normal

El tiempo de fraguado del mortero se define como la transición del material de fase líquida o plástica a la fase sólida o fraguada. Esta determinación se realizó por medio de un aparato

estándar de Vicat y las agujas de Gillmore conforme a los procedimientos descritos en la norma NMX-C-057-ONNCCE-2015-Cementantes hidráulicos-Determinación de la consistencia normal [166]. Las proporciones para la realización de las pastas se muestran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Dosificación para mezclas para la determinación de la consistencia normal y tiempo de fraguado.

Materiales	Mezcla de control	ACT-MEC-GST		ACT-TER-GST	
		E10	E15	E10	E15
CPO (g)	300	270	255	270	255
ACT-GST (g)	0	30	45	30	45
Agua (ml)	96	96	96	96	96

Capítulo 4 RESULTADOS Y DISCUSIONES

El siguiente capítulo presenta los resultados obtenidos en las caracterizaciones físicas, químicas y mineralógicas efectuadas en los materiales de partida, los procesos de activación mecánica y térmica efectuadas en los PT–GST y con ello la selección de las condiciones óptimas de activación del material. Una vez seleccionados los procedimientos de activación se determinaron las propiedades en estado fresco y endurecido de pastas y morteros sustituidos con ACT–GST, a través de estas determinaciones se demostró que con el 15 % de sustitución se cumplen con los requisitos de resistencia mecánica a la compresión y con las propiedades de fluidez, tiempos de fraguado y consistencia normal de acuerdo con las normas mexicanas NMX-ONNCCE y las normas ASTM.

4.1 Caracterización físico-química y mineralógica de jales

Los resultados obtenidos de la caracterización físico-química y mineralógica de los PT–GST se presentan en la Tabla 4.1. Adicionalmente se presentan los requerimientos de acuerdo a la norma ASTM C 618 para que un material sea clasificado como Puzolana Clase N [161]. De acuerdo con el análisis de la composición química de los PT–GST se observa que los contenidos mínimos de SiO_2 , Al_2O_3 y Fe_2O_3 superan el 70 % mínimo establecido. La presencia de sulfatos y óxido de sodio se encuentran por debajo del rango máximo permitido. En cuanto al contenido de humedad, en los depósitos de jales convencionales varía de 10 al 100 % de saturación [167]. En este estudio, la humedad contenida en los PT–GST fue de un 6 % en peso; la compañía San Martín, quien suministró el material, reporta que los GST se depositan con el 30 % de humedad, sin embargo, las condiciones climáticas, de transporte, la edad y profundidad de disposición del material han propiciado una pérdida considerable de humedad en los GST recuperados, lo cual facilita los procesos de activación dado que se requiere menos energía térmica para alcanzar la condición de pre tratamiento. Por otra parte, la PPI en los PT–GST a la temperatura de 525°C fue despreciable, ya que no supera el 1 %, lo que indica que el material carece de materia orgánica volátil a la temperatura tratada. Del mismo modo se asume que el contenido de agua estructural en el material también es despreciable [168]. En cuanto a la finura, la cantidad de finos retenidos en malla núm. 325 fue del 88 %, mientras que la permitida es de hasta 34 %, por lo que, una vez que el material

fue sometido a activación, se requirió determinar este valor nuevamente para determinar que este valor se alcanzara para garantizar su uso. Con respecto a la densidad real de los PT–GST, ésta fue de 2.56 g/cm^3 , este resultado es cercano a la densidad de sus principales constituyentes que son 2.65 g/cm^3 del cuarzo y 2.71 g/cm^3 de la calcita. Por otro lado, la densidad de un cemento Portland compuesto oscila entre 2.90 g/cm^3 [158] mientras que para un cemento ordinario es alrededor de 3.15 g/cm^3 . El conocimiento de la densidad de cementos compuestos tiene un papel esencial en la determinación de las proporciones de la mezcla de concreto. La densidad de cada SCM o del cemento compuesto permite una evaluación más precisa del cálculo de las proporciones de una mezcla de concreto en volumen en lugar de en masa, lo cual resulta especialmente útil en la aplicación tecnológica del material.

Tabla 4.1 Características físicas y composición química de los jales en comparación con una puzolana clase N [161].

Características		ASTM C 618 [161]	PT–GST
Dióxido de silicio	SiO ₂	70 % min.	73.46 %
Óxido de aluminio	Al ₂ O ₃		
Óxido de hierro (III)	Fe ₂ O ₃		
Sulfatos	SO ₃	5.0 % máx.	0.11 %
Óxido de sodio	NaO	1.50 % máx.	–
Contenido de humedad	%	3.0 % máx.	6.0 %
Pérdida por ignición	PPI (%)	10.0 % máx.	Despreciable
Finura (cantidad máxima retenida en condición húmeda en malla núm. 325).	%	34 %	88 %
Densidad real	g/cm ³	NR	2.56

En cuanto a los resultados obtenidos de la determinación de la composición química, por el porcentaje presentado en la Tabla 4.2, se infiere que los PT–GST de este estudio se caracterizan por ser jales de oro silíceos [143]. La sílice contenida se encuentra en forma de cuarzo, que en su forma natural se cataloga como un material inerte o con baja actividad puzolánica, en medios principalmente alcalinos [169]. El cuarzo es un material que aparentemente no presenta planos de debilidad por lo que es altamente resistente a la descomposición, sin embargo, su estructura puede exhibir imperfecciones o defectos; la intersección de estos defectos en la superficie del cuarzo es importante porque crea puntos

de alta energía superficial que son más susceptibles a la disolución, confiriendo cierto grado de reactividad o actividad puzolánica [170]. Por otro lado, un SCM es favorable si presenta un alto contenido de CaO que sirve para reemplazar directamente al cemento como activador [129]. En este estudio se tiene un elevado contenido de ambos componentes, que, tienen el potencial de favorecer la formación de productos de hidratación y actuar como SCM. De igual manera, Harrison A. [171] informó que la presencia de los cuatro óxidos SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ y CaO favorecen las reacciones químicas que conllevan a la formación de gel de silicato de calcio hidratado (C–S–H) que como resultado mejoran el rendimiento mecánico de morteros y concretos. La Tabla 4.2 muestra la composición química del CPO y de la arena de sílice. La presencia de CaO y SiO₂ son el referente de las principales fases anhidras del cemento correspondientes a C₂S y C₃S. Por otro lado, la arena, como su nombre lo indica, es rica en sílice y corresponde a una fase o componente no reactivo en la composición de un mortero.

Tabla 4.2 Composición química de CPO Blanco y arena de sílice.

Composición química	CPO	Arena de sílice
SiO ₂ (%)	18.1	77.2
Al ₂ O ₃ (%)	3.90	12.1
SO ₃ (%)	4.38	–
MgO (%)	0.462	–
K ₂ O (%)	0.386	5.50
Na ₂ O (%)	–	2.32
CaO (%)	72.2	1.44
Fe ₂ O ₃ (%)	0.389	1.15
TiO ₂ (%)	0.101	0.202
CeO ₂	–	231
SrO (ppm)	874	163
Rb ₂ O (ppm)	–	103
ZrO ₂ (ppm)	84.4	102
CuO (ppm)	–	65.5
MoO ₃ (ppm)	–	51.2

En cuanto a la concentración de EPT que fue determinada por medio de FRX y absorción atómica, se muestra en la Tabla 4.3, en la cual se comparan las concentraciones obtenidas en cada análisis. Los EPT son aquellos elementos que pueden dañar a los seres vivos en concentraciones tan pequeñas como de 1 ppm (si son ingeridos, principalmente), entre ellos se incluyen: As, Cd, Cr, Pb, Hg, V, Zn, S, etc. En cuanto a la presencia de As, se encuentra en 537 PPM superando de manera considerable el máximo permitido por la SEMARNAT,

este elemento es relevante ya que su liberación tiene severas implicaciones medio ambientales y a la salud humana. Sin embargo, estudios anteriores han demostrado que la capacidad de lixiviación de EPT está relacionada con la alcalinidad del medio y la presencia de carbonatos, que minimizan el potencial de lixiviación de dichos EPT [153,154]. Por otro lado, el S se encuentra en 961.5 PPM, sin embargo, la SEMARNAT no regula la cantidad de S que pueden contener los jales. Se observa que, tanto la concentración del S como la concentración del As, rebasan los límites máximos establecidos en la normatividad mexicana [7], sin embargo, la presencia de carbonato de calcio en los PT–GST, que se disocia en óxido de calcio y se hidrata en forma de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ favorece la inmovilización de EPT. Del mismo modo, la cal viva e hidratada y la basicidad del medio reducen el proceso de lixiviación [153]. Por otro lado, la presencia del V, también se encuentra en proporciones muy por encima del rango máximo permitido, no obstante, anteriormente se han reportado las características de lixiviación del V en jales de mina, encontrando que, bajo diferentes tratamientos de lixiviación de jales ricos en V, existe un bajo nivel de movilidad, alcanzando de un 1 a 0.1% de vanadio lixiviable [172], por lo tanto, no se consideran peligrosos para la salud humana, sobre todo si son incorporados en bajos porcentajes en materiales cementantes [172].

Tabla 4.3 Contenido de EPT en PT–GST.

EPT	FRX	Absorción atómica	ASTM C 618 SEMARNAT
As (ppm)	538	739	22
Au (ppm)	–	0.116	No se especifica
Ag (ppm)	–	0.454	No se especifica
S (ppm)	961.5	921	No se especifica
Cd (ppm)	No detectado	2	No se especifica
V (ppm)	880	-	78

A continuación, se presentan los resultados obtenidos del análisis por DRX, la Fig. 4.1 muestra el difractograma de una muestra de PT–GST. En ella se observa que sus constituyentes mayoritarios son fases de calcita (PDF 04–012–0489) y cuarzo (PDF 01–087–2096). Además, la presencia de picos altos y esbeltos indica que es un material altamente cristalino.

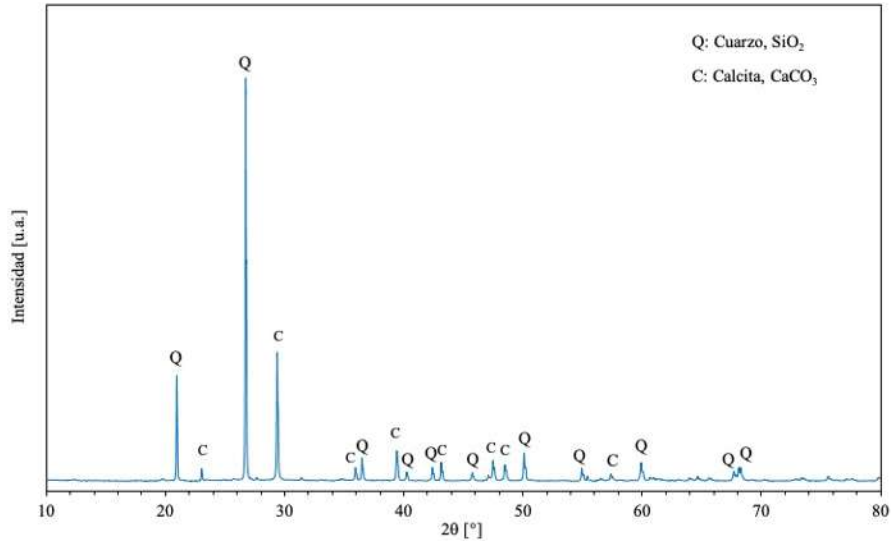


Fig. 4.1 DRX de PT-GST, Q- cuarzo, C-calcita.

En cuanto a la estructura cristalina analizada en la arena de sílice, la Fig. 4.2 muestra el difractograma obtenido; se identificaron las fases minerales cuarzo (PDF 01-087-2096), ye'elemita (PDF 00-033-0256), hidrato de tricarbonato de sodio (PDF 00-014-0605) y óxido de calcio aluminio galio (PDF 04-015-4527). Por otro lado, la Fig. 4.3 muestra el difractograma del cemento Portland ordinario blanco (CPO), se observan las fases cristalinas de alita (PDF 00-055-0738), belita (PDF 00-033-0302) y yeso (PDF 01-074-1904).

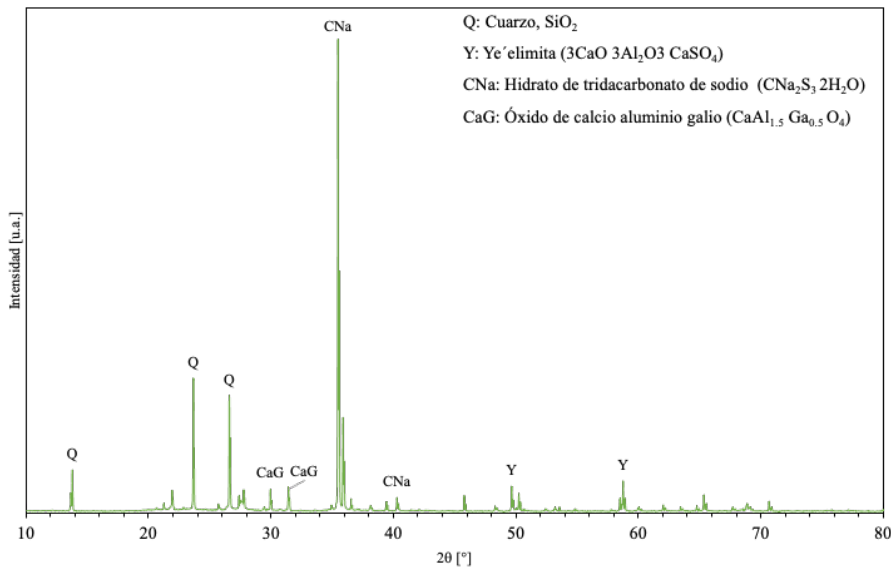


Fig. 4.2 DRX de arena de sílice.

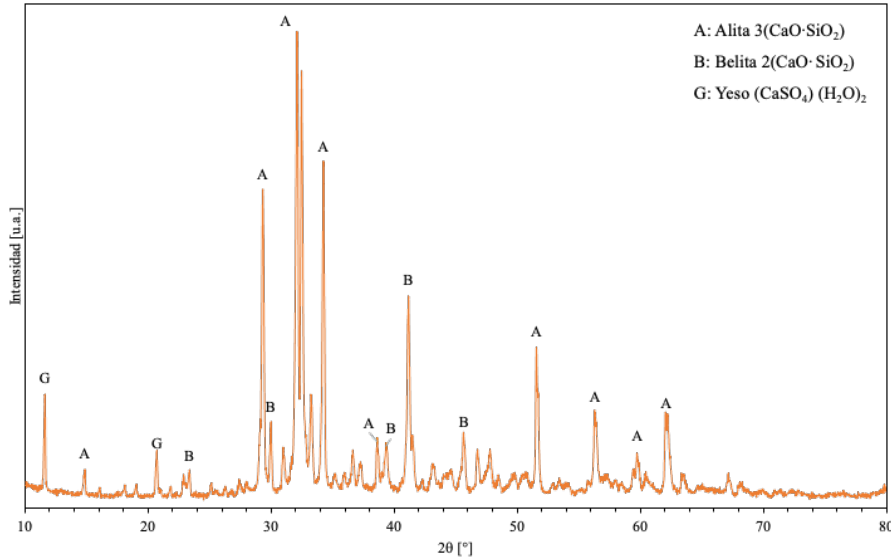


Fig. 4.3 DRX de arena de CPO.

Después del análisis de composición química y mineralógica, los PT-GST se ubicaron dentro de un diagrama ternario SiO₂-Al₂O₃-CaO ilustrado en la Fig. 4.4 [48]. El CaO es cuantitativamente uno de los componentes más importantes del cemento y normalmente se introduce durante la fabricación del cemento a partir de piedra caliza, principalmente calcita, CaCO₃, que se descarbonata aproximadamente a los 680° C. La sílice, SiO₂, existe naturalmente en estado puro como polimorfos cristalinos (por ejemplo, cuarzo, cristobalita y tridimita) y como minerales impuros, poco cristalizados o amorfos (por ejemplo, ópalo y pedernal). El SiO₂ se introduce en el cemento en los minerales de aluminosilicato del componente de esquisto o arcilla en el horno y se combina con CaO durante el proceso de clinkerizado para dar silicatos de calcio impuros denominados C₃S y C₂S, respectivamente. Estos minerales constituyen la mayor parte del material hidráulicamente activo del clínker de cemento Portland [173]. En el diagrama se muestra la localización de otros SCM, entre los cuales se encuentran jales de oro evaluados como jales con potencial actividad puzolánica, dicho material presenta una composición similar a los PT-GST de este estudio.

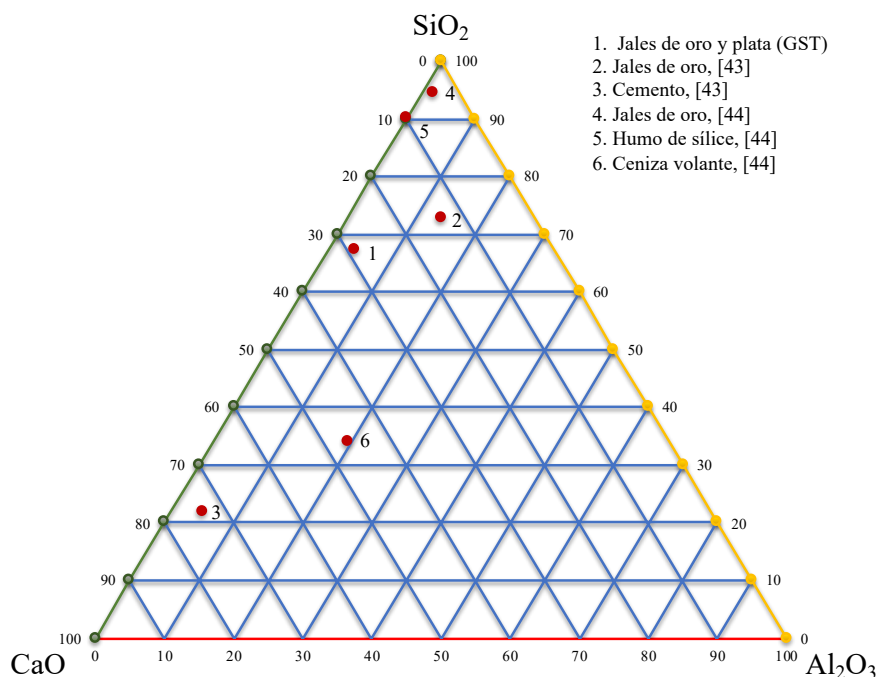


Fig. 4.4 Diagrama ternario de las fases $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO}$ [Elaboración propia].

Por otra parte, en cuanto al análisis de DTP de los PT-GST, los resultados se presentan en la Tabla 4.4, la cual muestra el D_{10} , D_{50} , y D_{90} , el tamaño medio de partícula y la desviación estándar (D.E.) de los PT-GST y del cemento. El D_{90} de los PT-GST fue $26.95\ \mu\text{m}$, similar al del CPO analizado, el cual fue de $26.97\ \mu\text{m}$, lo anterior indica que el 90 % de las partículas son inferiores a $27\ \mu\text{m}$. El D_{50} del CPO fue de $12.48\ \mu\text{m}$, mientras que el del PT-GST fue de $15.55\ \mu\text{m}$. Finalmente, el D_{10} es el valor que más varió con respecto a ambos compuestos, siendo de $1.37\ \mu\text{m}$ para el CPO y de $5.78\ \mu\text{m}$ para los PT-GST, lo que indica la presencia de partículas más finas en el CPO. La D.E. es más grande para los PT-GST, lo que indica una variación más grande en los tamaños de partícula del material. Sin embargo, de acuerdo con estudios sobre la actividad puzolánica en polvos de cuarzo, se ha determinado que la población de partículas inferiores a $1\ \mu\text{m}$, son responsables de la reactividad a edades tempranas (hasta 7 días) [174]. Por otro lado, los polvos micrométricos derivados de la fragmentación de partículas de cuarzo con diámetros que oscilan entre 1 y $10\ \mu\text{m}$ contribuyen a la reacción puzolánica completa a edades tardías (28 a 90 días) [129]. Por lo anterior, contar

con un material en el cual sus tamaños de partícula estén en el rango de 1 a 10 μm favorecería la adquisición de resistencia posterior a los 28 días de curado.

Tabla 4.4 Distribución de tamaño de partícula del CPO y de los PT–GST.

DTP (μm)	CPO	PT–GST
D₁₀	1.37	5.78
D₅₀	12.48	15.55
D₉₀	26.97	26.95
Diámetro medio	9.27	7.96
D.E.	2.97	3.59

En lo que se refiere a la morfología de las partículas que fueron analizadas por medio del análisis MEB, las partículas se caracterizaron por ser partículas angulares, con superficies variadas entre lisas y porosas como se aprecia en la micrografía de la Fig. 4.5a. La superficie angular del grano influye en la reactividad del material pues a medida que incrementa también lo hace el área superficial específica y con ello el área de reacción [99]. Del mismo modo, las partículas angulares mejoran la unión en la interfaz cemento–agregado, lo que da como resultado el incremento de la resistencia [131]. Por otro lado, además de la angulosidad de las partículas también se observa una tendencia de aglomeración de partículas finas adsorbidas en la superficie de partículas más grandes. Estas partículas se conocen como "adsorbe" y en general son las que se encargan de desencadenar la reacción puzolánica a tempranas edades [169]. De acuerdo al análisis químico elemental realizado por EDS, las partículas con superficie visiblemente lisa se componen principalmente de Si, mientras que las partículas porosas están conformadas por Ca como se observa en la Fig. 4.5b. Adicionalmente, otros elementos minoritarios que integran a los jales se hicieron presentes en el análisis por EDS como Fe, Mg, K y Al, los cuales también fueron detectados en el análisis FRX.

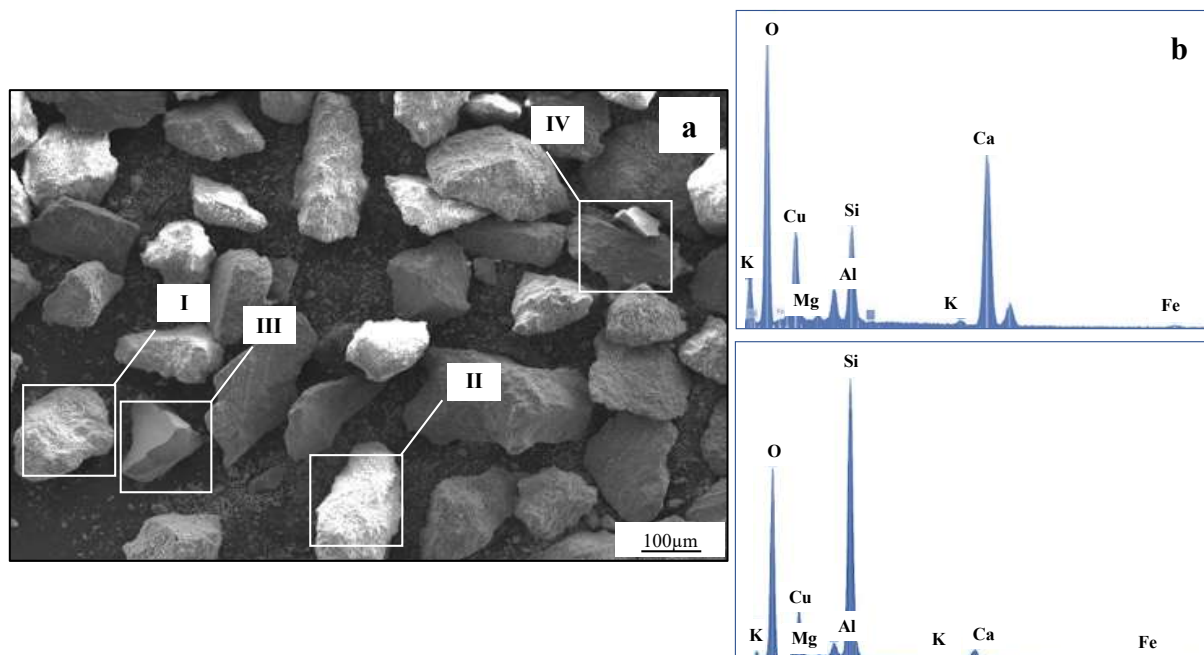


Fig. 4.5 Micrografía **a** PT–GST. Puntos I y II, partículas porosas. Puntos III y IV, partículas lisas, **b** Análisis EDS de punto I y análisis EDS de punto II.

Con respecto a los resultados obtenidos por FT–IR, la Fig. 4.6 muestra el espectro FT–IR del PT–GST. Se distinguen bandas en 3 700, 3 625 y 3 450 cm^{-1} correspondientes a enlaces O–H, asociados a las moléculas de agua superficial o de poros, por otro lado, las bandas que van de 2 000 a 2 500 cm^{-1} también se asocian a los enlaces O–H, sin embargo, en este caso pertenecen al agua adsorbida o agua estructural [175]. Las bandas en 2 350 y 2 920 cm^{-1} se asocian a la vibración del enlace C–O. La banda en 872 cm^{-1} se asocia a las vibraciones del enlace $-\text{CO}_3$ del carbonato de calcio. Por otro lado, de 1 000 a 1 500 cm^{-1} se identifican bandas asociadas a los enlaces C–O, pertenecientes a los carbonatos de calcio de la calcita [176], como se identificó por DRX. Finalmente, de 500 a 1 000 cm^{-1} , se identifican bandas de silicatos, principalmente en 694 cm^{-1} se muestra una banda simétrica asociada al enlace Si–O–Si del cuarzo [177], fase mineral observada en DRX y FRX. El análisis de estas bandas es importante ya que, por un lado, da un referente del área superficial específica, ya que, a medida que aumenta el área de superficie específica, aumenta el número de Si–OH y aumenta el número de grupos Si–O–Si ubicados cerca de la superficie y con ello la intensidad de la banda es mayor [178,179].

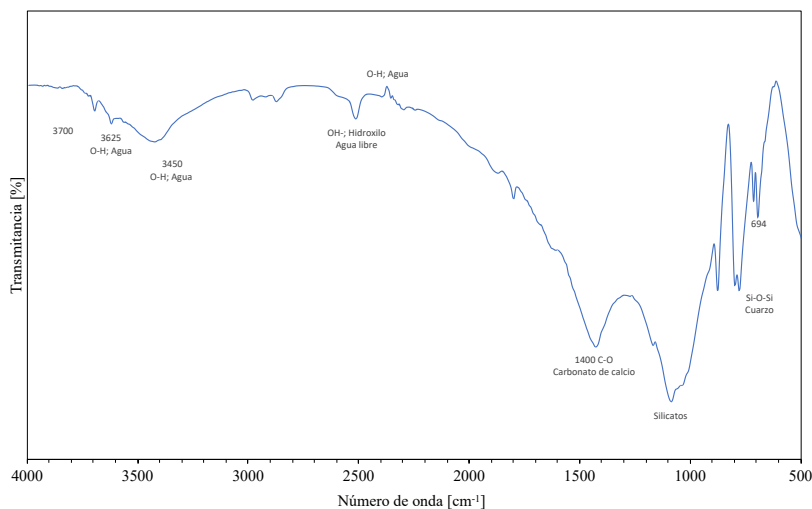


Fig. 4.6 FT-IR de PT-GST.

4.2 Caracterización físico-química y mineralógica de jales activados (ACT-GST)

La Tabla 4.5 muestra la DTP de los ACT-MEC-GST en los tres tiempos de molienda considerados. Se observa que con 100 min de molienda el tamaño medio de partícula disminuyó de manera poco significativa. Con 120 min de molienda, el D_{10} , D_{50} y D_{90} sufrieron un incremento en los valores en comparación con los 100 min de molienda, lo anterior puede estar relacionado a un fenómeno de aglomeración de las partículas debido a la naturaleza de auto agregación presente en polvos de cuarzo, como lo mencionan Guzzo y col. [180]. Sin embargo, con 140 min de molienda el tamaño se redujo más del 75 % en comparación con el tamaño de los PT-GST, alcanzando un valor de 2 μm . La reducción más significativa del tamaño de partícula se obtuvo con 140 min de molienda con la cual el tamaño de partícula pasó de tener un D_{90} de 26.95 μm a 4.61 μm , un D_{50} de 15.55 μm a 0.91 μm y un D_{10} de 5.78 μm a 4.61 μm . La reducción en el tamaño de las partículas, además de estar asociada al efecto propio de la molienda, también se asocia con la descomposición de la calcita, ya que se ha determinado con anterioridad que en molinos planetarios se pueden alcanzar temperaturas de hasta 600° C [181], temperatura a la cual la calcita comienza a descomponerse. Derivado de lo anterior se seleccionó el tiempo de 140 min como parámetro óptimo, con el cual se alcanzaron los tamaños de partícula más finos y consecuentemente el mayor incremento en el área superficial específica, incrementando a su vez el área reactiva en las partículas [182]. El tamaño de partícula, asociado a la finura del material, es un factor que afecta de manera considerable en la actividad puzolánica de un SCM [174], reflejándose en factores como la velocidad de la reacción, el calor de hidratación, la adquisición de

resistencias a edades tempranas y tardías, entre otras [183]. Se ha reportado con anterioridad que el incremento de la finura de los SCM o puzolanas mejora la capacidad de llenado o efecto “filler”, la capacidad de paso y la resistencia a la segregación en la matriz, dando como resultado una reducción significativa de la porosidad que conlleva a una mayor actividad puzolánica dentro de los materiales cementantes [184]. La actividad puzolánica se entiende como una reacción secundaria que se presenta en la hidratación del cemento y tiene lugar entre los productos de una reacción principal de hidratación del cemento, como puede ser la CH y los productos reactivos presentes en los jales como la sílice amorfa o la cal libre (CaO) [131].

Tabla 4.5 Distribución de tamaño de partícula de los ACT–MEC–GST.

DTP (μm)	ACT–MEC–GST			
	PT-GST	100 min	120 min	140 min
D ₁₀	5.78	0.52	2.84	0.50
D ₅₀	15.55	1.19	5.31	0.91
D ₉₀	26.95	4.64	10.93	4.61
Diámetro medio	7.96	7.44	6.82	2.00
D.E.	3.59	2.52	5.98	9.88

En cuanto a la DTP de los ACT–TER–GST, los resultados se presentan en la Tabla 4.6. La DTP varía de PT–GST a los ACT–TER–GST–1 000° C de la siguiente manera: el D₉₀ disminuye de 26.95 μm a 8.66 μm , el D₅₀ disminuye de 15.55 μm a 2.50 μm y finalmente el D₁₀ disminuye de 5.78 μm a 0.69 μm . Finalmente, el tamaño medio de partícula disminuyó 3 μm . La disminución en el tamaño de partícula con respecto a los PT–GST se asocia a la descomposición y fragmentación del CaCO₃ (como se observa en las micrografías anteriores). La calcita en su forma más pura es un material térmicamente inestable, y puede descomponerse alrededor de los 400° C, sin embargo, cuando está acompañada de otros compuestos como el cuarzo, que es térmicamente más estable, su temperatura de descomposición incrementa, pudiendo llegar a temperaturas superiores a los 700° C [185].

Tabla 4.6 Distribución de tamaño de partícula de los ACT–TER–GST.

DTP (μm)	ACT–TER–GST				
	PT-GST	400° C	600° C	800° C	1000° C
D ₁₀	5.78	1.27	0.97	0.68	0.69
D ₅₀	15.55	3.12	2.98	2.74	2.50
D ₉₀	26.95	9.60	9.25	9.04	8.66
Diámetro medio	7.96	5.05	4.77	4.49	4.27
S.D.	3.59	6.08	6.01	6.10	5.66

Con respecto a la morfología y evolución del tamaño de las partículas de los ACT-MEC-GST en función del tiempo de molienda aplicado, los resultados se presentan en las micrografías de la Fig. 4.7. Las micrografías evidencian el decremento del tamaño de la partícula a medida que incrementa el tiempo de molienda. La Fig. 4.7a muestra partículas de los PT-GST, es posible observar tamaños de partícula superiores a los 100 μm , mientras que los ACT-MEC-GST-140 min alcanzan tamaños de hasta 25 μm (Fig. 4.7d). El análisis de DTP concuerda con las micrografías obtenidas en el análisis MEB. Además de la disminución del tamaño de partícula, también se observa un cambio en la superficie y forma de las partículas ya que en condición natural se presentan con formas angulosas, mientras que después de la molienda los bordes se suavizan.

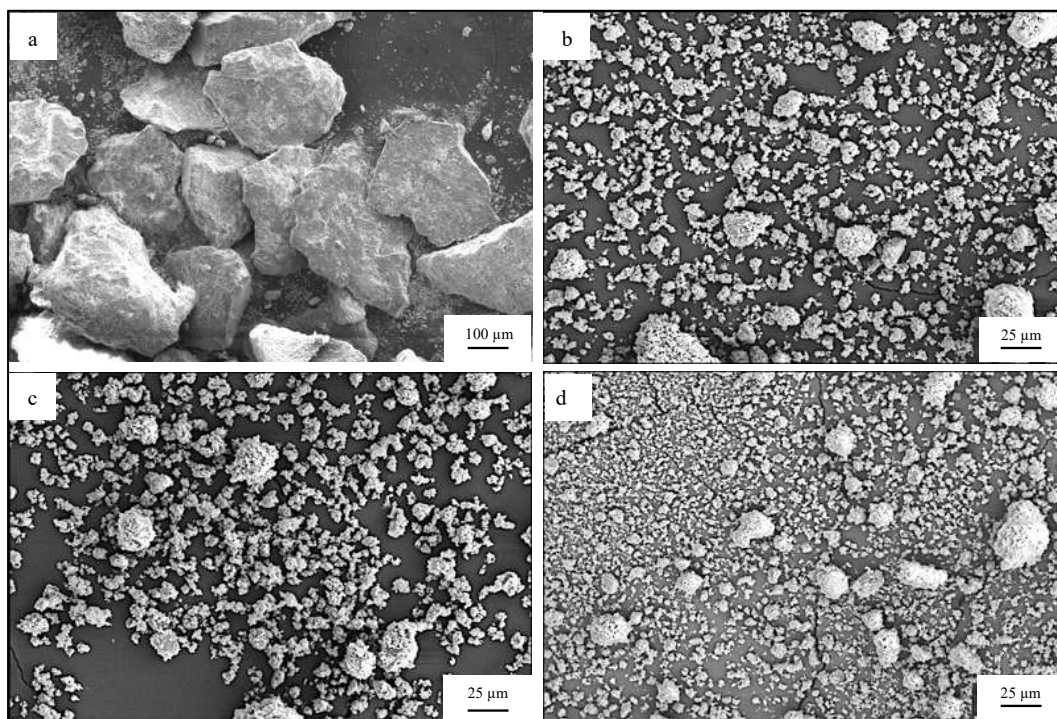


Fig. 4.7 Micrografía de **a** GST, **b** ACT-MEC-GST-100 min, **c** ACT-MEC-GST-120 min y **d** ACT-MEC-GST-140 min.

