



**Caracterización química y mecánica de un suelo estabilizado con un cementante híbrido activado alcalinamente, basado en desecho de fibra de lana mineral y cemento de uso ordinario OPC**

Diego Alejandro Gutiérrez Orrego

Tesis de maestría presentada para optar al título de Magíster en Ingeniería de Materiales

Director

Edwin Fabián García Aristizábal, Doctor (PhD) en Ingeniería

Codirectora

Maryory Astrid Gómez Botero, Doctor (PhD) en Ingeniería

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Maestría en Ingeniería de Materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2022

<b>Cita</b>	(Gutiérrez Orrego, 2022)
<b>Referencia</b>	Gutiérrez Orrego D. (2022). <i>Caracterización química y mecánica de un suelo estabilizado con un cementante híbrido activado alcalinamente, basado en desecho de fibra de lana mineral y cemento de uso ordinario OPC</i> [Tesis de maestría]. Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.
<b>Estilo APA 7 (2020)</b>	



Maestría en Ingeniería de Materiales, Cohorte XXII.

Grupo de Investigación en Infraestructura (GII).

Centro de Investigación Ambientales y de Ingeniería (CIA).



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Jesús Francisco Vargas Bonilla.

**Jefe departamento:** Francisco Javier Herrera Builes.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

## **Dedicatoria**

*A Dios por darme la bendición de permitirme estudiar lo que me apasiona, y ayudarme a culminar esta bella etapa de la maestría...*

*A toda mi familia, en especial a mi papá Jesús Hugo Gutiérrez Zapata, por su apoyo y confianza en mí hasta el final, a pesar de las dificultades que hacían imposible poder lograrlo...*

## **Agradecimientos**

A mis asesores, el profesor Edwin Fabián García Aristizábal y la profesora Maryory Astrid Gómez Botero, por su valiosa orientación, dedicación y paciencia durante este proceso

Al laboratorio de Suelos y Pavimentos y al laboratorio Antonio Durán Arroyave de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Antioquia, a sus coordinadores y sus monitores por el apoyo incondicional en el desarrollo experimental.

Al Banco de Programas y Proyectos de Extensión -BUPE- para regiones de la Universidad de Antioquia, en su décima convocatoria, por la financiación de esta investigación.

Al Centro de Investigación, Innovación y Desarrollo de Materiales –CIDEMAT, por el apoyo en los ensayos de caracterización química.

A la profesora Rosalyn Hoyos Gutiérrez, Docente Ingeniería Oceanográfica, seccional Urabá, por su contribución y apoyo en el proyecto

A mis compañeros de maestría y docentes, por sus enseñanzas y momentos compartidos, que hacen única esta experiencia vivida...

## TABLA DE CONTENIDO

I.	INTRODUCCIÓN .....	20
II.	OBJETIVOS .....	25
2.1.	Objetivo general .....	25
2.2.	Objetivos específicos .....	25
III.	MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE .....	26
3.1.	Geopolímeros o Cementos Activados Alcalinamente (CAA).....	26
3.1.1.	Definición y Generalidades .....	26
3.1.2.	Estructura química .....	28
3.1.3.	Mecanismos de formación .....	29
3.1.4.	Activadores alcalinos.....	32
3.1.5.	Relación molar de los activadores.....	33
3.2.	Clasificación de los geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA).....	34
3.3.	Cementos Híbridos Activados Alcalinamente (CHAA) .....	35
3.4.	Productos de reacción.....	36
3.6.	Ventajas y desventajas de los cementos activados alcalinamente (CAA) con respecto al cemento Portland (OPC).....	40
3.6.1.	Costos financieros.....	41
3.6.2.	Costos ambientales (emisión de huella de carbono).....	43
3.7.	Estabilización química de suelos .....	45
3.7.1.	Estabilización de suelos con cementantes tradicionales (OPC y Cal) .....	46
3.7.2.	Mecanismos básicos de reacción .....	47
3.7.3.	Geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA) en la estabilización de suelos .....	51
3.7.4.	Efecto de la adición de la fibra en el suelo-cemento .....	52
3.8.	Fibra de lana mineral.....	53
3.9.	Residuo de fibra de lana mineral.....	54
IV.	METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN.....	56
4.1.	Descripción y caracterización física de la materia prima.....	56

4.1.1. Suelo .....	56
4.1.2. Distribución de tamaño de partícula (suelo y fibra de lana mineral).....	58
4.1.3. Índices de consistencia y gravedad específica del suelo .....	58
4.1.4. Compactación Próctor estándar del suelo.....	59
4.1.5. Fibra de lana mineral.....	59
4.1.6. Cemento de uso Ordinario (OPC) .....	60
4.2. Metodología desarrollada para la obtención del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA). ...	60
4.2.1. Diseño factorial para la evaluación del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA). .....	61
4.2.2. Preparación soluciones alcalinas .....	63
4.2.3. Elaboración de probetas cemento activado alcalinamente (CAA) y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) .....	64
4.3. Evaluación de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA).....	65
4.3.1. Análisis estadístico del diseño factorial .....	66
4.3.2. Análisis de varianza ANOVA.....	67
4.3.3. Comparación de tratamientos de medias (prueba Tukey):.....	68
4.3.4. Pruebas de validación ANOVA .....	68
4.3.5. Superficie de respuesta del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA).....	69
4.4. Metodología desarrollada para la obtención del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	70
4.4.1. Diseño de experimentos de mezclas para la evaluación del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	71
4.4.2. Elaboración de probetas de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	74
4.3. Evaluación de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	77
4.4. Determinación del módulo secante ( $E_{50}$ ) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	78
4.5. Determinación de la Relación de Soporte de California (CBR).....	78

4.6. Modelo estadístico del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	81
4.7. Caracterización química de la materia prima (Fluorescencia de Rayos X (XRF) y Difracción de Rayos X (XRD)) .....	83
4.8. Caracterización química del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) (Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS)) .....	84
V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	85
5.1. Resultados de la caracterización física de la materia prima.....	85
5.1.1. Distribución de tamaño de partícula del suelo y de la fibra de lana mineral	85
5.1.2. Límites de consistencia del suelo y humedad óptima de compactación Próctor estándar.....	88
5.2. Resultados de la evaluación mecánica del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) .....	90
5.2.1. Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) de las muestras de CAA y CHAA .....	90
5.3. Análisis estadístico del diseño factorial del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) .....	95
5.3.1. Análisis gráfico: gráficas de caja y bigotes.....	95
5.3.2. Efectos principales y de interacción .....	96
5.3.3. Prueba ANOVA del diseño factorial .....	98
5.3.4. Comparación de medias de tratamientos (prueba Tukey).....	100
5.3.5. Modelo de superficie del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA).....	102
5.3.6. Gráfica de contorno y de la superficie de respuesta del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) ..	104
5.4. Resultados de la evaluación mecánica del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	106
5.4.1. Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) y módulo secante $E_{50}$ ....	106
5.4.2. Efecto de la adición de OPC (suelo-cemento) en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ .....	111
5.4.3. Efecto de la adición de fibra de lana mineral en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ .....	112

5.4.4. Efecto de la adición de OPC en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente manteniendo constante la fibra de lana mineral....	114
5.4.5. Efecto de la adición de fibra de lana mineral en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente manteniendo constante OPC	116
5.4.6. Efecto en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente variando tanto fibra de lana mineral como OPC .....	119
5.5. Relación de incremento de resistencia UCS e índices de deformabilidad	122
5.6. Relación de Soporte de California (CBR).....	126
5.7. Resultados del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	129
5.7.1. Diagramas ternarios del diseño de experimentos de mezclas .....	130
5.7.2. Determinación del modelo del diseño de experimentos de mezclas .....	132
5.7.3. Ajuste del modelo y ecuación del diseño de experimentos de mezclas .	133
5.7.4. Análisis de gráficas de contorno y región valor óptimo .....	136
5.7.5. Análisis de gráfica de trazas (dirección Cox) .....	138
5.8. Conclusión modelo del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	140
5.9. Resultados de la caracterización química de la materia prima .....	141
5.9.1. Fluorescencia de Rayos X (XRF) del suelo, fibra de lana mineral y OPC	141
5.9.2. Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) de la fibra de lana mineral.....	142
5.10. Resultados de la caracterización química del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) ..	144
5.10.1. Difracción de Rayos X (XRD) .....	144
5.10.2. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) .....	148
5.11. Resultados de la caracterización química del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	154
5.11.1. Difracción de Rayos X (XRD) .....	155
5.11.2. Influencia de las relaciones: Si:Al, Na:Al, sólido/líquido y de los porcentajes de los componentes del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA) .....	162
5.11.3. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado con OPC (10.5%) y del suelo sin tratamiento .....	167

5.11.4. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (10.5%) CAA y con fibra de lana mineral (10.5%) y OPC (2.25%) CHAA	171
5.11.5. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (12.75%) - OPC (2.25%) CHAA y con fibra de lana mineral (10.5%) - OPC (4.5%) CHAA	176
5.11.6. Discusión de los resultados SEM de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)	181
5.11.7. Discusión de los resultados EDS de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)	184
VI. CONCLUSIONES	189
VII. RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS	192
VIII. ANEXOS	194
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	199

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1: Relaciones molares de los óxidos para la elaboración de geopolímeros..	34
Tabla 2: Matriz del diseño factorial .....	62
Tabla 3: Resumen adiciones en gramos y mililitros, y relaciones de los Componentes del diseño factorial .....	63
Tabla 4: Lista de puntos de las combinaciones de la fracción sólida del suelo estabilizado. ....	71
Tabla 5: Adiciones en gramos de las combinaciones del diseño de experimentos de mezclas. ....	73
Tabla 6: Resumen propiedades físicas del suelo y su clasificación .....	89
Tabla 7: Relaciones de diseño factorial CHAA.....	91
Tabla 8: Promedios de resistencia UCS (MPa) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente. ....	91
Tabla 9: Efectos principales y de interacción factores y niveles de factores .....	97
Tabla 10: Análisis de varianza de la resistencia UCS del CHAA.....	99
Tabla 11 : Resumen prueba de comparación de medias de tratamientos. ....	100
Tabla 12: Resumen modelo cuadrático cemento activado alcalinamente. ....	102
Tabla 13: ANOVA del modelo cuadrático cemento activado alcalinamente. ....	103
Tabla 14: Resultados promedio y desviación estándar de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) y del módulo secante de elasticidad ( $E_{50}$ ) de las probetas de mezclas de suelo estabilizado. ....	107
Tabla 15: Relaciones de incremento de deformación, resistencia e índice de deformabilidad.....	123
Tabla 16: Resultados ensayo relación de soporte de California (CBR).....	126
Tabla 17: Posiciones en el diagrama ternario diseño de experimentos de mezclas. ....	130
Tabla 18: Comparación de modelos diseño de experimentos de mezclas.....	132
Tabla 19: Parámetros modelo cúbico especial.....	133
Tabla 20: Resultados modelo cúbico especial ajustado.....	134
Tabla 21: Valores óptimos de resistencia UCS del suelo estabilizado alcalinamente. ....	138
Tabla 22: Fluorescencia de Rayos X de la materia prima (suelo, fibra de lana mineral y OPC).....	141

Tabla 23: Lista de combinaciones de suelo estabilizado con CAA y CHAA para análisis por XRD y SEM-EDS.....	154
Tabla 24: Relaciones molares, sólido/líquido y porcentajes de los componentes del cementante de las combinaciones de suelo estabilizado. ....	162
Tabla 25: Porcentaje promedio atómico de combinaciones suelo estabilizado de acuerdo con las porciones tomadas del ensayo EDS. ....	185

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama esquemático de la formación de geopolímeros. ....	26
Figura 2: Diferentes sistemas de geopolímeros según el número de unidades siloxo Si-O. ....	28
Figura 3: Modelo conceptual de la geopolimerización.....	30
Figura 4: Etapas que ocurren durante el proceso formación de geopolímeros. ....	32
Figura 5: a) Micrografías SEM del gel C-S-H y algunos productos secundarios como el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y la etringita, b) Micrografía SEM del gel N-A-S-H y algunos productos secundarios de zeolitas como la Zeolita tipo P y analcima.....	37
Figura 6: Modelo propuesto para la estabilidad de gel N-A-S-H, en presencia de Ca.....	39
Figura 7: a) Comparación de costos en energía distintos residuos para geopolímeros en Australia; b) comparación de los costos de transporte de dos geopolímero con respecto al OPC. ....	43
Figura 8: Comparación esquemática de emisiones de $\text{CO}_2$ entre concreto de grado 40 de geopolímero y OPC.....	45
Figura 9: Ilustración del intercambio catiónico una vez ocurre el mezclado entre el cementante (OPC o cal) y el suelo.....	48
Figura 10 : Ilustración del estado del suelo antes de la floculación (a), y después de la floculación (b). ....	49
Figura 11: Estados del suelo mezclado con cemento, a) antes de la hidratación, y b) pocas semanas después del curado, donde el cemento ha reaccionado con el agua del suelo para formar los geles cementicios hidratados.....	50
Figura 12: Productos cementicios formados durante la hidratación y las reacciones puzolánicas (a largo plazo).....	51
Figura 13: Imágenes de fibra de lana mineral comercialmente.).....	54
Figura 14: Ubicación del lote de la Universidad de Antioquia, sitio de muestreo del suelo.....	57
Figura 15: Fotografía muestra de suelo para estabilizar. ....	57
Figura 16: Fotografía muestra de suelo preparado para mezcla.....	57
Figura 17:a) Fibra de lana mineral en estado natural, b) Proceso reducción de partícula de la lana mineral en el molino de bolas, c) Fibra de lana mineral molida. ....	60
Figura 18: Fotografía probetas de cemento híbrido activado alcalinamente, CHAA. ....	65

Figura 19: Fotografía ensayo de resistencia UCS, probeta de CHAA.....	65
Figura 20: Fotografía probeta de suelo compactado para ensayo resistencia UCS. .....	76
Figura 21: Fotografía probetas de suelo estabilizado en cámara húmeda (proceso de curado) .....	76
Figura 22: Esquema del procedimiento para la elaboración de probetas de suelo estabilizado con CHAA.....	77
Figura 23: Ensayo de resistencia UCS de probetas de suelo. ....	78
Figura 24: Ensayo de expansión de suelo estabilizado bajo inmersión. ....	80
Figura 25: Curado de probetas de suelo estabilizado para CBR (28 días). ....	80
Figura 26: Ensayo de penetración CBR de suelo estabilizado.....	81
Figura 27: Diagrama ternario del diseño de experimentos de mezcla.....	82
Figura 28: Distribución de tamaño de partícula por Difracción de Rayos Láser (DRL) realizado al suelo y a la fibra de lana mineral molida. ....	86
Figura 29: Comparación de la distribución de tamaño de partícula del suelo utilizando el método de Hidrómetro y de Difracción de Rayos Láser (DRL).....	88
Figura 30: Curvas de compactación Próctor estándar del suelo. ....	89
Figura 31: Gráfica de barras Resistencia UCS vs % OPC, del cemento activado alcalinamente. ....	92
Figura 32: Gráfica de barras Resistencia UCS vs Activador (Act.), del cemento activado alcalinamente. ....	93
Figura 33: Gráfica de caja de bigotes: a) resistencia UCS Vs. Activador y b) resistencia UCS Vs. % OPC.....	95
Figura 34: Gráfica de la interacción del Activador con respecto al Porcentaje OPC en la resistencia UCS. ....	97
Figura 35: a) Mapa de contorno CHAA; b) Gráfica de superficie de respuesta CHAA. ....	105
Figura 36: Gráfica de barras resistencia a compresión inconfiada UCS de las mezclas de suelo estabilizado.....	108
Figura 37: Gráfica de barras módulo secante ( $E_{50}$ ) de las mezclas de suelo estabilizado. ....	109
Figura 38: Gráfica de interacción combinaciones suelo-cemento y suelo sin estabilizar. ....	111