Por otra parte, la Fig. 4.8 compara los ACT-TER-GST a diferentes temperaturas de calentamiento. La Fig. 4.8a muestra las partículas de ACT-TER-GST-400° C, en ella se observan partículas prevalentes que superan los 50 μm de longitud, a medida que la temperatura de tratamiento incrementa se observa una disminución gradual del tamaño de las partículas como efecto de una descomposición. En las Figs. 4.8b y 4.8c, a pesar de que aún

hay partículas que superan los 50 μm , son observables una mayor cantidad de partículas inferiores a los 10 μm . Finalmente, la Fig. 4.8d muestra los ACT-TER-GST-1 000° C, en la cual se observa una distribución más uniforme con partículas inferiores a los 50 μm . En todas las temperaturas de tratamiento no se observó una variación significativa en la forma y textura de las partículas, pues conservan sus límites angulares y superficies lisas, se observó la misma tendencia de aglomeración de partículas finas alrededor de las partículas de mayores dimensiones. Esta característica de la superficie de las partículas que permanecen con forma angular y textura rugosa mejoran las propiedades de fricción en las pastas de cemento, lo que aumenta la resistencia del concreto [186]. Como se corrobora con los valores de DTP, en las cuatro temperaturas de tratamiento el tamaño medio de partícula se aproxima a los 4 μm , existiendo una mínima variación entre el D_{10} y D_{50} . La fragmentación de las partículas corresponde en su mayoría a la fase calcita, dado que la pérdida de intensidad en los picos ilustra la amorfización de la estructura cristalina.

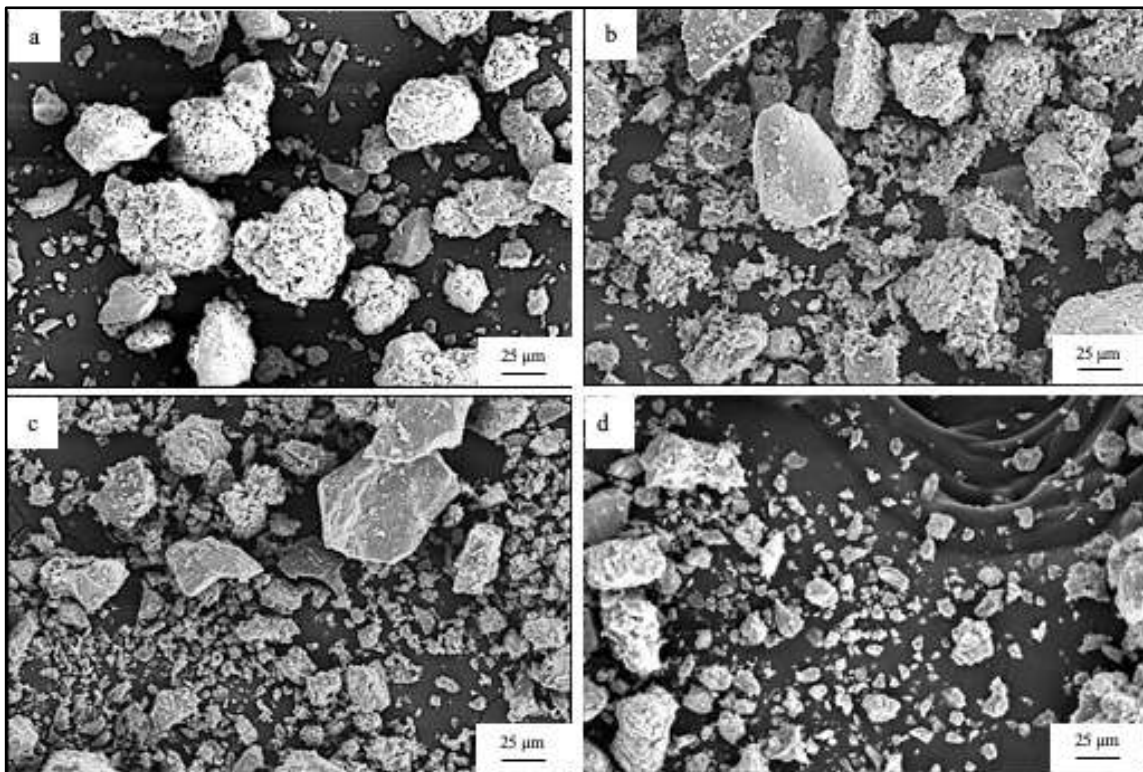


Fig. 4.8 Micrografía de **a** ACT-TER-GST-400° C, **b** ACT-TER-GST-600° C, **c** ACT-TER-GST 800° C y **d** ACT-TER-GST-1 000° C.

Los jales sometidos a ambos procesos de activación se analizaron mediante DRX. Los resultados obtenidos se muestran a continuación.

4.2.1 Activación mecánica

Los difractogramas obtenidos por DRX a partir del análisis a los ACT-MEC-GST se muestran en la Fig. 4.9. Se puede observar que es un material altamente cristalino y que las principales fases presentes son el cuarzo (PDF 01-087-2096) y la calcita (PDF 00-066-0867). Del análisis efectuado, se seleccionaron tres planos de la fase cuarzo. Los planos seleccionados fueron los correspondientes a los índices hkl (100), (101) y (103). Las variaciones en el tamaño de cristalito durante la molienda se han examinado previamente demostrando que la disminución gradual de la intensidad de los picos favorece la reactividad de las partículas [143].

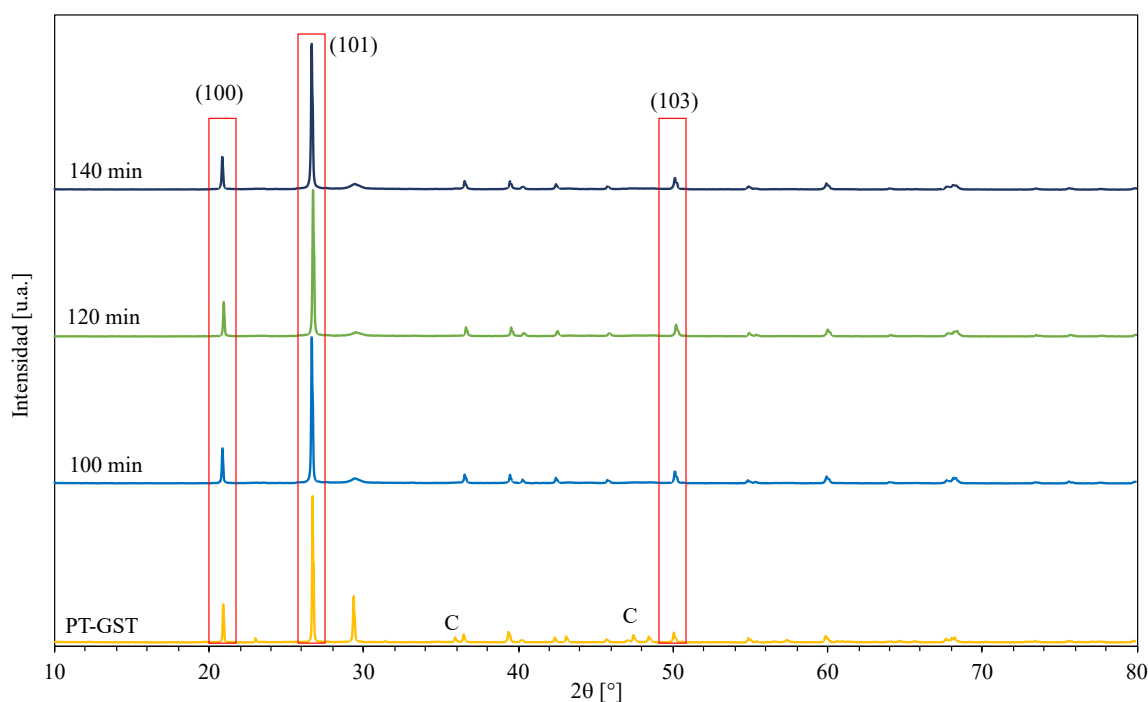


Fig. 4.9 Difractograma de ACT-MEC-GST. Fases cristalinas: (C) calcita CaCO_3 y (Q) cuarzo SiO_2 .

La Fig. 4.10 corresponde a los patrones de los planos cristalográficos seleccionados y en ellas es posible apreciar el comportamiento de la fase cuarzo en función del tiempo de molienda aplicado. Para el caso de los picos (100) y (101) mostrados en las Figs. 4.10a y 4.10b, se observa un desplazamiento del plano para los tiempos de molienda de 100 y 140 min de 0.3° en 2θ , asociado a un esfuerzo de tensión en las partículas de cuarzo que implica la acumulación de energía y el incremento de la reactividad de las partículas. En el caso del

pico (103) mostrado en la Figura 4.10c se observa un ensanchamiento del pico y un desplazamiento hacia ángulos anteriores de 0.3° en 2θ para los tiempos 100 y 140 min.

El análisis del *FWHM* y *L* en función del tiempo de molienda permitió determinar lo siguiente, en la Fig. 4.11 se observa que el pico (100) tuvo un incremento del 0.012 en el *FWHM*, mientras que se presentó una disminución de 16.18 nm en *L* (Fig. 4.11a) de los GST a los ACT-MEC-GST-140 min. Para el pico (101) se incrementó el *FWHM* en 0.023, y el *L* disminuyó 18.34 nm (Fig. 4.11b). Finalmente, el pico (103) presentó un aumento del *FWHM* de 0.029, mientras que el *L* tuvo un decremento de 19.61 nm (Fig. 4.11c). En el tratamiento mecánico se consiguió un *L* en un rango de 78 nm hasta 105 nm en la fase cuarzo. El *L* disminuyó en promedio un 19 % de los GST a los ACT-MEC-GST-140 min, por lo tanto, se seleccionó este tiempo de molienda.

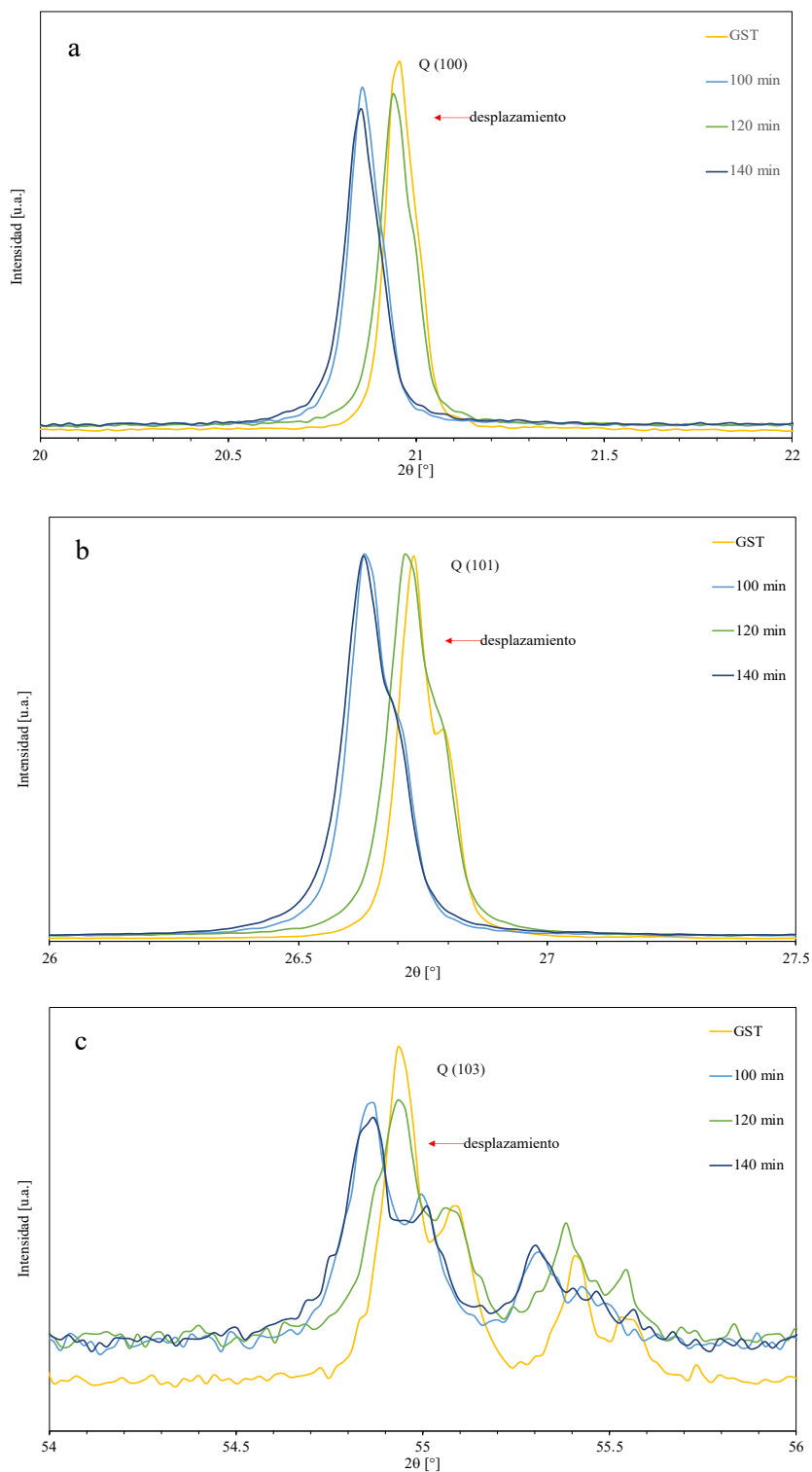


Fig. 4.10 Difractogramas de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST, fase cuarzo. **a** Plano (100) 20.86° , **b** Plano (101) 26.62° y **c** Plano (103) 54.84° .

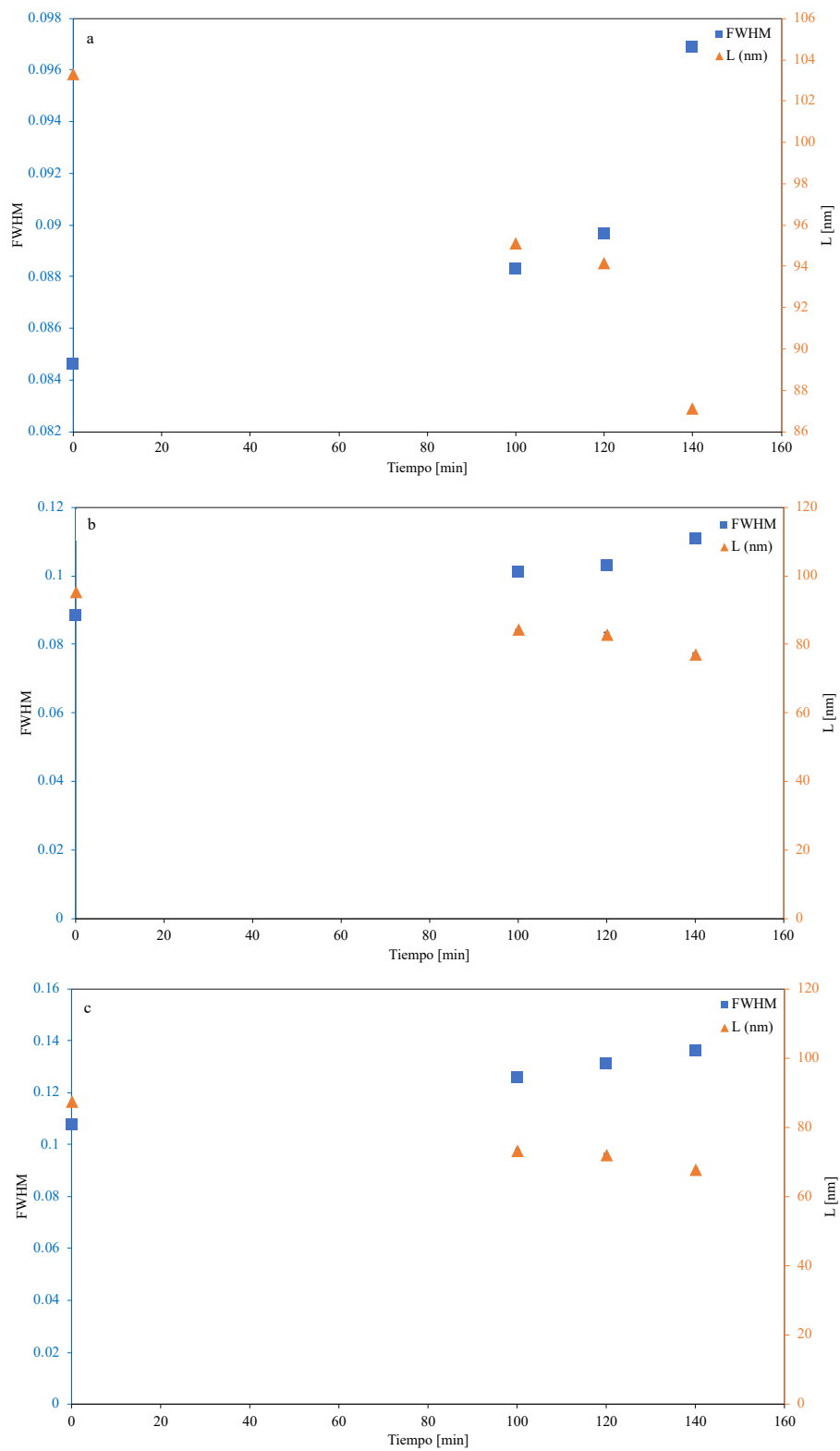


Fig. 4.11 *FWHM* y *L* en función del tiempo de molienda, fase cuarzo. **a** Plano (100) 20.86° , **b** Plano (101) 26.62° y **c** Plano (103) 54.84° .

4.2.2 Activación térmica

Los difractogramas obtenidos a partir del análisis por DRX de los PT-GST y ACT-TER-GST se presentan en la Fig. 4.12. Las principales fases cristalinas corresponden al cuarzo SiO_2 (PDF 01-087-2096) y calcita CaCO_3 (PDF 00-066-0867). Es apreciable la alta cristalinidad y pureza del material. Se observa que los picos de la fase calcita, principalmente en los ángulos 23° y 29° en 2θ y después de los 800°C ya no difractan, infiriendo como resultado del tratamiento aplicado la calcita se descompuso, liberando CO_2 . Al igual que en la activación mecánica, se seleccionaron tres planos de la fase cuarzo, correspondientes a los índices hkl (100), (101) y (103).

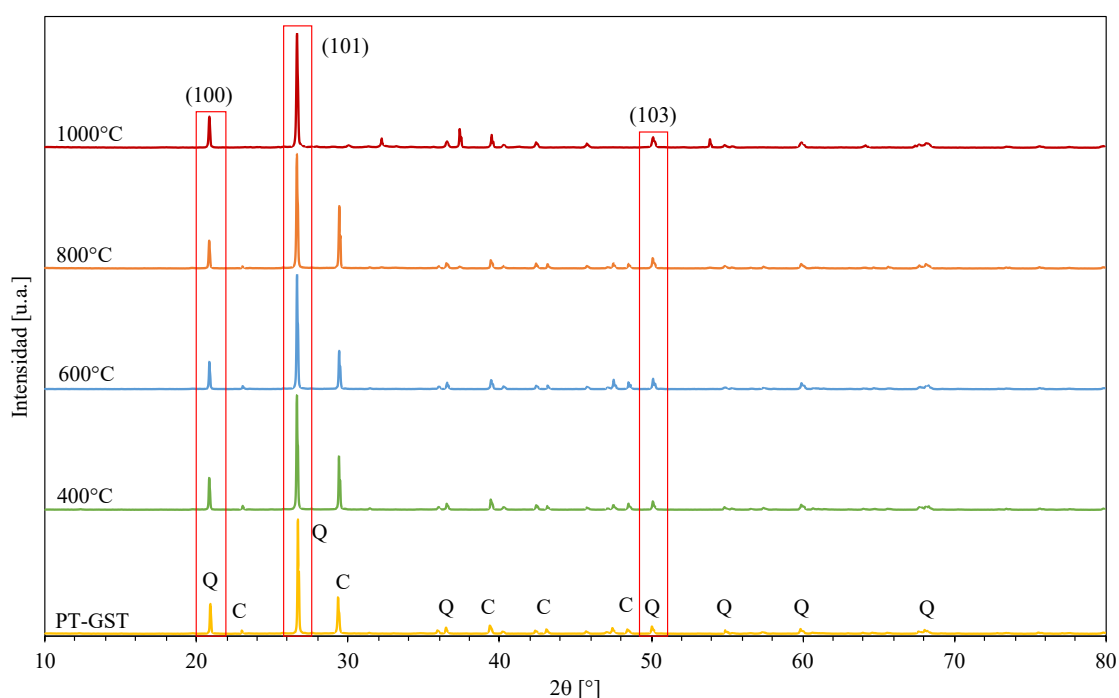


Fig. 4.12 DRX de jales sometidos a tratamiento térmico. Fases cristalinas: (C) calcita CaCO_3 y (Q) cuarzo SiO_2 .

En la Fig. 4.13, se observa el comportamiento de los planos cristalográficos seleccionados en función de la temperatura aplicada. En los picos (100) y (101) (Figs. 4.13a y 4.13b) se observa un desplazamiento hacia ángulos inferiores de 0.3° en 2θ . Dicho efecto de desplazamiento se asocia a una deformación de la celda unitaria por esfuerzos de tensión, incrementando con ello el volumen de la celda unitaria [133]. En el caso del pico (103) (Fig. 4.13c), además del desplazamiento asociado a un esfuerzo de tensión, se observa la disminución gradual del plano principalmente a la temperatura de tratamiento de 1000°C .

La disminución en la intensidad de la reflexión es una manifestación de la amorfización del material [187].

Es importante mencionar que el efecto de la activación se ve reflejado de mayor manera en las fases cristalinas que corresponden a la calcita, principalmente en los picos en los ángulos 23° y 28° en 2θ . Lo anterior es consistente con la DTP y con las micrografías obtenidas por MEB, ya que se ha observado la presencia de partículas más pequeñas, producto de esa descomposición [188].

En la Fig. 4.14 es apreciable el comportamiento del *FWHM* y del *L* en función de los tratamientos aplicados. El pico (100) tuvo un incremento de 0.007 en el *FWHM*, mientras que el *L* disminuyó 11.37 nm en (Fig. 4.14a). Como se observa en la Fig. 4.14b, el pico (101) incrementó 0.019 en el *FWHM*, y *L* disminuyó 16.22 nm. Finalmente, para el tercer pico seleccionado (103), el *FWHM* aumentó un 0.05, por su parte el *L* tuvo un decremento de 30.23 nm (Fig. 4.14c). En el tratamiento térmico se consiguió un *L* de hasta 57 nm en la fase cuarzo con una disminución promedio del 45.7 %

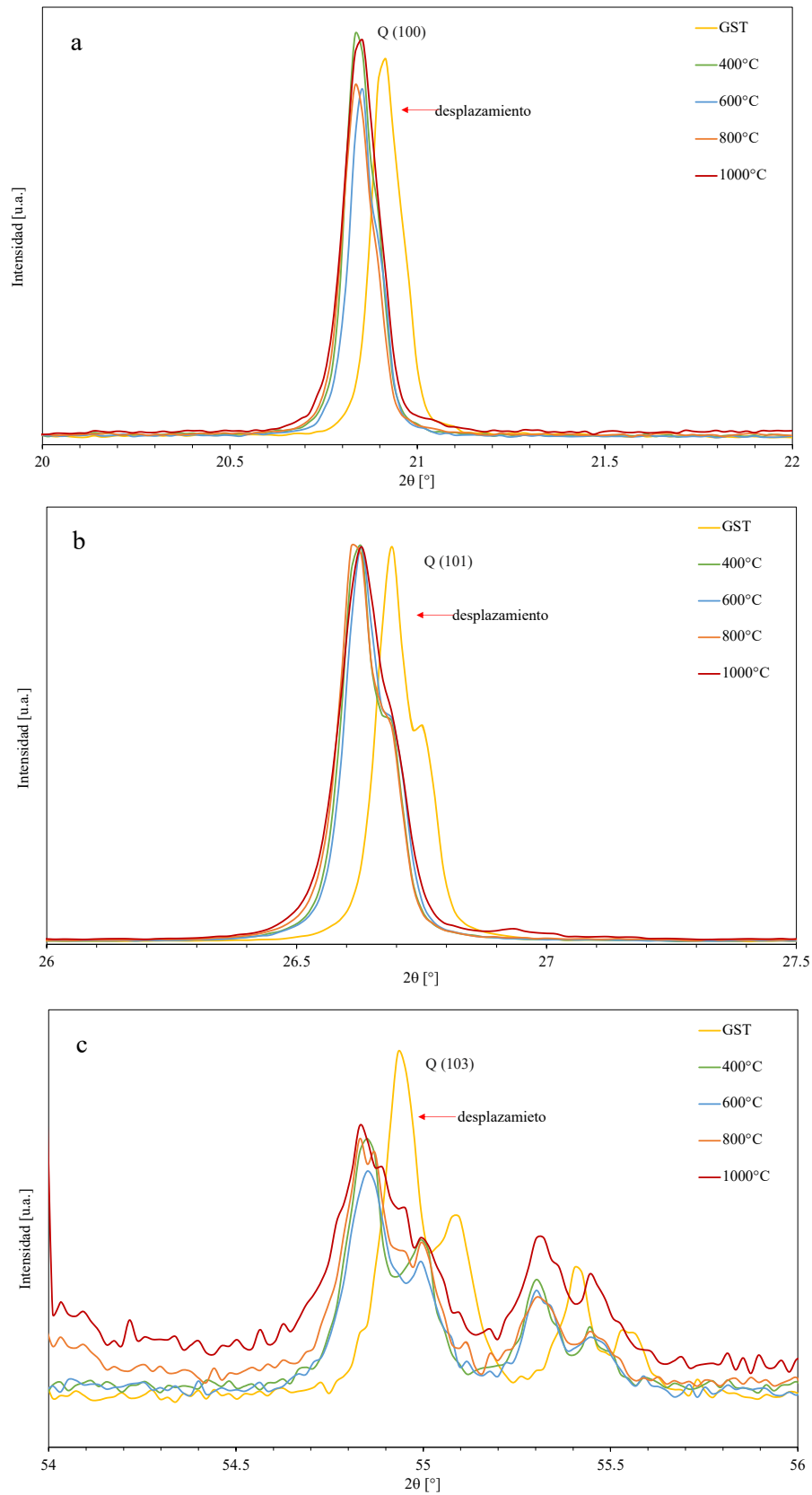


Fig. 4.13 Difractogramas de morteros sustituidos con ACT-TER-GST, fase cuarzo. **a** Plano (100) 20.86° , **b** Plano (101) 26.62° y **c** Plano (103) 54.84° .

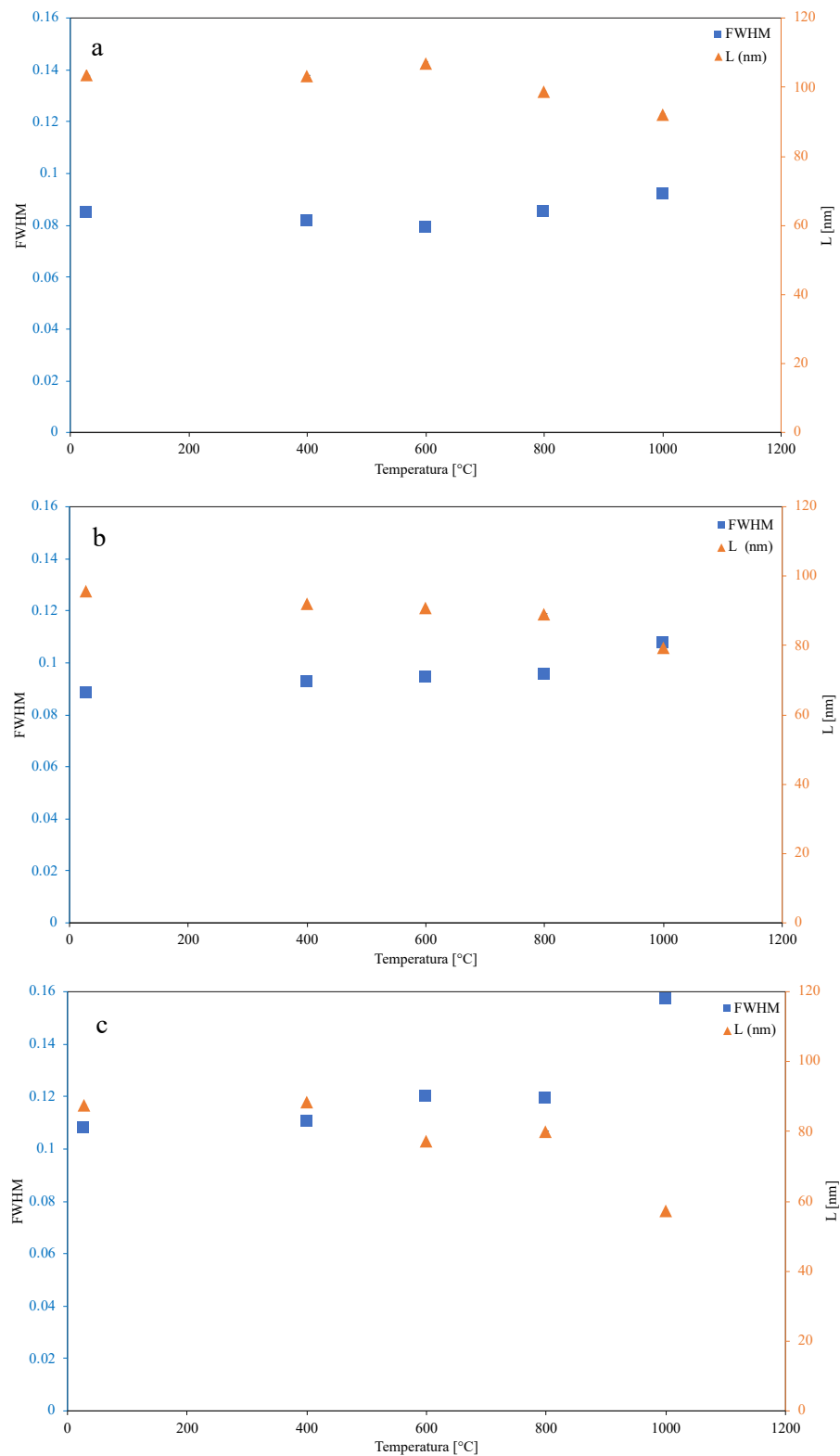


Fig. 4.14 *FWHM* y *L* en función de la temperatura de tratamiento, fase cuarzo **a** Plano (100) 20.86°, **b** Plano (101) 26.62° y **c** Plano (103) 54.84°.

De acuerdo a la comparación entre ambos métodos de activación, tanto la molienda como el tratamiento térmico generan efectos de tensión en las partículas para las mismas fases cristalinas con una orientación preferencial en los planos (100), (101) y (103). Además, el deslizamiento de los picos ocurre de manera similar, con hasta 0.3° de desplazamiento hacia ángulos menores en 2θ . Por lo tanto, se seleccionó la activación mecánica por 140 min de molienda (ACT-MEC-GST-140 min) y la activación térmica a $1\ 000^\circ\text{C}$ (ACT-TER-GST- $1\ 000^\circ\text{C}$), derivado de que tuvieron el mayor incremento en el *FWHM* y la mayor disminución del *L*.

4.3 Potencial zeta y Conductividad eléctrica de PT-GST y ACT-GST

La Figura 4.15 presenta el potencial zeta de los PT-GST en función del pH en un rango de 4 a 12. Se observa una curva indefinida con pendientes ascendentes y descendentes a lo largo de la variación del pH. A pH 4 se observa un potencial zeta igual a 22 mV. A un pH de 5 a 6.5 comienza a disminuir hasta alcanzar un valor de 8 mV. Posteriormente, el potencial zeta aumenta hasta su valor máximo positivo de 30 mV a un pH 8, en este punto la solución tiene mayor dispersión de las partículas. A partir de este pH el potencial disminuye significativamente. El punto isoeléctrico se observa a un pH 8.5 y, en un rango de pH de 9 a 11.5, se observa un alto potencial zeta negativo que se mantiene constante en aproximadamente -35 mV, esto se debe a la presencia de partículas de cuarzo. Las partículas de jales ricas en fase de silicato tienen un potencial zeta entre -20,3 mV y -46,73 mV con un rango de pH de 8 a 12 [189]. En este pH también hay una estabilidad considerable en el sistema. Posteriormente, se alcanza nuevamente un punto isoeléctrico a un pH de 11.5 y después el potencial zeta adquiere una carga positiva que aumenta hasta 24 mV a un pH de 12. El punto isoeléctrico es el punto donde la agregación es más probable, por tanto, las partículas de PT-GST serían menos estables en medios alcalinos. Además, la magnitud del potencial zeta da una indicación de la estabilidad del sistema, por lo tanto, cuando las partículas de PT-GST suspendidas presenten un alto potencial zeta negativo o positivo, como a un pH de 8.5 a 11.5, podrán repelerse entre sí y no habrá tendencia a que las partículas se aglomeren. En medios acuosos, el pH es uno de los factores más importantes que afectan el potencial zeta de las partículas [190]. Los PT-GST tienen un pH de 9.3, por lo que son básicos en medio acuoso, principalmente debido a la presencia de carbonatos, observados en la composición química y mineralógica del material. La disociación de grupos ácidos (ácidos

carbónicos) en la superficie de las partículas da lugar a una superficie cargada negativamente. La carga de una partícula de carbonato de calcio está determinada por la adsorción de iones Ca^{2+} , HCO_3^- y CO_3^{2-} en la capa de Stern. Estos iones pueden proporcionarse mediante la disolución de carbonato cálcico de acuerdo con la Ec. 3 [191].



La magnitud de la carga superficial depende de la fuerza ácida o básica de los grupos superficiales y del pH de la solución. Si a la partícula en suspensión con potencial zeta negativo se le añade más álcali (NaOH_2), las partículas tenderán a adquirir más carga negativa. Si a esta suspensión se le añade un ácido (HCl), se llegará a un punto en el que se neutralizará la carga. La incorporación de un ácido puede provocar una acumulación de carga positiva si los iones se adsorben específicamente. Es importante considerar que la fase acuosa de las suspensiones cementosas se caracteriza por un pH alto > 12 y fuerzas iónicas altas $> 100 \text{ mmol/L}$ [156]. La fase acuosa de las suspensiones de cemento contiene iones de otras especies de componentes fácilmente solubles del cemento. Durante los primeros minutos después de añadir agua, se disuelven los sulfatos alcalinos (Na_2SO_4 , K_2SO_4), la cal libre (CaO) y parte del sulfato de calcio (CaSO_4) utilizado para controlar el fraguado. Por ello, la fase acuosa contiene principalmente aniones sulfato e hidróxido, así como cationes calcio, potasio y sodio. Los iones adicionales de calcio y OH^- resultan de la disolución de C_3S y C_3A .

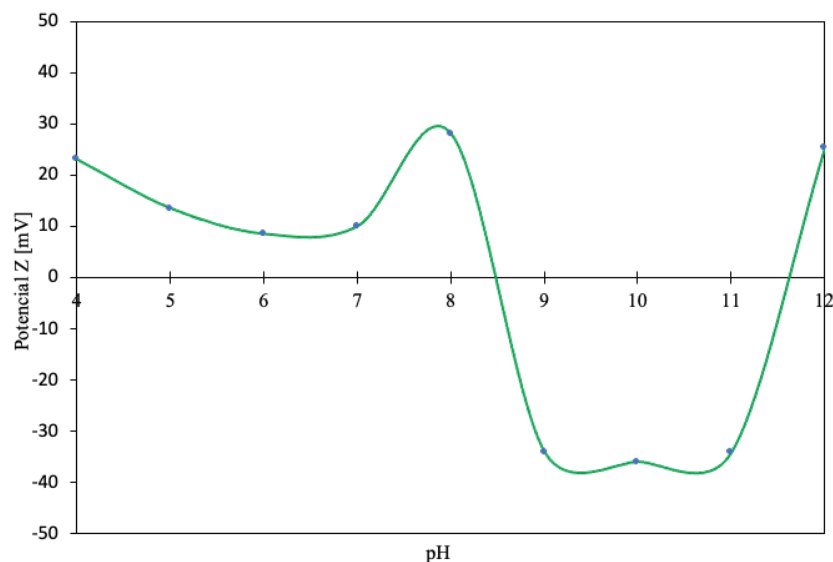


Fig. 4.15 Potencial zeta de PT-GST.

La Fig. 4.16 muestra la conductividad del material en función del pH. En ella se observa una conductividad de 8 mS/cm en medio ácido (pH 4), a medida que el medio se vuelve básico la conductividad decremента hasta alcanzar su valor mínimo de 2 mS/cm a un pH de 11, para incrementar nuevamente a 3 mS/cm a un pH de 12. Mientras que el pH medido se debe a la cantidad de iones de hidrógeno (H^+) e hidroxilo (OH^-) presentes en el agua de la suspensión, la conductividad medida es el resultado de una combinación de los iones antes mencionados y otros iones disueltos, principalmente Ca^{2+} que provienen de la calcita [192]. Con anterioridad se ha determinado en la medición de la conductividad en lechadas de cemento que en el momento en que la consistencia de una lechada de cemento comienza a aumentar, la conductividad comienza a disminuir [193].

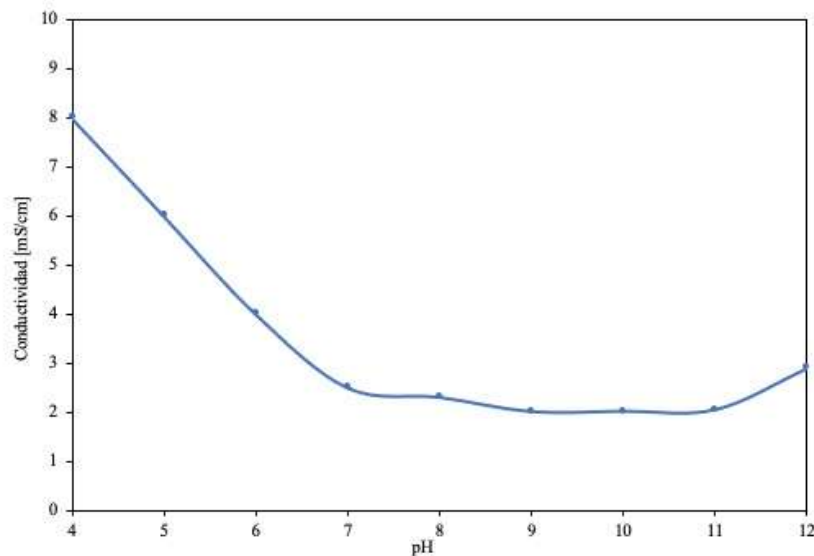
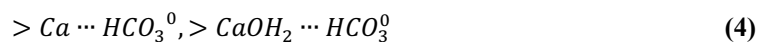


Fig. 4.16 Conductividad eléctrica PT-GST.

La Fig. 4.17 muestra el potencial zeta de los ACT-MEC-GST-140 min en un rango de pH de 4 a 12. En medio ácido el potencial zeta alcanza su valor máximo igual a 33 mV, posteriormente la curva de potencial disminuye hasta alcanzar su valor mínimo igual a 2 mV en un rango de pH de 10 a 11, aumentando a 6 mV en un pH de 12. A diferencia de la gráfica obtenida con el PT-GST, la curva de potencial zeta muestra una tendencia a disminuir. El potencial zeta un medio básico es de 3 mV, es un valor bajo que puede promover la aglomeración de partículas de jales. La solubilidad y las concentraciones de las distintas especies están controladas por el pH. A pH neutro predominan los iones bicarbonato y Ca^{2+} .

Así, si la concentración de calcio es suficiente, el CaCO_3 en el agua expuesta a la atmósfera tiene un potencial zeta positivo. A pH alto (<10), los iones carbonato son predominantes y la concentración de Ca^{2+} se reduce, lo que da como resultado un potencial de Stern negativo. Las Ec. 4 y 5 muestran el comportamiento de la adsorción de iones bicarbonato y carbonato:

Adsorción de iones bicarbonato:



Adsorción de iones carbonato:

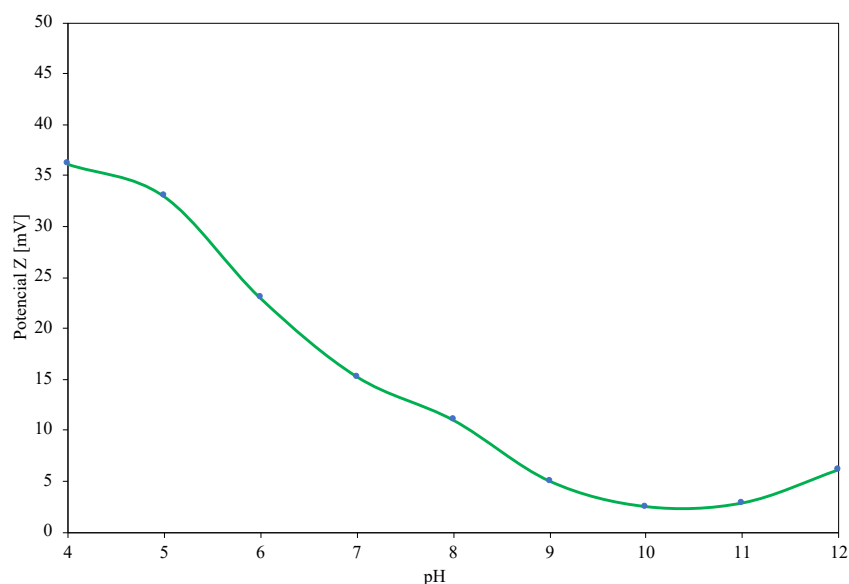
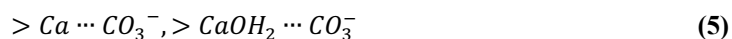


Fig. 4.17 Potencial zeta ACT-MEC-GST-140 min.

La Fig. 4.18 esquematiza la conductividad eléctrica de los ACT-MEC-GST-140 min en un rango de pH de 4 a 12. Este valor tiende a disminuir a medida que el pH se vuelve básico, alcanzando el valor mínimo en un pH de 9, igual a 2 mS/cm, volviendo a incrementar hasta 3.5 mS/cm en un pH de 12. A pesar de que el potencial zeta de la muestra ha variado con respecto al PT-GST, se observa que la conductividad tiene un valor similar, que es bajo. El decremento de la conductividad de los ACT-MEC-GST-140 min puede deberse al inicio de la precipitación de los iones Ca^{2+} en forma de cristales de hidróxido de calcio, como lo reportaron Hodne y Saasen [193].

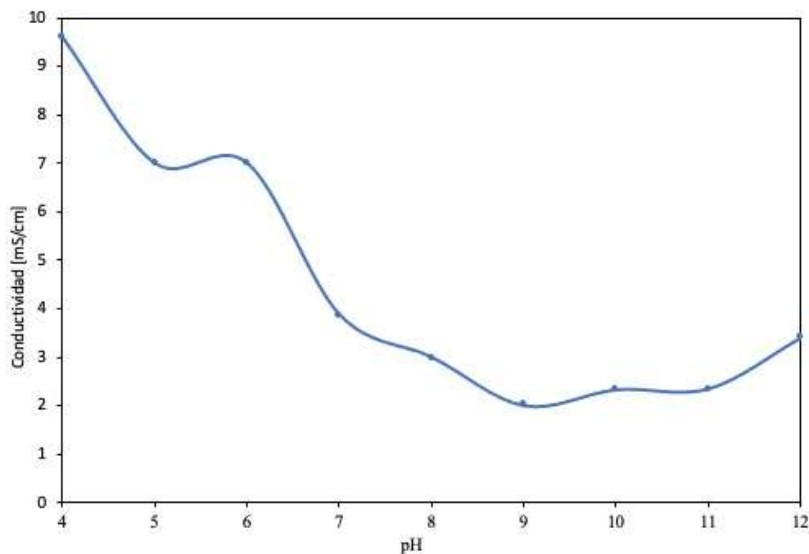
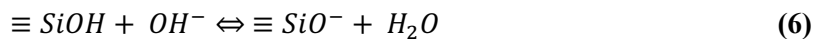


Fig. 4.18 Conductividad eléctrica ACT-MEC-GST-140 min.

La Fig. 4.19 muestra el potencial zeta de los ACT-TER-GST-140 min en un rango de pH de 4 a 12. Se observa que el valor más alto se presenta a un pH ácido, y es igual a 48 mV. A medida que aumenta el pH el potencial zeta alcanza el valor más bajo, con un valor de 18 mV. Sin embargo, este valor es casi el doble del potencial zeta del ACT-MEC-GST-140 min, aumentando este valor se puede mejorar la dispersión de las partículas en el sistema cementante, dando como resultado una matriz más homogénea y por tanto más resistente. Después de que el pH sea igual a 10, el valor del potencial zeta disminuye rápidamente debido a la disociación de los grupos silanol en la interfaz. El equilibrio de disociación de los sitios silanol se debe al aumento del pH. La reacción se lleva a cabo a través de Ec. 6.



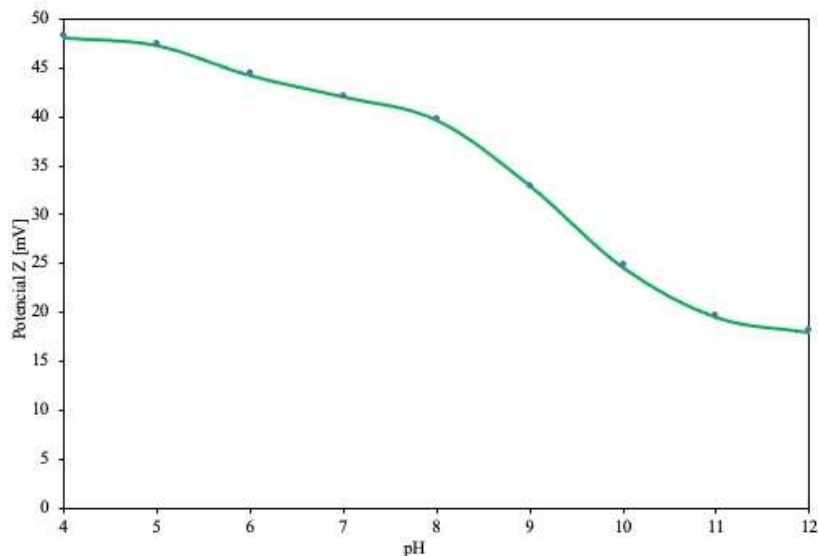


Fig. 4.19 Potencial zeta de ACT-TER-GST-1 000° C.

Finalmente, la Fig. 4.20 muestra el comportamiento de la conductividad eléctrica en los ACT-TER-GST-1 000° C. Se observa que al igual que con los ACT-MEC-GST-140 min la conductividad tiende a disminuir a medida que el medio se alcaliniza, alcanzando su valor más bajo de 6 mS/cm a un pH de 12. Este rango es superior al de los PT-GST y de los ACT-MEC-GST-140 min. El decremento de la conductividad de los ACT-TER-GST-1 000° C puede deberse al inicio de la precipitación de los iones Ca^{2+} en forma de cristales de hidróxido de calcio, como lo reportaron Hodne y Saasen [193].

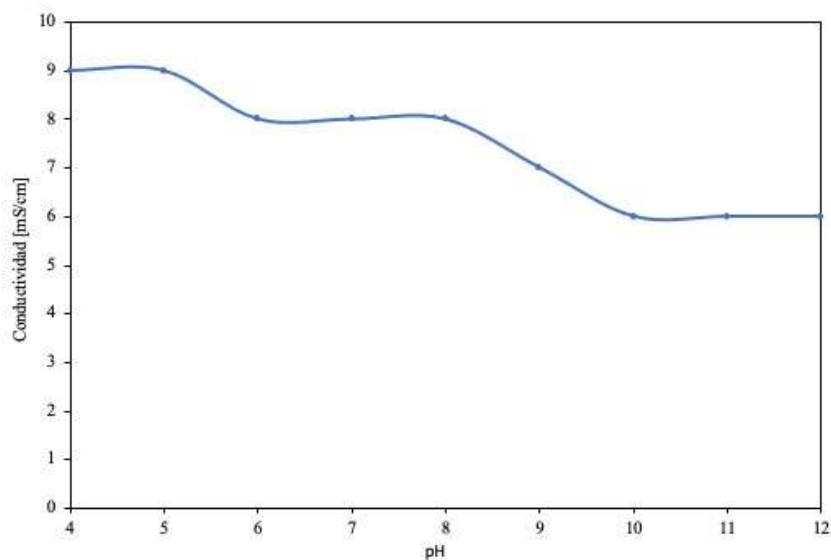


Fig. 4.20 Conductividad eléctrica ACT-TER-GST- 1 000°C.

4.4 Resistencia mecánica a la compresión e Índice de Actividad Resistente (ÍAR)

Con base en los resultados obtenidos al aplicar la carga axial y empleando la Ec. 1 se obtuvieron las resistencias a la compresión (f'_c) de los morteros control y experimentales con sustitución de cemento por ACT-GST en diferentes porcentajes y curados por 28 días las cuales se presentan en la Fig. 4.21. En el gráfico, las barras de color amarillo indican los morteros que se elaboraron con sustitución de PT-GST sin activar, las barras de color verde indican los morteros que se elaboraron sin los mismos porcentajes de cemento y sin sustitución por PT-GST, las barras de color azul indican a los morteros experimentales que se elaboraron con ACT-MEC-GST-140 min y finalmente se muestran en color naranja los morteros sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C. De izquierda a derecha, el primer grupo de barras corresponde a los morteros control, que para todos los casos se tomó de referencia el valor de $f'_c=22.24$ MPa, este valor se encuentra dentro del rango establecido en la norma ASTM C 270, la cual indica una resistencia mínima para un mortero de cemento a los 28 días de curado de 17.2 MPa [165]. En el segundo grupo de barras referido como E-10, la barra del mortero con PT-GST sin activar presenta una importante pérdida de resistencia, con un valor de 14.1 MPa la cual fue la más baja de este primer grupo, los morteros sin sustitución tuvieron un decremento poco significativo con una resistencia de 21 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min alcanzaron una resistencia de 19.1 MPa, y finalmente, los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C presentaron una resistencia de 20.5 MPa. En el segundo grupo de barras, referenciado como E-15, los morteros disminuyeron su resistencia a 13.5 MPa, siendo nuevamente el valor más bajo del grupo, por otro lado, los morteros sin sustitución presentaron una resistencia de 20 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min, alcanzaron una resistencia de 19.2 MPa mientras que los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C tuvieron una resistencia de 19.6 MPa. En el tercer grupo de barras referido como E-20 los morteros con jales sin activar continúan con el menor desempeño igual a 10.2 MPa, los morteros sin sustitución alcanzaron una resistencia de 18.3 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min presentaron una resistencia de 15.8 MPa y finalmente los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C tuvieron una resistencia de 18.8 MPa. Hasta este porcentaje de sustitución se observa que los ACT-TER-GST-1 000° C han mejorado el desempeño mecánico en comparación con los morteros que se le quitó la misma cantidad de cemento. El último grupo de barras corresponde a los morteros sustituidos al 30 % referidos

como E-30. Se observa que para los morteros con jales sin activar su resistencia alcanza el valor más bajo, la cual es igual a 8.5 MPa, por lo que la sustitución del 30 % con GST sin activar produjo una pérdida de resistencia del 62%. En el caso de los morteros sin sustituir se observa una resistencia alcanzada de 15.99 MPa, esto representa la pérdida del 29 % de la resistencia en comparación con el mortero control. Por otro lado, los morteros que fueron sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min tuvieron una resistencia de 15.5 MPa, lo que significó la pérdida del 31 % de la resistencia en comparación con el mortero control. Finalmente, los morteros sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C tuvieron igualmente una pérdida de resistencia del 31 %. Anteriormente se ha señalado que los jales no tienen propiedades cementantes y que al adicionarlos al cemento conllevan a una resistencia reducida en el cemento y los morteros [182], lo que está de acuerdo con los resultados obtenidos en el primer grupo de morteros elaborados con PT-GST, en donde no solamente no mejoraron las resistencias, sino que las disminuyeron de manera considerable, de tal manera que su incorporación en esta condición está descartada, incluso como material de relleno o filler. Sin embargo, al sustituir el cemento con ACT-GST los resultados demuestran que los procesos de activación, tanto mecánico como térmico tienen una influencia positiva en la resistencia mecánica que adquieren los morteros, ya que sometidos a dichos procesos de activación la resistencia no sufre decrementos significativos hasta los 28 días de curado. Algunos de los factores que se han reportado en la literatura que afectan la disminución de resistencias al adicionar SCM es la finura del material, la cual ocasiona un mayor requerimiento de agua para lograr una buena trabajabilidad, pero que disminuye la resistencia a la compresión [194]. Algunos autores sugieren la utilización de fluidizantes o superplastificantes para evitar el incremento en del requerimiento de agua y con ello conservar la relación de diseño a/c para lograr las mejores resistencias en la dosificación de morteros o concretos [195].

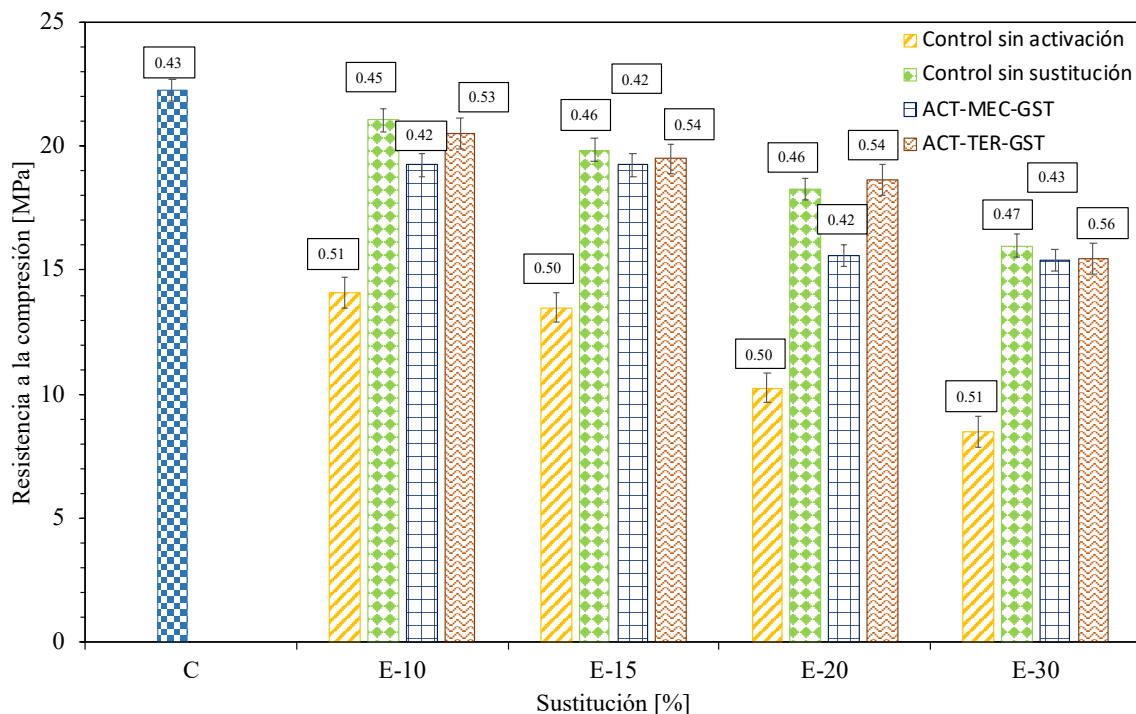


Fig. 4.21 Resistencia a la compresión promedio de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.

En función de las resistencias alcanzadas en la prueba de resistencia mecánica a la compresión se determinó el ÍAR. Este índice hace referencia al porcentaje de resistencia que alcanzan los morteros experimentales, tomando como referencia el 100 % de la resistencia obtenida en el mortero control. El porcentaje mínimo establecido por la norma ASTM es del 75 % a los 7 y 28 días, arrojando un resultado indirecto de la reactividad del SCM [182]. La Fig. 4.22 muestra los resultados obtenidos en el ÍAR en los morteros control, los cuales alcanzaron las máximas resistencias y sirvieron como referencia para valorar las resistencias de los morteros experimentales. En las muestras E-10, el decremento del ÍAR de los morteros sin PT-GST fue del 5 %, los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C tuvieron un decremento del 8 %, sin embargo, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min, tuvieron un decremento más significativo del 14 %. Los morteros E-15 presentaron un comportamiento similar tanto el mortero control como el mortero con ACT-MEC-GST-140 min. En este caso, los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C presentaron el mayor decremento, equivalente al 18 %. Para la sustitución E-20, los morteros control y con ACT-TER-GST-1 000° C tuvieron el mismo desempeño, siendo los morteros con ACT-MEC-GST-140 min los

que presentaron el desempeño más bajo con una resistencia del 69.62 %, por lo que deja de cumplir el requisito normado del 75 %. Finalmente, en todos los casos, las muestras E-30 tuvieron el decremento más significativo, la resistencia disminuyó cerca del 28 % en los morteros con PT-GST sin activar, mientras que los morteros con ACT-GST sufrieron un decremento del 23 %.

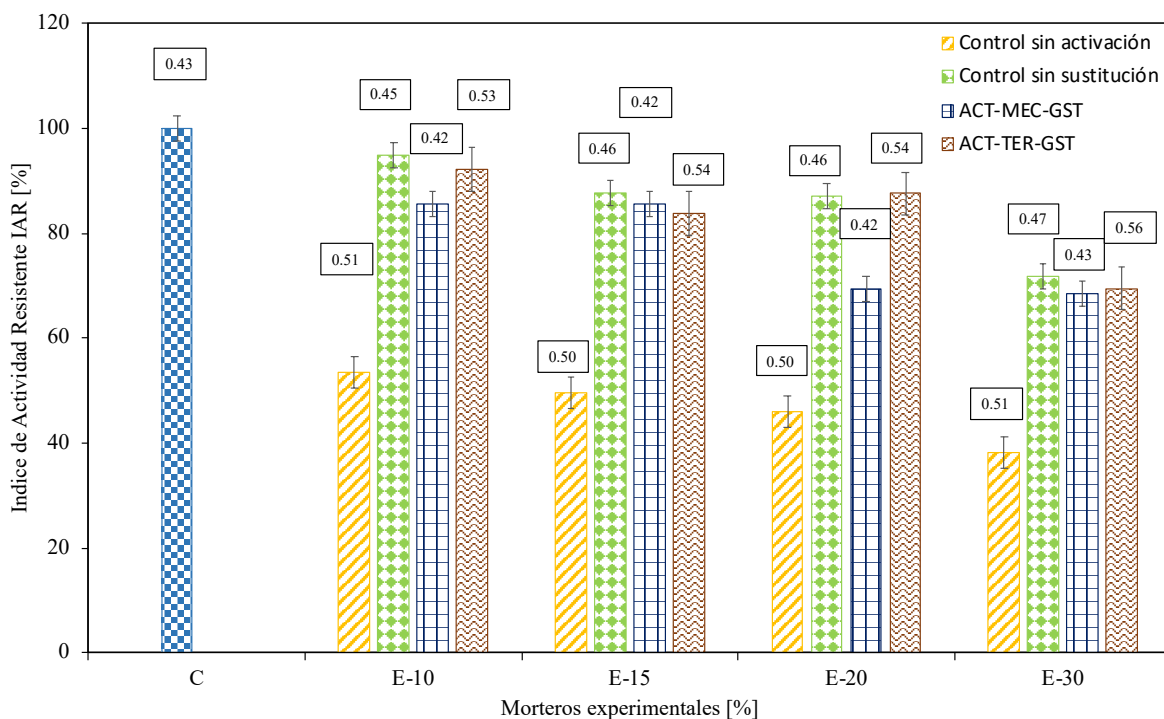


Fig. 4.22 Índice de actividad resistente (%) de morteros sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000°C.

Por otro lado, al determinar la resistencia a la compresión en las muestras de concretos o morteros se puede conocer el porcentaje de resistencia adquirida a diferentes periodos de tiempo. Dichas resistencias están controladas por la velocidad de hidratación o cinética de la reacción, tanto del cemento como de los componentes reactivos de los jales activados (sílice reactiva y óxido de calcio). En el proceso de hidratación de un cemento ordinario, las resistencias alcanzadas a edades tempranas provienen de la hidratación del C_3S y del C_2A . A los 28 días la alita ha hidratado cerca del 80 % y es la responsable de las resistencias adquiridas hasta este periodo de tiempo. Por otro lado, la C_2S se encarga de aportar resistencias hasta los 90 días de curado. De acuerdo al ACI 214, la resistencia a la compresión de un cemento Portland ordinario evoluciona como lo muestra la Tabla 4.7.

Tabla 4.7 Resistencia mecánica a la compresión adquirida en un CPO a diferentes días de curado [94].

Días de curado	% de f'c adquirida
3	40
7	65
14	90
28	99
90	110

La determinación del ÍAR, junto con las pruebas indirectas de la actividad puzolánica como DRX y TGA, proporcionan un parámetro de la reactividad del material, por lo tanto, una vez que se determinaron los porcentajes de sustitución en los cuales el ÍAR fue superior al 75 % para ambos casos de activación, se procedió a evaluar la resistencia a la compresión en el mortero control, así como en morteros experimentales E10, E15 y E20, ya que los morteros E30 no alcanzaron el ÍAR fueron descartados para los análisis posteriores.

Los morteros experimentales E10 y E15 sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y con ACT-TER-GST-1 000° C se curaron a 3, 7, 14, 28 y 90 días. Después de estos días de curado se determinó la resistencia mecánica a la compresión. La Fig. 4.23 muestra el comportamiento en la resistencia de los morteros E10 con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C y del mortero control. Para tres días de curado el mortero control alcanzó una resistencia de 8.48 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min alcanzaron una resistencia promedio de 9.30 MPa y los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C presentaron una resistencia de 14 MPa. Con siete días de curado se obtuvo en los morteros control una resistencia promedio de 13.78 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min alcanzaron una resistencia promedio de 16.72 MPa mientras que los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C alcanzaron un valor de 15.58 MPa. A 14 días de curado los morteros control tuvieron una resistencia de 19.09 MPa, en los morteros con ACT-MEC-GST-140 min se alcanzó una resistencia de 17.84 MPa y finalmente, se alcanzó una resistencia de 19.97 MPa en morteros sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C. A los 28 días de curado, el mortero control obtuvo una resistencia de 21 MPa, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min alcanzaron un valor de 20.59 MPa y 19.99 MPa en morteros con ACT-TER-GST-1 000° C. Se puede observar que, a edades tempranas, es decir, a tres y siete días de curado,

las resistencias de los morteros con jales activados fueron superiores a las resistencias de los morteros control. Por otro lado, en ambos casos de activación y con el 10% de sustitución se observa que las resistencias para los 3, 7 y 14 días de curado, alcanzan el porcentaje esperado de resistencia estipulado en el ACI 214, mencionado con anterioridad, indicando que los morteros desarrollan en edades tempranas, al menos el 65 % de la resistencia proyectada a 28 días. Además, indica que la cinética de hidratación en los morteros experimentales es comparable con la de un cemento ordinario, si la resistencia fuera menor a la esperada, se inferiría que la hidratación se desacelera en los primeros días de curado, sin embargo, se ha reportado en la literatura que la presencia de polvos de jales de tamaños micrométricos acelera la hidratación del cemento, principalmente por su efecto filler [196]. A partir de los 14 días y hasta los 28 días, estas resistencias no tuvieron este mismo comportamiento, pues la resistencia fue superada por el mortero control. Finalmente, a los 90 días de curado, los morteros control alcanzaron una resistencia de 23.33 MPa, mientras que los morteros con ACT-MEC-GST alcanzaron una resistencia de 31.3 MPa y los morteros con ACT-TER-GST obtuvieron una resistencia de 31.2 MPa, la diferencia entre el control y los morteros experimentales fue de más de 8 MPa, lo que indica un efecto positivo de los jales que se presenta a edades tardías. Se ha reportado con anterioridad que, al emplear jales de oro como agregado fino en la elaboración de concreto proyectable, Widojoko y Hardjasaputra [144] encontraron que la adición de jales de oro en un 25 % incrementó las resistencias a la compresión hasta en un 36 % a los tres días de curado, sin embargo, a los 28 días la aportación de la resistencia fue de únicamente un 9 %, concluyendo que la adición de jales beneficia la resistencia a la compresión en edades tempranas. De igual manera, Jiang Y. y col. [197] reportaron un comportamiento similar al emplear 30 % de jales de hierro como agregado fino pues las resistencias a la compresión aumentaron en un 4.81 %. En otra investigación realizada por Ruidong W. y col. [198] con jales de hierro como SCM se encontró que la resistencia de concretos adicionados al 30 y 50 % disminuyó con el aumento del contenido de polvo de jales de hierro, ellos mencionan que una cantidad muy pequeña de SCM participó en la reacción de hidratación, dando como resultado la producción de menos productos de hidratación. Sin embargo, al adicionar polvos de escoria en un 40 % y jales en un 17 %, las resistencias a la compresión incrementaron hasta en un 20 % de 28 a 90 días de curado.

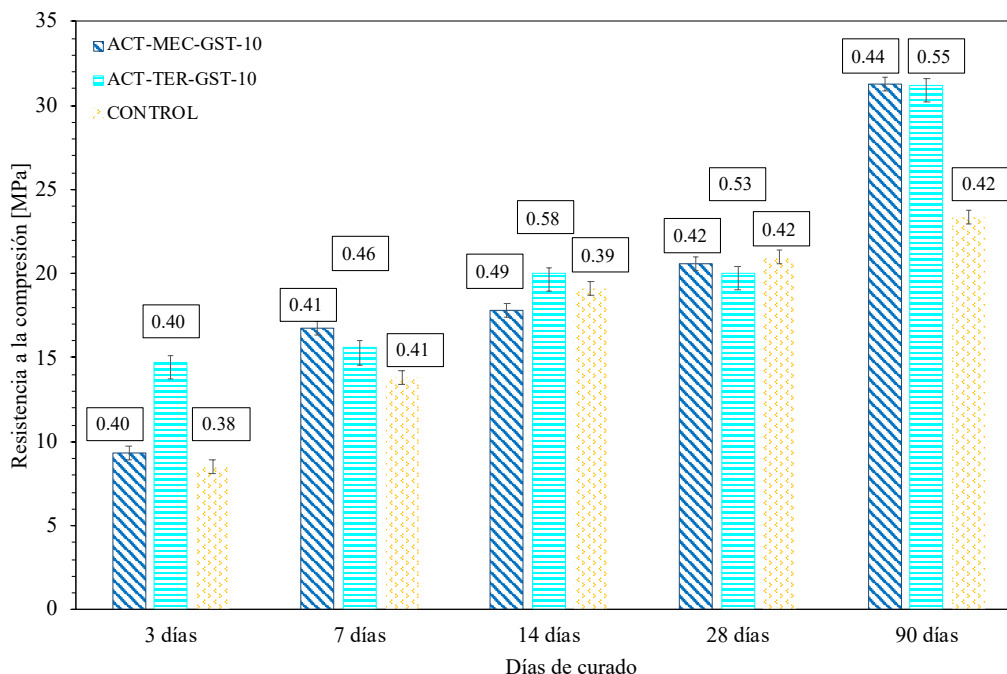


Fig. 4.23 Resistencia mecánica a la compresión en morteros control, sustituidos al 10 % con PT-GST, ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.