Figura 39: Gráfica de interacción UCS y módulo secante $E_{50}$ de las combinaciones suelo estabilizado alcalinamente con fibra CAA (0% OPC), y suelo sin estabilizar. .....	112
Figura 40: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones suelo estabilizado alcalinamente con fibra CAA, suelo-cemento y suelo sin estabilizar.....	113
Figura 41: Gráfica de interacción UCS y módulo $E_{50}$ de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando OPC, 10.5% LM fijo), y suelo sin estabilizar. ....	115
Figura 42: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando OPC, 10.5% LM fijo), suelo-cemento y suelo sin estabilizar.....	115
Figura 43: Gráfica de interacción UCS y módulo $E_{50}$ de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM, 2.25% OPC fijo), y suelo sin estabilizar. ....	117
Figura 44: Gráfica de interacción UCS y módulo secante $E_{50}$ de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM, 2.25% OPC fijo), suelo-cemento y suelo sin estabilizar. ....	118
Figura 45: Gráfica de interacción UCS y módulo $E_{50}$ de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM y OPC), y suelo sin estabilizar. .....	120
Figura 46: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM y OPC), suelo-cemento y suelo sin estabilizar.....	121
Figura 47: Gráfica de barras resultados del ensayo CBR realizado al suelo estabilizado con CHAA (LM=10.5%, OPC=4.5%) y suelo sin tratamiento. ....	127
Figura 48: Comparación de gráficas esfuerzo-desplazamiento (pistón), del ensayo CBR realizado al suelo estabilizado con CHAA (LM=10.5%, OPC=4.5%) y suelo sin tratamiento. ....	128
Figura 49: Diagrama ternario de la región restringida y representación de los puntos del diseño de mezclas.....	131
Figura 50: Diagrama ternario y representación de los puntos del diseño de mezclas en toda la región sin restringir (componentes al 100%). ....	131
Figura 51: Mapa de contorno de la superficie de respuesta región restringida. ....	136
Figura 52: Superficie de respuesta del diseño de mezcla suelo estabilizado alcalinamente. ....	137
Figura 53: Gráfica de trazas modelo de mezclas. ....	139

Figura 54: Imágenes SEM fibra de lana mineral después del proceso de molienda. .....	142
Figura 55: Resultados ensayos EDS fibra de lana mineral molida.....	143
Figura 56: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act.1, sin adición y con adición de OPC.....	145
Figura 57: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act. 2, sin adición y con adición de OPC.....	145
Figura 58: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act.3, sin adición y con adición de OPC.....	146
Figura 59: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 1: a) y b) Act.1-0%, c) Act.1-15% y d) Act.1-30%.....	150
Figura 60: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 2;a) y b) Act.2-0%; c), Act.2-15%;d) Act.2-30.....	150
Figura 61: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 3;a) y b) Act.3-0%; c), Act.3-15%;d) Act.3-30%.....	150
Figura 62: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 1-0%).....	151
Figura 63: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 3-0%).....	152
Figura 64: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 1-30%)....	153
Figura 65: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 3-30%)....	153
Figura 66: Resultados XRD de combinaciones de suelo estabilizado y sin estabilizar. ....	155
Figura 67: Resultados XRD de combinaciones de suelo estabilizado y sin estabilizar (rango ampliado 2 theta de 5 a 20°).....	156
Figura 68: Imágenes SEM combinación B1 (suelo sin tratamiento). ....	168
Figura 69: Imágenes SEM combinación B2 suelo-cemento (OPC=10.5%).....	168
Figura 70: Espectro EDS combinación B1 (suelo sin tratamiento). ....	170
Figura 71: Espectro EDS combinación B2 suelo-cemento (OPC=10.5%).....	170
Figura 72: Imágenes SEM combinación LM1 (Fibra=10.5%; OPC= 0.0%). ....	172
Figura 73: Imágenes SEM combinación LM-OPC2 (Fibra=10.5%; OPC=2.25%).	173
Figura 74: Espectro EDS combinación LM1 (Fibra=10.5%; OPC= 0.0%). ....	174
Figura 75: Espectro EDS combinación LM-OPC2 (Fibra=10.5%; OPC=2.25%) ...	174
Figura 76: Mapeo EDS combinación LM1 (Fibra=10.5%; OPC= 0.0%). ....	175
Figura 77: Imágenes SEM combinación LM-OPC3 (Fibra=12.75%; OPC 2.25%).	177

Figura 78: Imágenes SEM combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%)...	178
Figura 79: EDS combinación LM-OPC3 (Fibra=12.75%; OPC 2.25%). .....	179
Figura 80: Espectro EDS combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%). ....	179
Figura 81: Mapeo EDS suelo combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%) .....	180

## SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

Act.: Activador

Act.1: Activador 1

Act.2: Activador 2

Act.3: Activador 3

ANOVA: Analysis of variance

ASTM: American Society for Testing and Materials

C&D: Construction and Demolition waste

CAA: Cemento Activado Alcalinamente

CBR: California Bearing Ratio

CHAA: Cemento Híbrido Activado Alcalinamente

C-S-H: Calcium Silicate Hydrate gel

DRL: Difracción de Rayos Laser

EDS: Energy Dispersive Spectroscopy

FTIR: Fourier Transform Infrared Spectroscopy

GGB(F)S= Ground Granulate Blast (Furnace) Slag

IBPs: Industrial By Products (recycle)

LM: Lana Mineral

N-A-S-H: Sodium Alumino Silicate Hydrate gel

N(C)-A-S-H: Sodium (Calcium) Alumino Silicate Hydrate gel

NMR: Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

OPC: Ordinary Portland Cement

POFA: Palm Oil Fuel Ash

RCD: Residuos de la Construcción y Demolición

SEM: Scanning Electron Microscopy

UCS: Unconfined Compressive Strength

USCS: Unified Soil Classification System

XRD: X-Ray Diffraction

XRF: X-Ray Fluorescence

## RESUMEN

*En la actualidad, en el mundo se está replanteando el uso de los aglomerantes tradicionales como el cemento Portland ordinario (OPC, por su sigla en inglés) y la cal, tanto en la generación de concretos, como en la estabilización química de suelos; no sólo por su impacto en el medio ambiente, especialmente por el aporte de CO<sub>2</sub> a la atmósfera, sino también por su alto costo económico. Los geopolímeros, también conocidos como cementos activados alcalinamente (CAA), han cobrado un creciente interés en la comunidad científica, debido a sus propiedades mecánicas y químicas, las cuales son iguales o superiores a las exhibidas por el concreto a partir de OPC, y a su menor aporte a la huella de carbono. Sin embargo, son pocos los trabajos en la actualidad que muestran el mejoramiento de suelos estabilizados químicamente, mediante cementos activados alcalinamente. El propósito de esta investigación fue conocer el uso potencial del residuo de fibra de lana mineral como precursor de un geopolímero, en combinación con el OPC, como estabilizante químico de un suelo compactado mecánicamente.*

*Para tal fin, se evaluó en una primera etapa, la resistencia a compresión confinada (UCS, por sus siglas en inglés) de mezclas de cemento activado alcalinamente a partir de fibra lana mineral (CAA) y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) a partir de fibra y OPC, mediante un diseño factorial trascurridos 33 días de curado. Se determinó mediante este diseño, el efecto de la variación en el activador alcalino, de la relación Na:Al en los niveles 1.3-1.8-2.2, manteniendo constante la relación Si:Al igual a 1.9; y el efecto de la adición de porcentaje OPC en los niveles 0, 15 y 30%, respectivamente. Posteriormente, en una segunda etapa, se evaluó la resistencia UCS de combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (CAA), como estabilizadas alcalinamente con fibra de lana mineral y OPC (CHAA), mediante un diseño de experimentos de mezclas trascurridos 28 días de curado. Se compararon los resultados tanto con suelo sin estabilizar, como con suelo-cemento a 10.5 y 15.0% en proporción con el suelo. Adicionalmente, se determinó el índice de soporte de*

california (CBR), a la mejor combinación de suelo estabilizado alcalinamente que presentó mayor resistencia UCS. Tanto a las probetas de cemento activado alcalinamente (CAA-CHAA), como a las probetas de suelo estabilizado con CAA y CHAA, se les realizó una caracterización química mediante Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (EDS), con el fin de identificar la formación de productos de reacción, asociados a la formación de geopolímero.

La máxima resistencia alcanzada de las probetas de CAA y CHAA fueron de 6.7 y 12.3 MPa, respectivamente; ambos con el uso del activador con la relación  $Na:Al=1.8$  en los niveles de 0 y 15% OPC, respectivamente. Respecto a las probetas de suelo estabilizado alcalinamente, la mayoría de las combinaciones mejoraron la resistencia y disminuyeron la deformabilidad del suelo. La máxima resistencia UCS alcanzada por las combinaciones de suelo con CAA, correspondió al máximo porcentaje de fibra de lana mineral que fue de 15% (0.9 MPa), mientras que la combinación de suelo con CHAA correspondió al porcentaje de fibra de 10.5% y de OPC de 4.5% (1.7MPa), obteniéndose incrementos de resistencia de alrededor de 5 y 9 veces respectivamente, en comparación con el suelo sin tratamiento. En cuanto a la caracterización química se identificó mediante XRD la formación de los geles N-A-S-H y C-A-S-H en las probetas tanto de CAA como CHAA, mientras que en las probetas de suelo con CAA y CHAA se identificó la Zeolita tipo A. Mediante SEM se observó una morfología asociada a la formación de los geles N-A-S-H y C-A-S-H tanto en las probetas de CAA y CHAA como en las probetas de suelo con CAA y CHAA; a la vez que se pudo observar mediante mapeo EDS un incremento en el porcentaje atómico de Si y Al en las probetas de suelo con CHAA, lo que indicaría la formación de enlaces Si-O-Si y Si-O-Al.

Finalmente, se propone un material de construcción sostenible, que aprovecha un residuo de la construcción y demolición (RCD) como lo es la fibra de lana mineral, así como el uso de suelos locales de la región, evitando el traslado de materiales fino-granulares de otras regiones, a la vez que requiere de un consumo mínimo de OPC, contribuyendo a la disminución de la huella de carbono a la atmósfera.

## I. INTRODUCCIÓN

Los aglomerantes tradicionales tales como la cal y el cemento, son los materiales más usados en aplicaciones en ingeniería civil como agentes estabilizantes, debido a su uso masivo y fácil aplicación. Sin embargo, el uso de estos materiales ha estado en discusión, debido a sus altos costos, no sólo económicos, sino ambientales y energéticos (Pourakbar & Huat, 2016).

En el caso del Cemento Portland Ordinario (OPC, por su sigla en inglés), por cada tonelada de OPC producido se genera aproximadamente 0.99 tonelada de CO<sub>2</sub>, lo que representa alrededor del 7 al 8% de este gas efecto invernadero producido a nivel mundial. Esto es debido a la calcinación de la caliza, donde se genera 0.55 ton de CO<sub>2</sub>, además de 0.44 ton adicionales por la combustión del carbono en la generación de calor y energía en su producción (Pacheco-Torgal, Abdollahnejad, Miraldo, & Kheradmand, 2017). Además de este gas, la producción de OPC genera otros gases de este tipo, como los óxidos NO<sub>x</sub>, causantes de las lluvias ácidas (Pourakbar & Huat, 2016; Yliniemi, Kinnunen, Karinkanta, & Illikainen, 2016).

La producción de OPC es de 3 Gt por año, y se proyecta que su producción para el 2056 será del doble, llegando a 6 Gt por año (Pacheco-Torgal et al., 2017); esto representa un peligro inminente para la sostenibilidad del medio ambiente; y por ende, del bienestar del ser humano. Por esta razón se está replanteando su uso como material masivo de construcción.

Recientemente, se han propuesto materiales alternativos que reemplacen parcialmente la cal y el cemento como son los materiales puzolánicos y los geopolímeros, o también llamados materiales o cementos activados alcalinamente. Particularmente, estos últimos son la opción más interesante para reemplazar los aglomerantes tradicionales. Éstos se pueden obtener a partir de cenizas volantes, escorias metalúrgicas, lodos de la minería, diatomitas y residuos agroindustriales como el de la cascarilla de arroz (Pourakbar & Huat, 2016; L. Zhang, 2013). Algunas de las ventajas que tienen los geopolímeros con respecto al OPC, es su alta resistencia a flexión y compresión, su alta resistencia a altas temperaturas, su

alta resistencia a ácidos, y sobre todo, a las múltiples posibilidades de ser usado con materia prima a partir de materiales de sub-productos industriales (IBPs, por sus siglas en inglés) (Abdollahnejad, Pacheco-Torgal, Félix, Tahri, & Barroso Aguiar, 2015a; Amran, Alyousef, Alabduljabbar, & El-Zeadani, 2020; McLellan, Williams, Lay, Van Riessen, & Corder, 2011; Mehta & Siddique, 2016; J. Zhang, Shi, Zhang, & Ou, 2017) .

Los geopolímeros son materiales que pueden competir con los aglomerantes tradicionales y ser una alternativa sostenible desde el punto de vista económico y ambiental. Algunas investigaciones mencionan que la reducción en la huella de carbono con respecto al OPC podría ser de 60 a 80 % implementando el uso de geopolímeros. En cuanto al costo financiero, puede ser menor con respecto al OPC si se usa como materia prima desechos o subproductos de la industria para la producción de geopolímeros (Pacheco-Torgal et al., 2017).

Por otro lado, existe una problemática ambiental alrededor del mundo, especialmente en las principales ciudades de Latinoamérica, como es la disposición y manejo de los Residuos de la Construcción y Demolición (RCD). Estos residuos, conocidos comúnmente como escombros, son aquellos generados por las actividades derivadas de la construcción, y abarcan principalmente: suelos, producto de movimiento de tierra y excavaciones, como restos de concreto y ladrillo cerámico. De acuerdo con datos del Ministerio del Medio Ambiente y Desarrollo Sostenible, las principales ciudades del país, incluida Bogotá, Medellín y Cali, generaron 22'270,338 toneladas de RCD, en el año 2011 (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2017). De acuerdo a las proyecciones, hechas en el 2015, por la Secretaría del Medio Ambiente del municipio de Medellín, Antioquia; sólo en la ciudad de Medellín, en el 2017 se generarían 2'310,685 ton, con una tendencia al alza en los próximos años (Secretaría de Gestión y Control Territorial & Secretaria de medio Ambiente, 2015).

Lo anterior, representa un serio problema ambiental y de salud pública, debido a que estos residuos desbordan la capacidad de las ciudades para su correcto almacenamiento y disposición. Se sabe que una ciudad promedio, genera tres

veces RCD, de lo que genera en residuos de basura sólida. Por lo anterior, el Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, expidió la Resolución 0472 del 2017, la cual reglamenta la gestión integral de los residuos generados en las actividades de construcción y demolición (RCD), con el fin de mitigar el impacto que generan estos residuos al medio ambiente y a la salud humana (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2017).

En la resolución 0472 del 2017, se obliga al generador de RCD; es decir al pequeño y al grande constructor, tener un plan para el manejo, transporte, almacenamiento y aprovechamiento de estos residuos. En cuanto al aprovechamiento, se pide al constructor aprovechar el 2% de RCD, reusándolo como materia prima, para así hacer un ciclo circular de materiales. Se proyecta en los próximos años, llegar como mínimo al 30% de aprovechamiento. Por otro lado, se sabe que el suelo producto de las excavaciones, corresponde del 50-55% de los RCD, teniendo como posibilidad ser usados como materia prima para elaborar Bloques de Tierra Compactada (BTC) (Bedoya, 2011).

En esta misma línea, se encuentra el residuo de fibra de lana mineral o lana de roca, que es catalogado internacionalmente dentro de los materiales C&D (residuos no peligrosos de la construcción y demolición), equivalente a materiales RCD en el contexto local. La Unión Europea, así como otro grupo de naciones, se habían proyectado que a partir del 2020, se deberían recuperar, reciclar o reusar alrededor del 70% de los C&D generados (Väntsi & Kärki, 2014b). La fibra de lana mineral es producida de manera sintética y es utilizada como aislante térmico y acústico en la industria, especialmente como material aislante en edificaciones. Sin embargo, por su naturaleza fibrosa y baja densidad, la fibra de lana mineral presenta un problema para reciclarse. En el 2010 se generó a nivel mundial 2.3 millones de toneladas de residuo de fibra de lana mineral, y se estima que para el 2020 se generaría 2.5 millones al año (Yliniemi et al., 2016). Lo anterior muestra que la lana mineral como material C&D va en crecimiento y que su disposición final genera un serio problema ambiental.

El residuo de fibra de lana mineral, por su naturaleza química, es usado como material puzolánico en la elaboración de concreto, ya que desarrolla propiedades cementantes que mejoran la resistencia mecánica y química de morteros de concreto (Cheng, Lin, & Huang, 2011). Además, también tiene un potencial uso como material precursor en la generación de geopolímero o cemento activado alcalinamente, como lo concluye el estudio de Yliniemi et al. y Kinnunen et al. (Kinnunen, Yliniemi, Talling, & Illikainen, 2017; Yliniemi et al., 2016).

Teniendo en consideración lo anterior, con esta investigación se pretende evaluar el uso de un cemento híbrido activado alcalinamente, basado en una combinación de desecho de fibra de lana mineral o de roca, con un cemento de uso ordinario Portland tipo I (OPC), como estabilizante químico de una muestra de suelo, tomado de la región del departamento de Antioquia. Para tal fin, se llevó a cabo una caracterización física y química tanto del suelo, así como del desecho de fibra de lana mineral. Como activador alcalino, se utilizó una solución acuosa de aluminato de sodio ( $\text{NaAlO}_2$ ) e hidróxido de sodio (NaOH). Se seleccionó el aluminato de sodio e hidróxido de sodio como activador, de acuerdo con los trabajos previos de Yliniemi et al. (2016) y Kinnunen et al. (2017), en los que se han obtenido buenos resultados para la elaboración de un cemento activado alcalinamente o geopolímero, a partir del desecho de fibra de lana mineral. Previo a la elaboración de probetas de suelo estabilizado alcalinamente, se realizó un análisis de combinaciones de cemento activado alcalinamente (CAA); con adición de fibra solamente, y de combinaciones de cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA); con adiciones de fibra y OPC. Posteriormente, se realizó una caracterización tanto mecánica como química de combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente, tanto con fibra (CAA), como con fibra y OPC (CHAA). Se realizaron ensayos de resistencia mecánica como la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS, por su siglas en inglés) de acuerdo a la norma ASTM D2166, (ASTM D2166, 2016). Adicionalmente, se evaluaron los productos de reacción alcalina, a los 28 días de curado. Lo anterior se hizo con el fin de conocer la factibilidad técnica del uso del cemento activado alcalinamente, como un estabilizante químico que remplace parcialmente el uso del OPC, y que sea usado

en aplicaciones geotécnicas como bases para estructuras de pavimentos o desarrollo de mampostería como Bloques de Tierra Compactada (BTC).

## II. OBJETIVOS

### 2.1. Objetivo general

Evaluar el efecto de la fibra de lana mineral, combinado con cemento de uso general, en la formación de un cementante híbrido activado alcalinamente, con diferentes porcentajes en peso de suelo, en la estabilización de un suelo compactado mecánicamente.

### 2.2. Objetivos específicos

- Caracterizar las propiedades físicas y químicas del suelo y el desecho de fibra de lana mineral mediante análisis de distribución de partícula, gravedad específica, índices de consistencia, densidad Próctor, Difracción de Rayos X (XRD), Fluorescencia de Rayos X (XRF ), y Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS).
- Analizar el efecto de la dosificación del desecho de fibra de lana mineral y del OPC, activados alcalinamente, en la resistencia a compresión sin confinamiento (UCS) del suelo estabilizado.
- Caracterizar las propiedades microestructurales, químicas y morfológicas de las mezclas, tanto de las probetas del cemento híbrido activado alcalinamente, como del suelo estabilizado con este cemento, mediante XRD y SEM-EDS.

### III. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

#### 3.1. Geopolímeros o Cementos Activados Alcalinamente (CAA)

##### 3.1.1. Definición y Generalidades

En general, los geopolímeros son polímeros inorgánicos formados por una mezcla de un material sólido, que aporta material rico en aluminosilicatos, con un líquido, que contiene una solución altamente alcalina, generalmente, hidróxido de calcio o silicato de sodio, ver Figura 1 (Liew, Heah, Mohd Mustafa, & Kamarudin, 2016).

La fuente rica de aluminosilicatos es de origen principalmente geológica, es decir, de suelos, de ahí el prefijo geo para estos compuestos. A su vez, el término “geopolímero” es generalmente usado para describir materiales cuya estructura se asemeja a un aluminosilicato amorfo alcalino. También estos materiales son comúnmente llamados “polímeros inorgánicos”, “cementos activados alcalinamente”, “geocementos”, “ligantes cerámicos alcalinos”, “hidrocerámicos”, etc, (Singh, Ishwarya, Gupta, & Bhattacharyya, 2015). En el presente trabajo se llamará a estos materiales indistintamente geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA).

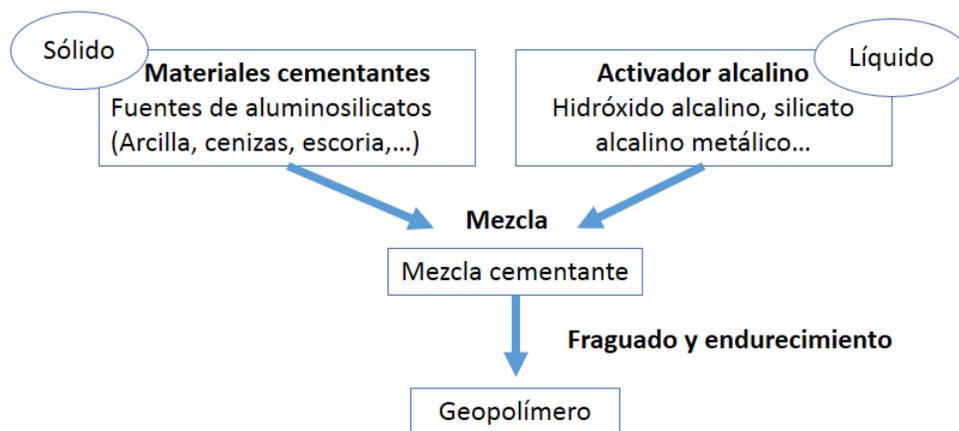


Figura 1: Diagrama esquemático de la formación de geopolímeros, modificado de. (Liew et al., 2016).

En los años 1940, Purdon fue el primero en investigar la activación alcalina, sugiriendo en sus investigaciones, que los hidróxidos alcalinos sirven de catalizadores, al poder lixiviar materiales ricos en alúmina y sílice. Luego, en 1950, el profesor Glukhovsky, de Kiev, Ucrania fue el primero en analizar e identificar este tipo de materiales, en construcciones antiguas de Egipto y Roma, y propuso un modelo de la activación alcalina. Basado en sus observaciones, lo llamó “suelo-cemento”, el cual era producto de la combinación de un residuo industrial rico en aluminosilicatos, como la escoria metalúrgica y de un residuo industrial alcalino.

Pero no fue sino hasta 1972, que el término “geopolímero” fue propuesto por primera vez, por Davidovits, designando una nueva clase de materiales de cadena cruzada tridimensional, los cuales, hacen referencia a una familia de aglomerantes de origen mineral, que se encuentran muy relacionados con las zeolitas artificiales, debido a su similitud, tanto en sus estructuras químicas, como en los mecanismos de formación (Mart, 2015).

Este último, en sus investigaciones de muestras de algunos bloques de las pirámides de Egipto, afirmó que la durabilidad del cementante con que se hicieron es debido a su alto nivel de compuestos zeolíticos amorfos. Concluyó, de acuerdo a sus investigaciones, que dichos bloques no se hicieron con rocas naturales, sino con una mezcla o cemento artificial elaborados in situ (Pourakbar & Huat, 2016).

Así mismo, otros estudios sobre construcciones antiguas de Roma, Siria y Jordania han mostrado una significativa cantidad de fases zeolíticas cristalinas, como la analcita o analcima; también se han encontrado aluminosilicatos de calcio hidratados, similares a los que se encuentran en el OPC, que junto a las fases zeolitas, son las responsables de la estabilidad y la durabilidad de estas construcciones a través de los años. Estas fases hoy en día son las que se encuentran en los cementos activados alcalinamente (Schmalz, 1981).

### 3.1.2. Estructura química

Los geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA) tienen una estructura de semicristalina a amorfa, con redes tridimensionales compuesta de átomos Si-O-Al. Esta red está conformada por tetraedros de SiO<sub>4</sub> y AlO<sub>4</sub> que se unen de forma alterna y comparten los átomos de oxígenos en número de coordinación IV con el Al. Esto deja una carga negativa que es neutralizada con los cationes tales como Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Li<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> y H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> (Liew et al., 2016). Dependiendo de la relación Si/Al, se pueden formar tres estructuras, que son los poli (sialato), poli (sialato-siloxo) y poli (sialato-disiloxo); ver Figura 2. La fórmula química de los geopolímeros es dada por la Ecuación (1):



Donde **M** es el catión como K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup> o Ca<sup>2+</sup>; **n** es el grado de policondensación, **z** es 1, 2,3 y **w**, es la cantidad de agua mezclada.

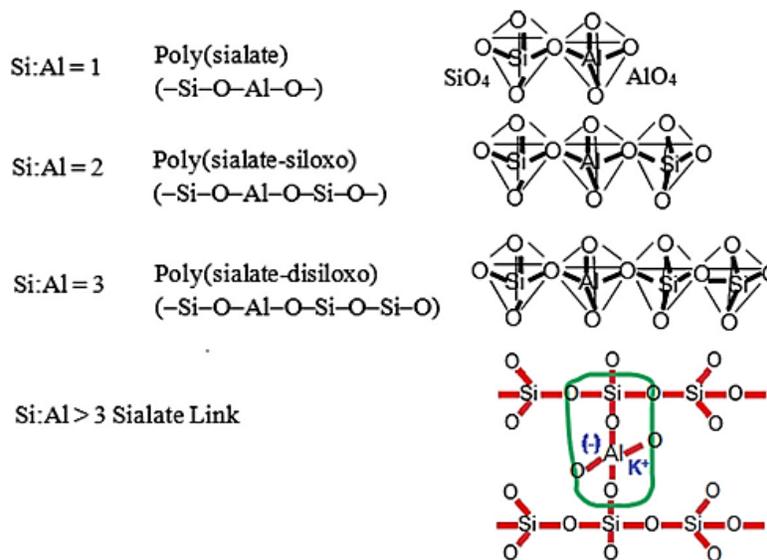


Figura 2: Diferentes sistemas de geopolímeros según el número de unidades siloxo Si-O, modificado de (Liew et al., 2016).

En numerosos estudios, ha sido probado que los cementos o materiales activados alcalinamente exhiben diferentes propiedades fisicoquímicas, de acuerdo con la variación de la relación molar Si/Al. Se ha encontrado también, que el incremento de la cantidad de Si, favorece el tipo de enlace Si-O-Si, el cual es más fuerte que en los enlaces Al-O-Si y Al-O-Al. Por lo tanto, el aumento en la relación Si/Al, incrementa la resistencia de los cementos activados alcalinamente, debido a que a medida que aumenta la relación Si/Al, aumenta la densidad de los enlaces Si-O-Si (Pourakbar & Huat, 2016).

Así, en términos generales, los geopolímeros están formados por una red de sialatos, los cuales están formados alternamente por moléculas tetraédricas de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$ , compartiendo estos tetraedros, un átomo de oxígeno. El conocimiento de su modelo estructural representa un desafío para los investigadores hoy en día, por lo cual, actualmente, se sigue estudiando el mecanismo exacto de su configuración y endurecimiento (Mart, 2015).

### **3.1.3. Mecanismos de formación**

La geopolimerización es una reacción exotérmica en la que la síntesis es llevada a cabo a través de oligómeros (dimer, trimer) que proporcionan la unidad estructural de la macromolécula tridimensional. En medio alcalino, la presencia de iones hidroxilo en la reacción alcalina inicia el proceso de disolución de los aluminatos y liberan las especies de silicato y aluminato, para promover la reacción de polimerización. La extensión o grado de la disolución depende de la capacidad de intercambio iónico, la concentración de la solución alcalina y de la estructura de los precursores (Liew et al., 2016).

El mecanismo de formación de los geopolímeros, en términos generales, consiste principalmente en tres etapas, que son: disolución de sílice y alúmina de las fuentes ricas en estos materiales como ceniza volante u otros materiales ricos en estos elementos; seguido de la coagulación y gelificación de los materiales

disueltos, para que luego se polimericen formando estructuras tridimensionales de aluminato de sílice (Mehta & Siddique, 2016).

Como se indicó anteriormente, el primero en proponer un modelo de reacción o cinética, fue Glukhosvsky, cuyo modelo consistía en tres estados: a) destrucción-coagulación, b), coagulación-condensación y, c) condensación-cristalización. Actualmente, varios autores han ampliado su modelo, para explicar el proceso de geopolimerización, con el propósito de tener una mayor comprensión acerca de la síntesis de las zeolitas. Un modelo conceptual del proceso de geopolimerización, se resume en la Figura 3 (Duxson et al., 2007).

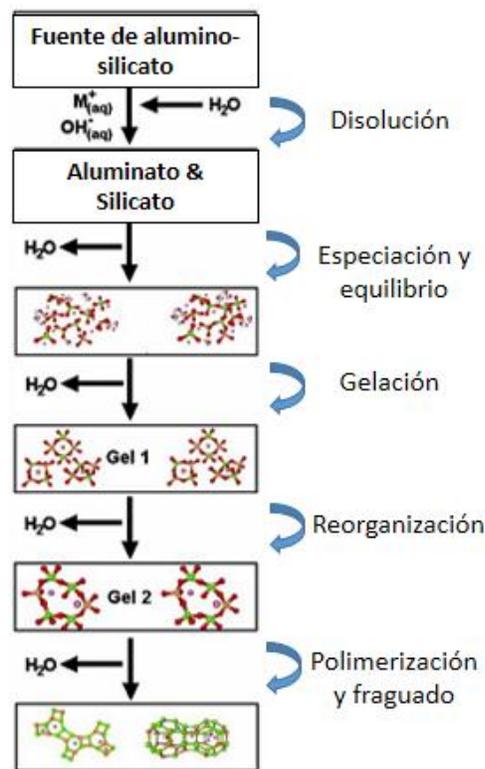


Figura 3: Modelo conceptual de la geopolimerización, modificado de (Duxson et al., 2007).