Del mismo modo, se determinaron las resistencias a la compresión en los morteros sustituidos al 15 % con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C y los resultados se muestran en la Fig. 4.24. Para tres días de curado se obtuvieron unas resistencias de 15.98 MPa con ACT-MEC-GST-140 min y de 12.48 MPa con ACT-TER-GST-1 000° C. Con siete días de curado se obtuvieron 15.14 MPa con ACT-MEC-GST-140 min y 14.18 MPa con ACT-TER-GST-1 000° C. Con 14 días de curado se alcanzaron 18.57 MPa con ACT-MEC-GST-140 min y 15.29 MPa con ACT-TER-GST-1 000° C. A 28 días de curado se alcanzaron 19.43 MPa con ACT-MEC-GST-140 min y 20.50 MPa con ACT-TER-GST-1 000° C. Finalmente, la adquisición más significativa de resistencia se ve reflejada a los 90 días de curado, los morteros control obtuvieron una resistencia de 23.33 MPa, sin embargo, los morteros con ACT-MEC-GST-140 min incrementaron su resistencia en un 17.55 %, alcanzando una resistencia de 25.1 MPa, mientras que los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C incrementaron sus resistencias en un 20 %, alcanzando una resistencia de 24.7 MPa. El incremento de resistencia mecánica de los morteros se ve afectado por las partículas más finas de los ACT-GST, ya que estas partículas promueven el efecto filler al llenar los huecos entre el agregado fino y el cemento para mejorar la densidad del empaque y producir una estructura de poros más refinada. Además, los ACT-GST más finos (<300 μm) pueden

ayudar a liberar el agua de los poros atrapada, aumentando así a la compacidad de la pasta [199]. Este mismo comportamiento de aceleración temprana y ralentización a los 28 días, así como el incremento de resistencias a los 90 días se ha reportado anteriormente en la preparación de morteros con jales de hierro activados mecánicamente [200]. El fenómeno del aceleramiento de las tasas de hidratación del cemento en edades tempranas se ha atribuido a dos fenómenos principales: (1) mejoramiento del efecto de nucleación heterogénea de los productos de hidratación debido al aumento de la superficie área proporcionada por polvos finos de SCM (2) mayor cantidad de agua por unidad de masa de partículas de cemento (es decir, aumento o dilución de la relación a/c [201]. Tales aceleraciones son benéficas a edades tempranas, cuando un aumento en el grado de hidratación del cemento puede compensar parcialmente los efectos perjudiciales del contenido sustituido de cemento sobre su resistencia mecánica.

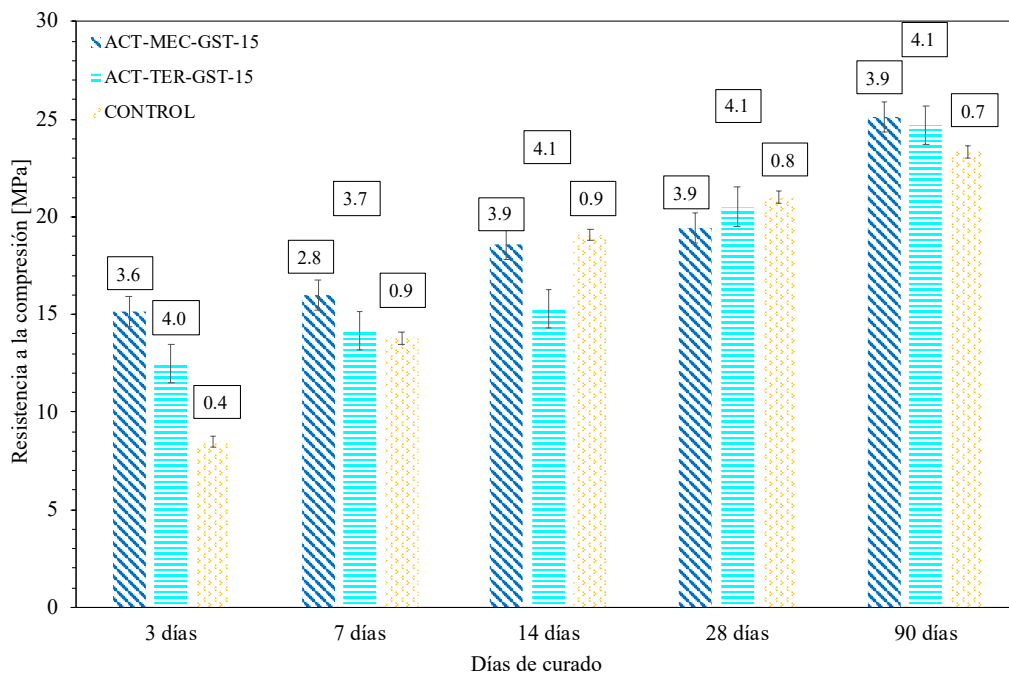


Fig. 4.24 Resistencia mecánica a la compresión en morteros control y sustituidos al 15 % con PT-GST, ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C.

Los resultados presentados indican que la diferencia de resistencia a la compresión en morteros con sustitución de ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000°C fue mínima, y los resultados de resistencia a compresión en los morteros experimentales E10 y

E15 presentaron una diferencia de menos de 1 MPa. En referencia a ello, se ha documentado con anterioridad que los jales reactivos desencadenan su hidratación o unión con el CH de manera posterior a los 28 días de curado, sin embargo, a edades tempranas puede actuar como filler o como puntos de nucleación para la formación de productos de hidratación, por lo que las resistencias adquiridas presentan un buen desempeño [202]. La actividad resistente en los morteros con ACT-MEC-GST-140 min E10 y E15 muestran resistencias mayores que los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C a los 3, 7 y 14 días, sin embargo, a los 28 días esta resistencia muestra una variación poco significativa, siendo incluso mayor para el E15 en la activación térmica. Lo anterior indica que, ya que la activación mecánica ha incrementado el área superficial específica de los materiales, se ha logrado una aceleración de la tasa de hidratación al disminuir el tamaño de las partículas [203]. Con anterioridad se ha evaluado el comportamiento resistente de morteros adicionados con jales de oro activados, en dicho estudio se sustituyó hasta con un 30 % con jales, con lo cual se superó el índice de actividad puzolánica esperada que es apenas superior al 65 % de la de control y el comportamiento resistente a los 3 y 7 días corresponde al comportamiento de los morteros sustituidos en este trabajo [142,204].

4.5 Productos de hidratación en morteros a 28 días de curado con diferentes porcentajes de sustitución

4.5.1 Morfología de productos de hidratación

A través del análisis por MEB se obtuvieron las micrografías de morteros hidratados por 28 días. De acuerdo con la cinética de hidratación del cemento, a los 28 días de hidratación la fase C_3S ha hidratado en un 70 %, mientras que la fase C_2S apenas lo ha hecho en un 30 %, por lo que la mayoría de los productos de hidratación del gel C-S-H y CH provienen de la alita [205]. Taylor [48] describe cuatro tipos morfológicos de gel C-S-H visibles por MEB en superficies de pastas de cemento, estos son:

- **Tipo I.** Es prominente en edades tempranas, es un material fibroso con longitudes de hasta 2 μm aproximadamente.
- **Tipo II.** Tiene forma de panales o de redes reticulares, se considera como un producto de formación temprana normal.

- **Tipo III.** Es prominente en pastas con mayor edad, es más masivo y consiste en granos compactos de tamaños nanométricos.
- **Tipo IV.** Es un producto monótono y masivo, es de formación interna y se observa principalmente en pastas más antiguas (más de 28 días de curado).

El gel de silicato de calcio hidratado (C–S–H) es el principal producto de hidratación del cemento y contribuye significativamente a las propiedades físicas, químicas y mecánicas [206]. Sin embargo, en cementos con adiciones de otros materiales o la incorporación de SCM su morfología puede llegar a variar, sin embargo, algunos autores coinciden en la caracterización de las mismas, describiendo a los geles C–S–H como productos de hidratación con morfologías variadas como laminares, escamosas, granulares o como panales [207].

De acuerdo a los resultados obtenidos de la caracterización por MEB se obtuvieron las micrografías de la Fig. 4.25, las cuales corresponden a una muestra de mortero control curado por 28 días. En la Fig. 4.25a se observa una estructura heterogénea conformada por regiones con texturas fibrosas que corresponden a la morfología de geles C–S–H [208]. La Fig. 4.25b muestra una estructura más homogénea, principalmente granular, como la descrita para el gel Tipo III descrito anteriormente. La conformación de estas estructuras está dada por la hidratación de la alita (C_2S) del CPO y son las fases que aportan las resistencias al mortero en este tiempo de curado.

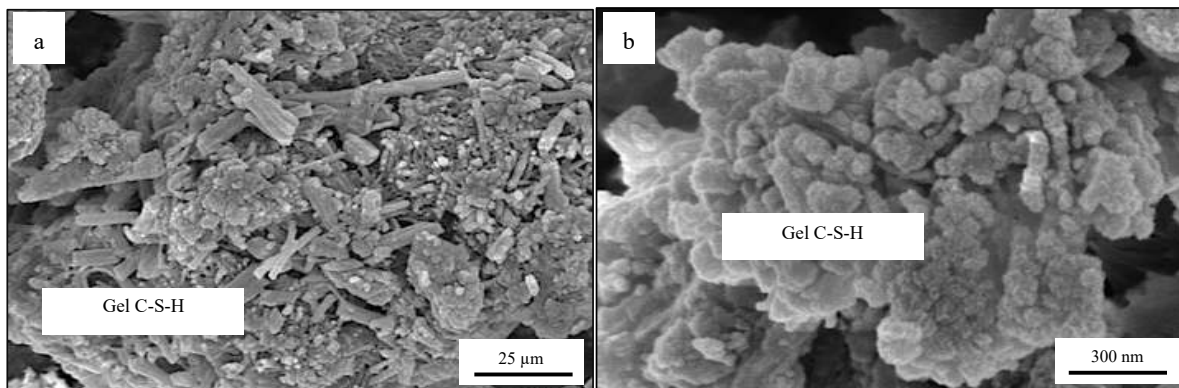


Fig. 4.25 Mortero control curado por 28 días **a** Gel C–S–H fibroso compacto y **b** Gel C–S–H granular compacto.

La siguiente sección corresponde a los resultados obtenidos mediante el análisis por MEB. En las micrografías de la Fig. 4.26 se observan las pastas de morteros control y de morteros experimentales E10, E15 y E20 con sustitución de ACT-MEC-GST-140 min, a una magnificación de 50 000 X.

Es importante mencionar que, ya que con el 30 % de sustitución de CPO por ACT-GST en ambas condiciones de activación no se alcanzó el ÍAR en los morteros, estos morteros se descartaron para su estudio por MEB-EDS. Del mismo modo, se observa en la Fig. 4.26a una pasta densa conformada por una morfología granular, esta estructura compacta es evidencia de una mayor resistencia alcanzada, como se observó en los resultados de la resistencia mecánica a la compresión. Por otro lado, la Fig. 4.26b y Fig. 4.26c muestran el gel C-S-H como el descrito en el Tipo I, que destaca principalmente por ser fibroso, de igual manera se observan estructuras granulares con tamaños inferiores a los 100 nm. Finalmente, la Fig. 4.26d presenta productos granulares como del Tipo III con tamaños más pequeños que los observados en las micrografías anteriores, esta morfología, sin embargo, puede corresponder también a la aglomeración de partículas de PT-GST sin reaccionar, ya que el gel C-S-H Tipo III aporta mayores resistencias, pero este mortero es el que presentó el desempeño más bajo de resistencia, en comparación con los anteriores.

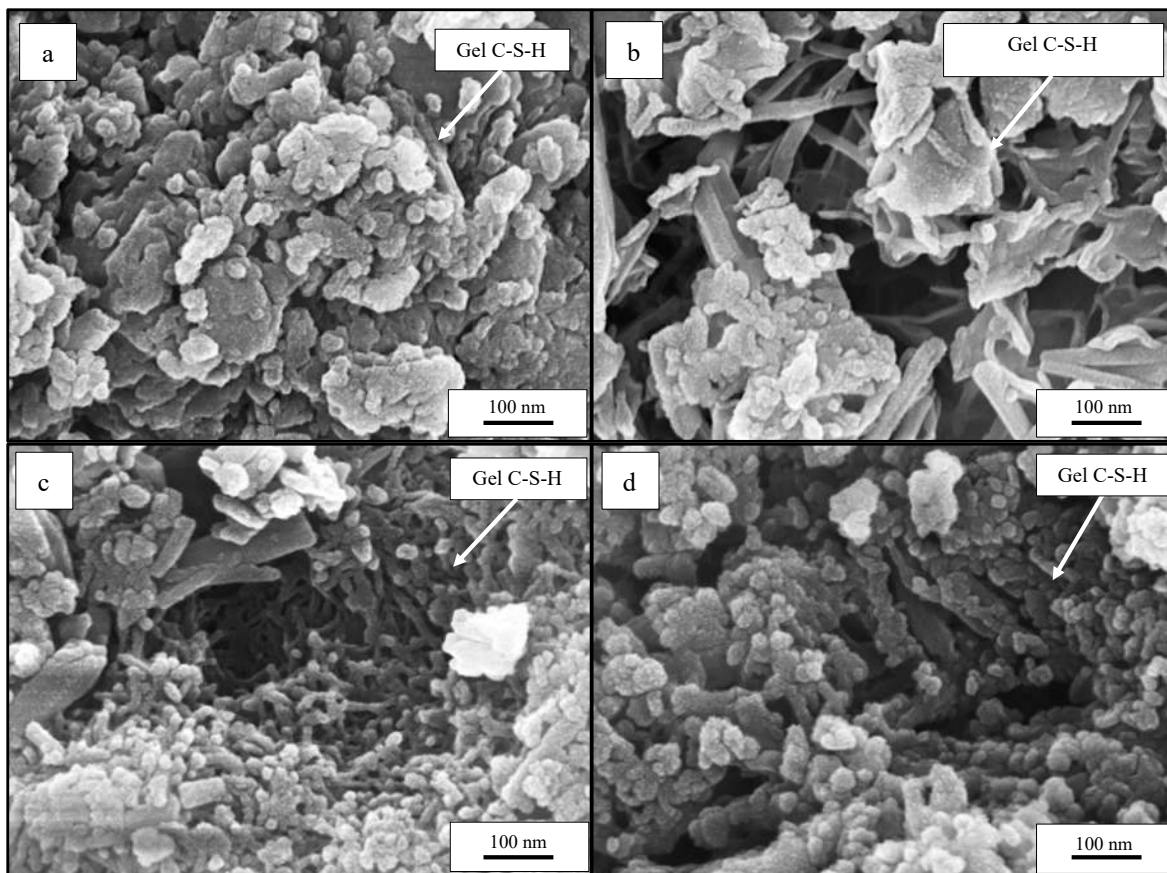


Fig. 4.26 Micrografías de **a** Morteros control, **b** ACT-MEC-GST-140 min E10, **c** ACT-MEC-GST-140 min E15 y **d** ACT-MEC-GST-140 min E20.

Con respecto a los análisis por MEB efectuados en el mortero control y en los morteros experimentales con ACT-TER-GST-1 000° C, las micrografías se muestran en la Fig. 4.27. En la Fig. 4.27a se observa un grano compacto de gel, en él se observa la formación de etringita que va creciendo en los límites de grano, ésta etringita al ser de formación primaria y al crecer en esta región del grano, contribuye a fortalecer la microestructura. Este fortalecimiento de la microestructura está dado porque en las cavidades pequeñas disponibles al interior de la matriz de los morteros, la etringita crece en forma de cristales delgados y bastante cortos (tamaños submicrométricos); adentro, los poros o grietas de los cristales tienen mayor desarrollo y en algunos casos se forman densos cúmulos, lo que indica que esta etringita cristalina cabe en el espacio disponible sin ejercer cualquier acción expansiva [209]. Sin embargo, después de cierto tiempo ocurre un fenómeno conocido como formación

retardada de etringita, que se define como la formación de etringita que comienza cuando el endurecimiento ha finalizado y en el que todo el sulfato que proviene del interior de la pasta de cemento sigue creciendo en regiones de mayor espacio, provocando expansión que puede reducir la resistencia a la compresión del mortero [71]. Sin embargo, la aportación de sulfatos por parte de los ACT-TER-GST-1 000° C no es representativa, por lo que se espera que este fenómeno retardado no se manifieste en los morteros. En las Figs. 4.27b y Fig. 4.27d se observa la presencia de placas hexagonales de CH de longitudes que exceden la micra, estas placas al ser de este tamaño pueden propiciar la disminución de la resistencia a la compresión [210] como se puede comparar con los resultados obtenidos en las pruebas mecánicas. La Fig. 4.27c tiene una morfología del gel C-S-H descrito en el Tipo III, siendo fibroso principalmente, observándose también estructuras granulares.

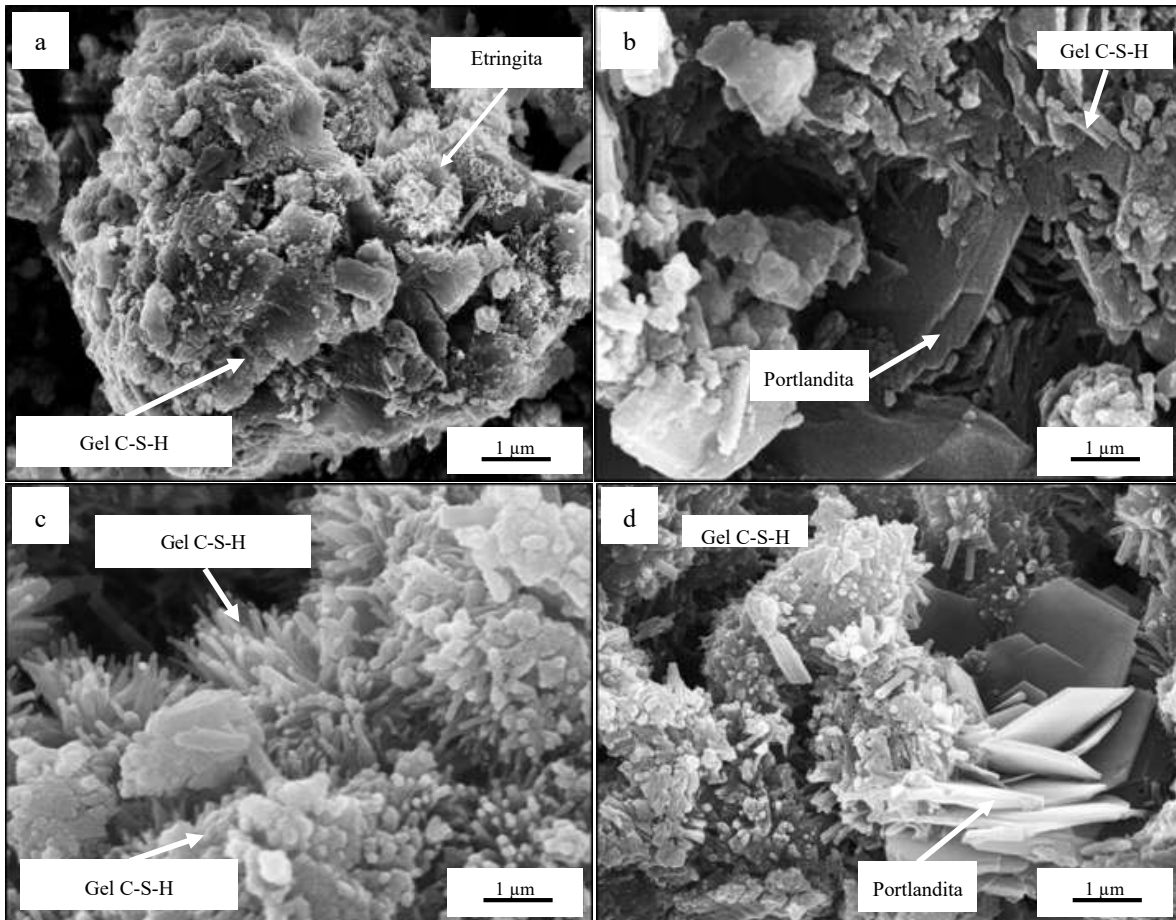


Fig. 4.27 Micrografías de **a** Morteros control, **b** ACT-TER-GST E10, **c** ACT-TER-GST E15 y **d** ACT-TER-GST E20.

La siguiente sección muestra los análisis efectuados por MEB-EDS en morteros E10 y E15 con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C y que fueron los que obtuvieron el mejor desempeño de ÍAR (>75 %). Se analizaron a los 3, 14 y 90 días de curado para comparar los productos de hidratación a edades tempranas y tardías.

La Fig. 4.28 muestra las micrografías de morteros E10 y E15 sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y curados por 3 días. En ellas se observa una pasta densa conformada por geles de silicato (C-S-H) y gel de aluminosilicato de calcio (C-A-S). El gel C-S-H de la Fig. 4.28a es granular y compacto, este tipo de geles es de formación temprana y aporta las resistencias iniciales. Del mismo modo se observan placas lisas de CH y partículas de jales sin reaccionar aglomeradas sobre las placas. En la Figura 4.28b se observan los geles C-A-S, cuya morfología de tipo fibrosa ha sido descrita por Zhu y Richardson [211] y que se corrobora con la composición y estructura cristalina analizadas mediante los análisis por DRX y EDS. La morfología del gel C-A-S, similar al C-A-S-H dentro de la estructura porosa de la pasta de cemento se interconecta como resultado del transporte de iones realizado por el agua que llena la estructura de la pasta, esta interconexión de poros, denominada poro continuo, tiene dos superficies conectadas en la superficie de su microestructura, dando como resultado que una pasta con continuidad en sus poros tenga, entre otras propiedades, un incremento de la resistencia a la compresión de la pasta de cemento [186]. Además de esta interconectividad de poros de la estructura del gel C-A-S, se añade el hecho de la presencia de partículas finas de los jales, que genera el efecto filler a edades tempranas y el efecto de nucleación heterogénea en las pastas de cemento como se mencionó con anterioridad.

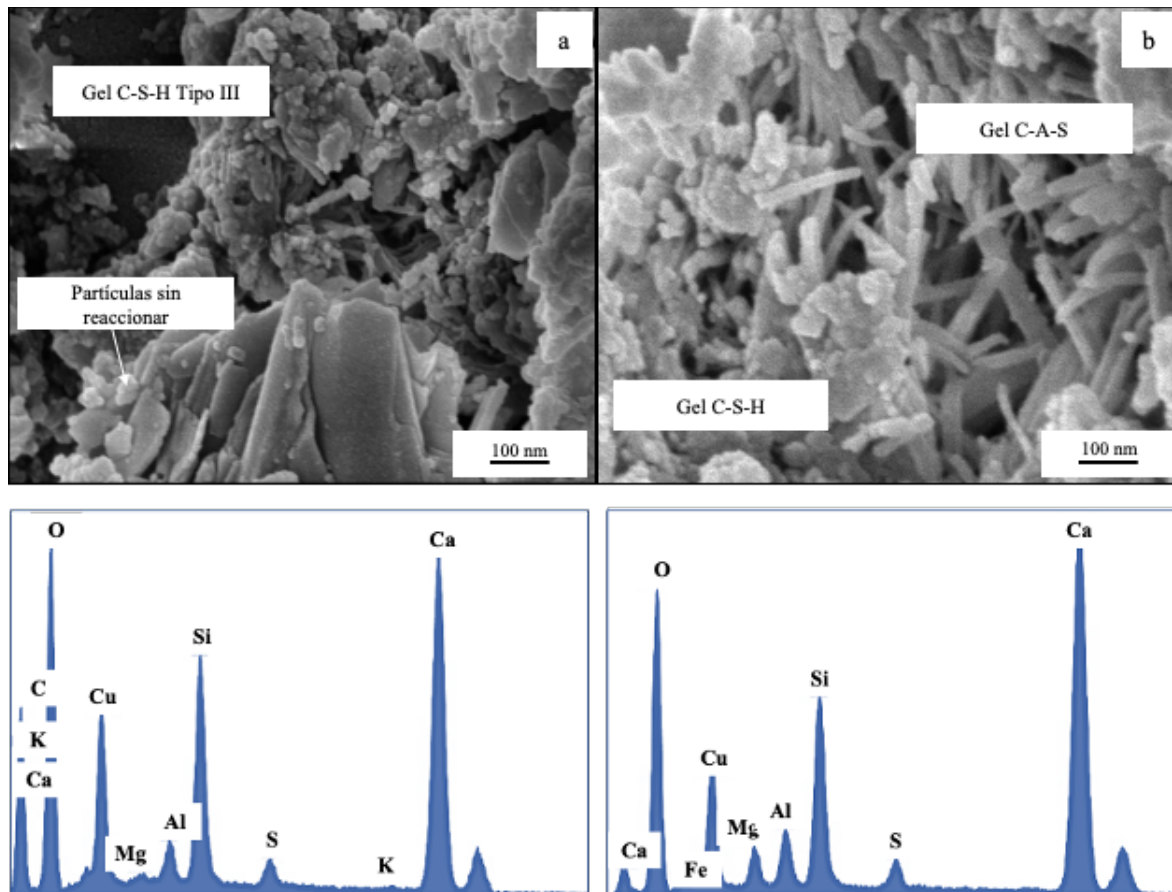


Fig. 4.28 Micrografía y análisis EDS de morteros **a** ACT-MEC-GST E10 y **d** ACT-MEC-GST E15, curados por 3 días.

La Fig. 4.29 corresponde a las micrografías y análisis EDS de morteros E10 y E15 con ACT-MEC-GST-140 min, curados por 14 días. La Fig. 4.29a muestra la matriz del mortero E10, en ella se observa la formación del gel C-S-H de tipo granular, observando en el análisis EDS de las figuras inferiores los picos que corresponden al Si y al Ca como elementos prevalentes. Por otro lado, las estructuras que tienen un menor tamaño corresponden a partículas sin reaccionar, las que en la mayoría de los casos se aglomeran alrededor de los productos de hidratación y que por el análisis EDS, se corrobora la presencia de Al, Mg, S, Fe y K, elementos que corresponden a la composición de los PT-GST. En la Fig. 4.29b se observa además de la morfología granular de los geles C-S-H la presencia de morfologías lisas que corresponden a un agregado columnar de CH como el descrito por Franus y Wdowin [212].

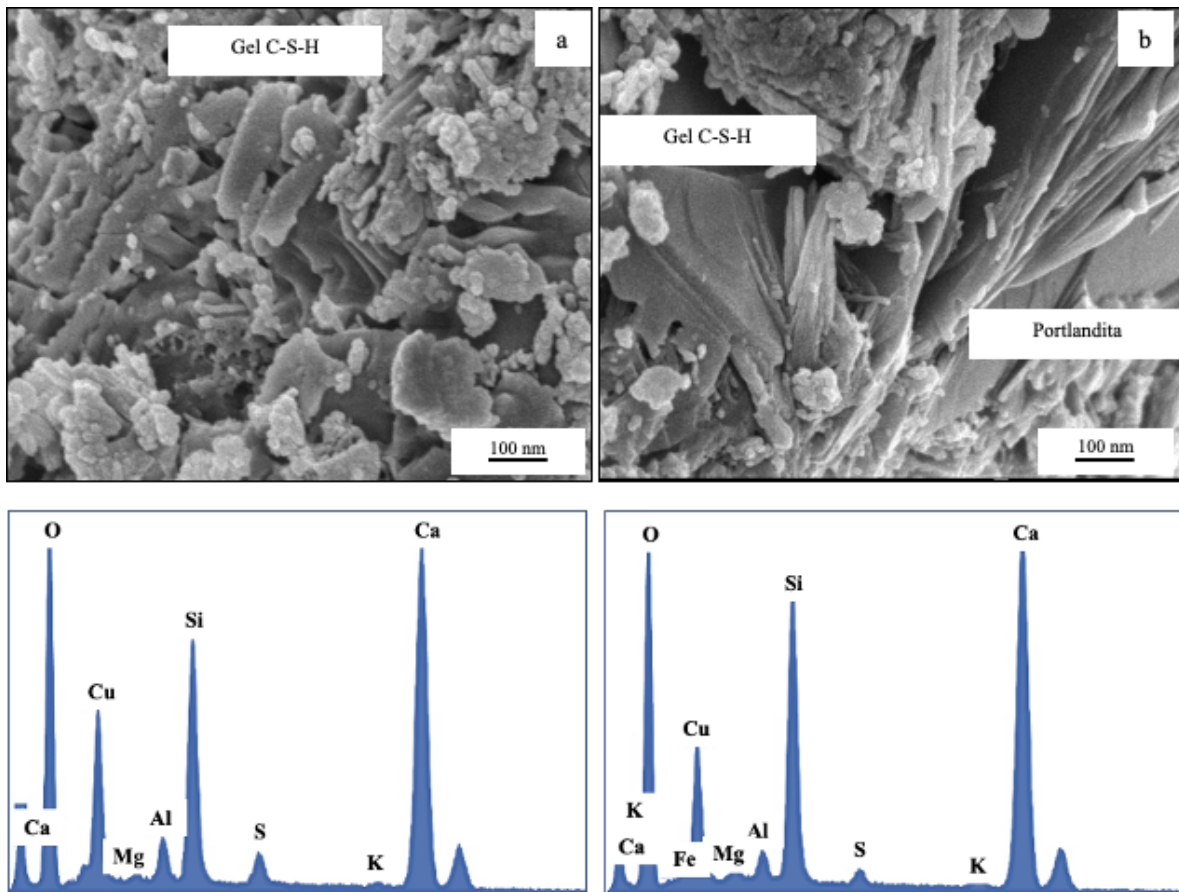


Fig. 4.29 Micrografía y análisis EDS de morteros **a** ACT-MEC-GST E10 y **d** ACT-MEC-GST E15, curados por 14 días.

Con respecto a los resultados obtenidos de los análisis por MEB de morteros E10 y E15 sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y curados por 90 días, la Fig. 4.30 muestra las micrografías y análisis EDS. En la Figura 4.30a se observan agujas de C-S-H en una estructura tipo panal, este tipo de estructuras se forman a edades tardías de hidratación y aportan mayores resistencias a la compresión, como se verifica en los resultados de resistencia a la compresión. En la Fig. 4.30b se observan transformaciones de CH en formas sólidas y formas de agujas y granulares de C-S-H [171], estas transformaciones son las que se relacionan con el fenómeno de la reacción secundaria de hidratación [213,214], en la cual la CH continúa reaccionando con el Si de los PT-GST o del cemento para formar más gel C-S-H generando con ello un incremento significativo de las resistencias a la compresión a los 90 días de curado.

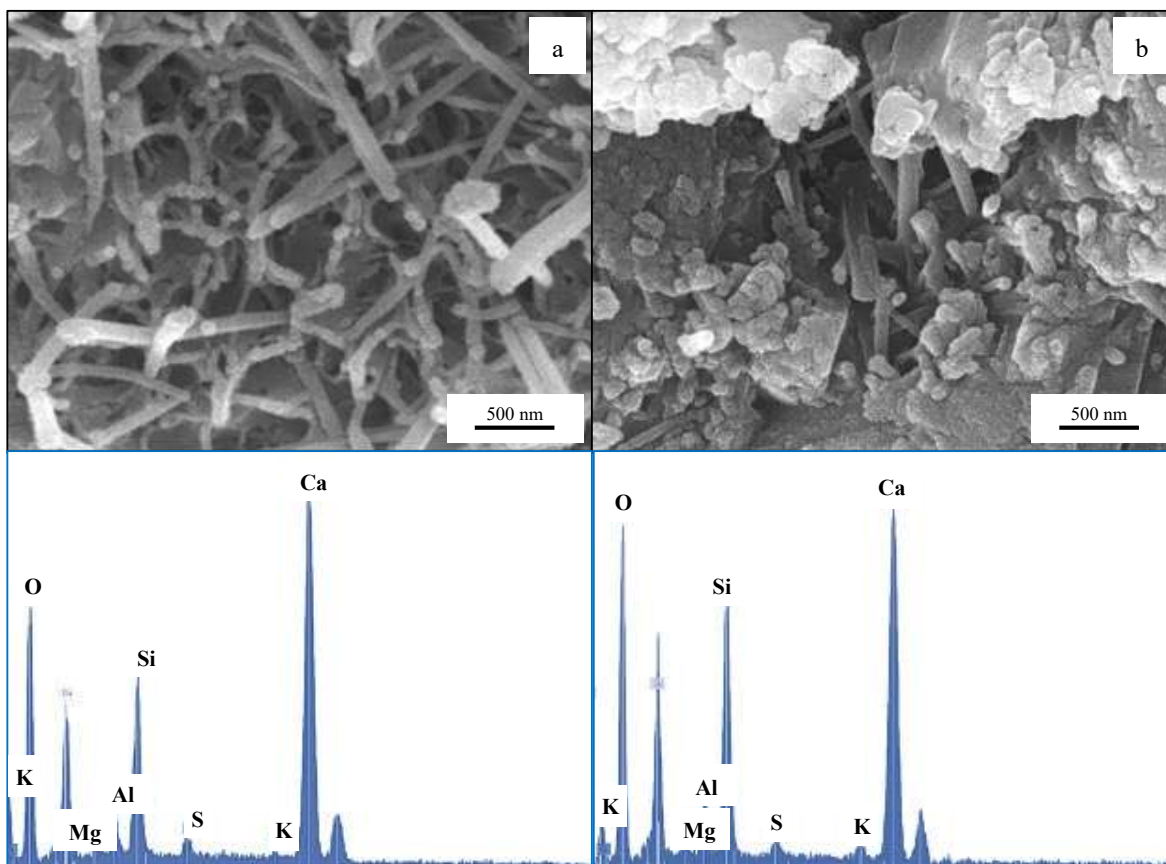


Fig. 4.30 Micrografías y análisis EDS de morteros **a** ACT-MEC-GST E10 y **d** ACT-MEC-GST E15, curados por 90 días.