El proceso de reacción de la geopolimerización ocurre así en múltiples etapas, las cuales ocurren simultáneamente (Liew et al., 2016):

- Disolución de los aluminosilicatos en un medio altamente alcalino.

- b) Reorganización y difusión de los iones solvatados, con la formación de pequeñas estructuras coaguladas.
- c) Policondensación, donde se forman las fases de aluminosilicatos gel y,
- d) Transformación en estado sólido y fraguado para formar un sólido duro.

La nucleación, o la disolución de los aluminosilicatos y la formación de las especies, dependen en gran medida, de los parámetros termodinámicos y cinéticos, en especial en los dos primeros pasos propuestos por Glukhosvsky. Luego, en el crecimiento, es la etapa durante la cual los núcleos alcanzan un tamaño crítico y comienza así a formarse los cristales. De este modo, los procesos de reorganización estructural determinan la microestructura y la distribución de poros, fundamentales para muchas propiedades de los geopolímeros (Duxson et al., 2007).

Finalmente, se presenta un modelo planteado por Provis et al. (Liew et al., 2016), en la Figura 4, en el que el gel en la fase inicial, representado en la etapa “solidificación y endurecimiento” es diferente al gel en la fase final, “reorganización del gel en desarrollo y cristalización”, después del tiempo de curado. Más allá de este tiempo, sigue transcurriendo un continuo reordenamiento de la fase gel en la que ocurre una mayor reticulación, a medida que se libera agua, formándose algunos cristales de zeolita. Por lo tanto, de acuerdo con este modelo, se forman fases más ordenadas en la etapa final.

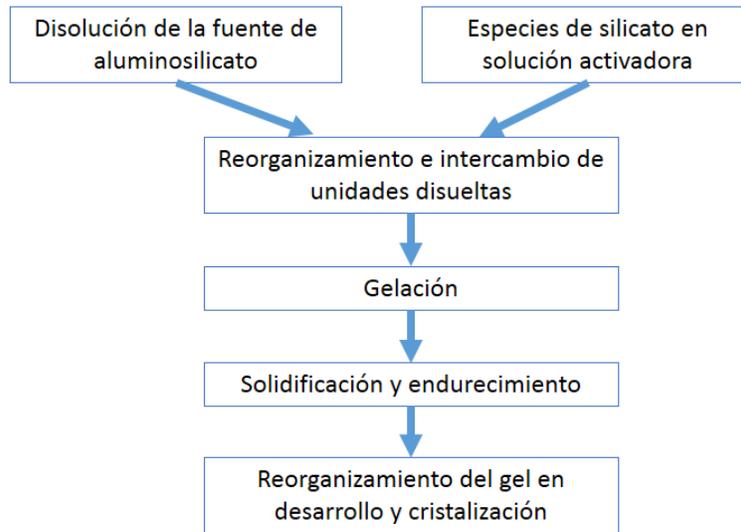


Figura 4: Etapas que ocurren durante el proceso formación de geopolímeros, modificado de (Liew et al., 2016).

#### 3.1.4. Activadores alcalinos

El activador o reactivo alcalino es una solución de un metal alcalino soluble (hidróxido), basado por lo general en sodio o potasio. Estos incluyen silicatos alcalinos, hidróxidos, carbonatos, además de aluminatos de sodio y polvo de horno de cemento (cement kiln dust). Bajo un medio fuertemente alcalino o básico, los aluminatos se disuelven rápidamente para formar unidades tetraédrica de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$  y promueven las especies disueltas para el proceso de policondensación (Liew et al., 2016). Por otro lado, se han clasificado los activadores alcalinos en seis grupos, los cuales son: álcalis cáusticos, sales de ácidos débiles sin silicatos, silicatos, aluminatos, aluminosilicatos y sales de ácidos fuertes sin silicatos. Los más usados han sido hidróxido de sodio o potasio (NaOH, KOH), con silicato de sodio o silicato de potasio ( $n\text{SiO}_2\text{Na}_2\text{O}$ ,  $n\text{SiO}_2\text{K}_2\text{O}$ ) (Pourakbar & Huat, 2016).

Basados en la literatura, se han reportado el uso de calcitas, dolomitas y sodio ortofosfático como partes de una solución activadora alcalina; sin embargo, estos minerales no proveen la suficiente alcalinidad para la disolución de las especies, y así formar el gel de aluminosilicatos lo suficientemente estable. En contraste, varios estudios han reportado que la reacción alcalina ocurre a una alta razón si se usa

soluciones de silicato, como el silicato de sodio. Sin embargo, este activador no es sostenible ambientalmente, debido a que su producción involucra considerables gastos de energía, y por tanto emisiones de CO<sub>2</sub>. Adicionalmente, el silicato de sodio no podría ser usado en fase líquida, y por tanto no podría ser aplicable en mezcla de suelos; por eso, las soluciones de hidróxidos en los procesos de activación alcalina, pueden ser una alternativa como activadores (Pourakbar & Huat, 2016).

En cuanto a trabajos que han usado el aluminato de sodio (NaAlO<sub>2</sub>) como activador, se encuentra el realizado por Phair et al. (Phair & Van Deventer, 2002). En éste se comparó el silicato de sodio y el aluminato de sodio en matrices poliméricas con base a ceniza volante, metacaolín, feldespato tipo K y escoria metalúrgica, concluyendo que el aluminato de sodio, en un geopolímero a partir de ceniza volante, contenía de 4 a 6 números de coordinación con el aluminio, y que dependiendo de la relación OH/Al, estos geopolímeros podrían tener igual o mayor resistencia a compresión, comparado con el geopolímero usando como activador silicato de sodio. También se destacan los trabajos de Kinnent et al. (2017) y Yliniemi et al. (2016), donde se evaluó el uso de fibra de lana mineral como precursor para la formación de geopolímeros, usando como activador aluminato de sodio, obteniendo resultados muy satisfactorios.

### **3.1.5. Relación molar de los activadores**

La función principal de la solución alcalina, es la de proporcionar la disolución de las especies de los minerales de aluminosilicatos, en un medio altamente alcalino, para que se produzca el geopolímero por policondensación (Pourakbar & Huat, 2016). En un sistema de geopolímeros, el contenido de Na es aportado por la solución de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> y NaOH, mientras que el contenido de Al proviene de la fuente de los aluminosilicatos. El contenido del agua proviene tanto de la solución de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> y NaOH, más el agua libre añadida a la mezcla (Liew et al., 2016). Se ha mostrado en investigaciones que para obtener productos geopoliméricos de alta

resistencia, se necesita conocer bien las relaciones molares de estas especies (Liew et al., 2016; Rodriguez, De Gutierrez, Bernal, & Gordillo, 2009). Las relaciones molares más importantes entre todas las especies son Si:Al y Na:Al. Davidovits recomienda un rango de relaciones molares, mostrado en la Tabla 1, sin embargo otros autores recomiendan otros rangos teniendo en cuenta el precursor a usar (Liew et al., 2016).

Tabla 1: Relaciones molares de los óxidos para la elaboración de geopolímeros, modificado de (Liew et al., 2016).

Relaciones molares (en óxidos)	Rango
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	3.50-4.50
$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	0.80-1.20
$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$	15-17.50
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0.20-0.28

### 3.2. Clasificación de los geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA)

Una gran variedad de cementos activados alcalinamente se ha desarrollado durante las últimas décadas. Basados en la naturaleza de sus componentes cementicios (sistemas  $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), los cementos activados alcalinamente pueden ser clasificados principalmente en dos grupos: Cementos o sistemas de alto calcio, y los de bajo calcio; teniendo cada grupo, mecanismos distintos de activación (Garcia-Lodeiro, Palomo, & Fernández-Jiménez, 2015). A continuación, se explica brevemente cada grupo.

**Los cementos o sistemas de alto calcio ( $\text{Na, K}_2\text{O-CaO- Al}_2\text{O}_3\text{- SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ ):** A este grupo, corresponde los materiales ricos en calcio y sílice, tales como la escoria metalúrgica de alto horno ( $\text{SiO}_2\text{+CaO} > 70\%$ ), donde son activados bajo condiciones alcalinas moderadas, y cuyo producto principal de hidratación es el gel C-S-H (silicato de calcio hidratado), similar al que se obtiene por hidratación en el OPC, en el que absorbe el aluminio en su estructura.

**Los cementos o sistemas de bajo calcio  $(\text{Na,K})_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 - \text{H}_2\text{O}$ :** Son compuestos principalmente de aluminio y silicio, como por ejemplo la ceniza volante tipo F (bajo calcio), los cuales requieren, para ser activados, altas condiciones de alcalinidad y temperaturas de curado entre 60 y 200 °C. Su principal producto de reacción es el gel N-A-S-H, (aluminosilicato alcalino hidratado), que puede ser relacionado como un precursor de zeolita, el cual también recibe el nombre de geopolímero o polímero inorgánico, entre otros.

Recientemente, se ha incluido otro grupo o modelo de activación alcalina, que comprende la combinación de los dos grupos mencionados anteriormente, con el cemento Portland, y sobre el cual se presentará información a continuación.

### **3.3. Cementos Híbridos Activados Alcalinamente (CHAA)**

Los cementos híbridos alcalinos, son aglomerantes cementicios con contenidos de  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ , y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , de alrededor de 20%, y cuyos productos de reacción son unos geles químicamente complejos, que se forman dependiendo de las condiciones de reacción. Los sistemas cementicios híbridos más estudiados, son (García-Lodeiro et al., 2015):

- OPC-Escoria metalúrgica granulada de alto horno.
- OPC-Escoria metalúrgica de fósforo.
- OPC-Ceniza Volante.
- OPC-Polvo de acería-Escoria metalúrgica granulada de alto horno.
- OPC-Ceniza volante-Escoria metalúrgica granulada de alto horno.
- Cementos multi-componentes.

Algunos estudios acerca de estos materiales han mostrado que la presencia de cierta cantidad de calcio reactivo (presente en el clínker del OPC), permite que la mezcla se endurezca sin necesidad de un tratamiento térmico; estos cementos, con

menos de 30% de OPC, se conocen como cementos híbridos (Palomo, Maltseva, Garcia-Lodeiro, & Fernandez-Jimenez, 2013).

Estos materiales son divididos en dos grupos; en el grupo A están los cementos que contienen un bajo contenido de clínker o cemento Portland, y una alta proporción (alrededor de 70 %) de adiciones minerales; en otro, el grupo B, son aquellos cementos que no contienen cemento Portland y que son compuestos por la combinación de materiales como por ejemplo ceniza volante más escorias metalúrgicas, entre otros (Garcia-Lodeiro et al., 2015).

En los sistemas que contienen clínker Portland (clínker + escoria metalúrgica, ya sea fosfórica o de polvo metalúrgico, clínker + ceniza volante, clínker + escoria + ceniza volante); si el medio es ligeramente alcalino (ej.: concentración 2.0 M de NaOH), el principal producto de reacción es el gel C-S-H; mientras que si el medio es altamente alcalino (ej. Concentración de 10.0 M d NaOH), el principal producto es el gel N-A-S-H (Garcia-Lodeiro et al., 2015)

### **3.4. Productos de reacción**

Los productos de reacción de los cementos activados alcalinamente son complejos, y dependen ampliamente de las condiciones en que se dan en la reacción. Hoy en día es bien conocido que el principal producto de hidratación del OPC es el gel C-S-H, el cual es el responsable de las propiedades mecánicas de este material. La portlandita, la etringita, el monosulfoaluminato de calcio, entre otras fases, forman los productos secundarios del OPC. Sin embargo, la activación alcalina de materiales ricos en alúmina y sílice y bajos en calcio, tales como la ceniza volante y el metacaolín, tienen como principal producto, un aluminosilicato alcalino hidratado, conocido como el gel N-A-S-H. Los productos de reacción secundaria en estos tipos de sistemas son las zeolitas tales como la hidroxisodalita, zeolita P, Nachabazita, zeolita Y y faujasita (ver Figura 5) (García-Lodeiro, Maltseva, Palomo, & Fernández-Jiménez, 2012).

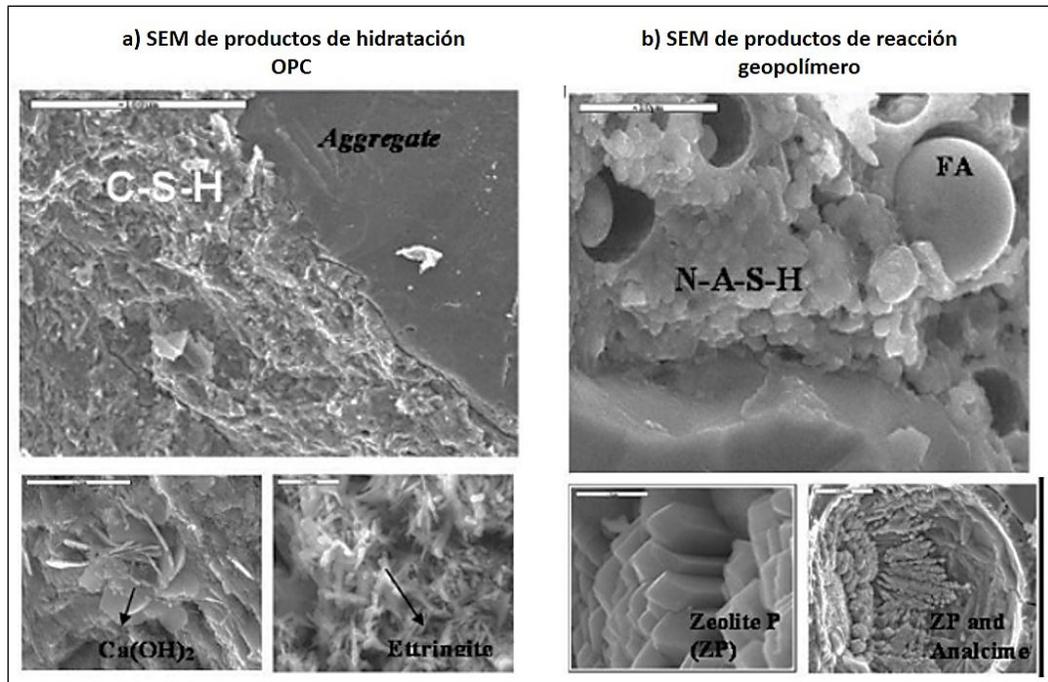


Figura 5: a) Micrografías SEM del gel C-S-H y algunos productos secundarios como el  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  y la etringita, b) Micrografía SEM del gel N-A-S-H y algunos productos secundarios de zeolitas como la Zeolita tipo P y analcima. Imagen modificada de (García-Lodeiro et al., 2012)

Para entender a profundidad tanto el tipo de enlace entre el Si y Al, así como la estructura de los geles N-A-S-H y C-A-S-H de los geopolímeros ha sido clave las técnicas instrumentales como la Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) y la Resonancia Magnética Nuclear (NMR) (Provis, Palomo, & Shi, 2015). Mediante FTIR, se ha entendido más el mecanismo de formación de los geles mencionados, en el que prevalece inicialmente en edades tempranas los enlaces tipo Si-O-Al, con geles ricos en Al, y posteriormente enlaces Si-O-Al (enlaces más fuertes), con el aumento de la relación molar Si/Al (Provis & Bernal, 2014). De igual manera, se ha tratado de entender la relación entre los geles C-S-H y C-A-S-H y el papel que juega los enlaces de H en la estructura tridimensional mediante Espectroscopia Raman (Renaudin, Russias, Leroux, Cau-dit-Coumes, & Frizon, 2009)

Por otro lado, en 2005, Yip et al. (Yip, Lukey, & Van Deventer, 2005), observó la coexistencia de un gel geopolimérico y del silicato de calcio hidratado, de mezclas

de cemento activado alcalinamente a partir de escoria y metacaolín. La formación de gel C-S-H, junto con formación de un gel geopolimérico ocurrió bajo un sistema de baja alcalinidad, mientras que en presencia de concentraciones altas de NaOH, el gel geopolimérico fue predominante junto con precipitaciones dispersas de calcio (García-Lodeiro et al., 2012). Se ha encontrado también en cementos con ceniza volante y OPC activados alcalinamente, tanto C-S-H como el gel N-A-S-H; sin embargo, su compatibilidad aún no se ha estudiado a profundidad (García-Lodeiro, Fernandez-Jimenez, & Palomo, 2013).

Por otro lado, en 2007 Palomo et al. (García-Lodeiro et al., 2012), investigaron sistemas con 70 % de ceniza volante, y 30 % de OPC, y encontraron una mezcla de geles amorfos (C-S-H y N-A-S-H). Los autores concluyeron que la hidratación del OPC tomaba diferentes caminos dependiendo de la contracción del  $\text{OH}^-$ , y de la sílice soluble en el medio. Otro hallazgo importante que anotaron, fue el hecho de que la activación de la ceniza volante se acelera por la presencia de OPC, a temperatura ambiente, y este hecho es debido a que este último libera calor en la hidratación cuya energía liberada, activaría las reacciones químicas para que se originen en la ceniza volante el fraguado y el endurecimiento en un medio altamente alcalino (García-Lodeiro et al., 2012).

Al respecto de estos sistemas, estudios recientes en muestras sintetizadas han mostrado que la estabilidad de N-A-S-H, en presencia del calcio, depende en gran medida del pH del medio; en presencia de suficiente calcio, un pH alrededor de 12 favorece la formación del gel C-A-S-H, en vez de N-A-S-H. Sin embargo, estos hallazgos se realizaron en condiciones de equilibrio, que normalmente son difíciles de alcanzar durante la hidratación a edades tempranas. Lo anterior se resume en el modelo propuesto por los autores en la Figura 6, en donde la línea discontinua horizontal muestra que, la asociación del ion  $\text{Ca}^{2+}$  a la red tridimensional del aluminosilicato, a pH bajos, se da por intercambio iónico con el  $\text{Na}^+$ , hasta llegar a la saturación (García-Lodeiro et al., 2012).

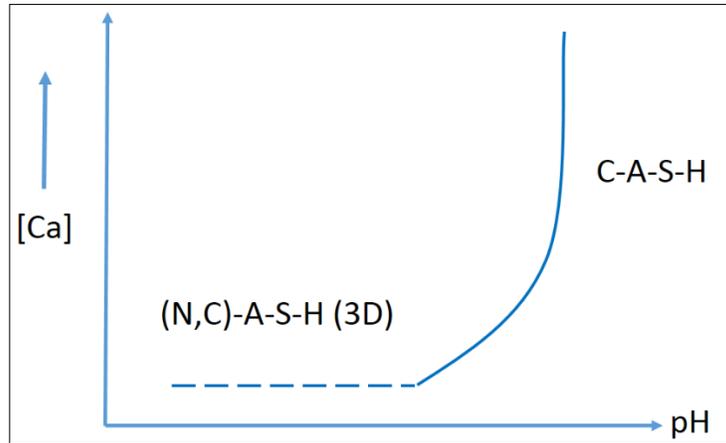


Figura 6: Modelo propuesto para la estabilidad de gel N-A-S-H, en presencia de Ca. Imagen modificada de (F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, 2012).

### 3.5. Geopolímero a partir de residuos industriales

Los materiales tales como la ceniza volcánica, metacaolín, el lodo rojo (subproducto de la producción del aluminio), la escoria metalúrgica de alto horno y ceniza de palma de aceite, poseen una buena cantidad de sílice y alúmina, los cuales los hace aptos para usarse en la producción de geopolímeros (Mehta & Siddique, 2016). Otros materiales como el polvo de horno de cemento, lodos de la minería del cobre o hierro, y la ceniza de cascarilla de arroz también son utilizados como precursores para la generación de geopolímeros (L. Zhang, 2013).

Un material IBPs (subproductos de la industria), que está despertando gran interés es el residuo de carburo de calcio (Calcium Carbide Residue, CCR), subproducto de la producción del gas acetileno. En la actualidad, se investiga la utilización de CCR en combinación con materiales ricos en sílice como el caolín, ceniza de cascarilla de arroz, ceniza volante, tanto la tipo botton ash (BA) y fly ash (FA), para generar geopolímero (Ajah, Mohammadinia, Phummiphan, Horpibulsuk, & Samingthong, 2016). Como aplicación en ingeniería civil de este residuo, se ha investigado su uso en mampostería y en estructuras de pavimentos. En el primero, Consoli et al. (Consoli, Rocha, & Saldanha, 2014) estudia el CCR en combinación

con la ceniza volante (FA) controlando parámetros tales como el contenido de CCR, la porosidad, la temperatura y el tiempo de curado, con el fin de predecir la resistencia a compresión de bloques de geopolímero; en la segunda aplicación, Ajah et al. (Ajah et al., 2016) se ha investigado el uso de CCR en combinación con escoria metalúrgica y ceniza volante en la estabilización de residuos de la construcción y demolición, en específico de ladrillo molido (Crush Brick, CB) y agregado de concreto reciclado (Recycle Concrete Aggregate, RCA), como aplicación en base y sub-base para pavimentos, obteniendo buenos resultados con el porcentaje de CCR más 5 % de escoria.

### **3.6. Ventajas y desventajas de los cementos activados alcalinamente (CAA) con respecto al cemento Portland (OPC)**

No sólo los cementos activados alcalinamente (CAA) poseen un rendimiento igual o superior al OPC en muchas aplicaciones, sino que lo aventaja en muchos aspectos, tales como: abundante materia prima para su producción (incluyendo fuentes de residuos industriales), desarrollo rápido de resistencia mecánica, buena durabilidad y resistencia superior al ataque químico (Amran et al., 2020; McLellan et al., 2011; J. Zhang et al., 2017). También posee la capacidad de neutralizar o encapsular contaminantes, y un menor consumo de energía y emisiones de gases efecto invernadero con respecto a OPC (Pourakbar & Huat, 2016; L. Zhang, 2013).

Los CAA, de otro lado, han demostrado ser una alternativa para desarrollar concretos superiores a los tradicionales, bajo atmósferas altamente agresivas, especialmente en lo referente a la resistencia a ácidos. Pueden desarrollar resistencias mecánicas superiores a 100 MPa, una mejor resistencia química a sulfatos y ácidos nocivos, baja fluencia y retracción y resistencia a altas temperaturas (Mehta & Siddique, 2016).

Aunque los CAA son una alternativa frente a los estabilizantes tradicionales, son más amigables con el medio ambiente y de menor costo, su implementación tiene

algunos aspectos que se deben tener en cuenta para que puedan competir efectivamente. Algunos de éstos son: dificultad de manipulación de las soluciones cáusticas, la pobre trabajabilidad, control de calidad, y la más importante, el problema de la eflorescencia (Pacheco-Torgal et al., 2017) .

Una dificultad para implementar estos materiales es que se conocen pocas normas que regulen estos materiales. Así lo demostró una encuesta que se hizo a constructores sobre la implementación de estos materiales en Australia, donde un porcentaje alto mostraba un desconocimiento acerca de los geopolímeros o CAA (Pacheco-Torgal et al., 2017). Al respecto, Zhang (L. Zhang, 2013) confirmó que a pesar de que se ha aumentado las patentes de bloques o ladrillos de geopolímeros, su producción a nivel mundial no ha sido relevante; sólo en la India su producción a Julio de 2012 era de 0.5 millones de unidades; y agrega, que es debido a una pobre aceptación del público y al poco apoyo de instituciones que regulan la construcción en las naciones para promover estos materiales

### **3.6.1. Costos financieros**

En cuanto los costos financieros, los CAA pueden ser una alternativa para reemplazar los conglomerantes tradicionales como la cal y el OPC, pero bajo ciertas condiciones; aunque falta más investigaciones que confirmen lo anterior. Al respecto de los costos de la producción geopolímero versus OPC, McLellan et al. (McLellan et al., 2011) concluyeron, comparando el consumo de energía como de costos de producción de varios tipos de mezclas de geopolímeros, que la inclusión de activadores alcalinos aumenta los costos, en cuanto al consumo de energía y combustible y al costo del transporte de los geopolímeros (ver Figura 7). Sin embargo, los mismos autores sugieren que esto se compensa con el hecho de que el activador alcalino, en las mezclas, se requieren en pequeñas cantidades ya que más del 80 % de la materia prima del geopolímero proviene del IBPs (subproductos industriales), los cuales tienen cero costos siempre y cuando la distancia entre la

fuente de la materia prima y el sitio de tratamiento de estos materiales no sea considerablemente larga (P Sargent, 2015).

En esta misma línea en Sarget et al. (P Sargent, 2015), se contrastaron los resultados de algunos autores respecto a los costos económicos generados por los geopolímeros: Cristelo et al. (Cristelo et al., 2015), compararon los costos de producir  $3800 \text{ m}^3$  de mezcla de concreto de OPC y de cemento activado alcalinamente para columnas, y llegaron a la conclusión de que el primero tiene un costo promedio de 90 % con respecto al segundo. Sin embargo, se debe aclarar que la comparación debió haber sido hecha bajo los mismos parámetros de durabilidad para los dos materiales. También, Abdollahnejad et al. (Abdollahnejad, Pacheco-Torgal, Félix, Tahri, & Barroso Aguiar, 2015b), estudiaron el costo de un material activado alcalinamente a partir de ceniza volante, y utilizando como activadores una solución de NaOH y  $\text{NaSiO}_3$ ; llegaron a la conclusión de que las mezclas cuestan no menos de 300 euros/ $\text{m}^3$ . Por tanto, como lo sugiere Provis et al. (Provis et al., 2015), la investigación de los activadores en la generación de los geopolímeros juegan un papel importante para ser competitivo económicamente y debe ser investigado a fondo y en detalle.

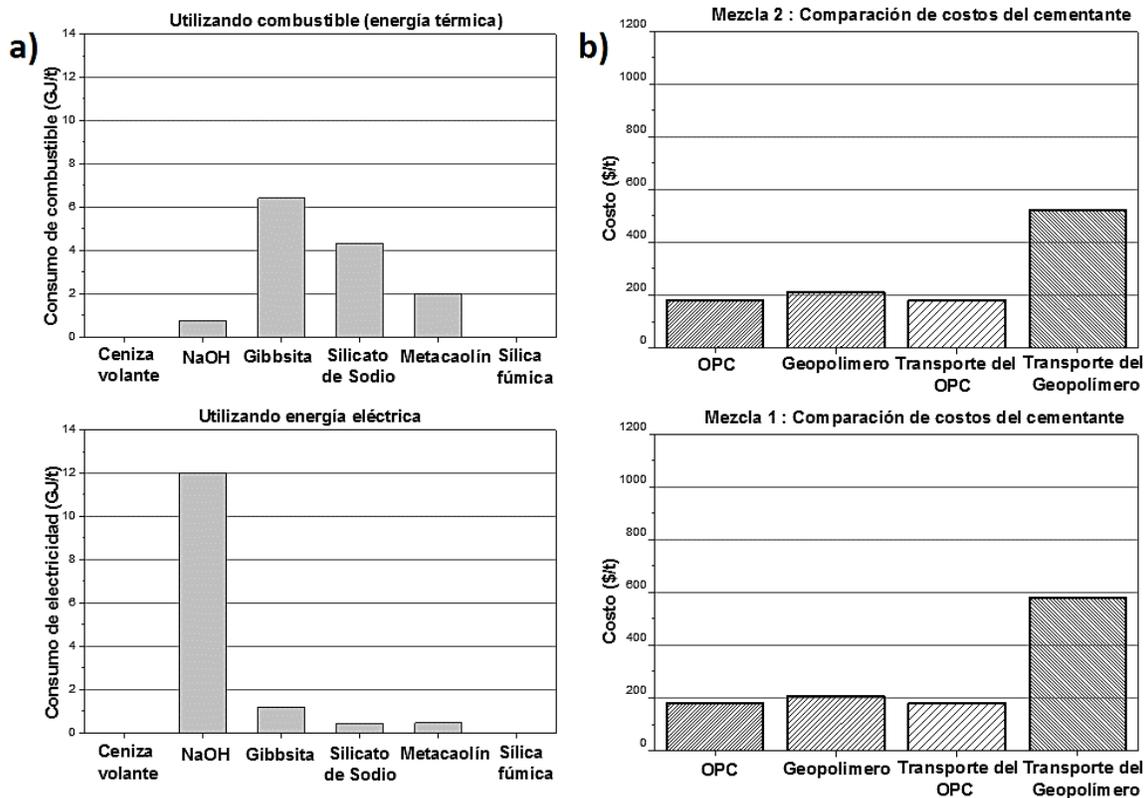


Figura 7: a) Comparación de costos en energía distintos residuos para geopolímeros en Australia; b) comparación de los costos de transporte de dos geopolímero con respecto al OPC. Imagen modificada de (P Sargent, 2015).

### 3.6.2. Costos ambientales (emisión de huella de carbono)

Aunque se conoce el buen desempeño en cuanto a propiedades mecánicas y químicas de los geopolímeros o cementos activados alcalinamente con respecto al OPC; se necesitan más estudios que confirmen el impacto ambiental en la elaboración e implementación de los geopolímeros, para que puedan ser una alternativa sostenible ambientalmente frente al uso del OPC. En la literatura se registra algunos datos aproximados, los cuales oscilan entre un moderado 20 % a un 80 % de reducción de emisiones de CO<sub>2</sub>, con respecto a los generados por el OPC (Mart, 2015).

Con respecto a las emisiones de gases como el CO<sub>2</sub>, Davidovits es el primer autor en decir que se produce 0.184 t de CO<sub>2</sub> por cada tonelada de geopolímero. Otros autores mencionan al respecto que no hay más estudios que refuercen lo anterior; sin embargo, han encontrado que, aunque por la generación de CO<sub>2</sub> por la producción de Na<sub>2</sub>O es alta, la reducción de la generación del gas efecto invernadero es de 80 a 100 % con respecto a OPC. En contraste con lo anterior, un estudio en Australia realizado por Turner et al. (Turner & Collins, 2013) mostró que la reducción de emisiones de CO<sub>2</sub> de un concreto de geopolímero de 40 MPa con respecto a un concreto de 100 % de OPC de 328 kg/m<sup>3</sup> fue sólo de aproximadamente 9 %, como se muestra en la Figura 8. Otros autores afirman que la emisión de dióxido de carbono puede ser mucho más bajo si se compara con un OPC con sustitución parcial de materiales puzolánicos como la ceniza volante. Sin embargo; otros autores concluyen al respecto, que se debe hacer estudios más profundos, donde se tengan en cuenta geopolímeros que no tengan activadores como el silicato de sodio, cuya producción consume mucha energía y emite dióxido de carbono, aumentando así su contribución de huella de carbono (Pacheco-Torgal et al., 2017).