Los resultados del análisis por MEB—EDS de morteros E10 y E15 sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C y curados por 3 días se muestran en la Fig. 4.31. La Fig. 4.31a presenta una pasta de mortero E10, en ella se observan estructuras lisas en posición horizontal, formación que corresponde a placas de CH, con el análisis EDS se confirma esta caracterización ya que la presencia de calcio en comparación con los otros elementos es superior, sin embargo, las partículas pequeñas que se aglomeran sobre estas placas son de PT-GST, ya que como se observa en el EDS, el Al, Mg, K y S también están presentes en la muestra, estas partículas, pueden estar asociadas también a la formación de hidruros, ya que en el análisis de DRX, se observa la presencia de fases mineralógicas de hidruros de magnesio, aluminio y potasio. La muestra de la Fig. 4.31b está integrada básicamente por gel C-S-H del tipo III. En esta micrografía se observa que los productos de hidratación están distribuidos de manera homogénea creando un material denso. Además, en la pasta se

formaron poros de gel más grandes y una mayor cantidad de poros capilares interconectados como los descritos por Zhang y col [215] .

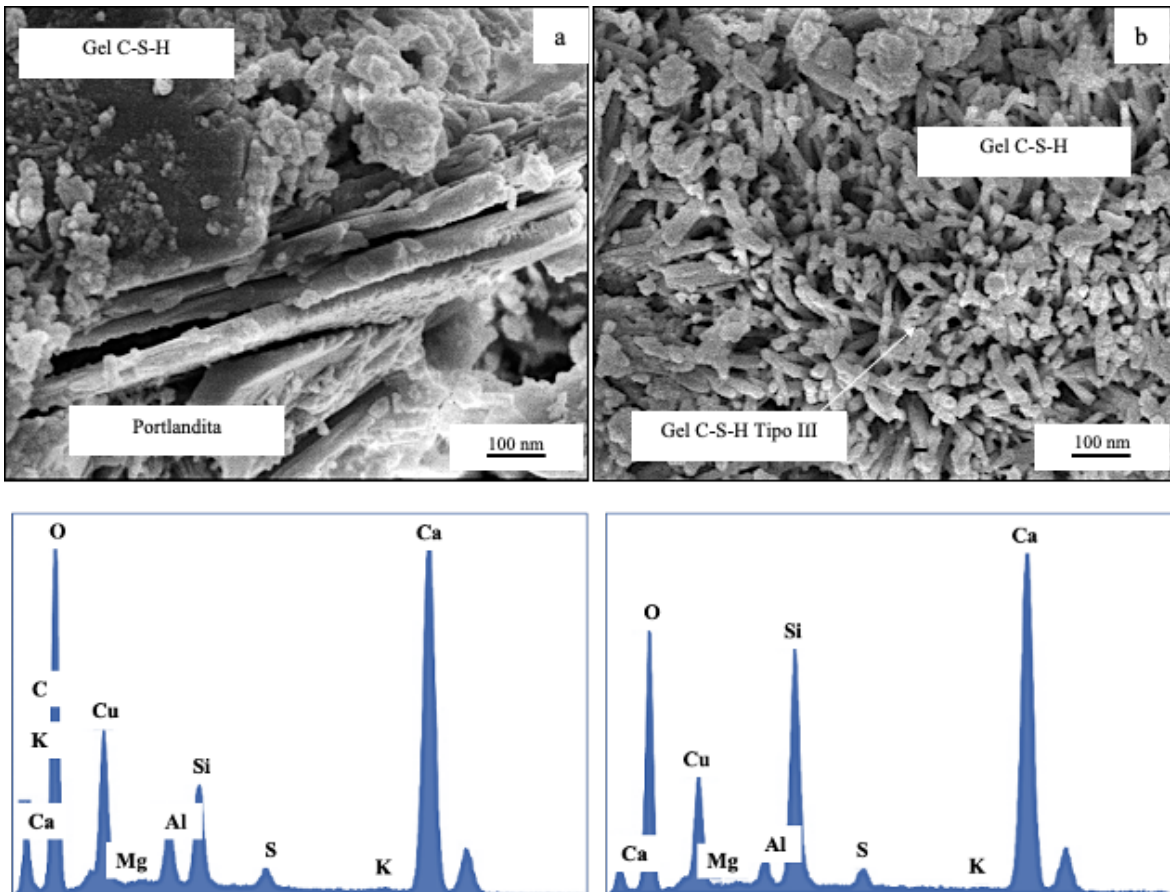


Fig. 4.31 Micrografía y análisis EDS de morteros **a** ACT-TER-GST E10 y **d** ACT-TER-GST E15, curados por 3 días.

La Fig. 4.32 muestra las micrografías y análisis EDS de morteros E10 y E15 sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C, curados por 14 días. La Fig. 4.32a muestra la morfología de la matriz del cemento, rica en geles de silicato C-S-H. La Fig. 4.32b muestra una matriz muy densa con estructuras compactas. En ambos casos, los análisis EDS corroboran la composición química de los geles de silicato. Este tipo de formación de geles granulares va disminuyendo su porosidad a medida que los días de curado incrementan, esto da como resultado el incremento de la resistencia a la compresión de 3 a 14 días.

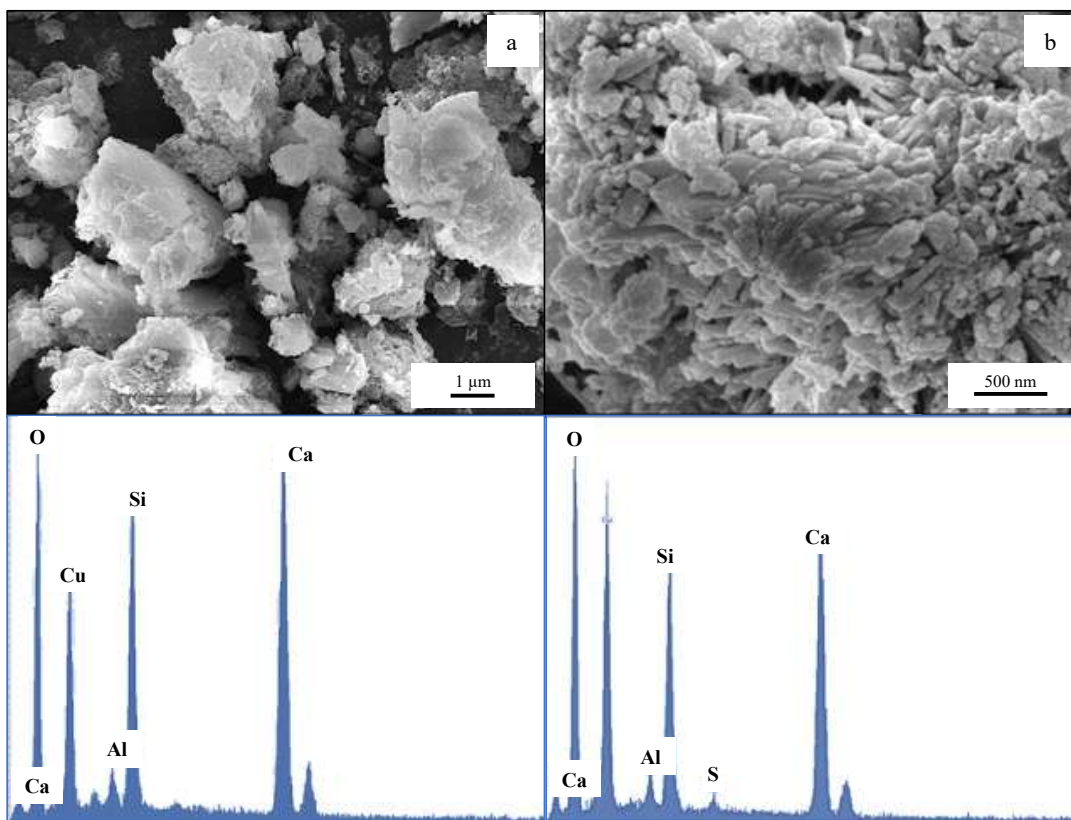


Fig. 4.32 Micrografía y análisis EDS de morteros **a** ACT-TER-GST E10 y **d** ACT-TER-GST E15, curados por 14 días.

Con respecto a los resultados obtenidos del análisis por MEB al mortero control y a los morteros experimentales sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C referidos como E10 y E15, curados por 90 días se muestran en la Fig. 4.33. Durante la hidratación del cemento, la porosidad inicial es rellenada por los productos de la reacción, y a medida que avanza el proceso, los espacios se van ocupando, imposibilitando una mayor expansión y crecimiento de los hidratos, sin embargo, la presencia de partículas finas permite la compactación de la matriz y la presencia de Ca^{2+} así como de partículas de Si de los jales, favorece el proceso de la segunda hidratación que da como resultado un incremento significativo de la resistencia a la compresión a los 90 días de curado. En la Fig. 4.33a se aprecia en el EDS la presencia de Al, que puede incorporarse al gel C-S-H para formar un gel C-A-S-H [216], la formación de este gel es benéfica en la adquisición de resistencias, este tipo de producto de hidratación formado por la reacción del cemento y la incorporación de SCM se caracteriza por ser de tipo

fibroso o fibrilar, la evolución de este producto de hidratación afecta de manera positiva las propiedades mecánicas a largo plazo, como en este caso, a los 90 días de curado [217].

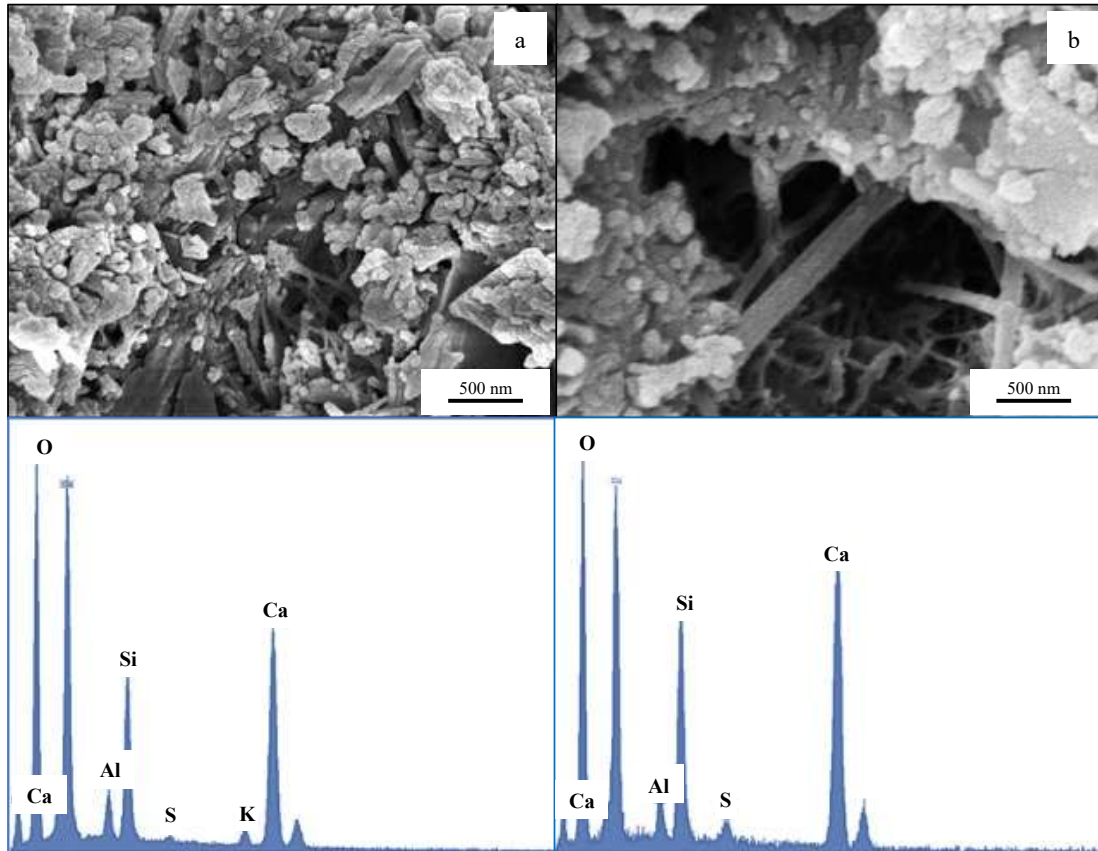


Fig. 4.33 Micrografía y análisis EDS de morteros **a** ACT-TER-GST E10 y **d** ACT-TER-GST E15, curados por 90 días.

4.5.2 Estructura cristalina de productos de hidratación (Análisis DRX)

Los difractogramas de los morteros control y experimentales sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C analizados se presentan en la siguiente sección. Los primeros dos difractogramas corresponden al análisis que se efectuó en las muestras curadas a 28 días con todos los porcentajes de sustitución (E10, E15, E20 y E30) para ambos métodos de activación y una muestra control. Los siguientes cuatro difractogramas corresponden al análisis de los morteros E10 y E15 sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C, curados por 3, 7, 14, 28 y 90 días. A continuación se

enlistan las fases mineralógicas encontradas en los diferentes morteros así como su fórmula química:

- Cuarzo (SiO_2)
- Portlandita o CH ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)
- Gel C–S–H ($\text{Ca}_4\text{Si}_6\text{O}_{17} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Gel C–A–S ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)
- Gel C–A–S–H ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Silicato de calcio ($\text{Ca}_2\text{O}_4\text{Si}$)
- Albita (AlSi_3O_8)
- Fucalita ($\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{O}_6(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$)
- Estelerita $\text{Ca}_4(\text{Si}_{28}\text{Al}_8)\text{O}_{7228}\text{H}_2\text{O}$

Todas estas fases provienen de las reacciones entre el silicio, calcio y aluminio, que son los principales elementos, tanto de los PT–GST como del cemento.

Por otro lado, también se detectó la formación de otras fases que no han sido reportadas en la literatura, como los hidruros, que son compuestos binarios formados por átomos de hidrógeno y de otro elemento (pudiendo ser este, metal o no metal), estos son:

- Hidruro de magnesio y aluminio
- Hidruro de potasio y aluminio

Los resultados obtenidos de los análisis efectuados por DRX a los morteros experimentales sustituidos con ACT–MEC–GST–140 min se muestran en la Fig. 4.34. Las fases cristalinas detectadas corresponden en primer lugar al cuarzo (PDF 01–087–2096), fase mineralógica que se encuentra en los PT–GST como una fase altamente cristalina y poco reactiva. Se detectaron también las fases que corresponden al gel C–S–H (PDF 04–012–1760) y CH (PDF 01–078–0315), ambas fases son resultado de la hidratación de la alita y belita del cemento, principalmente. La portlandita o CH también es el resultado de la hidratación del CaO presente en los jales, formado a partir de la descomposición de la calcita después de la activación mecánica. Otras fases observadas son la estelerita (PDF 04–014–1867) y gel C–A–S (PDF 04–011–1271). Por un lado, la estelerita es un aluminosilicato de calcio hidratado, que forma parte de las zeolitas, y debido a su cristalización en el sistema ortorrómbico, posee una alta resistencia. Por otro lado, el gel C–A–S se ha observado en sistemas cementantes, principalmente a base de cementos alcalinos o geopolímeros, la presencia de este gel favorece

la resistencia mecánica, dado que tiene una estructura compacta similar a la del gel C–S–H. El pico más representativo de esta fase se observa que los morteros experimentales E10, que presentaron una mayor resistencia a la compresión. También se puede observar que, a medida que el porcentaje de sustitución aumenta se genera un domo difuso en la parte inicial del difractograma, principalmente en las muestras E20 y E30. El decremento en la presencia de fases como el gel C–S–H y la presencia de fases como la albita o hidruros de magnesio y aluminio son factores que se asume, minimizan las resistencias de las muestras.

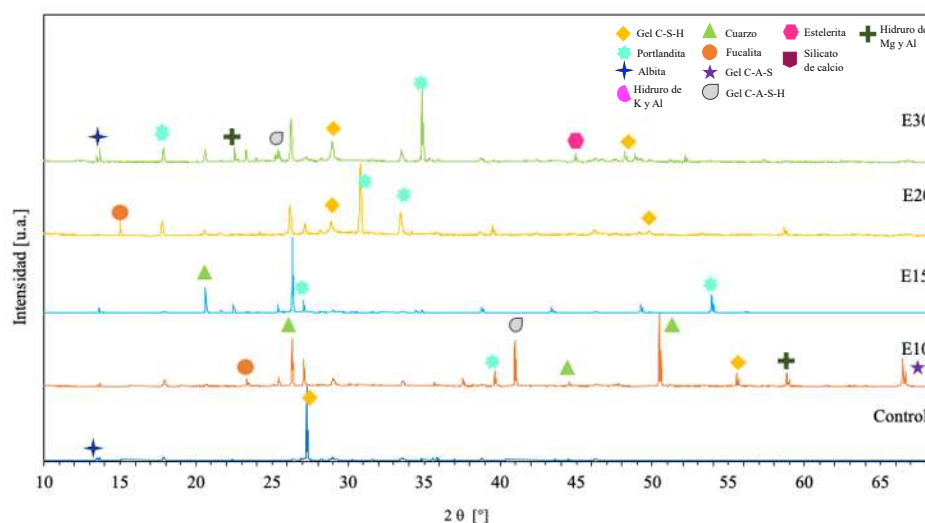


Fig. 4.34 Difractogramas de morteros control y experimentales sustituidos con ACT–MEC–GST–140 min, E10, E15, E20 y E30, curados por 28 días.

Los resultados de los análisis efectuados por DRX al mortero control y morteros experimentales sustituidos con ACT–TER–GST–1 000° C E10, E15, E20 y E30 se muestran en la Fig. 4.35. Se observa que de 25 a 35° se observa la presencia de fases como fucalita (PDF 00–029–0308), CH (PDF 01-078-0315), gel C–S–H (PDF 04–012–1760) y estelerita (PDF 04–014–1867). Los patrones que corresponden a los morteros experimentales E10, presentan fases de CH, principalmente. Los patrones de los morteros experimentales con E15 y E20 muestran un comportamiento similar, con la aparición de algunas fases como estelerita, albita, gel C–A–S e hidruros. Finalmente, el E30 presenta una cantidad considerable de picos de CH, que ente caso generaron una pérdida de resistencia a la compresión, principalmente por su tamaño de formación. La estelerita tiene una estructura ortorrómbica, con una morfología de cristales que se caracteriza por un hábito laminar debido a las capas de

tetraedros de $\text{Si}(\text{Al})\text{O}_4$. [218], debido a que es un mineral que pertenece al grupo de las zeolitas aporta resistencias a los morteros, sin embargo, es difícil identificar su morfología mediante MEB, dado que no se han encontrado investigaciones en las cuales describan la misma. También se observa que a medida que incrementa el porcentaje de sustitución también lo hacen los picos de la portlandita, tomando en consideración el comportamiento de la conductividad y potencial zeta de los ACT-TER-GST-1 000° C, estos tuvieron un decremento en los valores que está asociado a la precipitación de los iones Ca^{2+} en forma de cristales de CH, dato que se corrobora con la presencia de esta fase.

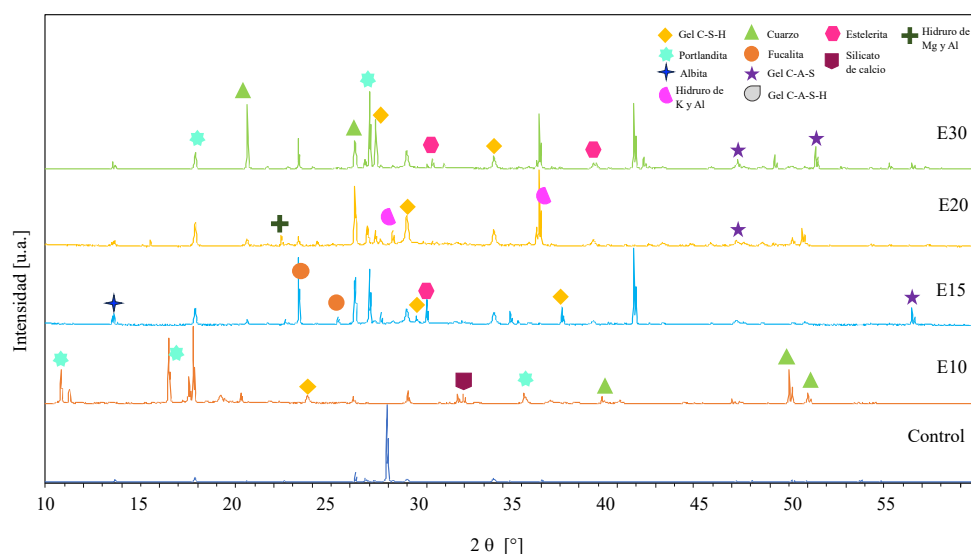


Fig. 4.35 Difractogramas de morteros control y experimentales sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C E10, E15, E20 y E30, curados por 28 días.

Como se mencionó en el apartado de ÍAR, los morteros experimentales E10 y E15 son los que alcanzaron el valor normado superior al 75 %, por lo que únicamente estos morteros se analizaron por DRX. Los resultados obtenidos de los análisis por DRX de los morteros sustituidos con ACT-MEC-GST-1 000° C E10 se muestran en la Fig. 4.36. El mortero control muestra las fases CH (PDF 01-078-0315), gel C-S-H (PDF 04-012-1760) y albita (PDF 01-076-0926). A medida que los días de curado se incrementan se observa la aparición de nuevas fases cristalinas. Para los morteros con 28 y 90 días de curado es posible observar el incremento en el número de picos del gel C-S-H y CH, lo cual puede cotejarse con las imágenes de microscopía en las cuales se observa una gran cantidad de dicho gel amorfo, así como de placas de CH. Además de incrementar la cantidad de picos difractados se observa

la presencia de nuevas fases como la del silico aluminato de calcio C-A-S (PDF 04-011-1271), la fucalita (PDF 00-029-0308) y la estelerita (PDF 04-014-1867).

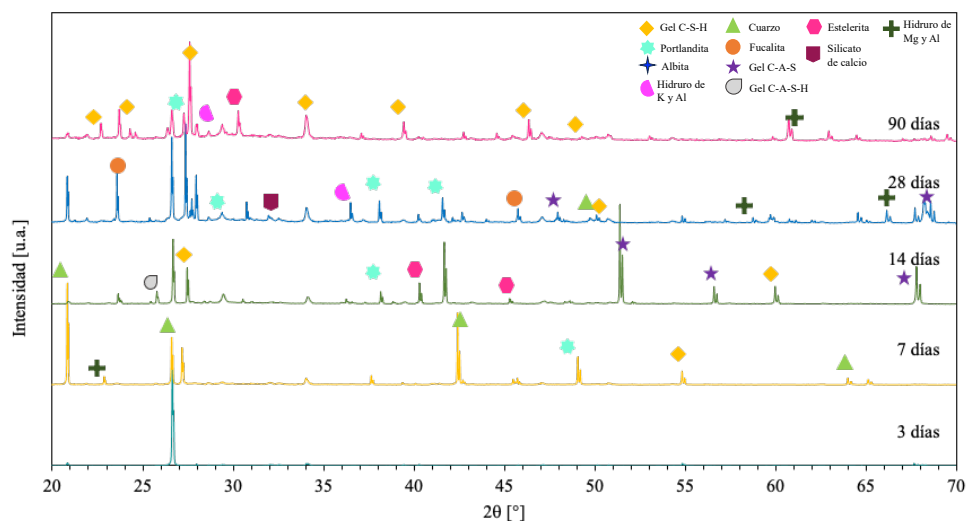


Fig. 4.36 Difractogramas de morteros con ACT-MEC-GST-140 min E10 a diferentes días de curado.

Los resultados obtenidos al efectuar el análisis por DRX en el mortero control y en los morteros experimentales sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min E10, curados a diferentes días se muestran en la Fig. 4.37. En el patrón de 3 días se observan picos de cuarzo principalmente, así como fases de gel C-S-H. El patrón a 7 días difracta fases que corresponden al gen C-S-H, se observan también fases de fucalita, silicato de calcio y albita, la albita se forma normalmente en cristales bien conformados, implantados o maclados, de hábito tabular o alargado. A los 14 días de curado, se observa la aparición de varios picos de gel C-A-S así como una fase del gel C-A-S-H, además, entre los ángulos 25 a 35° se observa un domo difuso. A los 28 días se observan fases de gel C-S-H, fases de estelerita, así como la presencia de hidruros. A los 90 días de curado se nota el cambio más evidente en el patrón, se observa la formación de un domo difuso de 20 a 30° principalmente, y otro de 35 a 45°, estos domos se asocian a una estructura amorfa asociada a las fases del gel C-S-H. Además de estos elementos, se aprecian diversos picos de fases del gel C-A-S, la suma de estas características se relacionan con el alto incremento de resistencia a la compresión que mostraron los morteros curados por 90 días.

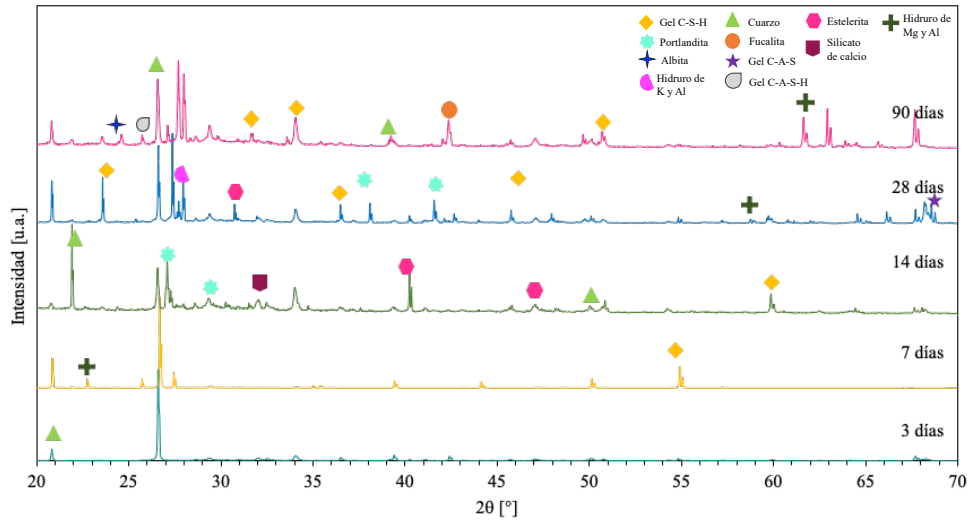


Fig. 4.37 Difractogramas de morteros con ACT-MEC-GST-140 min E15, a diferentes días de curado.

Con respecto a los análisis efectuados por DRX al mortero control y a los morteros sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C E10, los resultados se presentan en la Fig. 4.38. El primer difractograma de morteros curados por 3 días muestra la formación de dos fases, que corresponden al cuarzo. A los 14, 28 y 90 días de curado se observa la aparición de diversas fases como Portlandita o CH, Estelerita, Gel C-S-H, Gel C-A-S, así como fases de hidruros de Mg y Al. La presencia de geles C-A-S-H, es más frecuente en los procesos de geopolimerización o de cementos activados alcalinamente, se ha reportado que su microestructura tridimensional es semejante a las zeolitas naturales, lo que favorece el incremento de las resistencias, sobre todo a los 90 días de curado [219,220].

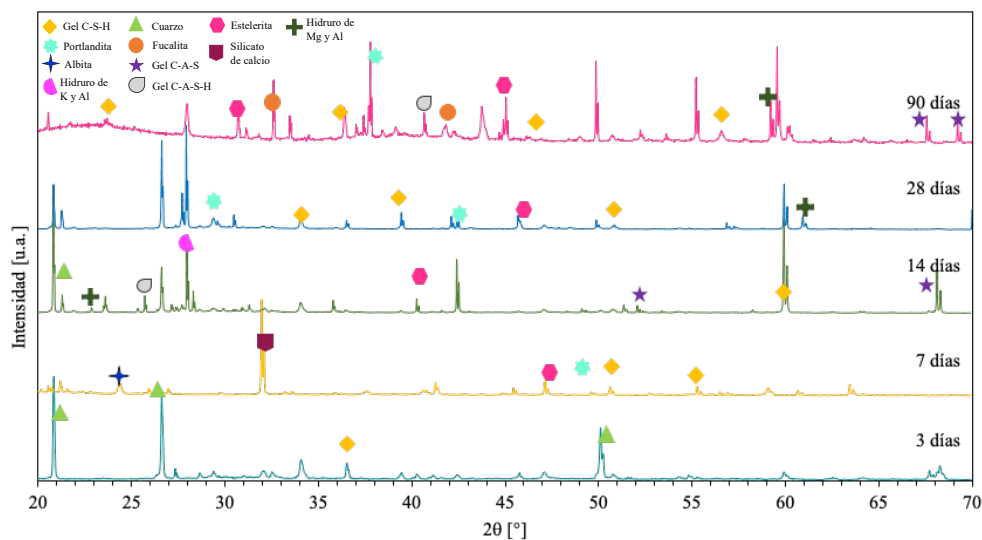


Fig. 4.38 Difractogramas de morteros con ACT-TER-GST-1 000° C E10 a diferentes días de curado.

Con respecto a los resultados obtenidos por medio del análisis DRX efectuados al mortero control y a los morteros E15 sustituidos con ACT-TER-GST-1 000° C, los difractogramas se muestran en la Fig. 4.39. El primer difractograma de arriba abajo que corresponde al mortero experimental de 3 días de curado, presenta un pico correspondiente a la fase de fucalita y uno de cuarzo. El patrón de 7 días de curado, tiene un incremento de picos correspondientes a otras fases, incluyendo estelerita y CH, además de 20 a 25°, nuevamente se observa la aparición de un domo difuso asociado a una estructura amorfa. Posteriormente, a los 14 días se observan los picos correspondientes a las fases del gel C-A-S y C-S-H, que se encargan de aportar resistencias. A los 28 días de curado, se hacen más evidentes dos picos de este mismo gel, así como la presencia de hidruros. Finalmente a los 90 días de curado de 25 a 30° se observa nuevamente un domo difuso y un patrón que denota la formación de una estructura amorfa.

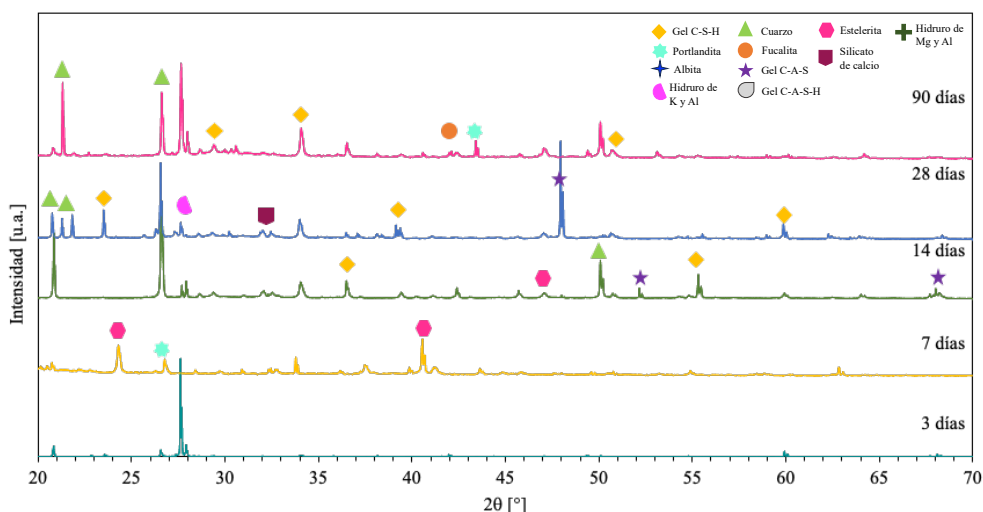


Fig. 4.39 Difractogramas de morteros con ACT-TER-GST-1 000° C E15 a diferentes días de curado.

4.5.3 Análisis Termogravimétrico

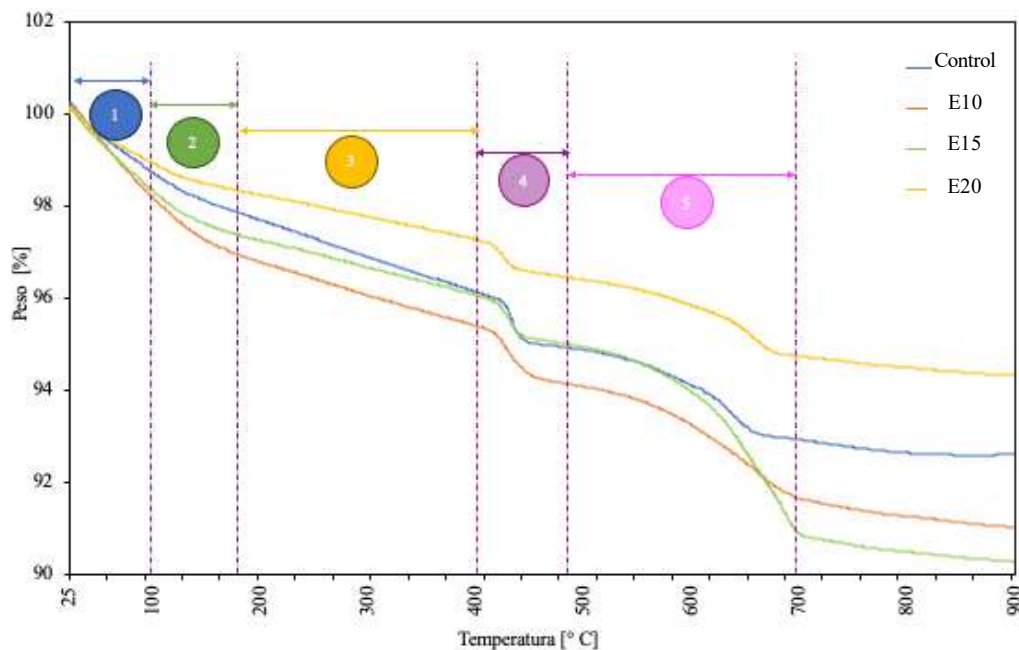
Las técnicas de análisis térmico como termogravimetría TG, calorimetría de barrido diferencial DSC, Análisis Térmico Diferencial DTA, son empleadas para evaluar el proceso de hidratación del cemento. Estas técnicas permiten identificar los efectos de desechos, aditivos o materiales puzolánicos en las diferentes etapas de hidratación del CP. Utilizando los datos de las curvas TG (muchas veces complementada con el análisis de la derivada de termogravimetría DTG), es posible identificar las temperaturas en las que ocurren los cambios en función de la temperatura y obtener información cuantitativa sobre las principales fases hidratadas del cemento. Diferentes autores han descrito el comportamiento de estas curvas y su relación directa con la presencia de ciertas fases de hidratación.