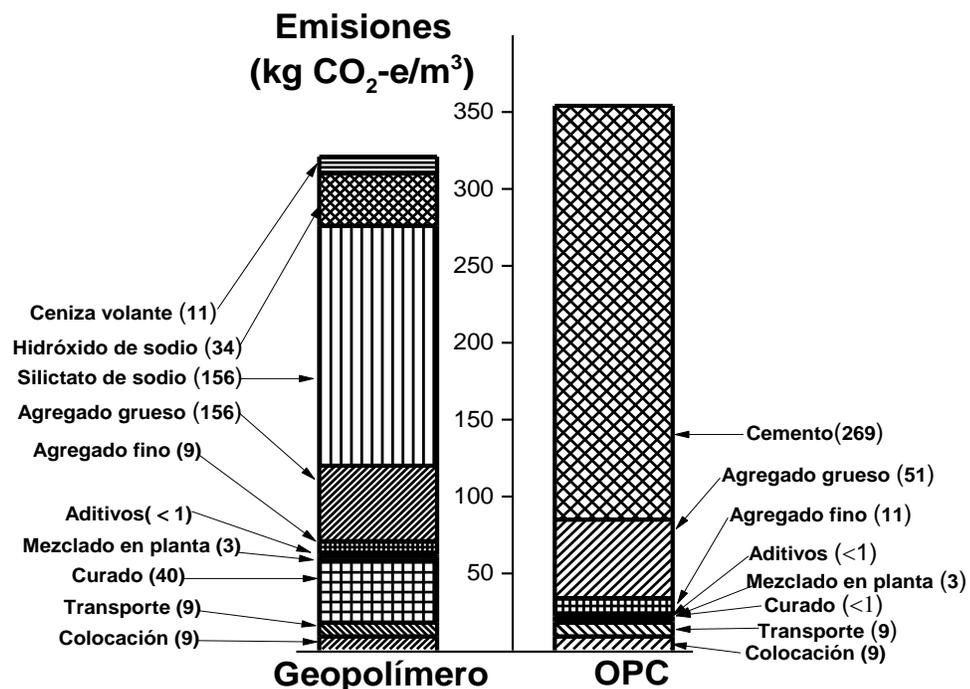


Figura 8: Comparación esquemática de emisiones de CO<sub>2</sub> entre concreto de grado 40 de geopolímero y OPC. Imagen modificada de (Pacheco-Torgal et al., 2017).

### **3.7. Estabilización química de suelos**

Tradicionalmente, se ha usado el cemento Portland OPC y la cal como estabilizantes químicos de suelos, para diversas aplicaciones en construcciones civiles, alrededor del mundo. Pero debido a sus altos costos energéticos y a la gran cantidad de dióxido de carbono emitido, tanto el uso de OPC como de la cal, está siendo replanteado. Es por eso, que se están buscando alternativas viables y sostenibles por parte de la industria de construcción civil, para reemplazar estos materiales como estabilizantes de suelos (M. Zhang, Guo, El-Korchi, Zhang, & Tao, 2013a).

Una popular ruta para seleccionar nuevos aglomerantes ha sido reciclar los sub-productos o desechos industriales (IBPs), en especial los que están compuestos por aluminosilicatos (ej.: las puzolanas). A su vez, la introducción de nuevos activadores alcalinos tales como hidróxido de sodio junto con IBPs, en la estabilización de suelos, ha mostrado que incrementa las propiedades mecánicas de éstos, debido al incremento del pH mismo, lo que posibilita las reacciones puzolánicas y enlaces cementicios (P Sargent, 2015).

Como se ha expuesto anteriormente, son múltiples las ventajas que tienen los geopolímeros o cementos activados alcalinamente, en cuanto a propiedades químicas y mecánicas, comparados con los materiales hechos a partir de cemento OPC, como morteros y/o concretos; sin embargo, aunque hay estudios que reportan la estabilización de suelo con cementos activados alcalinamente, por ejemplo, a partir de ceniza volante, los estudios son limitados o aún están en etapas tempranas. Por lo tanto, se necesitan trabajos investigativos más extensos sobre este tipo de materiales en ampliaciones geotécnicas de ingeniería civil para que este tipo de materiales sean técnica y económicamente viables (Phummiphan et al., 2016; Pourakbar & Huat, 2016).

### 3.7.1. Estabilización de suelos con cementantes tradicionales (OPC y Cal)

Desde la década de 1960, se han usado ampliamente varios aglutinantes para estabilizar, de acuerdo con cada tipo de suelo. El aglutinante o cementante ideal, es aquel que es capaz de unir las partículas del suelo e impermeabilizarlo. Sin embargo, no todos los cementantes realizan ambas funciones. El desempeño de un cementante está en función de cuánto une las partículas de suelo para formar una matriz-suelo más dura, a la vez que una las partículas o aglomeraciones entre sí, en el suelo. En cuanto a la impermeabilización, el cementante no la asegura completamente, pero si la mejora; incluso llegando a medirse el desempeño de éste en cuanto disminuya la permeabilidad del suelo frente al agua (P Sargent, 2015).

La cal como cementante se fabrica a partir de la piedra caliza, la cual es calcinada a altas temperaturas para producir tanto la cal viva como la cal hidratada. La estabilización de la cal por lo general se usa para tratar suelos expansivos, secando primero el suelo y luego compactándolo. Incluso se usa como pre-tratamiento antes de usarse la compactación con suelo (P Sargent, 2015).

En el suelo cementado, cuando el agua del poro del suelo hace contacto con el cementante, ocurren rápidamente la hidratación de éste, generando como principales productos C-S-H, C-A-H, y cal hidratada  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . En el suelo estabilizado con cal, las partículas de suelo se acercan más entre sí y se produce floculación y reacciones puzolánicas. Aunque el tipo de reacciones de OPC y de la cal son distintas, los productos de reacción finales basados en Ca y Si son muy parecidos (Pourakbar & Huat, 2016).

Ahora, la presencia del agua del suelo, junto con los silicatos y aluminato de calcio y el cementante, reaccionan a largo plazo para formar los geles C-S-H y C-A-H mediante una reacción puzolánica, cuando el pH es igual o mayor a 10.5; las mezclas luego curan y forman una matriz de suelo cementada conocida como geopolímero (P Sargent, 2015).

En términos de resistencia mecánica, los suelos estabilizados con OPC ofrecen mejores resultados, que los estabilizados con cal. Sin embargo, estos cementos basados en calcio (OPC y cal) no sólo tienen efectos negativos al medio ambiente por su manufactura, sino que su uso es costoso. Además, el uso de estos aglutinantes en proyectos donde se mezcla el suelo a profundidad presentan un comportamiento quebradizo, y pobre resistencia a flexión y tracción (Pourakbar & Huat, 2016).

### **3.7.2. Mecanismos básicos de reacción**

Existen cinco mecanismos principales de reacción los cuales ocurren entre el cementante y suelo estabilizado, éstos son: intercambio catiónico, floculación-aglomeración, hidratación, reacciones puzolánicas, y potencial de carbonatación. Las dos primeras (catiónico y floculación) ocurren inmediatamente después del mezclado y pueden durar hasta unas horas después; la hidratación toma lugar durante un mes, después del mezclado, mientras la reacción puzolánica, puede demorarse meses o años. A continuación se presenta una síntesis de los primeros cuatro mecanismos, de acuerdo a lo presentado por Pacheoco et al. (P Sargent, 2015).

#### **Intercambio catiónico**

Ocurre inmediatamente se da el mezclado, y consiste en una vez liberado el ion  $\text{Ca}^{2+}$  por parte del cementante, un intercambio catiónico con iones metálicos (ej.:  $\text{Na}^+$  y  $\text{Al}^{3+}$ ) incorporados en la estructura química del suelo. Este proceso trae consigo una reducción en la doble capa eléctrica, que envuelve las partículas de suelo (agua adsorbida) como se observa en la Figura 9. Esto trae consigo que las partículas del suelo son menos propensas a la adición de agua. En consecuencia, se presentan cambios físicos dentro del suelo, los cuales principalmente son

disminución de la plasticidad, aumento de la fricción entre las partículas, y por tanto, mayor resistencia a corte del suelo.

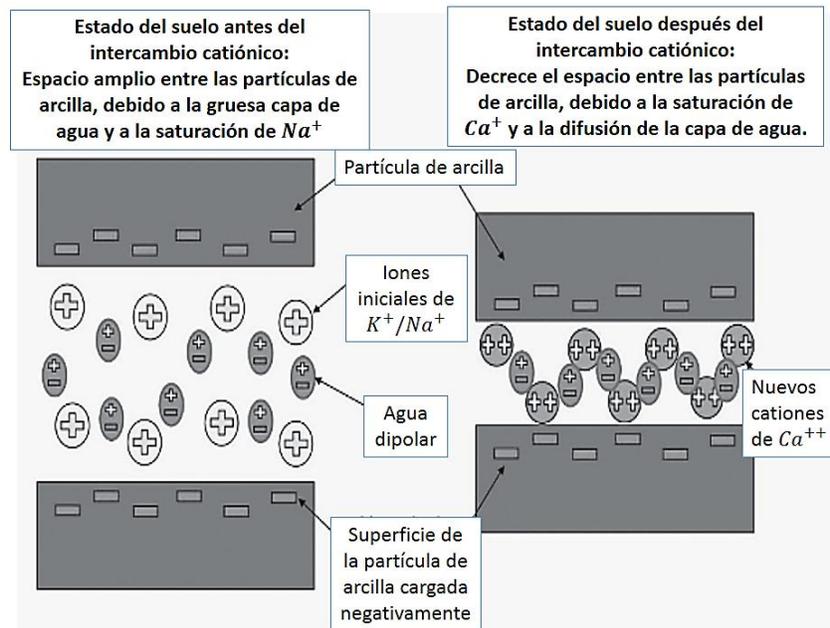


Figura 9: Ilustración del intercambio catiónico una vez ocurre el mezclado entre el cementante (OPC o cal) y el suelo. Imagen modificada de (P Sargent, 2015).

### Floculación-aglomeración

Como consecuencia del proceso anterior, después del mezclado, las fuerzas de Van der Waals superan las fuerzas de repulsión de las partículas de suelo cargadas negativamente reduciendo aún más el espesor de la capa de agua adsorbida, lo que implica una reestructuración de las partículas de arcilla cargadas negativamente, las cuales están rodeadas al principio, de una capa de cationes cargados positivamente en la superficie (ver Figura 10).

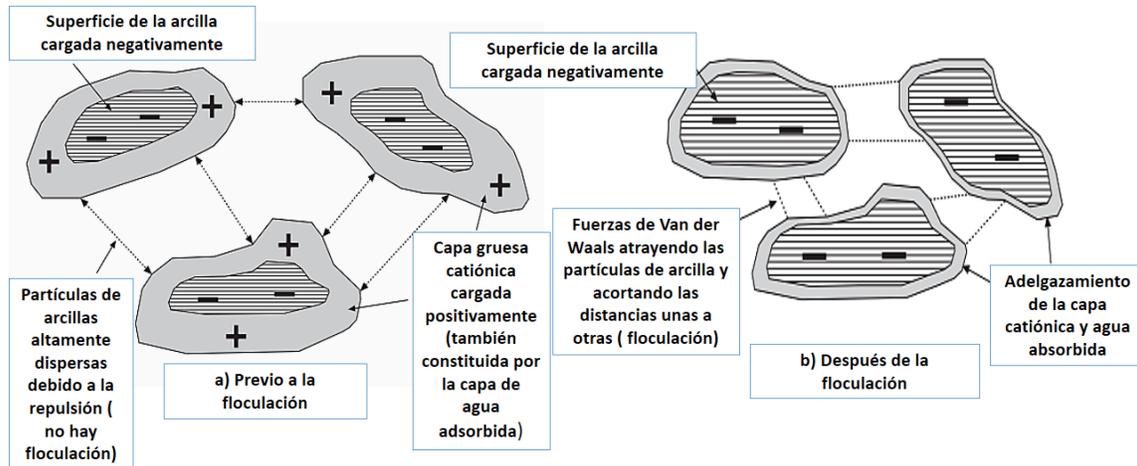
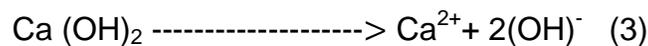
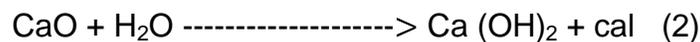


Figura 10 : Ilustración del estado del suelo antes de la floculación (a), y después de la floculación (b). Imagen modificada de (P Sargent, 2015).

## Hidratación

Ocurre inmediatamente se combina el agua con OPC o la cal. La hidratación de la cal viva es exotérmica, lo cual libera calor, de acuerdo con la Ecuación (2):



Luego, el producto de la reacción de la Ecuación (3), disocia en el poro de agua, lo cual incrementa la concentración electrolítica el pH, disolviendo así el  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de las partículas de arcilla del suelo. Esto permite a la vez, los procesos de intercambio catiónico, la floculación y las reacciones puzolánicas. También, tanto los silicatos y aluminosilicatos del OPC generan los geles C-S-H y C-A-H (ver Figura 11).

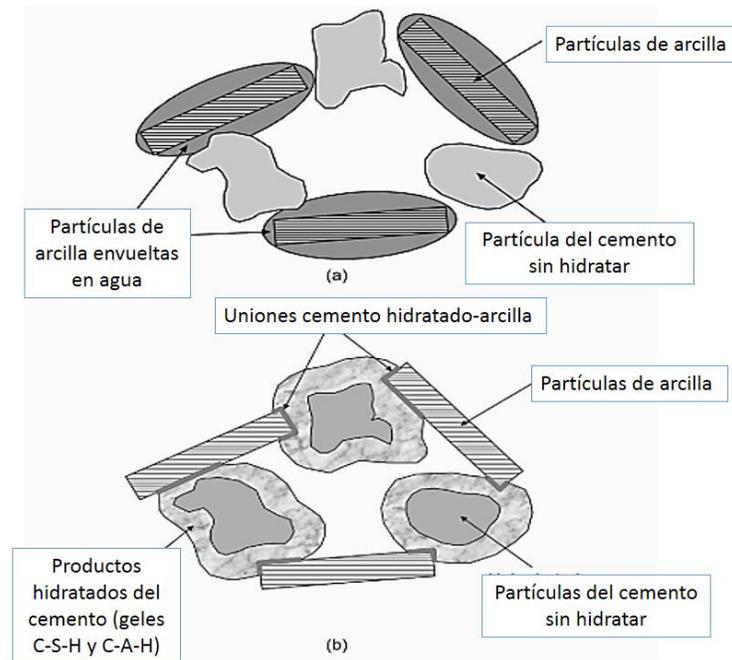
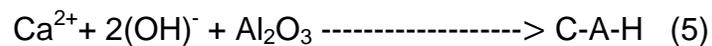
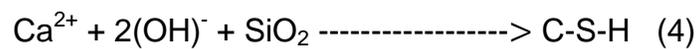


Figura 11: Estados del suelo mezclado con cemento, a) antes de la hidratación, y b) pocas semanas después del curado, donde el cemento ha reaccionado con el agua del suelo para formar los geles cementicios hidratados. Imagen modificada de (P Sargent, 2015).

### Reacción puzolánica

El principal mecanismo que involucra este tipo de reacciones consiste en el transporte de hidróxido de calcio por medio del agua en el suelo. De acuerdo con las Ecuaciones (4) y (5), los iones de  $\text{Ca}^{2+}$  liberados reaccionan con los  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  disueltos, produciendo los geles C-S-H y C-A-H que unen las partículas del suelo, como se muestra en la Figura 12.