Las curvas características de análisis TG para cementos se manifiestan en cinco rangos principales de temperatura, según diferentes reacciones [221–223].

- ~ 25 a 100-123° C. Deshidratación del agua de los poros.
- ~ 123 a 345-420° C. Deshidratación de hidratos de silicato de calcio (Gel C-S-H o tobermorita).
- ~ 345 a 427° C. Pérdida de peso debido a la deshidratación de parte de los hidratos de silicato (Pérdida total de agua combinada*).
- ~ 427 a 475-500° C. Deshidroxilación de hidróxido de calcio (CaOH_2) o CH.
- ~ 475-500 a 711° C. Descarbonatación de carbonato de calcio CaCO_3 .

El análisis TG se llevó a cabo en las muestras con mejor desempeño mecánico de los morteros, es decir, la muestra control y las muestras E10, E15 y E20 con ACT-MEC-GST-140 min y AC-TER-GST-1 000° C.

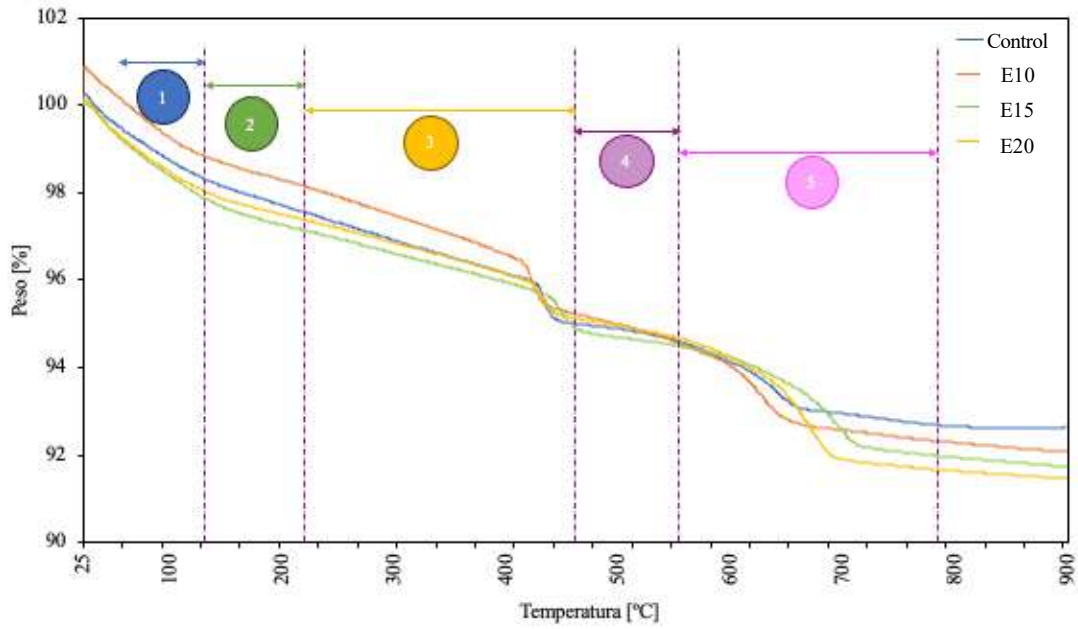
La gráfica y tabla de la Fig. 4.40 muestran el análisis termogravimétrico efectuado en las muestras de morteros con ACT-MEC-GST-140 min. La primera pérdida significativa ocurre a partir de los ± 80 °C y hasta los ± 120 °C, indicado en la Fig. con el número 1, la diferencia entre el mortero E10 y el E20 es de 0.322 % menor en el E20, es decir, existe una mayor cantidad de productos de etringita y tobermorita de acuerdo con el análisis del comportamiento de las curvas presentado con anterioridad. A partir de los ± 430 ° C y hasta los 500° C rango asociado a la deshidroxilación de CH principalmente, existe una variación de 0.621 %, siendo menor para el mortero E20. En cuanto al último rango hasta los 690° C existe una diferencia de 0.198 % mayor para los morteros E20, asociada a la presencia de carbonato de calcio en los jales.



	Rango de temperatura (°C)	Pérdida de masa (%)
Control	89 a 127	1.13
	430 a 437	0.82
	664 a 660	0.540
E10	105 a 132	0.39
	409 a 428	1.45
	618 a 633	1.39
E15	101 a 134	0.294
	421 a 440	1.28
	662 a 691	1.1
E20	110 a 127	0.19
	411 a 429	0.83
	637 a 682	1.67

Fig. 4.40 Curvas del análisis TGA y tabla de pérdida de masa (%) de los morteros ACT–MEC–GST–140 min .

Finalmente, la Fig. 4.41 muestra las curvas de los morteros con ACT–TER–GST–1 000° C. Hasta los $\pm 135^{\circ}$ C existe una pérdida de masa similar tanto del E10, E20 y E30, lo que indica una formación similar de fases C–S–H y etringita. En el segundo rango de hasta 440° C la pérdida de masa disminuye hasta en un 0.16 % en el E20 en comparación con el control. Finalmente, en el rango de hasta 700° C la pérdida de masa es 0.051 % mayor en el E20, concluyendo que es mayor por el contenido de jales, sin embargo, es menor que en los morteros con ACT–MEC–GST–140 min debido al proceso térmico al que fueron sometidos, siendo este el responsable de la descarbonatación de cierta parte de la calcita.



	Rango de temperatura (°C)	Pérdida de masa (%)
Control	90 a 128	1.13
	430 a 437	0.82
	644 a 660	0.535
E10	99 a 122	0.813
	418 a 424	0.90
	630 a 648	0.71
E15	104 a 135	0.84
	433 a 442	0.85
	690 a 704	0.61
E20	99 a 130	0.88
	426 a 434	0.74
	675 a 690	0.76

Fig. 4.41 Curvas del análisis TGA y tabla de pérdida de masa (%) de los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C.

4.5.4 Análisis Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)

De acuerdo con los resultados obtenidos del análisis por FT-IR de los PT-GST y de los morteros E15 sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C y curados por 3 y 28 días, así como del PT-GST se presenta la Fig. 4.42. El espectro identificado con el número 1 corresponde a la muestra de mortero control. En este espectro se observa una banda con poca intensidad en la región de 3 200 a 3 600 cm^{-1} , la banda está atribuida al enlace -OH del agua quimisorbida o estructural, y puede deberse la presencia de CH, principalmente [69]. Otra banda que se observa es en la región de 420 cm^{-1} y 690 cm^{-1} son atribuibles a vibraciones de flexión Si-O-Si y estiramiento simétrico, este tipo de estiramiento corresponden a las fases silíceas de los productos de hidratación, detectados por los análisis MEB y DRX [67]. Por otro lado, los espectros identificados con los números 2 y 3, corresponden a los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C a los 28 y 3 días de curado. La presencia de CH fue confirmada por la presencia de una banda alrededor de 3 640 cm^{-1} atribuida a vibraciones de estiramiento asimétrico del grupo O-H. Los picos que están principalmente alrededor de 1087 y 797 cm^{-1} , están relacionados con la vibración de estiramiento asimétrica y simétrica de Si-O, respectivamente. Según García-Lodeiro y col. [224] las bandas a 1 429 y 952-996 cm^{-1} (Si-O) y 960-970 cm^{-1} (Si-O-Si) son características de los geles C-A-S-H y C-S-H, respectivamente. Por otro lado, aquellos entre 1600 cm^{-1} y 1 650 cm^{-1} están asociados con flexión O-H. Los picos con número de onda en 1 429 y 996 cm^{-1} son las bandas espectrales características del gel C-A-S-H. Finalmente, los espectros identificados con los números 4 y 5 corresponden a los morteros con ACT-MEC-GST-140 min a los 3 y 28 días de curado. Los picos de transmisión observados entre 3 700 y 3 400 cm^{-1} podrían atribuirse al grupo -OH del agua o de las fases CH presentes en los morteros y que por el análisis MEB se observó la presencia de placas hexagonales de CH. Este último espectro que corresponde a los 28 días de curado y sustituido con ACT-MEC-GST es el que presentó un mejor desempeño mecánico, y como se observa la intensidad de las bandas es más evidente, concluyendo que hay una mayor conformación geles C-S-H.

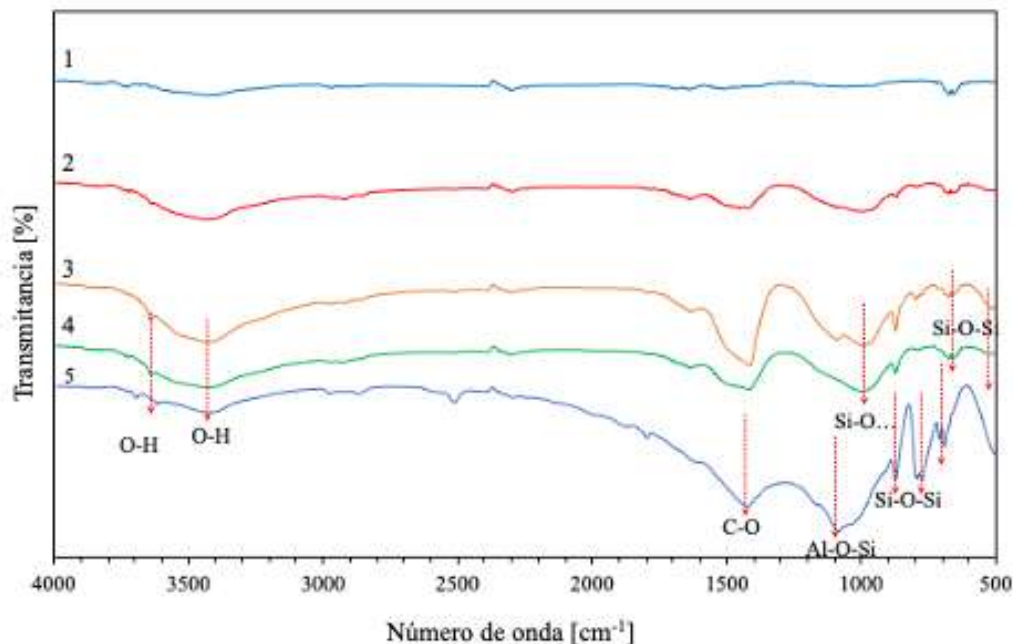


Fig. 4.42 FT-IR de mortero control y morteros con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C, a 3 y 28 días de curado.

4.5.5 Lixiviación de elementos potencialmente tóxicos

De acuerdo con los resultados obtenidos en el análisis de lixiviación de EPT en los morteros experimentales sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000°C curados por 3 y 28 días y sometidos a lixiviación en agua subterránea, las concentraciones se muestran en la Tabla 4.8. Se observa que la lixiviación del Cd, se presenta en una concentración igual tanto para los morteros con ACT-MEC-GST-140 min como ACT-TER-GST-1 000° C a los 3 y 28 días de curado, estas concentraciones no superan 1 ppm. La lixiviación del Au es más importante en los morteros con ACT-MEC-GST-140 min curados por 3 días, sin embargo, a los 28 días, la concentración es igual a la de los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C, las concentraciones en ninguno de los casos llegan a 0.1 ppm. Con respecto a la concentración de Ag, los valores fueron cero. Finalmente, para As que es el elemento con mayor presencia en los jales, su concentración fue la más alta, siendo de 4.14 ppm en morteros con ACT-MEC-GST-140 min a los 3 días de curado, para los morteros con ACT-MEC-GST-140 min curados a 28 días y para los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C curados por 3 y 28 días el valor no superó las 4 ppm. Por un lado, se ha determinado

que los metales pesados y otros elementos contaminantes pueden adsorberse en la superficie de la calcita e incorporarse en su estructura cristalina. Además, las características de la matriz del cemento, lo hacen un aglutinante que permite la formación de sólidos monolíticos que presentan baja permeabilidad evitando así la migración de los metales pesados, así como favoreciendo la transformación de los EPT en fases químicamente insolubles y estables. La concentración de Cd especificada en una investigación es de 5 ppm, para el As es de 739 ppm y Ag 5 ppm [144].

Tabla 4.8 Concentración de EPT en morteros lixiviados con agua subterránea.

Concentración de EPT [ppm]					
		Cd	Au	Ag	As
PT-GST		2	0.116	0.454	739
ACT-MEC-GST-140 min	28 días	0.50	0.018	0	3.14
	3 días	0.50	0.058	0	4.14
ACT-TER-GST-1 000° C	28 días	0.50	0.018	0	3.89
	3 días	0.50	0.0194	0	3.64

Con respecto al análisis de la determinación de EPT detectados por absorción atómica en los morteros experimentales sustituidos con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C, curados por 3 y 28 días y lixiviados en agua marina, los resultados se presentan en la Tabla 4.9. Se observa que la concentración del Cd lixiviado en los morteros con ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C curados a los 3 días de curado es de 1.10 ppm, sin embargo, a los 28 días de curado ya es igual a la detectada con agua submarina (0.50 ppm), ambos valores son despreciables ya que de acuerdo con la normatividad no se consideran datos de alarma. En cuanto al Au, la concentración más alta detectada fue en la del mortero experimental con ACT-MEC-GST-140 min y curado por 28 días, concentración que fue igual a 3.8 ppm, las otras concentraciones no superan las 2 ppm. De igual manera, el Ag tienen una concentración de 0. Dado que la concentración de Ag es cero bajo ambas condiciones de lixiviación y aún con el estudio de FRX no se detectó, el material a pesar de ser desecho de mineral de oro y plata, no presenta cantidades significativas después de su recuperación. Finalmente, la concentración de As detectada en los morteros con ACT-MEC-

GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C, fue despreciable tanto a los 3 como a los 28 días de curado.

Tabla 4.9 Concentración de EPT en morteros lixiviados con agua marina.

Concentración de EPT [ppm]					
Morteros		Cd	Au	Ag	As
PT-GST		2	0.116	0.454	739
ACT-MEC-GST-140 min	28 días	0.50	0.38	0	4.39
	3 días	1.10	1.54	0	3.69
ACT-TER-GST-1 000° C	28 días	0.50	1.8	0	4.14
	3 días	1.10	1.8	0	4.89

De los análisis efectuados por MEB y mapeo químico para detectar la presencia de EPT en las pastas cementantes, se presentan las micrografías en la Fig. 4.43, que corresponden a la matriz cementante de morteros con ACT-MEC-GST-140 min curados a 7 y a 90 días. La Fig. 4.43a corresponde al mortero curado por 7 días, el mapeo químico indica la presencia de Cd y As en las estructuras hidratadas del gel del mortero, que como se ha demostrado en diversas investigaciones, la matriz inmoviliza estos metales. Por otro lado, la Fig. 4.43b representa a los morteros a 90 días de curado, se observa el mapeo químico de los mismos elementos, con una presencia más marcada. En la literatura se han definido los términos de estabilización y solidificación como estrategias para minimizar la liberación de metales pesados y elementos tóxicos de los residuos a la naturaleza [225]. Por un lado, la estabilización se entiende como un proceso que permite convertir un residuo tóxico a una forma física y químicamente más estable, es decir, altera químicamente los residuos peligrosos para producir una forma menos tóxica o menos móvil, lo que implica una serie de reacciones químicas entre los residuos y el agente aglutinante [226]. En comparación, la solidificación convierte residuos líquidos, lodos semisólidos o polvos en formas monolíticas o materiales granulares que permiten una manipulación y transporte relativamente fácil a los vertederos, este proceso no implica necesariamente que hayan ocurrido transformaciones químicas [227].

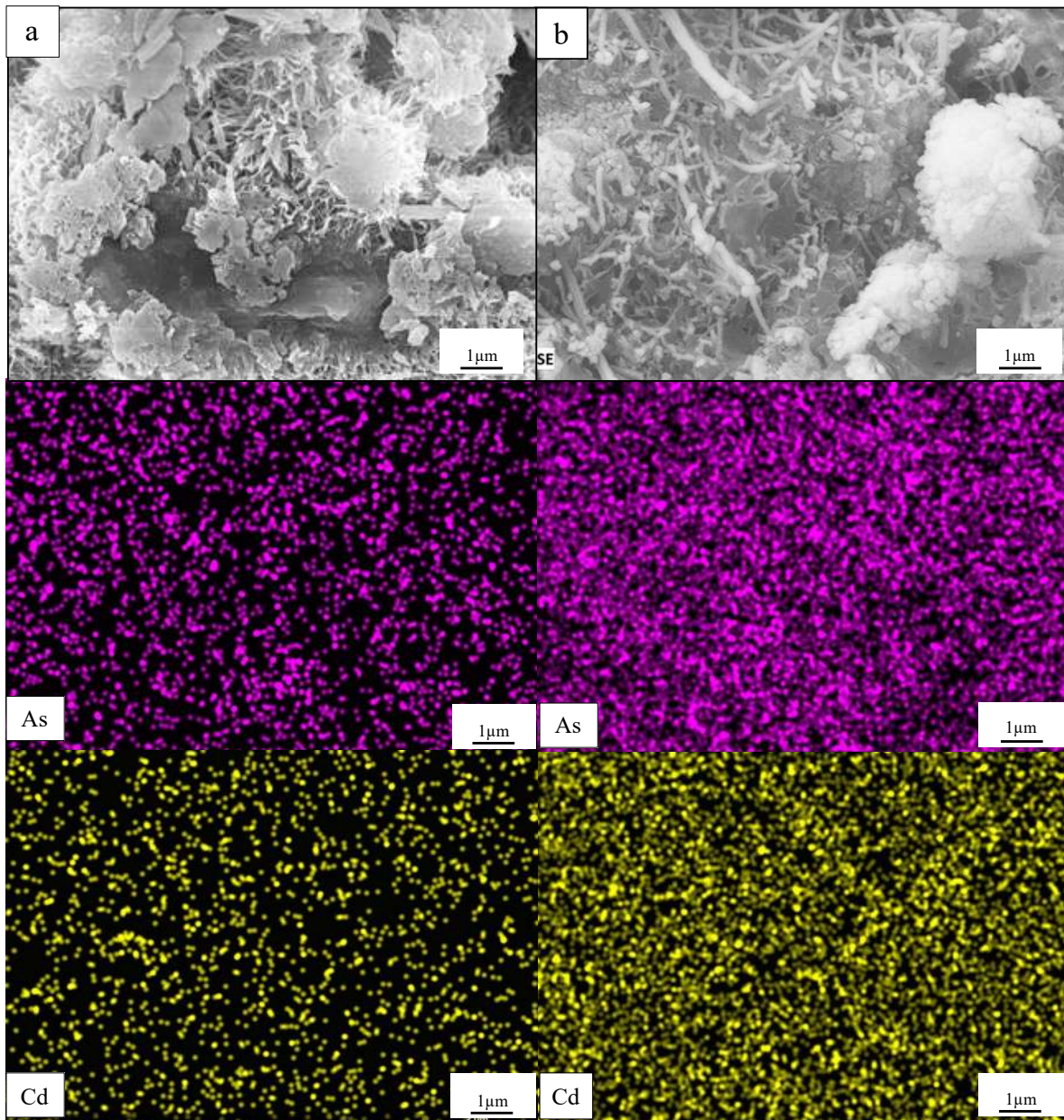


Fig. 4.43 Micrografía y mapeo químico elemental de Cd y As de los morteros con ACT-MEC-GST-140 min **a** 3 días de curado y **b** 90 días de curado.

4.6 Determinación de las propiedades en estado fresco

4.6.1 Determinación de la consistencia normal y tiempo de fraguado

La Fig. 4.42 muestra las lecturas obtenidas por el aparato de Vicat en las pastas de cemento a partir de una relación a/c 0.33 empleada en la muestra de control. Como se observa, los morteros con el 10 % de sustitución por ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C marcaron lecturas dentro del rango especificado (10 ± 1 mm), obteniendo, por lo tanto, una consistencia normal igual a la de la pasta control (32 %). Sin embargo, para las sustituciones del 15 % en ambos casos de activación, las lecturas estuvieron por debajo de lo establecido, es decir, hubo un incremento en la demanda de agua a medida que aumentaba el nivel de reemplazo porcentual de ACT-GST. Por lo anterior, se ajustó la relación a/c hasta obtener la lectura apropiada. Con estos ajustes en la relación a/c el porcentaje de consistencia normal aumentó a 34 % para la las mezclas con ACT-MEC-GST-140 min y a 35 % para la pasta con ACT-TER-GST-1 000° C. Estos resultados son comparables por los obtenidos por Niragi Dave y col. [228], quienes obtuvieron consistencias del 32 al 38 % con hasta un 20 % de reemplazo. Se deduce que la finura de los ACT-GST es el principal factor que modifica este requerimiento de agua, pues al ser la partícula más fina absorberá más cantidad de agua, propiciando con ello una pasta con una consistencia menos plástica o fluida como se ha reportado con anterioridad [229]. Las partículas de ACT-MEC-GST-140 min presentaron una mayor reducción en el tamaño de partícula, que dio como resultado un mayor requerimiento de agua a mayor sustitución de jales en ambas condiciones de activación.

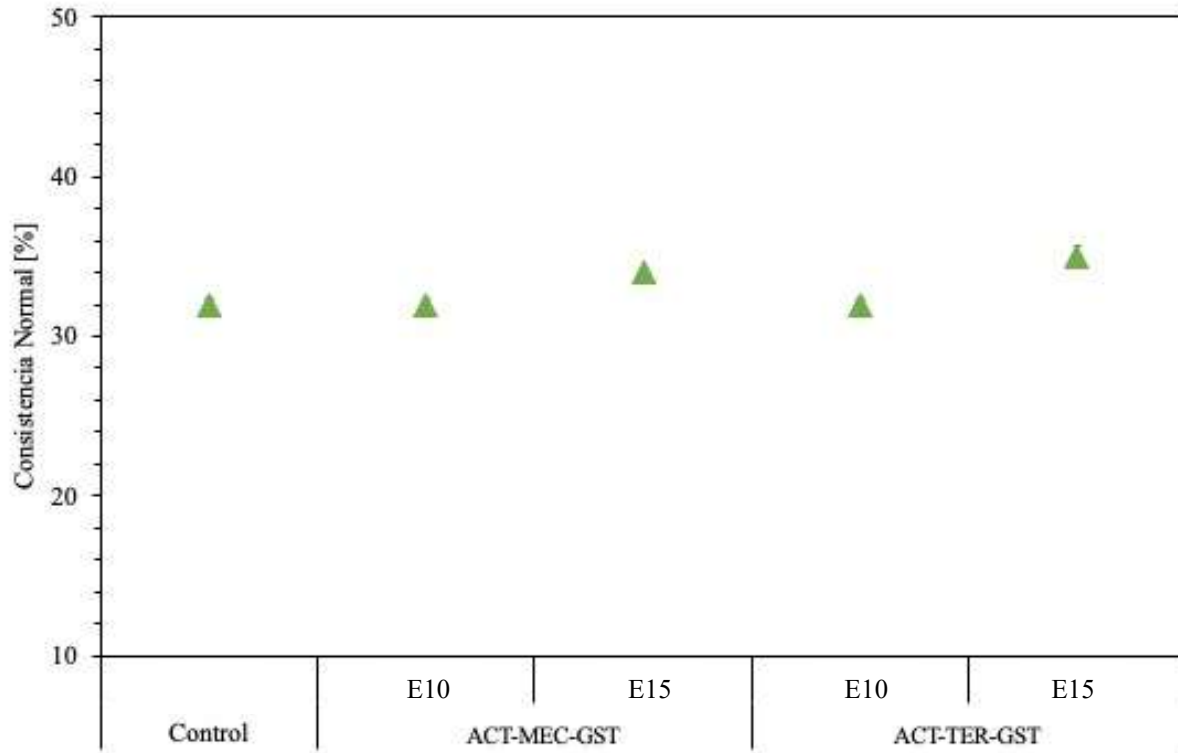


Fig. 4.44 Consistencia normal de mortero control morteros con ACT-MEC-GST E10 y E15 y morteros con ACT-TER-GST E10 y E15.

Derivado de la prueba de consistencia en las pastas de cemento se evaluaron los tiempos de fraguado inicial y final. El tiempo de fraguado se refiere al lapso de tiempo en el cual la pasta de cemento pasa de estado plástico a un estado que ha endurecido una vez que ha entrado en contacto con el agua [26]. Este proceso de fraguado se divide arbitrariamente en dos etapas, tiempo de fraguado inicial y tiempo de fraguado final, dependiendo de la resistencia a la penetración de una aguja (aguja de Gillmore). Tecnológicamente hablando, antes del tiempo de fraguado inicial, todavía es posible remover el material y volver a mezclarlo sin dañarlo. La revibración posterior llega a ser favorable, sin embargo, a medida que continúan las reacciones entre el cemento y el agua, la masa pierde su plasticidad. En el momento del fraguado final, el material ha tomado una consistencia rígida y se fractura en lugar de fluir a medida que se aplica una tensión creciente. Los principales factores que afectan el tiempo de fraguado son la composición del cemento, la relación a/c, la temperatura y los aditivos [27]. Cuando el cemento se hidrata más rápido, se reduce el tiempo de fraguado. Los aumentos en la relación a/c dan como resultado un mayor tiempo de fraguado. Además, el tiempo de

fraguado disminuye a medida que aumenta la temperatura. Las mezclas pueden aumentar o disminuir el tiempo de fraguado según el tipo de cemento utilizado. La norma ASTM C 150-02 [74] establece que para un cemento Portland el tiempo de fraguado inicial debe ser mínimo 60 min y un tiempo de fraguado máximo de 600 min. En el caso de cementos compuestos, la norma ASTM C 595-03 [230] establece un tiempo de fraguado inicial mínimo de 45 min y un tiempo de fraguado final máximo de 420 min. De acuerdo con la Fig. 4.45 se puede apreciar que el tiempo de fraguado inicial tiene un valor de 63 min y un tiempo de fraguado final de 507 min en la pasta control, los cuales se encuentran dentro de los máximos y mínimos establecidos en la norma para un cemento Portland. En ambos casos de sustitución el tiempo de fraguado inicial disminuye a medida que el porcentaje de sustitución aumenta: 18 min para la mezcla con ACT-MEC-GST-140 min y 16 min para ACT-TER-GST-1 000° C. Siendo mayores los tiempos en las pastas con ACT-TER-GST-1 000° C. Este comportamiento se asocia directamente al tamaño de partícula, pues a menor tamaño de partícula más rápida será la reacción de hidratación como ocurrió en los morteros con ACT-MEC-GST-140 min. Para los tiempos de fraguado final, las cuatro mezclas se encuentran dentro del máximo establecido. Para la mezcla con ACT-MEC-GST-140 min el tiempo aumenta en 38 min mientras que para el tiempo final incrementa en 34 min. A excepción del mortero ACT-MEC-GST-140 min-E15, el resto de las pastas se encuentran sobre el tiempo mínimo de fraguado inicial establecido en la norma, mientras que para los tiempos de fraguado final todas las muestras se encuentran dentro del tiempo máximo fijado. El comportamiento del tiempo de fraguado final en las pastas puede estar relacionado a la reactividad de las partículas, pues una vez que se han hidratado en la superficie (área con mayor reactividad) la reacción se ralentiza debido a la matriz cristalina del material suplente. En general, cuanto más fino sea el cemento o el SCM y mayor sea el nivel de cal libre el tiempo de fraguado será más corto [231].

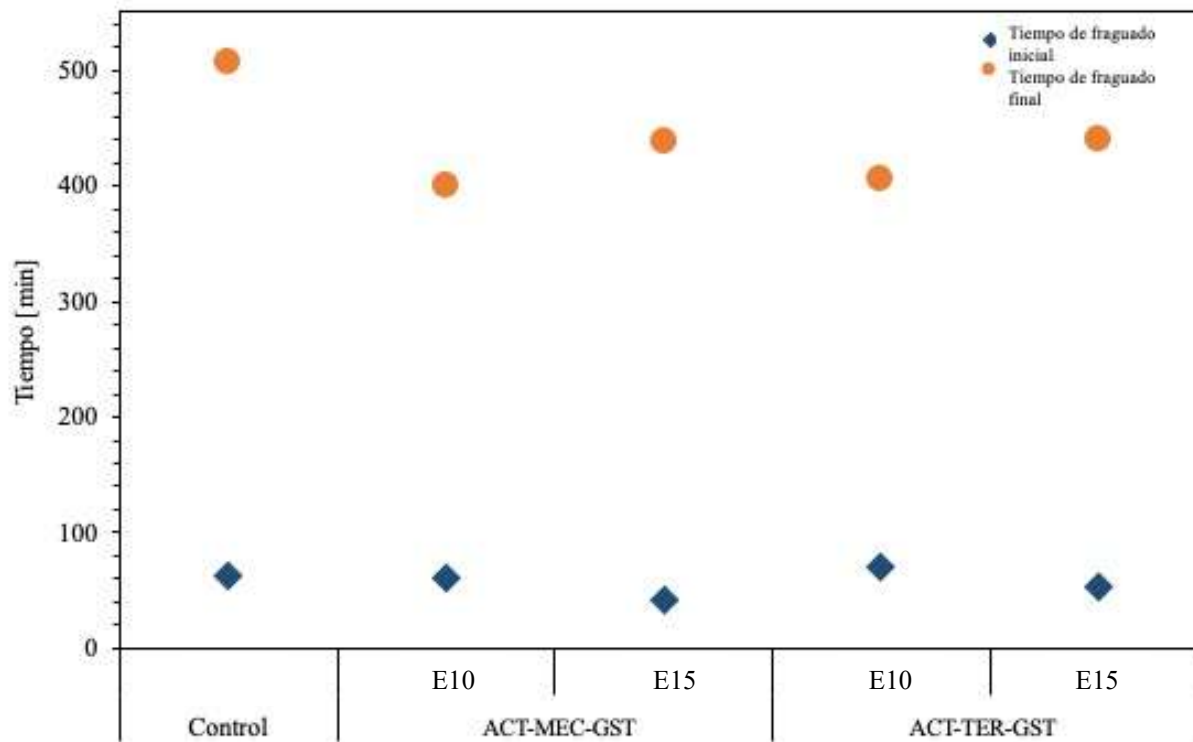


Fig. 4.45 Tiempos de fraguado inicial y final de mortero control y morteros experimentales con ACT-MEC-GST-140 min E10 y E15 y morteros con ACT-TER-GST E10 y E15.

4.6.2 Determinación de la fluidez

La fluidez inicial es una propiedad medida en el laboratorio, e indica el porcentaje de incremento del diámetro de la base de un cono de mortero truncado, cuando es puesto en una mesa de fluidez, mecánicamente levantado 12.70 mm y soltado 25 veces en 15 segundos. Comúnmente se asocia a la fluidez con la trabajabilidad de los morteros. La trabajabilidad está determinada por la distribución del tamaño y la forma de las partículas constituyentes y su densidad de empaquetamiento resultante. Algunos de los factores que influyen en la fluidez de los morteros es la finura del material. A medida que el tamaño de partícula disminuye y el área superficial específica incrementa, el requerimiento de agua es mayor, como se pudo observar en la determinación de consistencia normal. Con anterioridad se ha estudiado el comportamiento reológico de morteros con diferentes materiales cementantes (ceniza volante, escorias, ceniza de cáscara de arroz, etc.) demostrando que a mayor grado de sustitución de cemento por el material cementante, la fluidez disminuye [232,233].

La Fig. 4.46 muestra el comportamiento de la lectura promedio de fluidez efectuada en los diferentes morteros. Se observa que la fluidez va disminuyendo a medida que aumenta el grado porcentual de sustitución de cemento por jales, debido a que el tamaño de partícula es más pequeño, aumentando con ello el área superficial y con ello incrementando el requerimiento de agua para lograr una fluidez similar a la del mortero control ($100 \pm 5\text{mm}$). También se observa que los morteros con ACT-TER-GST-1 000° C presentan una menor fluidez, lo anterior se relaciona con el tratamiento térmico del material, el cual permitió la pérdida del agua tanto de los poros como del agua estructural, lo que conlleva a un incremento en la solicitud del agua.

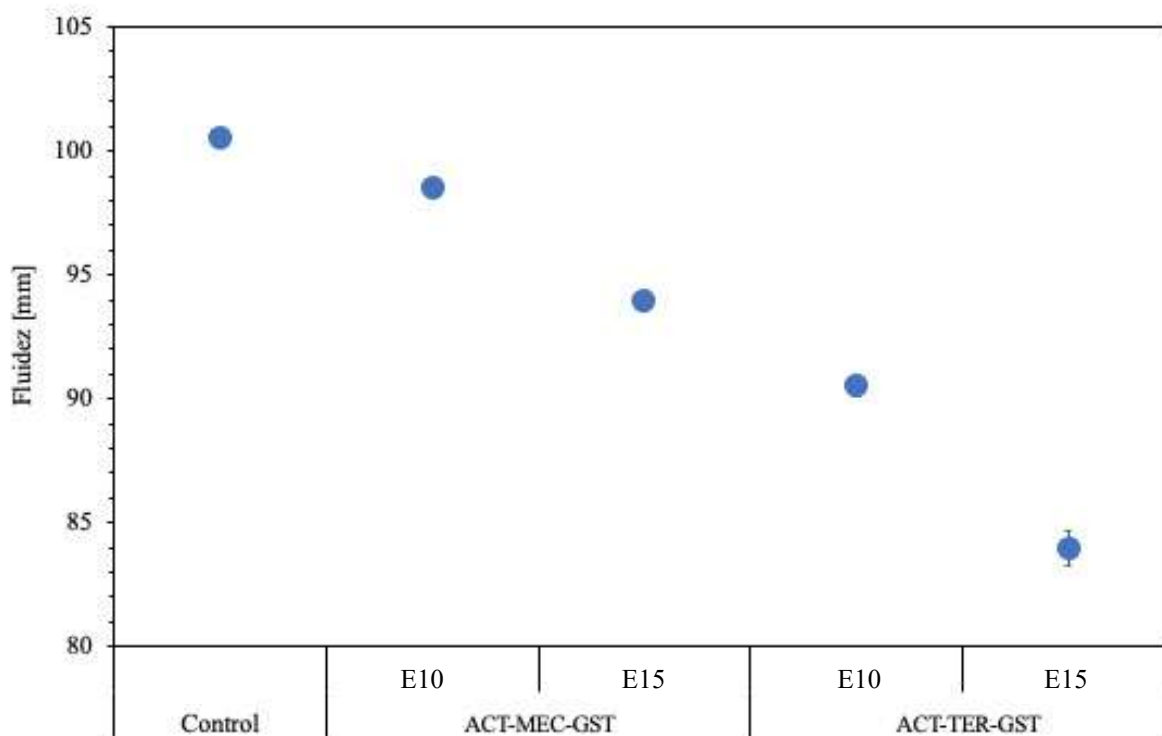


Fig. 4.46 Fluidez de mortero control y de morteros experimentales con ACT-MEC-GST-140 min, E10 y E15 y mortero con ACT-TER-GST-1 000° C E10 y E15.

4.6.3 Análisis de la liberación de CO₂ en la sustitución de jales activados térmicamente por cemento

En un trabajo realizado en 2013 por Keun Yang [234] se evaluó la efectividad del empleo de materiales cementantes como escoria granulada de alto horno, ceniza volante y humo de sílice para disminuir las emisiones de CO₂. Se estudió de manera ardua en una base de datos, el ciclo de vida completo de la producción de cemento, desde la obtención del material de

partida hasta la pre construcción incluyendo aspectos como transporte y etapas de producción. Con lo anterior se determinó que con porcentajes de sustitución de entre el 15 y 20 % de cemento por SCM, se logran disminuir de manera intensa las emisiones de CO₂. De acuerdo con Johansson y col. [235] la sustitución del cemento por sí sola podría conducir a una disminución del 42 % de la huella de carbono de la producción de cemento hasta 2050, y si se utiliza en combinación con otras tecnologías, como la eficiencia mejorada de los hornos y combustibles alternativos, se podría alcanzar una reducción total del 88 % para el 2050.

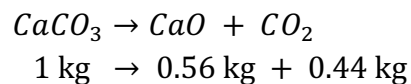
En el presente estudio se determinó una cantidad aproximada de emisiones de CO₂ por el proceso de activación térmica de una tonelada de jales comparado con el proceso de clinkerización para la producción de cemento, teniendo lo siguiente:

El cemento Portland Ordinario Blanco se compone de la siguiente manera:

$$\text{Cemento Portland Ordinario (CPO)} = 95 \% \text{ Clínker} + 5 \% \text{ sulfato de calcio}$$

De acuerdo con el análisis realizado por FRX, 1 000 g de jales contienen 27 g de óxido de calcio, sin embargo, en los patrones de difracción este compuesto se encuentra en forma de carbonato de calcio únicamente, por lo que del 100 % del material, el 27 % correspondería al compuesto CaCO₃.

En la producción de CPO la liberación de CO₂ se da principalmente en el proceso de descarbonatación del CaCO₃, dicho proceso se presenta en temperaturas superiores a los 900° C y se representa en la siguiente reacción:



De las ecuaciones anteriores se estima que la producción de una tonelada de clínker libera 560 kg de CO₂ a la atmósfera. Por otro lado, en el proceso de activación térmica de los PT-GST a 1 000° C se ha estimado lo siguiente:

$$1 \text{ 000 kg de jal} = 270 \text{ kgs de CaCO}_3$$

$$1 \text{ kg de } CaCO_3 = 0.44 \text{ Kg de } CO_2$$

$$270 \text{ kg de } CaCO_3 = 119 \text{ kg de } CO_2$$

Dada la composición química de los jales, en la calcinación de una tonelada de GST se liberan 119 Kg de CO₂. Por consiguiente, en la elaboración de un CPC con 10 % de sustitución de ACT–GST por CPO se reduce la liberación de CO₂ de 461.9 kg a 500 kg. En la elaboración de un CPC con 15 % de sustitución de ACT–GST por CPO se reduce la liberación de CO₂ de 442.85 kg a 500 kg. En 2018, México generó 41 millones de toneladas de cemento, considerando que por tonelada de cemento se liberan aproximadamente 1 tonelada de CO₂ a la atmósfera. De lo anterior se deduce que, tan sólo por la producción de cemento, en 2018 fueron liberadas 41 millones de toneladas de CO₂ a la atmósfera a nivel nacional. De acuerdo con la estimación anterior, la sustitución parcial de cemento por jales en un 10% supondría la reducción de la cantidad de CO₂ en un 8 %. Mientras que el 15 % de sustitución supondría una reducción del 12 % de las emisiones de gas de efecto invernadero. De lo anterior se demuestra que a medida que el nivel de reemplazo del material aumenta, la cantidad de emisiones de dióxido de carbono se reducen de manera favorable. En un estudio [107] sobre la estimación de la reducción de emisiones de CO₂ al sustituir cemento por jales de oro, determinaron que con una sustitución parcial del 30 % de jales por cemento se alcanzaría la reducción de hasta el 22 % de las emisiones de CO₂. Por otro lado, en el proceso de activación mecánica, al no existir un proceso de descarbonatación, las emisiones de CO₂ serían nulas y el reemplazo parcial del 10 y 15 % de cemento supondría la reducción de las emisiones sería en un 10 y 15 %, respectivamente.

4.6.4 Uso de energía en la activación de jales

Para valorar el gasto energético requerido para los procesos de activación, se estimó la energía requerida para activar mecánica y térmicamente -a nivel laboratorio- 1 kg de jal. El horno empleado para la activación de 1 kg de jal requirió un tiempo de 2 h 10 min. El consumo energético del horno es equivalente a 3 kw/ h, lo que da un total de 6.5 kw consumidos para activar térmicamente el material. El molino de bolas planetario requiere una

potencia de accionamiento de 0.750 kw, mientras que tiene un consumo energético de 2.7 kw/h, por lo que para activar 1 kg de jal por 140 minutos (considerando las pausas) se genera un consumo energético de 115 kw. De lo anterior, energéticamente hablando, la activación térmica, a nivel laboratorio, resulta más viable que la activación mecánica ya que el consumo energético es 11 veces menor. Es de considerarse además, que a pesar de que el tratamiento térmico genera la liberación de CO₂, en comparación con la liberación de CO₂ por elaboración de clínker, ésta resulta menor, por lo que de cierta forma se traduce en un impacto positivo al reemplazarse. A pesar de que este análisis se hace de manera general y resulta poco factible trasladarlo a una escala piloto o industrial, es una pauta para valorar el impacto ambiental y beneficio sustentable que implica la utilización de jales como material cementante, que como se ha estudiado con anterioridad, al satisfacer la resistencia deseada y cumplir con las propiedades ingenieriles esperadas en un cemento compuesto, es un parteaguas para considerarlo como un material prometedor para sustituir el cemento Portland ordinario.

Capítulo 5 CONCLUSIONES

5.1 Caracterización físico-química y mineralógica de PT-GST

De acuerdo con la caracterización físico-química y mineralógica efectuada, se ha concluido que los jales cumplen con las características especificadas del contenido de dióxido de silicio, óxido de aluminio y óxido de hierro, PPI, contenido máximo de sulfatos y sodio establecidos en la norma ASTM C 618, por lo cual pueden ser valorados como puzolanas clase N.

5.2 Caracterización de ACT-MEC-GST y ACT-TER-GST

Los jales en condición natural, a pesar de que presentan contenidos apropiados de sílice y alumina, carecen de reactividad, por lo que la activación mecánica y térmica fueron empleadas para incrementar dicha reactividad. De acuerdo con las pruebas efectuadas de activación mecánica a diferentes tiempos y de activación térmica a diferentes temperaturas se concluyó que el tiempo de 140 min de molienda y la temperatura de calcinación a 1 000° C favorecen el incremento de la reactividad determinado al analizar el *FWHM* y el *L*. El incremento del *FWHM* y reducción del *L* indicaron un inicio de amorfización de las partículas de jales incrementando la reactividad de los mismos. Mediante la activación térmica se obtuvo la disminución del *L* de la fase cuarzo de un 34 %, mientras que en la activación mecánica se obtuvo una reducción del 26 %, analizada y promediada en tres planos cristalinos.

Por otro lado, la relación potencial zeta – pH juega un papel crítico en la estabilidad y distribución homogénea de los jales en la mezcla de mortero de cemento compuesto, la activación térmica propicia un incremento en la carga positiva de las partículas de ACT-TER-GST lo que genera una mayor dispersión de las mismas dentro del sistema, generando una aportación de iones Ca^+ para la formación adicional de CH y gel C-S-H.

De igual manera, el incremento de la conductividad eléctrica en los ACT-MEC-GST-140 min y ACT-TER-GST-1 000° C genera la movilidad de los iones Ca^+ , lo que también puede favorecer la formación de CH y C-S-H.

5.3 Índice de Actividad Resistente y propiedades en estado endurecido de morteros sustituidos con jales activados

Los jales activados mecánica y térmicamente pueden sustituir hasta en un 20 % al CPO como material cementante, generando morteros que superan el 75 % el ÍAR requerido en la normatividad. Por otro lado, la resistencia a la compresión de morteros con ACT–GST a diferentes días de curado demostró un aceleramiento en la hidratación de morteros a edades tempranas, ya que la adquisición de resistencias es mayor que la del mortero control, sin embargo, a edades posteriores como los son los 28 días, la reacción se desacelera y produce resistencias a la compresión menores en comparación con el mortero control, sin embargo, estas resistencias tienen una diferencia mínima. A los 90 días de curado se observa un incremento favorable en la adquisición de resistencias en morteros con jales activados, superando por hasta 4 MPa al mortero control. Los resultados de ÍAR, MEB, DRX, TGA y FT–IR corroboran que la actividad puzolánica de los jales de mineral de oro se mejora mediante la activación y se identificó que los principales productos de hidratación presentes en los morteros sustituidos fueron gel C–S–H y CH. Estos productos de hidratación generan pastas densas y compactas similares a las de los morteros control.

5.4 Propiedades en estado fresco de morteros sustituidos con jales activados

La finura de los jales influye directamente en la fluidez (ACT–MEC–GST [$D_{50} = 0.91\mu\text{m}$], ACT–TER–GST [$D_{50} = 2.74\mu\text{m}$] y CPO [$D_{50} = 12.48\mu\text{m}$]), incrementando el requerimiento de agua para lograr la fluidez deseada en los morteros experimentales. Debido al tratamiento aplicado, los morteros con jales activados térmicamente disminuyeron hasta un 15 % su fluidez con la misma cantidad de agua empleada en los morteros control, mientras que los morteros con jales activados mecánicamente disminuyeron su fluidez hasta en un 6 % con la misma cantidad de agua empleada en los morteros control.

La consistencia normal en los cementos experimentales aumenta con el incremento de los niveles porcentuales de jal, debido a la finura de los materiales. El tratamiento térmico ocasiona una mayor demanda de agua para alcanzar una consistencia normal en la pasta de cemento.

Las pastas cumplen con los tiempos de fraguado inicial mínimo de 45 min y final máximo de 600 min establecidos para un cemento compuesto de acuerdo a la norma ASTM C 595–

03, por lo anterior, en una aplicación tecnológica los tiempos de traslado, colocación y compactación serían similares a aquellos tiempos de los cementos comerciales.

5.5 Lixiviación de EPT en jales y morteros

La cantidad de EPT en los jales y en los morteros está por debajo de los límites máximos permitidos de acuerdo a la NOM SEMARNAT. La estructura de los geles de silicato hidratados retiene al Cd y As dentro de la misma, generando un efecto de solidificación. En ambientes agresivos como el agua subterránea o el agua marina es poco probable que los morteros lixivien Cd o As, por lo que su incorporación como material suplementario no implicaría un riesgo ambiental.

5.6 Valoración energética de la utilización

Las emisiones de CO₂ se pueden reducir más del 12 % en la activación térmica, mientras que el 15 % en la activación mecánica. La producción de cementos compuestos es una opción prometedora para reducir las emisiones de CO₂ relacionadas con las materias primas. Por lo tanto, el uso de jales minerales que reemplazan al cemento Portland tiene muchos beneficios ambientales y económicos además de que permite la gestión de residuos de la industria minera.

5.7 Trabajo futuro

El empleo de jales como SCM resulta prometedor en tanto que se emplean residuos de una industria. El proceso de activación mecánica tiene la limitante de la cantidad de material que se obtiene a escala laboratorio, dada la capacidad del molino. Sin embargo, a nivel industrial, el empleo de los hornos rotatorios para la elaboración de cemento es una ventaja favorable para la activación térmica, ya que las temperaturas que se alcanzan y el volumen de material puede adaptarse a dichas condiciones ya establecidas. Por otro lado, es posible mejorar el uso de jales como SCM mediante la búsqueda de niveles óptimos para tratamientos tanto térmicos como mecánicos, y el impacto de estos tratamientos puede mejorar el desempeño mecánico de los jales en sustituciones superiores al 20 %.

Por otro lado, también se propone la valoración de morteros y concretos sustituidos con jales como SCM en pruebas de durabilidad, para tener un análisis de comportamiento completo para una aplicación en campo y obras tangibles.

Capítulo 6 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J. Almeida, A.B. Ribeiro, A.S. Silva, P. Faria, Overview of mining residues incorporation in construction materials and barriers for full-scale application, *Journal of Building Engineering* 29 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101215>.
- [2] R.A. Hodge, M. Ericsson, O. Löf, A. Löf, P. Semkowich, The global mining industry: corporate profile, complexity, and change, *Mineral Economics* 35 (2022) 587–606. <https://doi.org/10.1007/s13563-022-00343-1>.
- [3] M.O. Fashola, V.M. Ngole-Jeme, O.O. Babalola, Heavy metal pollution from gold mines: Environmental effects and bacterial strategies for resistance, *Int J Environ Res Public Health* 13 (2016). <https://doi.org/10.3390/ijerph13111047>.
- [4] L. Tang, T.T. Werner, Global mining footprint mapped from high-resolution satellite imagery, *Commun Earth Environ* 4 (2023). <https://doi.org/10.1038/s43247-023-00805-6>.
- [5] M.C. Laker, Environmental Impacts of Gold Mining—With Special Reference to South Africa, *Mining* 3 (2023) 205–220. <https://doi.org/10.3390/mining3020012>.
- [6] M. Rankine, *The Mexican Mining Industry in the Nineteenth Century with Special Reference to Guanajuato*, 1992.
- [7] SEMARNAT, Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, 2004.
- [8] A. Carrillo Chávez, O. Morton Bermea, E. González Partida, H. Rivas Solorzano, G. Oesler, V. García Meza, E. Hernández, P. Morales, E. Cienfuegos, Environmental geochemistry of the Guanajuato Mining District, Mexico, *Ore Geol Rev* 23 (2003) 277–297. [https://doi.org/10.1016/S0169-1368\(03\)00039-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1368(03)00039-8).
- [9] Y. Ramos-Arroyo, C. Siebe-Grabach, Estrategia para identificar jales con potencial de riesgo ambiental en un distrito minero, *Revista Mexicana de Ciencias Geológicas* 23 (2006) 54–74.
- [10] D. Corrales-Pérez, F. Martín-Romero, Modifications to improve the application of method D3987-85 in the extraction of EPT from the abandoned mine tailings El Fraile, Guerrero, Mexico, *Revista Mexicana de Ciencias Geológicas* 35 (2018) 1–17. <https://doi.org/10.22201/cgeo.20072902e.2018.1.536>.
- [11] M. Gou, L. Zhou, N.W.Y. Then, Utilization of tailings in cement and concrete: A review, *Science and Engineering of Composite Materials* 26 (2019) 449–464. <https://doi.org/10.1515/secm-2019-0029>.
- [12] X. Lv, W. Shen, L. Wang, Y. Dong, J. Zhang, Z. Xie, A comparative study on the practical utilization of iron tailings as a complete replacement of normal aggregates in dam concrete with different gradation, *J Clean Prod* 211 (2019) 704–715. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.11.107>.
- [13] S. Ahmari, L. Zhang, Durability and leaching behavior of mine tailings-based geopolymer bricks, *Constr Build Mater* 44 (2013) 743–750. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.03.075>.
- [14] N. Zhang, B. Tang, X. Liu, Cementitious activity of iron ore tailing and its utilization in cementitious materials, bricks and concrete, *Constr Build Mater* 288 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123022>.
- [15] S. Sakir, S.N. Raman, M. Safiuddin, A.B.M. Amrul Kaish, A.A. Mutalib, Utilization of by-products and wastes as supplementary cementitious materials in structural

- mortar for sustainable construction, *Sustainability (Switzerland)* 12 (2020).
<https://doi.org/10.3390/su12093888>.
- [16] E. Aprianti S, A huge number of artificial waste material can be supplementary cementitious material (SCM) for concrete production – a review part II, *J Clean Prod* 142 (2017) 4178–4194. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.12.115>.
- [17] S. Kundu, A. Aggarwal, S. Mazumdar, K.B. Dutt, Stabilization characteristics of copper mine tailings through its utilization as a partial substitute for cement in concrete: preliminary investigations, *Environ Earth Sci* 75 (2016) 1–9.
<https://doi.org/10.1007/s12665-015-5089-9>.
- [18] F. Vargas, M. Lopez, Development of a new supplementary cementitious material from the activation of copper tailings: Mechanical performance and analysis of factors, *J Clean Prod* 182 (2018) 427–436.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.01.223>.
- [19] F. Vargas, M. Lopez, L. Rigamonti, Environmental impacts evaluation of treated copper tailings as supplementary cementitious materials, *Resour Conserv Recycl* 160 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104890>.
- [20] G. Young, M. Yang, Preparation and characterization of Portland cement clinker from iron ore tailings, *Constr Build Mater* 197 (2019) 152–156.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.236>.
- [21] M. Yang, J. Sun, C. Dun, Y. Duan, Z. Meng, Cementitious Activity Optimization Studies of Iron Tailings Powder as a Concrete Admixture 2, 2020.
- [22] L. Luo, Y. Zhang, S. Bao, T. Chen, Utilization of Iron Ore Tailings as Raw Material for Portland Cement Clinker Production, *Advances in Materials Science and Engineering* 2016 (2016). <https://doi.org/10.1155/2016/1596047>.
- [23] Z. lai Yi, H. hu Sun, X. quan Wei, C. Li, Iron ore tailings used for the preparation of cementitious material by compound thermal activation, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 16 (2009) 355–358.
[https://doi.org/10.1016/S1674-4799\(09\)60064-9](https://doi.org/10.1016/S1674-4799(09)60064-9).
- [24] Q. Wan, F. Rao, S. Song, Y. Zhang, Immobilization forms of ZnO in the solidification/stabilization (S/S) of a zinc mine tailing through geopolymerization, *Journal of Materials Research and Technology* 8 (2019) 5728–5735.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.09.040>.
- [25] Z. Luo, C. Tang, Y. Mu, X. Liu, Recycle of lead-zinc tailings in blended cement: mechanical property and stabilization/solidification of heavy metals, (2022).
<https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1571072/v1>.
- [26] X. Xu, Y. Zhao, X. Gu, Z. Zhu, F. Wang, Z. Zhang, Effect of Particle Size and Morphology of Siliceous Supplementary Cementitious Material on the Hydration and Autogenous Shrinkage of Blended Cement, *Materials* 16 (2023).
<https://doi.org/10.3390/ma16041638>.
- [27] M.I. Ramos Hernández, M. de la L. Pérez Rea, Characterization of mine tailings in their natural state and stabilized with cement, focused on construction, *Ingeniería Investigación y Tecnología* 22 (2021) 1–9.
<https://doi.org/10.22201/ifi.25940732e.2021.22.2.010>.
- [28] A.M.T. Simonsen, S. Solismaa, H.K. Hansen, P.E. Jensen, Evaluation of mine tailings' potential as supplementary cementitious materials based on chemical, mineralogical and physical characteristics, *Waste Management* 102 (2020) 710–721.
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.11.037>.

- [29] A. Kappel, L.M. Ottosen, G.M. Kirkelund, Colour, compressive strength and workability of mortars with an iron rich sewage sludge ash, *Constr Build Mater* 157 (2017) 1199–1205. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.157>.
- [30] E. Worrel, L. Price, N. Matin, C. Hendriks, L. Ozawa Meida, Carbon dioxide emissions from the global cement industry, *Annu Rev Environ Resour* 26 (2001) 303–329. <https://doi.org/10.1146/annurev.energy.26.1.303>.
- [31] A. Omar, K. Muthusamy, Concrete Industry, Environment Issue, and Green Concrete: A Review, 1 (2022) 1–09. <https://doi.org/10.15282/cons.v2i1.7188>.
- [32] J. Radić, A. Kindij, A. Mandić, History of concrete application in development of concrete and hybrid arch bridges, n.d.
- [33] Concrete, in: *Building Materials in Civil Engineering*, Elsevier, 2011: pp. 81–423. <https://doi.org/10.1533/9781845699567.81>.
- [34] V.H. Kashid, V. V. Mane, N.M. Soundattikar, A Literature Review study on Compressive and Tensile Strength of Steel Fibre Reinforced Concrete, n.d. <https://www.researchgate.net/publication/362529487>.
- [35] R.D. Hooton, J.A. Bickley, Design for durability: The key to improving concrete sustainability, *Constr Build Mater* 67 (2014) 422–430. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.016>.
- [36] H. Van Damme, Concrete material science: Past, present, and future innovations, *Cem Concr Res* 112 (2018) 5–24. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.05.002>.
- [37] Concrete Exposure Classes, 2013.
- [38] K. Kovler, N. Roussel, Properties of fresh and hardened concrete, *Cem Concr Res* 41 (2011) 775–792. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.009>.
- [39] D. Ndahirwa, H. Zmamou, H. Lenormand, N. Leblanc, The role of supplementary cementitious materials in hydration, durability and shrinkage of cement-based materials, their environmental and economic benefits: A review, *Cleaner Materials* 5 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.clema.2022.100123>.
- [40] E. Gartner, T. Sui, Alternative cement clinkers, *Cem Concr Res* 114 (2018) 27–39. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.002>.
- [41] K.S.T. Chopperla, J.A. Smith, J.H. Ideker, The efficacy of portland-limestone cements with supplementary cementitious materials to prevent alkali-silica reaction, *Cement* 8 (2022) 100031. <https://doi.org/10.1016/j.cement.2022.100031>.
- [42] H. Van Damme, Concrete material science: Past, present, and future innovations, *Cem Concr Res* 112 (2018) 5–24. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.05.002>.
- [43] F.A. Rodrigues, I. Joeques, Cement industry: Sustainability, challenges and perspectives, *Environ Chem Lett* 9 (2011) 151–166. <https://doi.org/10.1007/s10311-010-0302-2>.
- [44] American Society for Testing and Materials, Standard Specification for Portland Cement C 150-07, West Conshohocken, PA, n.d. www.astm.org.
- [45] American Society for Testing and Materials, Standard Specification for Blended Hydraulic Cements C 595-08a, (n.d.).
- [46] S.C. Organismo Nacional de Normalización y Certificación de la Construcción y Edificación, NMX-C-414-ONNCCE-2004, MEXICO, 2004.
- [47] G.L. Golewski, Energy savings associated with the use of fly ash and nanoadditives in the cement composition, *Energies (Basel)* 13 (2020). <https://doi.org/10.3390/en13092184>.
- [48] H.F.W. (Harry F.W.) Taylor, *Cement chemistry*, T. Telford, 1997.

- [49] M. Simoni, T. Hanein, T.Y. Duvallet, R.B. Jewell, J.L. Provis, H. Kinoshita, Producing cement clinker assemblages in the system: CaO-SiO₂-Al₂O₃-SO₃-CaCl₂-MgO, *Cem Concr Res* 144 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106418>.
- [50] B. Hökfors, M. Eriksson, E. Viggh, Modelling the cement process and cement clinker quality, *Advances in Cement Research* 26 (2014) 311–318. <https://doi.org/10.1680/adcr.13.00050>.
- [51] S.A. Miller, Supplementary cementitious materials to mitigate greenhouse gas emissions from concrete: can there be too much of a good thing?, *J Clean Prod* 178 (2018) 587–598. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.01.008>.
- [52] A. Mokhtar, M. Nasooti, A decision support tool for cement industry to select energy efficiency measures, *Energy Strategy Reviews* 28 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.esr.2020.100458>.
- [53] Dirección General de Eficiencia Energética, Guía de Orientación del Uso Eficiente de la Energía y de Diagnóstico Energético, (2016).
- [54] G. Habert, Assessing the environmental impact of conventional and “green” cement production, in: *Eco-Efficient Construction and Building Materials: Life Cycle Assessment (LCA), Eco-Labeling and Case Studies*, Elsevier Inc., 2013: pp. 199–238. <https://doi.org/10.1533/9780857097729.2.199>.
- [55] S. Gupta, B.N. Mohapatra, M. Bansal, A review on development of Portland limestone cement: A step towards low carbon economy for Indian cement industry, *Current Research in Green and Sustainable Chemistry* 3 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2020.100019>.
- [56] Q. Wang, J. Li, X. Zhu, G. Yao, P. Wu, Z. Wang, X. Lyu, S. Hu, J. Qiu, P. Chen, J. Wang, Approach to the management of gold ore tailings via its application in cement production, *J Clean Prod* 269 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122303>.
- [57] K.S. Devi, V.V. Lakshmi, A. Alakanandana, Impacts of cement industry on environment - An overview, *Asia Pacific Journal of Research* ISSN 1 (2017) 2347–4793. www.apjor.com.
- [58] E. Gartner, H. Hirao, A review of alternative approaches to the reduction of CO₂ emissions associated with the manufacture of the binder phase in concrete, *Cem Concr Res* 78 (2015) 126–142. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.012>.
- [59] Worrell Ernst, Price Lynn, Martin Nathan, Hendriks Chris, Ozawa Meida Leticia, Carbon dioxide emissions from the global cement industry, *Annual Review of Energy and the Environment* 6 (2001) 0–29. <https://doi.org/10.1146/annurev.energy.26.1.303>.
- [60] K. Sobolev, M. Kozhukhova, K. Sideris, E. Menéndez, M. Santhanam, Alternative supplementary cementitious materials, in: *RILEM State-of-the-Art Reports*, Springer Netherlands, 2018: pp. 233–282. https://doi.org/10.1007/978-3-319-70606-1_7.
- [61] B. Lothenbach, K. Scrivener, R.D. Hooton, Supplementary cementitious materials, *Cem Concr Res* 41 (2011) 1244–1256. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>.
- [62] D.K. Panesar, Supplementary cementing materials, in: *Developments in the Formulation and Reinforcement of Concrete*, Elsevier, 2019: pp. 55–85. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102616-8.00003-4>.

- [63] P. Suraneni, J. Weiss, Examining the pozzolanicity of supplementary cementitious materials using isothermal calorimetry and thermogravimetric analysis, *Cem Concr Compos* 83 (2017) 273–278. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.07.009>.
- [64] Utilization of By-Products and Wastes as Supplementary Cementitious Materials in Structural Mortar for Sustainable Construction, (n.d.).
- [65] B. Pacewska, I. Wilińska, Usage of supplementary cementitious materials: advantages and limitations: Part I. C–S–H, C–A–S–H and other products formed in different binding mixtures, *J Therm Anal Calorim* 142 (2020) 371–393. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-09907-1>.
- [66] D. Marchon, R.J. Flatt, Mechanisms of cement hydration, in: *Science and Technology of Concrete Admixtures*, Elsevier Inc., 2016: pp. 129–145. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00008-4>.
- [67] I. García Lodeiro, A. Fernández-Jimenez, A. Palomo, D.E. Macphee, Effect on fresh C-S-H gels of the simultaneous addition of alkali and aluminium, *Cem Concr Res* 40 (2010) 27–32. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.004>.
- [68] A. Trapote-Barreira, J. Cama, J.M. Soler, Dissolution kinetics of C-S-H gel: Flow-through experiments, *Physics and Chemistry of the Earth* 70–71 (2014) 17–31. <https://doi.org/10.1016/j.pce.2013.11.003>.
- [69] Y.D. Lamidi, S.S. Owoeye, S.M. Abegunde, Preparation and characterization of synthetic tobermorite (CaO–Al₂O₃–SiO₂–H₂O) using bio and municipal solid wastes as precursors by solid state reaction, *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio* 61 (2022) 76–81. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2020.07.003>.
- [70] K. Sobolev, M. Kozhukhova, K. Sideris, E. Menéndez, M. Santhanam, Alternative supplementary cementitious materials, in: *RILEM State-of-the-Art Reports*, Springer Netherlands, 2018: pp. 233–282. https://doi.org/10.1007/978-3-319-70606-1_7.
- [71] H.-J. Kuzel, *Initial Hydration Reactions and Mechanisms of Delayed-Ettringite Formation in Portland Cements*, 1996.
- [72] H. Ye, A. Radlińska, Effect of alkalis on cementitious materials: Understanding the relationship between composition, structure, and volume change mechanism, *Journal of Advanced Concrete Technology* 15 (2017) 165–177. <https://doi.org/10.3151/jact.15.165>.
- [73] H.A. Nguyen, T.P. Chang, J.Y. Shih, C.T. Chen, T.D. Nguyen, Sulfate resistance of low energy SFC no-cement mortar, *Constr Build Mater* 102 (2016) 239–243. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.107>.
- [74] ASTM C-150, n.d.
- [75] J.W. Bullard, H.M. Jennings, R.A. Livingston, A. Nonat, G.W. Scherer, J.S. Schweitzer, K.L. Scrivener, J.J. Thomas, Mechanisms of cement hydration, *Cem Concr Res* 41 (2011) 1208–1223. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.09.011>.
- [76] P.A.K. Nair, W.L. Vasconcelos, K. Paine, J. Calabria-Holley, A review on applications of sol-gel science in cement, *Constr Build Mater* 291 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123065>.
- [77] S. Rahimi-Aghdam, Z.P. Bažant, M.J. Abdolhosseini Qomi, Cement hydration from hours to centuries controlled by diffusion through barrier shells of C-S-H, *J Mech Phys Solids* 99 (2017) 211–224. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2016.10.010>.
- [78] Pellenq Roland J.-M., Kushima Akihiro, Shahsavari Rouzbeh, Van Vliet Krystyn J., Buehler J. Marcus, Yip Sidney, Ulm Franz-Josef, A realistic molecular model of cement hydrates, in: *PNAS*, 2009: pp. 16102–16107.

- [79] I.G. Richardson, Tobermorite/jennite- and tobermorite/calcium hydroxide-based models for the structure of C-S-H: Applicability to hardened pastes of tricalcium silicate, β -dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast-furnace slag, metakaolin, or silica fume, *Cem Concr Res* 34 (2004) 1733–1777. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.05.034>.
- [80] S. Rahimi-Aghdam, Z.P. Bažant, M.J.A. Qomi, Cement Hydration from Hours to a Century Controlled by Diffusion through Barrier Shells of C-S-H, n.d.
- [81] American Society for Testing Materials, Standard Test Method for Normal Consistency of Hydraulic Cement C 187, (2009). www.astm.org.
- [82] M.A.A. Siddique, U.K. Halder, A COMPARATIVE STUDY ON PHYSICAL PROPERTIES OF CEMENT: ASTM AND BDS EN STANDARDS, n.d.
- [83] J.M. Fernández Paris, La pasta hidratada de cemento Portland, *Materiales de Construcción* (n.d.). <http://materconstrucc.revistas.csic.es>.
- [84] A. Lecomte, J.M. Mechling, C. Diliberto, Compaction index of cement paste of normal consistency, *Constr Build Mater* 23 (2009) 3279–3286. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.05.005>.
- [85] G. Moir, Cements, in: *Advanced Concrete Technology*, Elsevier Ltd, 2003: pp. 3–45. <https://doi.org/10.1016/B978-075065686-3/50277-9>.
- [86] American Society for Testing Materials, Standard Test Method for Flow of Hydraulic Cement Mortar C 1437, West Conshohocken, PA, 2009. www.astm.org.
- [87] American Society for Testing and Materials, Standard Test Methods for Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle C 191, West Conshohocken, PA, 2009. www.astm.org.
- [88] M. Babako, J.A. Apeh, Setting time and standard consistency of Portland cement binders blended with rice husk ash, calcium carbide and metakaolin admixtures, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 805 (2020). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/805/1/012031>.
- [89] Penn State University College Engineering, Cement Hydration, Penn State University (2024).
- [90] H. Zhang, Cement, in: *Building Materials in Civil Engineering*, Elsevier, 2011: pp. 46–423. <https://doi.org/10.1533/9781845699567.46>.
- [91] T.K. Erdem, L. Turanli, T.Y. Erdogan, Setting time: An important criterion to determine the length of the delay period before steam curing of concrete, *Cem Concr Res* 33 (2003) 741–745. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)01058-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01058-X).
- [92] L. Assi, K. Carter, E. (Eddie) Deaver, R. Anay, P. Ziehl, Sustainable concrete: Building a greener future, *J Clean Prod* 198 (2018) 1641–1651. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.07.123>.
- [93] M. Sonebi, Y. Ammar, P. Diederich, Sustainability of cement, concrete and cement replacement materials in construction, in: *Sustainability of Construction Materials*, Elsevier, 2016: pp. 371–396. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100370-1.00015-9>.
- [94] M.J. McCarthy, T.D. Dyer, Pozzolanas and pozzolanic materials, in: *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, Elsevier, 2019: pp. 363–467. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100773-0.00009-5>.
- [95] A. Abdullah, The effect of various chemical activators on pozzolanic reactivity: A review, *Scientific Research and Essays* 7 (2012). <https://doi.org/10.5897/sre10.858>.