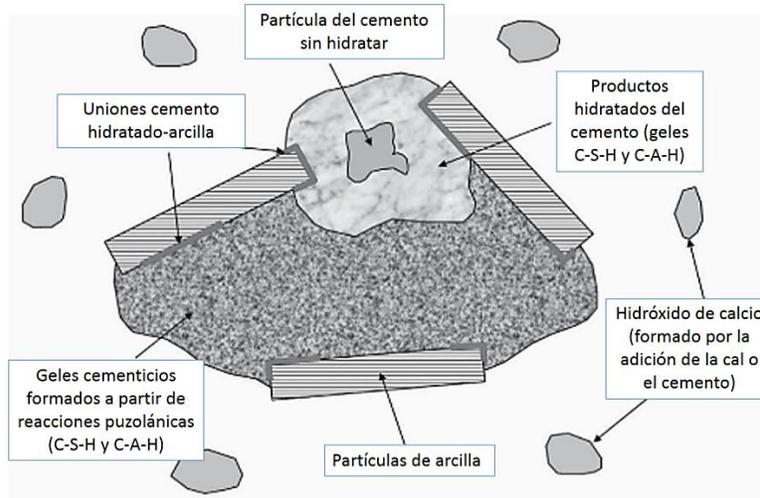


Figura 12: Productos cementicios formados durante la hidratación y las reacciones puzolánicas (a largo plazo). Imagen modificada de (P Sargent, 2015).

### 3.7.3. Geopolímeros o cementos activados alcalinamente (CAA) en la estabilización de suelos

En la literatura se han reportado trabajos acerca del uso de cementantes activados alcalinamente para el mejoramiento de suelos, donde se muestra la efectividad del uso de los precursores como ceniza volante (FA), metacaolín, escoria metalúrgica de alto horno granulada (GGBS), ceniza de palma de cera (POFA) y yeso rojo (RG); en presencia de hidróxidos alcalinos y silicato de sodio en suelos suaves. Sargent et al. (2015), han reportado una investigación en torno a la factibilidad en el uso de subproductos industriales para uso en cementos activados alcalinamente en la estabilización de suelos suaves, tales como el GGBS, FA y RG; y concluyen que estos suelos muestran resistencias significativas con respecto a suelos sin estabilizar. Así mismo, Pourakbar et al. (2016), han reportado que la adición de una solución altamente alcalina que incluya NaOH o KOH incrementa la resistencia a compresión Inconfiada (UCS) de probetas de suelos tratados, y concluyen que el contenido de agua y el tiempo de curado influyen significativamente en esta propiedad.

Respecto a técnicas de caracterización química para identificar productos de reacción en suelos estabilizados alcalinamente con geopolímero, si bien se ha usado técnicas como FTIR, NMR, entre otras; las técnicas de XRD y del SEM son apropiadas para la identificación de las estos productos de reacción debido a la amplia literatura que se encuentra usando estas técnicas, en especial cuando se busca llegar a una primera aproximación de una caracterización química de este tipo de materiales (Huang, Kogbara, Hariharan, Masad, & Little, 2021).

En cuanto a aplicaciones de estos materiales como por ejemplo en base o sub-base para pavimentos, se destacan los trabajos de Phummiphan et al. (Phummiphan et al., 2016) y Rios et al. (Rios et al., 2018). En el primero, se evaluó un suelo laterítico estabilizado con un geopolímero a partir de ceniza volante (FA) de alto calcio, usando como activador silicato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) e hidróxido de sodio (NaOH); concluyeron que el suelo estabilizado con el geopolímero cumple con las especificaciones en resistencia UCS, según la norma local para diseño de bases para pavimentos. En el segundo trabajo, se evaluó un suelo con un cemento activado alcalinamente, usando ceniza volante (FA) de bajo calcio, cal, y un aditivo comercial y cloruro de sodio (NaOH); concluyeron, de acuerdo con los resultados de ensayos de resistencia UCS, triaxial y pruebas sísmicas, que el suelo estabilizado con el cementante alcalino es competitivo frente al cemento de uso ordinario OPC.

#### **3.7.4. Efecto de la adición de la fibra en el suelo-cemento**

El efecto de la adición de fibra al suelo o a un suelo estabilizado con cemento es el aumento en la resistencia tanto al corte pico como al corte residual, pero principalmente, su inclusión mejora notoriamente la resistencia de la interfaz suelo-fibra debido a que los productos de hidratación del cemento se adhieren a la superficie de la fibra, aumentando su rugosidad y cementando la zona próxima a la misma fibra (Vetterelo & Clariá, 2014). Otro efecto importante de la inclusión de fibras, sean naturales o sintéticas, es que vuelven el suelo estabilizado más dúctil,

ya que pierde esta propiedad con la adición del estabilizante, volviendo así el suelo más frágil (Hejazi, Sheikhzadeh, Abtahi, & Zadhoush, 2012a).

En particular, Gutiérrez et al. (Gutiérrez O, Garcia A, & Gomez B, 2017) investigaron el efecto de la adición de desecho de fibra de lana mineral de bloques de suelo-cemento y lo compararon con bloques de suelo-cemento reforzado con fibra de fique, y mostraron que la adición de desecho de fibras de lana mineral mejoró tanto la resistencia a flexión como la resistencia a compresión, y algunas propiedades físicas. Adicionalmente, mostraron que la mayor resistencia a compresión se presentó con la dosificación de 1.0 % de fibra de lana mineral, con respecto al peso del suelo. Finalmente, los autores concluyeron que este comportamiento se debe a que las partículas de lana mineral contribuyen a formar una matriz del suelo más compacta y a una unión fibra-matriz mucho más fuerte.

### **3.8. Fibra de lana mineral**

La lana mineral, es una sustancia inorgánica fibrosa producida básicamente por fundición de rocas basálticas o desechos de procesos de minería, que luego son sometidos a un proceso de sobrenfriamiento vítreo. Es usada como aislante térmico y acústico, protección contra el fuego, en refuerzo de materiales cementicios e incluso como suelo sintético para el cultivo de plantas (Cheng et al., 2011; W.-T. Lin et al., 2013). Estas fibras son aglomeradas con resinas de tipo fenólico, formando colchonetas, rollos, bloques y caños pre-moldeados (ver Figura 13). Su principal uso comercial es el aislamiento térmico de procesos industriales y en viviendas, actuando también como absorbente del sonido en el acondicionamiento acústico ambiental.

La fibra de lana mineral es el material aislante más usado en el mundo, especialmente en el aislamiento de edificaciones; el 60 % del mercado global de aislantes en edificaciones corresponde a este material (Väntsi & Kärki, 2014a). La producción de este material a nivel global en el 2010 fue de 2.3 millones de

toneladas, y se estima que para el 2020 se produciría 2.5 millones de toneladas al año (Yliniemi et al., 2016). Su utilización como aislante ha estado por encima de materiales como el poliestireno expandido, el poliestireno extruido y el poliuretano, tendiendo a dominar en el norte de Europa el mercado de materiales aislantes. Estudios recientes han demostrado que su ciclo de vida comparado con otros aislantes, es mucho mejor, lo cual lo hace un material preferido actualmente para el aislamiento en edificaciones (Sohn, Kalbar, Banta, & Birkved, 2016). Sin embargo; por su naturaleza fibrosa y su baja densidad presenta problemas para reciclarse, y la reutilización de este residuo después de su ciclo de vida, sigue siendo muy bajo (Yliniemi et al., 2016).



Figura 13: Imágenes de fibra de lana mineral comercialmente. Imagen modificada de (Calorcol, 2013)

### 3.9. Residuo de fibra de lana mineral

Los residuos de lana mineral pueden ser utilizados en materiales compuestos de matriz cementicia, en otro tipo de matriz cerámica o matriz de madera; además los residuos de lana mineral están catalogados como materiales C&D (residuos no peligrosos de materiales generados por la construcción y demolición) los cuales habían sido proyectados por muchos países en el mundo como materiales cuya

recuperación, re-uso y reciclaje sea del 70 % ya habiendo transcurrido el 2020 (Väntsi & Kärki, 2014b).

Con respecto a sus propiedades cementantes, investigaciones recientes muestran que la adición de partículas de lana mineral mejoran significativamente las propiedades de morteros de cemento en su resistencia a compresión, resistencia a la tensión, absorción, y resistencia a la penetración de cloruros (Cheng et al., 2011). Además, análisis microscópicos confirman que el uso de partículas de lana mineral contribuyen a formar una microestructura más densa y compacta dentro de la pasta endurecida, debido a las reacciones puzolánicas y a la reducción del contenido de CH (Wei-Ting Lin, Cheng, Huang, & Zou, 2013).

Por otro lado, se pensaría que, por su naturaleza química, rica en sílice y alúmina, el desecho de fibra de lana mineral tendría un potencial uso como material precursor para la generación de un cemento activado alcalinamente. En la literatura sólo se registra hasta el momento un trabajo donde se estudia esta posibilidad (Yliniemi et al., 2016). En éste, se analizó fibra de lana mineral y fibra de lana de vidrio, activadas alcalinamente con una solución de aluminato de sodio y se determinó su resistencia a compresión. Concluyeron en este trabajo que este material tiene un potencial uso como precursor en la generación de materiales activados alcalinamente.

## **IV. METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN**

### **4.1. Descripción y caracterización física de la materia prima**

A continuación, se describe el lugar y la manera cómo se tomaron las muestras de la materia prima, específicamente del suelo y del desecho de fibra de lana mineral, así como el procesamiento previo realizado a la fibra de lana mineral antes de ser utilizada como precursor en la generación del geopolímero. Por último, se describe el tipo de cemento utilizado, tanto en la elaboración de las probetas de CHAA, como en las probetas de suelo estabilizadas con CHAA.

#### **4.1.1. Suelo**

La muestra del suelo, empleado en esta investigación, fue tomada de la región de Urabá, departamento de Antioquia, específicamente del municipio de Arboletes, en el sector Río Hobo, entre la quebrada Las Dolencias y la quebrada El Uvito, en un lote perteneciente a la Universidad de Antioquia, como se muestra en la Figura 14. Se tomaron 300 kg de muestra de suelo, correspondiente a los horizontes B y C del suelo, a una profundidad de 50 cm hasta 1,5 m; se descartó la primera capa del suelo correspondiente al horizonte A, capa que contiene materia orgánica. Luego de su recolección, se llevó la muestra a los laboratorios de la Universidad de Antioquia, en la Ciudad Universitaria, Medellín, para su posterior análisis físico y químico, previo a la elaboración de las probetas de suelo estabilizado (ver Figura 15 y Figura 16).

Se eligió el sitio del lote de la Universidad por ser de fácil acceso para la toma de la muestra y porque tiene un suelo que es representativo de la zona de Urabá: un suelo con contenido de arcillas. Estas arcillas de la familia de las esmécticas, son comunes en la zona y tienen un comportamiento de contracción-expansión con los ciclos de humedecimiento-secado, lo que condiciona su uso para muchas obras civiles y manejo agrícola (Instituto Geográfico Agustín Codazzi, 2007).

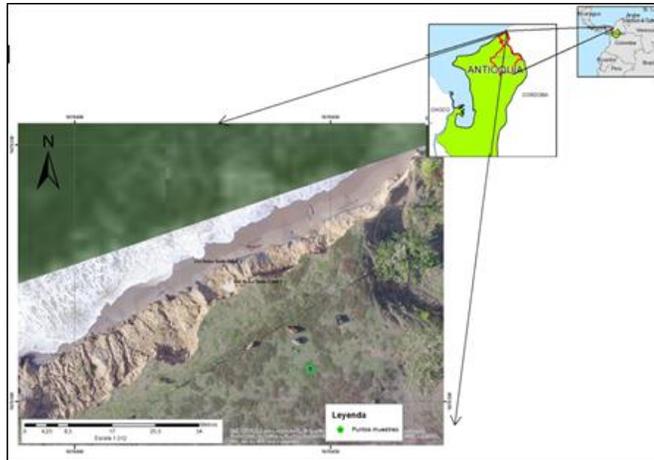


Figura 14: Ubicación del lote de la Universidad de Antioquia, sitio de muestreo del suelo.  
Fuente: A. Bustamante, 2018.



Figura 15: Fotografía muestra de suelo para estabilizar.



Figura 16: Fotografía muestra de suelo preparado para mezcla.

#### **4.1.2. Distribución de tamaño de partícula (suelo y fibra de lana mineral)**

La determinación de la distribución de tamaño de partícula, llevada a cabo para el suelo, se realizó mediante dos métodos: método por hidrometría, y por Difracción de Rayos Láser (DRL). Los dos métodos estiman el tamaño y distribución de partícula del suelo, y son comparables entre sí. Se comprobó preliminarmente, que la muestra de suelo tiene una ínfima fracción gruesa, debido a que el material retenido en la malla ASTM # 200, es de 1,66 %; lo cual mostraba anticipadamente, un suelo en su mayoría fino. Se procedió entonces a determinar la distribución de tamaño de partícula de suelo, por el método de hidrometría acorde a la norma ASTM D422-63 (ASTM D422, 2007).

De igual manera, se determinó la distribución de tamaño de partícula a la fibra de lana mineral, después de ser molida, también mediante Difracción de Rayos Láser (DRL). El equipo empleado tanto para el suelo como para la fibra, para la realización de DRL, fue un Master Sizer 2000 E modelo Single Narrow. Se utilizó como dispersante una solución acuosa de hexametáfosfato de sodio a una concentración de 40 g/l.

#### **4.1.3. Índices de consistencia y gravedad específica del suelo**

Con el fin de cuantificar la plasticidad de la muestra del suelo, se realizaron los ensayos de consistencia o límites de Atterberg: límite líquido (LL), y límite plástico (LP), para luego, por la diferencia de ambos calcular el índice de plasticidad (IP). Este ensayo se realizó con base en la norma ASTM D4318-10 (ASTM D4318, 2014). Por otro lado, la gravedad específica se realizó de acuerdo a la norma ASTM D4318-10 (ASTM D854, 2014).

#### **4.1.4. Compactación Próctor estándar del suelo**

Al suelo se le realizó el ensayo de compactación Próctor estándar con el fin de determinar la humedad óptima para llegar al máximo peso unitario seco por unidad de volumen (o máxima densidad seca). Este ensayo da unos parámetros para alcanzar esta densidad con el fin de obtener las mejores propiedades del suelo compactado a una humedad de trabajo. El ensayo se realizó acorde a la norma ASTM D698-12 (ASTM D698, 2012).

#### **4.1.5. Fibra de lana mineral**

Se tomó una muestra de desecho de fibra de lana mineral del lugar donde se dispone esta fibra como desecho por parte de la empresa que la produce, ubicada en norte del Valle de Aburrá, Antioquia. Actualmente, esta empresa produce la fibra de lana mineral o de lana de roca, como también se conoce, con el fin de producir y comercializar materiales con características de aislamiento térmico y acústico en el mercado nacional. La muestra que se tomó, hace parte del material de fibra de lana mineral sobrante, que queda después del ciclo de producción, y que no se puede re-utilizar de nuevo en el proceso, por lo cual se trata como un desecho industrial (Figura 17 a)). Luego de ser recogida, fue llevada a los laboratorios de la Universidad de Antioquia, donde se realizó un proceso de reducción del tamaño de partícula, mediante un molino de bolas cerámicas hasta llegar a un tamaño de partícula que pasa por el tamiz # 14 (tamiz ASTM), de abertura 1,40mm (Figura 17 b) y c)). Como ensayos de caracterización química, se realizaron los ensayos de Difracción de Rayos X (XRD) y Fluorescencia de Rayos X (XRF) y, Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS)

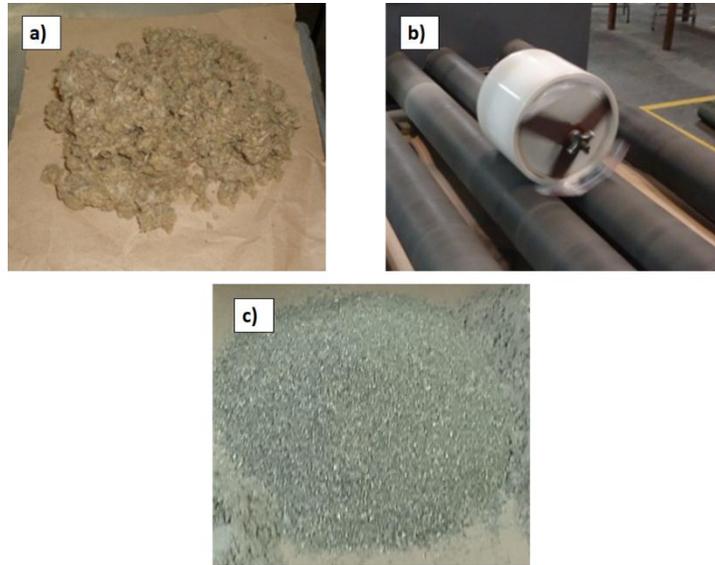


Figura 17: a) Fibra de lana mineral en estado natural, b) Proceso reducción de partícula de la lana mineral en el molino de bolas, c) Fibra de lana mineral molida.