- [96] M.C.G. Juenger, R. Snellings, S.A. Bernal, Supplementary cementitious materials: New sources, characterization, and performance insights, *Cem Concr Res* 122 (2019) 257–273. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.05.008>.
- [97] P. Nalobile, J.M. Wachira, J.K. Thiong’O, J.M. Marangu, A Review on Pyroprocessing Techniques for Selected Wastes Used for Blended Cement Production Applications, *Advances in Civil Engineering* 2020 (2020). <https://doi.org/10.1155/2020/5640218>.
- [98] H. Jones, D. V. Boger, Sustainability and waste management in the resource industries, *Ind Eng Chem Res* 51 (2012) 10057–10065. <https://doi.org/10.1021/ie202963z>.
- [99] A.A. Jhatial, I. Nováková, E. Gjerløw, A Review on Emerging Cementitious Materials, Reactivity Evaluation and Treatment Methods, *Buildings* 13 (2023). <https://doi.org/10.3390/buildings13020526>.
- [100] N.M. Sigvardsen, M.R. Nielsen, L.M. Ottosen, P.E. Jensen, Utilization of mine tailings as partial cement replacement, in: 2017.
- [101] A. Aguilar-Garrido, M. Paniagua-López, M. Sierra-Aragón, F.J. Martínez Garzón, F.J. Martín-Peinado, Remediation potential of mining, agro-industrial, and urban wastes against acid mine drainage, *Sci Rep* 13 (2023) 12120. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-39266-4>.
- [102] A. Balasubramanian, P.A. Balasubramanian, An overview of mining methods, Mysore, 2016. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.15761.63845>.
- [103] K. Khoeurn, A. Sakaguchi, S. Tomiyama, T. Igarashi, Long-term acid generation and heavy metal leaching from the tailings of Shimokawa mine, Hokkaido, Japan: Column study under natural condition, *J Geochem Explor* 201 (2019) 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2019.03.003>.
- [104] F.S.M. Araujo, I. Taborda-Llano, E.B. Nunes, R.M. Santos, Recycling and Reuse of Mine Tailings: A Review of Advancements and Their Implications, *Geosciences (Switzerland)* 12 (2022). <https://doi.org/10.3390/geosciences12090319>.
- [105] J.S. Adiansyah, M. Rosano, S. Vink, G. Keir, A framework for a sustainable approach to mine tailings management: Disposal strategies, *J Clean Prod* 108 (2015) 1050–1062. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.07.139>.
- [106] Z. lai Yi, H. hu Sun, X. quan Wei, C. Li, Iron ore tailings used for the preparation of cementitious material by compound thermal activation, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 16 (2009) 355–358. [https://doi.org/10.1016/S1674-4799\(09\)60064-9](https://doi.org/10.1016/S1674-4799(09)60064-9).
- [107] J. Almeida, A.B. Ribeiro, A.S. Silva, P. Faria, Overview of mining residues incorporation in construction materials and barriers for full-scale application, *Journal of Building Engineering* 29 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101215>.
- [108] C.W. Corti, R.J. Holliday, Commercial aspects of gold applications: From materials science to chemical science, *Gold Bull* 37 (2004) 20–26. <https://doi.org/10.1007/BF03215513>.
- [109] F. de M. Harp, *Statistical Yearbook of Mexican Mining*, Mexico, 2019.
- [110] Servicio Geológico Mexicano, *Anuario Estadístico de la Minería Mexicana 2022*, edición 2023, 2023. www.gob.mx/sgm;
- [111] Starcore Internacional Mines Ltd., *Starcore Internacional Mines Ltd.*, (2024). <https://starcore.com/> (accessed September 11, 2024).

- [112] I.A. Okewale, H. Grobler, Assessment of heavy metals in tailings and their implications on human health, *Geosystems and Geoenvironment* 2 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.geogeo.2023.100203>.
- [113] D.A. Barcelos, F.V.M. Pontes, F.A.N.G. da Silva, D.C. Castro, N.O.A. dos Anjos, Z.C. Castilhos, Gold mining tailing: Environmental availability of metals and human health risk assessment, *J Hazard Mater* 397 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122721>.
- [114] M. Juutinen, M. Seitsaari, P. Sarala, Geochemical and mineralogical characterization of mine tailings at the Rautuvaara mine site and aspects to environmental conditions and resource potential, *Bulletin of the Geological Society of Finland* 95 (2023) 59–78. <https://doi.org/10.17741/bgsf/95.1.005>.
- [115] A.N. Ally, M.M. Blanche, U.J.P. Nana, M.M. Grâce, N. François, C. Pettang, Recovery of Mining Wastes in Building Materials: A Review, *Open Journal of Civil Engineering* 11 (2021) 379–397. <https://doi.org/10.4236/ojce.2021.114022>.
- [116] A. Medel Reyes, Caracterización fisicoquímica de jales mineros y evaluación del uso de biosólidos como propuesta de remediación., Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, S. C., 2009.
- [117] ICMM, Tailings management. International Council on Mining and Minerals (ICMM)., United Nations Office for Disaster Risk Reduction (2019).
- [118] E. Levei, T. Frentiu, M. Ponta, C. Tanaselia, G. Borodi, Characterization and assessment of potential environmental risk of tailings stored in seven impoundments in the Aries river basin, Western Romania, *Chem Cent J* 7 (2013). <https://doi.org/10.1186/1752-153X-7-5>.
- [119] M. Redwan, A.O. Bamousa, Characterization and environmental impact assessment of gold mine tailings in arid regions: A case study of Barramiya gold mine area, Eastern Desert, Egypt, *Journal of African Earth Sciences* 160 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.jafrearsci.2019.103644>.
- [120] P. Cong, Y. Cheng, Advances in geopolymer materials: A comprehensive review, *Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition)* 8 (2021) 283–314. <https://doi.org/10.1016/j.jtte.2021.03.004>.
- [121] S. Roy, G.R. Adhikari, R.N. Gupta, Use of gold mill tailings in making bricks: A feasibility study, *Waste Management and Research* 25 (2007) 475–482. <https://doi.org/10.1177/0734242X07076944>.
- [122] Y. Cheng, F. Huang, W. Li, R. Liu, G. Li, J. Wei, Test research on the effects of mechanochemically activated iron tailings on the compressive strength of concrete, *Constr Build Mater* 118 (2016) 164–170. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.020>.
- [123] J. Esmaili, H. Aslani, O. Onuaguluchi, Reuse Potentials of Copper Mine Tailings in Mortar and Concrete Composites, *Journal of Materials in Civil Engineering* 32 (2020). [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0003145](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0003145).
- [124] L. Bing, Z. Zhongying, T. Biao, L. Hongbo, C. Hanchi, M. Zhen, Comprehensive Utilization of Iron Tailings in China, in: *IOP Conf Ser Earth Environ Sci*, Institute of Physics Publishing, 2018. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/199/4/042055>.
- [125] A.U. Shettima, M.W. Hussin, Y. Ahmad, J. Mirza, Evaluation of iron ore tailings as replacement for fine aggregate in concrete, *Constr Build Mater* 120 (2016) 72–79. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.095>.

- [126] J. Kiventerä, L. Golek, J. Yliniemi, V. Ferreira, J. Deja, M. Illikainen, Utilization of sulphidic tailings from gold mine as a raw material in geopolymerization, *Int J Miner Process* 149 (2016) 104–110. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2016.02.012>.
- [127] J. Kiventerä, P. Perumal, J. Yliniemi, M. Illikainen, Mine tailings as a raw material in alkali activation: A review, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 27 (2020) 1009–1020. <https://doi.org/10.1007/s12613-020-2129-6>.
- [128] P.D. Nukah, S.J. Abbey, C.A. Booth, G. Nounu, Mapping and synthesizing the viability of cement replacement materials via a systematic review and meta-analysis, *Constr Build Mater* 405 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133290>.
- [129] J. Skibsted, R. Snellings, Reactivity of supplementary cementitious materials (SCMs) in cement blends, *Cem Concr Res* 124 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105799>.
- [130] A.I. Nicoara, A.E. Stoica, M. Vrabec, N.Š. Rogan, S. Sturm, C. Ow-Yang, M.A. Gulgun, Z.B. Bundur, I. Ciuca, B.S. Vasile, End-of-life materials used as supplementary cementitious materials in the concrete industry, *Materials* 13 (2020). <https://doi.org/10.3390/MA13081954>.
- [131] N. Yaseen, S. Alcivar-Bastidas, M. Irfan-ul-Hassan, D.M. Petroche, A.U. Qazi, A.D. Ramirez, Concrete incorporating supplementary cementitious materials: Temporal evolution of compressive strength and environmental life cycle assessment, *Heliyon* 10 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e25056>.
- [132] G. Yao, Q. Wang, Z. Wang, J. Wang, X. Lyu, Activation of hydration properties of iron ore tailings and their application as supplementary cementitious materials in cement, *Powder Technol* 360 (2020) 863–871. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.11.002>.
- [133] Suryanarayana Cury, *Mechanical Alloying and Milling*, Marcel Dekker, New York, 2004.
- [134] Baláz Peter, *Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering*, Springer, 2008.
- [135] S. Siriluck, U. Zafar, C. Hare, A. Hassanpour, N.T. Lönnroth, N. Venugopal, M.J. Murtagh, M. Ghadiri, Influence of mechanical properties on milling of amorphous and crystalline silica-based solids, *Powder Technol* 391 (2021) 239–252. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.06.016>.
- [136] S.P.K. Kohobhange, C.H. Manoratne, H.M.T.G.A. Pitawala, R.M.G. Rajapakse, The effect of prolonged milling time on comminution of quartz, *Powder Technol* 330 (2018) 266–274. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.02.033>.
- [137] E.A. Ermolovich, O. V. Ermolovich, Effects of mechanical activation on the structural changes and microstructural characteristics of the components of ferruginous quartzite beneficiation tailings, *Int J Min Sci Technol* 26 (2016) 1043–1049. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2016.09.012>.
- [138] G. Yao, Q. Wang, Z. Wang, J. Wang, X. Lyu, Activation of hydration properties of iron ore tailings and their application as supplementary cementitious materials in cement, *Powder Technol* 360 (2020) 863–871. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.11.002>.
- [139] B. Ilić, V. Radonjanin, M. Malešev, M. Zdujić, A. Mitrović, Effects of mechanical and thermal activation on pozzolanic activity of kaolin containing mica, *Appl Clay Sci* 123 (2016) 173–181. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.01.029>.

- [140] Z. lai Yi, H. hu Sun, X. quan Wei, C. Li, Iron ore tailings used for the preparation of cementitious material by compound thermal activation, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 16 (2009) 355–358. [https://doi.org/10.1016/S1674-4799\(09\)60064-9](https://doi.org/10.1016/S1674-4799(09)60064-9).
- [141] R.C.K. Wong, J.E. Gillott, S. Law, M.J. Thomas, C.S. Poon, Calcined oil sands fine tailings as a supplementary cementing material for concrete, *Cem Concr Res* 34 (2004) 1235–1242. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2003.12.018>.
- [142] Q. Wang, J. Li, X. Zhu, G. Yao, P. Wu, Z. Wang, X. Lyu, S. Hu, J. Qiu, P. Chen, J. Wang, Approach to the management of gold ore tailings via its application in cement production, *J Clean Prod* 269 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122303>.
- [143] G. Yao, Q. Liu, J. Wang, P. Wu, X. Lyu, Effect of mechanical grinding on pozzolanic activity and hydration properties of siliceous gold ore tailings, *J Clean Prod* 217 (2019) 12–21. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.175>.
- [144] L. Widodo, H. Hardjasaputra, Study of Gold Mine Tailings Utilization as Fine Aggregate Material for Producing Shotcrete Based on Concept of Green Technology, n.d.
- [145] W.T. Tsai, Microstructural characterization of calcite-based powder materials prepared by planetary ball milling, *Materials* 6 (2013) 3361–3372. <https://doi.org/10.3390/ma6083361>.
- [146] J. Li, M. Hitch, Ultra-fine grinding and mechanical activation of mine waste rock using a planetary mill for mineral carbonation, *Int J Miner Process* 158 (2017) 18–26. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2016.11.016>.
- [147] I. Tole, K. Habermehl-Cwirzen, A. Cwirzen, Mechanochemical activation of natural clay minerals: an alternative to produce sustainable cementitious binders – review, *Mineral Petrol* 113 (2019) 449–462. <https://doi.org/10.1007/s00710-019-00666-y>.
- [148] J. Kiventerä, H. Sreenivasan, C. Cheeseman, P. Kinnunen, M. Illikainen, Immobilization of sulfates and heavy metals in gold mine tailings by sodium silicate and hydrated lime, *J Environ Chem Eng* 6 (2018) 6530–6536. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.10.012>.
- [149] G. Azeh Engwa, P. Udoka Ferdinand, F. Nweke Nwalo, M. N. Unachukwu, Mechanism and Health Effects of Heavy Metal Toxicity in Humans, in: *Poisoning in the Modern World - New Tricks for an Old Dog?*, IntechOpen, 2019. <https://doi.org/10.5772/intechopen.82511>.
- [150] K. Abdulhussein Saeed, K. Anuar Kassim, A. Eisazadeh, Interferences of Cement Based-Solidification/Stabilization and Heavy Metals: A Review, *Electronic Journal of Geotechnical Engineering* (2012) 2555–2565. <https://www.researchgate.net/publication/267248460>.
- [151] J. Kiventerä, H. Sreenivasan, C. Cheeseman, P. Kinnunen, M. Illikainen, Immobilization of sulfates and heavy metals in gold mine tailings by sodium silicate and hydrated lime, *J Environ Chem Eng* 6 (2018) 6530–6536. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.10.012>.
- [152] J. Kuterasińska-Warwas, A. Król, Leaching of heavy metals from cementitious composites made of new ternary cements, in: *E3S Web of Conferences*, EDP Sciences, 2017. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/20171902019>.
- [153] D.L. Cocke, THE BINDING CHEMISTRY AND LEACHING MECHANISMS OF HAZARDOUS SUBSTANCES IN CEMENTITIOUS SOLIDIFICATION/STABILIZATION SYSTEMS*, n.d.

- [154] H. Lu, F. Wei, J. Tang, J.P. Giesy, Leaching of metals from cement under simulated environmental conditions, *J Environ Manage* 169 (2016) 319–327. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.12.008>.
- [155] A. Vollpracht, W. Brameshuber, Binding and leaching of trace elements in Portland cement pastes, *Cem Concr Res* 79 (2016) 76–92. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.08.002>.
- [156] J. Liu, D. Wu, X. Tan, P. Yu, L. Xu, Review of the Interactions between Conventional Cementitious Materials and Heavy Metal Ions in Stabilization/Solidification Processing, *Materials* 16 (2023). <https://doi.org/10.3390/ma16093444>.
- [157] I. García Lodeiro, A. Fernández-Jimenez, A. Palomo, D.E. Macphee, Effect on fresh C-S-H gels of the simultaneous addition of alkali and aluminium, *Cem Concr Res* 40 (2010) 27–32. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.004>.
- [158] D. Herfort, D.E. Macphee, Components in Portland Cement Clinker and Their Phase Relationships, in: *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, Elsevier, 2019: pp. 57–86. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100773-0.00003-4>.
- [159] M.A. Habib, N.M. Bahadur, A.J. Mahmood, M.A. Islam, Immobilization of heavy metals in cementitious matrices, *Journal of Saudi Chemical Society* 16 (2012) 263–269. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2011.01.008>.
- [160] American Society for Testing and Materials, Standard Specification for Standard Sand 1, West Conshohocken, PA, n.d. www.astm.org.
- [161] American Society for Testing and Materials, Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete C 618 – 03, (2003). www.astm.org.
- [162] D.P. Bentz, A. Durán-Herrera, D. Galvez-Moreno, Comparison of ASTM C311 strength activity index testing versus testing based on constant volumetric proportions, *J ASTM Int* 9 (2012). <https://doi.org/10.1520/JAI104138>.
- [163] American Society for Testing and Materials, Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency C 305 – 06, West Conshohocken, PA, 2006. www.astm.org.
- [164] American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens), (2020).
- [165] American Society for Testing and Materials, Standard Specification for Mortar for Unit Masonry C 270, (2008) 1–14. <https://doi.org/10.1520/C0270-10>.
- [166] NMX–ONCCEE–057, (n.d.).
- [167] G.V. Arancibia, O.P. Bustamante, G.H. Vigneau, H. Allende-Cid, G.S. Fuentelaba, V.A. Nieto, Estimation of Moisture Content in Thickened Tailings Dams: Machine Learning Techniques Applied to Remote Sensing Images, *IEEE Access* 9 (2021) 16988–16998. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3053767>.
- [168] D. East, R. Fernandez, Managing Water to Minimize Risk in Tailings Storage Facility Design, Construction, and Operation, *Mine Water Environ* 40 (2021) 36–41. <https://doi.org/10.1007/s10230-020-00720-8>.
- [169] P. Wu, X. Lyu, J. Wang, S. Hu, Effect of mechanical grinding on the hydration activity of quartz in the presence of calcium hydroxide, *Advances in Cement Research* (2017) 1–9. <https://doi.org/10.1680/jadcr.16.00159>.

- [170] L.R.C. Tavares, J.F.T. Junior, L.M. Costa, A.C. da Silva Bezerra, P.R. Cetlin, M.T.P. Aguilar, Influence of quartz powder and silica fume on the performance of Portland cement, *Sci Rep* 10 (2020). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-78567-w>.
- [171] A.M. Harrison, Constitution and specification of Portland cement, in: *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, Elsevier, 2019: pp. 87–155. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100773-0.00004-6>.
- [172] Preparation and Performance of Vanadium Tailings-Reservoir Sediment-Phosphogypsum-Based Foamed Concrete, (n.d.).
- [173] D.E. Macphee, E.E. Lachowski, *Cement Components and Their Phase Relations*, (n.d.).
- [174] J.C. Benezet, A. Benhassaine, Contribution of different granulometric populations to powder reactivity, *Particuology* 7 (2009) 39–44. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2008.07.023>.
- [175] Analisis de los espectros de infrarrojo, (n.d.).
- [176] Y. Tkachenko, P. Niedzielski, FTIR as a Method for Qualitative Assessment of Solid Samples in Geochemical Research: A Review, *Molecules* 27 (2022). <https://doi.org/10.3390/molecules27248846>.
- [177] W. Yan, D. Liu, D. Tan, P. Yuan, M. Chen, FTIR spectroscopy study of the structure changes of palygorskite under heating, *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc* 97 (2012) 1052–1057. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2012.07.085>.
- [178] R. Ellerbrock, M. Stein, J. Schaller, Comparing amorphous silica, short-range-ordered silicates and silicic acid species by FTIR, *Sci Rep* 12 (2022). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-15882-4>.
- [179] B. J. Saikia, Spectroscopic Estimation of Geometrical Structure Elucidation in Natural SiO₂ Crystal, *Journal of Materials Physics and Chemistry* 2 (2014) 28–33. <https://doi.org/10.12691/jmpc-2-2-3>.
- [180] P.L. Guzzo, F.B. Marinho de Barros, B.R. Soares, J.B. Santos, Evaluation of particle size reduction and agglomeration in dry grinding of natural quartz in a planetary ball mill, *Powder Technol* 368 (2020) 149–159. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.04.052>.
- [181] R. Schmidt, H. Martin Scholze, A. Stolle, Temperature progression in a mixer ball mill, *International Journal of Industrial Chemistry* 7 (2016) 181–186. <https://doi.org/10.1007/s40090-016-0078-8>.
- [182] A. Saedi, A. Jamshidi-Zanjani, A.K. Darban, A review on different methods of activating tailings to improve their cementitious property as cemented paste and reusability, *J Environ Manage* 270 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110881>.
- [183] P.C. Aïtcin, Phenomenology of cement hydration, in: *Science and Technology of Concrete Admixtures*, Elsevier Inc., 2016: pp. 15–25. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00002-3>.
- [184] H.G. Tural, B. Ozarisoy, S. Derogar, C. Ince, Investigating the governing factors influencing the pozzolanic activity through a database approach for the development of sustainable cementitious materials, *Constr Build Mater* 411 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.134253>.
- [185] M. Ban, T. Luxbacher, J. Lützenkirchen, A. Viani, S. Bianchi, K. Hradil, A. Rohatsch, V. Castelvetro, Evolution of calcite surfaces upon thermal decomposition,

- characterized by electrokinetics, in-situ XRD, and SEM, *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp* 624 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.126761>.
- [186] H. Zhao, Q. Xiao, D. Huang, S. Zhang, Influence of pore structure on compressive strength of cement mortar, *The Scientific World Journal* 2014 (2014). <https://doi.org/10.1155/2014/247058>.
- [187] X. Lyu, G. Yao, Z. Wang, Q. Wang, L. Li, Hydration kinetics and properties of cement blended with mechanically activated gold mine tailings, *Thermochim Acta* 683 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.tca.2019.178457>.
- [188] W.T. Tsai, Microstructural characterization of calcite-based powder materials prepared by planetary ball milling, *Materials* 6 (2013) 3361–3372. <https://doi.org/10.3390/ma6083361>.
- [189] Y. Yukselen-Aksoy, A. Kaya, A study of factors affecting on the zeta potential of kaolinite and quartz powder, *Environ Earth Sci* 62 (2011) 697–705. <https://doi.org/10.1007/s12665-010-0556-9>.
- [190] M. Večerč, J. Pospíšil, Stability and rheology of aqueous suspensions, in: *Procedia Eng*, Elsevier Ltd, 2012: pp. 1720–1725. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.07.564>.
- [191] D. Lowke, C. Gehlen, The zeta potential of cement and additions in cementitious suspensions with high solid fraction, *Cem Concr Res* 95 (2017) 195–204. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.016>.
- [192] J. Donnini, T. Bellezze, V. Corinaldesi, Mechanical, electrical and self-sensing properties of cementitious mortars containing short carbon fibers, *Journal of Building Engineering* 20 (2018) 8–14. <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.06.011>.
- [193] H. Hodne, A. Saasen, The effect of the cement zeta potential and slurry conductivity on the consistency of oilwell cement slurries, n.d.
- [194] R.G. Pillai, R. Gettu, M. Santhanam, Use of supplementary cementitious materials (SCMs) in reinforced concrete systems – Benefits and limitations, *Revista ALCONPAT* 10 (2020) 147–164. <https://doi.org/10.21041/ra.v10i2.477>.
- [195] T. Proske, S. Hainer, M. Rezvani, C.A. Graubner, Eco-friendly concretes with reduced water and cement content - Mix design principles and application in practice, *Constr Build Mater* 67 (2014) 413–421. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.066>.
- [196] L.R.C. Tavares, J.F.T. Junior, L.M. Costa, A.C. da Silva Bezerra, P.R. Cetlin, M.T.P. Aguilar, Influence of quartz powder and silica fume on the performance of Portland cement, *Sci Rep* 10 (2020). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-78567-w>.
- [197] Y. Jiang, H. Wang, Y. Chen, M. Ruan, W. Li, Preparations of composite concretes using iron ore tailings as fine aggregates and their mechanical behavior, *Materiali in Tehnologije* 53 (2019) 467–472. <https://doi.org/10.17222/mit.2018.222>.
- [198] W. Ruidong, S. Yu, L. Juanhong, C. Linian, Z. Guangtian, Z. Yueyue, Effect of Iron Tailings and Slag Powders on Workability and Mechanical Properties of Concrete, *Front Mater* 8 (2021). <https://doi.org/10.3389/fmats.2021.723119>.
- [199] S. Siddique, J.G. Jang, Assessment of molybdenum mine tailings as filler in cement mortar, *Journal of Building Engineering* 31 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101322>.
- [200] G. Yao, Q. Wang, Y. Su, J. Wang, J. Qiu, X. Lyu, Mechanical activation as an innovative approach for the preparation of pozzolan from iron ore tailings, *Miner Eng* 145 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2019.106068>.

- [201] T. Oey, A. Kumar, J.W. Bullard, N. Neithalath, G. Sant, The filler effect: The influence of filler content and surface area on cementitious reaction rates, *Journal of the American Ceramic Society* 96 (2013) 1978–1990. <https://doi.org/10.1111/jace.12264>.
- [202] P.C. Aïtcin, Portland cement, in: *Science and Technology of Concrete Admixtures*, Elsevier Inc., 2016: pp. 27–51. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00003-5>.
- [203] J.M. Paris, J.G. Roessler, C.C. Ferraro, H.D. Deford, T.G. Townsend, A review of waste products utilized as supplements to Portland cement in concrete, *J Clean Prod* 121 (2016) 1–18. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.02.013>.
- [204] Q. Wang, G. Yao, X. Zhu, J. Wang, P. Wu, X. Lyu, Preparation of Portland Cement with Gold Ore Tailings, *Advances in Materials Science and Engineering* 2019 (2019). <https://doi.org/10.1155/2019/1324065>.
- [205] I. Garcia-Lodeiro, A. Fernandez-Jimenez, A. Palomo, Hydration kinetics in hybrid binders: Early reaction stages, *Cem Concr Compos* 39 (2013) 82–92. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.03.025>.
- [206] E. L'Hôpital, B. Lothenbach, G. Le Saout, D. Kulik, K. Scrivener, Incorporation of aluminium in calcium-silicate-hydrates, *Cem Concr Res* 75 (2015) 91–103. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.007>.
- [207] I.G. Richardson, The nature of the hydration products in hardened cement pastes, *Journal of Concrete and Cement Composites* 22 (2000) 97–113.
- [208] C. Famy, A.R. Brough, H.F.W. Taylor, The C-S-H gel of Portland cement mortars: Part I. The interpretation of energy-dispersive X-ray microanalyses from scanning electron microscopy, with some observations on C-S-H, AFm and AFt phase compositions, *Cem Concr Res* 33 (2003) 1389–1398. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00064-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00064-4).
- [209] O.R. Batic, C.A. Milanesi, P.J. Maiza, S.A. Marfil, Secondary ettringite formation in concrete subjected to different curing conditions, n.d.
- [210] J.P. Ingham, Concrete, in: *Geomaterials Under the Microscope*, Elsevier, 2013: pp. 75–120. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-407230-5.50013-3>.
- [211] X. Zhu, I.G. Richardson, Morphology-structural change of C-A-S-H gel in blended cements, *Cem Concr Res* 168 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2023.107156>.
- [212] W. Franus, R. Panek, M. Wdowin, SEM investigation of microstructures in hydration products of Portland cement, in: *Springer Proceedings in Physics*, Springer Science and Business Media, LLC, 2015: pp. 105–112. https://doi.org/10.1007/978-3-319-16919-4_14.
- [213] C.C. Tchamo Leussa, L. Libessart, C. Djelal, C. Njiomou Djangang, A. Elimbi, Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide, *Sci Rep* 10 (2020). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-70146-3>.
- [214] G. Bumanis, L. Vitola, L. Stipniece, J. Locs, A. Korjamins, D. Bajare, Evaluation of Industrial by-products as pozzolans: A road map for use in concrete production, *Case Studies in Construction Materials* 13 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00424>.
- [215] Z. Zhang, G.W. Scherer, A. Bauer, Morphology of cementitious material during early hydration, *Cem Concr Res* 107 (2018) 85–100. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.004>.

- [216] C. Li, N. Zhang, J. Zhang, S. Song, Y. Zhang, C-A-S-H gel and pore structure characteristics of alkali-activated red mud–iron tailings cementitious mortar, *Materials* 15 (2022). <https://doi.org/10.3390/ma15010112>.
- [217] X. Zhu, I.G. Richardson, Morphology-structural change of C-A-S-H gel in blended cements, *Cem Concr Res* 168 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2023.107156>.
- [218] F. Pechar, G. Mattern, An X-ray diffraction refinement of the crystal structure of natural stellerite, $\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_8)_2 \cdot 72 \text{H}_2\text{O}$, *Crystals Research Technology* 21 (1986) 1029–1034.
- [219] F.N. Okonta, T. Falayi, F. Ntuli, Potassium Aluminate Geopolymerisation of Acidic Gold Mine Tailings, in: *Sustainable Civil Infrastructures*, Springer Science and Business Media B.V., 2019: pp. 270–275. https://doi.org/10.1007/978-3-319-95771-5_21.
- [220] Q. Wan, F. Rao, S. Song, C.A. Leon-Patiño, Y. Ma, Consolidation of mine tailings through geopolymerization at ambient temperature., *American Ceramic Society* (2018).
- [221] A.E. Feuzicana De Souza Almeida, P. Sichieri, Thermogravimetric Analyses and Mineralogical Study of Polymer Modified Mortar with Silica Fume, 2006.
- [222] D.D.B. Nergis, M.M.A.B. Abdullah, A.V. Sandu, P. Vizureanu, XRD and TG-DTA study of new alkali activated materials based on fly ash with sand and glass powder, *Materials* 13 (2020). <https://doi.org/10.3390/ma13020343>.
- [223] P. Suraneni, J. Weiss, Examining the pozzolanicity of supplementary cementitious materials using isothermal calorimetry and thermogravimetric analysis, *Cem Concr Compos* 83 (2017) 273–278. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.07.009>.
- [224] I. Garcia-Lodeiro, S. Donatello, A. Fernández-Jiménez, Á. Palomo, Hydration of hybrid alkaline cement containing a very large proportion of fly ash: A descriptive model, *Materials* 9 (2016). <https://doi.org/10.3390/MA9070605>.
- [225] D.H. Moon, K.W. Kim, I.H. Yoon, D.G. Grubb, D.Y. Shin, K.H. Cheong, H. Il Choi, Y.S. Ok, J.H. Park, Stabilization of arsenic-contaminated mine tailings using natural and calcined oyster shells, *Environ Earth Sci* 64 (2011) 597–605. <https://doi.org/10.1007/s12665-010-0890-y>.
- [226] Q.Y. Chen, M. Tyrer, C.D. Hills, X.M. Yang, P. Carey, Immobilisation of heavy metal in cement-based solidification/stabilisation: A review, *Waste Management* 29 (2009) 390–403. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.01.019>.
- [227] N.T. Sithole, T.P. Mashifana, Alkaline solidification of gold mine tailings for production of lightweight masonry blocks, in: *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, Institute of Physics Publishing, 2019. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/652/1/012061>.
- [228] N. Dave, A.K. Misra, A. Srivastava, S.K. Kaushik, Setting time and standard consistency of quaternary binders: The influence of cementitious material addition and mixing, *International Journal of Sustainable Built Environment* 6 (2017) 30–36. <https://doi.org/10.1016/j.ijbsbe.2016.10.004>.
- [229] S. Samantasinghar, S.P. Singh, Fresh and Hardened Properties of Fly Ash–Slag Blended Geopolymer Paste and Mortar, *Int J Concr Struct Mater* 13 (2019). <https://doi.org/10.1186/s40069-019-0360-1>.
- [230] Standard Specification for Blended Hydraulic Cements, (n.d.).

- [231] E.C. Tsardaka, K. Sougioultzi, A. Konstantinidis, M. Stefanidou, Interpreting the setting time of cement pastes for modelling mechanical properties, *Case Studies in Construction Materials* 19 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02364>.
- [232] J. Ma, H. Zhang, D. Wang, H. Wang, G. Chen, Rheological Properties of Cement Paste Containing Ground Fly Ash Based on Particle Morphology Analysis, *Crystals (Basel)* 12 (2022). <https://doi.org/10.3390/cryst12040524>.
- [233] C. Cai, Q. Su, S. Huang, F. Li, H. Jin, X. Yu, Y. Liu, Y. Yang, Z. Chen, Rheological behaviour, setting time, compressive strength and microstructure of mortar incorporating supplementary cementitious materials and nano-silica, *RSC Adv* 13 (2023) 17264–17281. <https://doi.org/10.1039/d3ra02635c>.
- [234] K.H. Yang, J.K. Song, K. Il Song, Assessment of CO₂ reduction of alkali-activated concrete, *J Clean Prod* 39 (2013) 265–272. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.08.001>.
- [235] L. Johansson, A. Bahrami, M. Wallhagen, M. Cehlin, A comprehensive review on properties of tailings-based low-carbon concrete: Mechanical, environmental, and toxicological performances, *Developments in the Built Environment* 18 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.dibe.2024.100428>.

NOMBRE DEL TRABAJO

Susana Maritza Hernández Ramos.pdf

AUTOR

susi

RECUENTO DE PALABRAS

46778 Words

RECUENTO DE CARACTERES

245607 Characters

RECUENTO DE PÁGINAS

154 Pages

TAMAÑO DEL ARCHIVO

23.0MB

FECHA DE ENTREGA

Oct 24, 2024 2:24 PM EST

FECHA DEL INFORME

Oct 24, 2024 2:26 PM EST**● 15% de similitud general**

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para cada base de datos.

- 11% Base de datos de Internet
- Base de datos de Crossref
- 9% Base de datos de trabajos entregados
- 6% Base de datos de publicaciones
- Base de datos de contenido publicado de Crossref

● Excluir del Reporte de Similitud

- Material bibliográfico
- Material citado

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Programa de Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales	
Título del trabajo	Empleo de jales de oro y plata activados como material cementante suplementario en la elaboración de un cemento Portland	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Susana Maritza Hernández Ramos	2026724c@umich.mx
Director	Dra. Noemí Ortiz Lara	noemi.ortiz@umich.mx
Codirector	Dra. Danna Lizeth Trejo Arroyo	
Coordinador del programa		

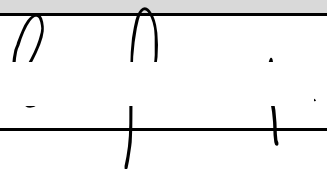
Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	No	

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español		
Traducción a otra lengua		
Revisión y corrección de estilo		
Análisis de datos		
Búsqueda y organización de información		
Formateo de las referencias bibliográficas		
Generación de contenido multimedia		
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Susana Maritza Hernández Ramos 
Lugar y fecha	Morelia Michoacán, 22 de octubre de 2024