#### **4.1.6. Cemento de uso Ordinario (OPC)**

El cemento (OPC) que se utilizó en esta investigación fue un cemento gris de uso general, de la marca comercial Argos, Colombia. Este cemento es utilizado para la fabricación de morteros, lechada y concreto, utilizados para la construcción en general. Al cemento se le realizó un análisis por Fluorescencia de Rayos X (XRF), para conocer su composición química.

#### **4.2. Metodología desarrollada para la obtención del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA).**

Luego de la caracterización física de la materia prima (suelo, fibra de lana mineral y cemento OPC), se procedió a la segunda etapa de esta investigación, que fue la elaboración de probetas de cemento activado alcalinamente (CAA), es decir, sin adición de cemento OPC; y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA), es

decir, con adición de OPC; teniendo como variables el tipo de activador alcalino y el contenido o porcentaje de cemento ordinario adicionado. El objetivo de esta etapa fue tener una comprensión preliminar del sistema cementicio binario fibra-OPC activado alcalinamente, en el comportamiento de la respuesta mecánica a la resistencia a compresión inconfiada (UCS). Adicionalmente, se buscó seleccionar, de tres tipos de activadores alcalinos, el que mayor influencia mostrara en la respuesta a la resistencia UCS, para así ser utilizado como activador alcalino en la estabilización de un suelo combinado con el sistema binario fibra-OPC. Para tal fin se realizó un diseño de experimento factorial que se describe a continuación.

#### **4.2.1. Diseño factorial para la evaluación del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA).**

Como se dijo anteriormente, el fin de este primer diseño de experimento es evaluar un cemento activado alcalinamente con adición y sin adición de OPC, variando el tipo de activador alcalino y el porcentaje de cemento ordinario. El diseño de experimento que se realizó fue un diseño factorial completo aleatorizado, de efectos fijos y balanceado y de estructura factorial  $3 \times 3 = 3^2$  (dos factores, tres niveles). Se realizó el diseño con tres réplicas, teniendo como total 27 corridas o unidades experimentales. El primer factor (tipo de activador alcalino), se fijó a tres niveles, es decir, a tres tipos de soluciones alcalinas con concentraciones distintas de hidróxido de sodio (NaOH) y aluminato de sodio ( $\text{NaAlO}_2$ ). El segundo factor (porcentaje de OPC), se fijó a tres niveles, los cuales fueron a 0, 15 y 30%, respectivamente; en porcentaje de peso con respecto al peso total de la mezcla total. La variable respuesta fue la resistencia a compresión inconfiada UCS, la cual se determinó fallando las probetas a los 33 días de curado. Las condiciones de curado de las probetas durante este tiempo fueron a temperatura promedio de 24,0 °C y a 99% de humedad relativa (RH). En la Tabla 2, se puede observar la matriz del diseño factorial.

Tabla 2: Matriz del diseño factorial

OPC /Activador		Factor B		
		0%OPC	15%OPC	30%OPC
Factor A	Act.1 (Na:Al=1.3)	Act.1-0%	Act.1-15%	Act.1-30%
	Act.2 (Na:Al=1.8)	Act.2-0%	Act.2-15%	Act.2-30%
	Act.3 (Na:Al=2.2)	Act.3-0%	Act.3-15%	Act.3-30%

La variable química que se buscó controlar entre las tres soluciones alcalinas, fue la relación molar Na:Al, manteniendo como fija la relación molar Si:Al. Por tanto, en las tres soluciones activadoras alcalinas, se varió la relación molar Na:Al (1.3, 1.8 y 2.2) y se dejó como constante la relación Si:Al=1.9. Dentro de los módulos o relaciones molares, éstas dos últimas son las que influyen fuertemente en las propiedades físicas y mecánicas de geopolímeros, de acuerdo a Liew et al. y Rodríguez et al. (Liew et al., 2016; Rodríguez et al., 2009). De igual manera, para todas las mezclas se mantuvo como constante la relación S/L (sólido/líquido), así como las relaciones A/F+C (agua/ fibra + cemento) entre los niveles de cada mezcla activadora. Para la elaboración de las probetas del cemento activado alcalinamente, en el que se utilizó como precursor fibra de lana mineral, se tuvo en cuenta lo hecho previamente por Kinnunen et al. (Kinnunen et al., 2017), como antecedente en la activación de fibra de lana mineral con una solución alcalina de aluminato de sodio e hidróxido de sodio. Los parámetros fijos y variables de cada una de las soluciones activadoras empleadas en el diseño se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3: Resumen adiciones en gramos y mililitros, y relaciones de los componentes del diseño factorial

Mezcla	Componentes solución activadora		Componentes cemento activado alcalinamente				Relación Sólido/Líquido	Relaciones molares		Relación Agua/Fibra +OPC
	NaOH (g)	NaAlO <sub>2</sub> (g)	Lana mineral (g)	OPC (g)	Solución activadora (mL)	Agua añadida (mL)	S/L	Si/Al	Na/Al	A/C+F
<b>Act.1-0%</b>	212.7	106.3	46.0	0.0	39.0	1.0	1.18	1.9	1.3	0.68
<b>Act.1-15%</b>	212.7	106.3	46.0	8.1	39.0	0.0	1.18	1.9	1.3	0.58
<b>Act.1-30%</b>	212.7	106.3	46.0	19.7	39.0	2.0	1.18	1.9	1.3	0.51
<b>Act.2-0%</b>	187.5	93.75	47.0	0.0	40.0	2.5	1.18	1.9	1.8	0.68
<b>Act.2-15%</b>	187.5	93.75	47.0	8.3	40.0	2.5	1.18	1.9	1.8	0.58
<b>Act.2-30%</b>	187.5	93.75	47.0	20.1	40.0	5.0	1.18	1.9	1.8	0.51
<b>Act.3-0%</b>	187.5	93.75	47.0	0.0	40.0	4.5	1.18	1.9	2.2	0.68
<b>Act.3-15%</b>	187.5	93.75	47.0	8.3	40.0	5.0	1.18	1.9	2.2	0.58
<b>Act.3-30%</b>	187.5	93.75	47.0	20.1	40.0	7.0	1.18	1.9	2.2	0.51

#### 4.2.2. Preparación soluciones alcalinas

La preparación de las tres soluciones o activadores alcalinos se realizó mediante diluciones en serie procediendo de la siguiente manera: antes de preparar la solución binaria, se diluyó cada solución, a partir de una solución de hidróxido de Sodio (50 % p/p), de la marca comercial Protokimica, hasta llegar a una concentración molar (M) deseada; para el Activador 1 (Act.1) se diluyó hasta 6.7 M; para el Activador 2 (Act.2) se diluyó hasta 12.0 M; y finalmente para el Activador 3 (Act.3) hasta 16.0 M. Posteriormente, se procedió a mezclar cada solución de NaOH con una solución de Aluminato de Sodio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 23 % p/p, Na<sub>2</sub>O 19 % p/p) de la marca comercial Sulfoquímica, y finalmente se diluyó la mezcla en un balón volumétrico de 250 mL; con el fin de alcanzar la masa diluida de los componentes de la solución activadora, como se ha expresado en la Tabla 3, para así llegar a las

condiciones de relaciones molares expresadas en el objetivo del diseño de experimentos. Cada solución después de la preparación se dejó por 24 horas en reposo, antes de mezclarlas con la fibra y cemento, con el fin de que alcanzaran el equilibrio químico. Adicionalmente, se determinó el pH a las tres soluciones activadoras mediante phmetro, el cual registró para cada una un pH aproximadamente de 13.0.

#### **4.2.3. Elaboración de probetas cemento activado alcalinamente (CAA) y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)**

Con el fin de fallar las probetas a compresión inconfiada (UCS), del cemento híbrido activado alcalinamente, se realizaron probetas en forma de cilindro de dimensiones 16 mm de diámetro con 32 mm de altura, con el fin de que tuvieran una relación diámetro-altura 1:2 (ver Figura 18). El proceso de elaboración de las probetas se llevó de la siguiente manera: primero, para las mezclas sin la adición de cemento (cemento activado alcalinamente CAA), se le agregó la solución alcalina a la fibra pulverizada y se mezcló de manera manual, hasta homogenizar; posteriormente, se le agregó el agua para ajustar las relaciones  $A/F+C$  y se volvió a mezclar hasta homogenizar. Para las mezclas que debían contener adición de fibra y OPC (cemento híbrido activado alcalinamente CHAA); se mezcló primero, manualmente en seco, fibra y cemento, y luego se les agregó la solución alcalina y el agua hasta ajustar la relación  $A/F+O$ , (Agua/Fibra+OPC) hasta homogenizar. El proceso de mezclado tanto de las mezclas que contenían cemento OPC, como las que no, duró entre 10-20 min. Después del mezclado, se procedió a vaciar la mezcla en moldes cilíndricos de PVC, para luego desmoldarlas a los 4 días, y ponerlas a curar durante 33 días. Se procedió a desmoldar las mezclas después de cuatro días de curado, debido a que antes de este período, las mezclas aún no presentaban la suficiente consistencia y al sacarlas, se dañaban o se deformaban.



Figura 18: Fotografía probetas de cemento híbrido activado alcalinamente, CHAA.

#### 4.3. Evaluación de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)

Las pruebas de Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) de las probetas cilíndricas tanto de CAA como de CHAA, se realizaron después de 33 días de curado, fallando las probetas cilíndricas en un equipo Shimadzu serie AGX de carga 5 kN, empleando una velocidad de carga de 2.4 kN/seg. (ver Figura 19)



Figura 19: Fotografía ensayo de resistencia UCS, probeta de CHAA.

### 4.3.1. Análisis estadístico del diseño factorial

Una vez obtenidos los datos de falla de las probetas de CHAA, se procedió al análisis de los datos, de acuerdo con el diseño de experimento programado; para así entender la relación entre las variables controlables o de entrada (Activador y OPC) y la variable respuesta (Resistencia UCS), y llegar a un modelo matemático, que pueda describir el fenómeno o sistema evaluado. A continuación, se describe de manera breve el procedimiento, y sus fundamentos:

Un diseño factorial, de efectos fijos, y completamente aleatorizado de dos factores, se puede escribir de la siguiente forma:

$$y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \alpha\beta_{ij} + \epsilon_{ijk} \quad (6)$$

Donde,  $y_{ijk}$ , es la observación de la combinación  $i^*j$ , con  $k$  réplica,  $\mu$  es el efecto promedio global,  $\alpha_i$  y  $\beta_j$ , son los efectos principales, y representan cada uno, la diferencia de la media marginal y la media global, entre  $i$ -enésimo nivel del primer factor (factor A), y el  $j$ -enésimo nivel del segundo factor (factor B), respectivamente;  $\alpha\beta_{ij}$ , es el efecto de interacción entre los dos factores, y representa la diferencia entre la media de la combinación  $i^*j$ -enésima ( $\mu_{ij}$ ), y  $\mu + \alpha_i + \beta_j$  y, finalmente  $\epsilon_{ijk}$  es el error aleatorio de la combinación  $i^*j$ -enésima, con un número  $k$  de réplicas. De acuerdo con este modelo, se cumple que  $\sum_i \alpha_i=0$ ,  $\sum_j \beta_j=0$ ,  $\sum_i \alpha\beta_{ij}=0$ , y  $\sum_j \alpha\beta_{ij}=0$  (Lawson, 2015).

Adicionalmente, para que el modelo anterior sea verídico, se deben cumplir tres supuestos, que se evalúan a través de los residuales, los cuales son una expresión del error aleatorio o error experimental. Los tres supuestos son: la independencia, la normalidad, y la varianza constante. Lo anterior, se expresa de manera matemática en la forma  $\epsilon_{ijk} \sim N(0, \theta^2)$ .

En todas las conclusiones de inferencia que se utilizaron en este trabajo, se usó el criterio del valor P (valor-P), conocido también como el criterio de significancia observada contra significancia predefinida a un  $\alpha$ . El “alfa” que se ha usado es del

0.05 (5.0%), para dar un intervalo de confianza de  $1 - \alpha$ , o de intervalo de confiabilidad del 95%. Todo el análisis estadístico del diseño factorial se realizó en el software estadístico R (versión 1.2.1578). Teniendo en cuenta lo anterior, se procedió de la siguiente manera.

#### 4.3.2. Análisis de varianza ANOVA

El análisis de varianza, más conocido como ANOVA, es una técnica estadística cuyo objetivo es separar la variación total, en la variación de los tratamientos (niveles de los factores) y del error estadístico. El ANOVA se basa en el modelo estadístico descrito anteriormente. Para un diseño factorial, con dos factores, se debe probar las siguientes hipótesis, con el fin de hacer una inferencia estadística acerca de los efectos principales y de la interacción de los dos factores, A y B:

##### Factor A

$$H_0 = \alpha_1 = \alpha_2 = \dots \alpha_a = 0$$

$$H_1 = \text{Al menos una } \alpha_i \neq 0$$

##### Factor B

$$H_0 = \beta_1 = \beta_2 = \dots \beta_b = 0$$

$$H_1 = \text{Al menos una } \beta_i \neq 0$$

##### Interacción factores A y B

$$H_0 = (\alpha\beta)_{ij} = 0, \text{ para todas las } i, j$$

$$H_1 = \text{al menos una } (\alpha\beta)_{ij} \neq 0$$

#### 4.3.3. Comparación de tratamientos de medias (prueba Tukey):

Por medio de esta prueba se busca comparar las medias de los tratamientos (niveles del factor) por pares, para saber si se encuentra una diferencia significativa, con respecto a la variable respuesta. Esta prueba hace uso de la distribución del *estadístico del rango studentizado* y utiliza un nivel de significancia exactamente igual  $\alpha$ , cuando el diseño es completo y balanceado. La hipótesis, para probar la diferencia entre dos pares de medias, entre los niveles de los dos factores, son:

$$H_0 = \mu_i = \mu_j, \text{ para todo } i \neq j$$

$$H_1 = \mu_i \neq \mu_j, \text{ para todo } i \neq j$$

#### 4.3.4. Pruebas de validación ANOVA

Como se dijo anteriormente, el modelo de efectos fijos necesita cumplir tres supuestos que le dan la validez suficiente a los análisis y conclusiones que de él se sacan. A continuación, se enuncian las hipótesis para cada supuesto, que se usan para hacer la prueba analítica y así sacar una conclusión en cada caso. Adicionalmente, se realizó una inspección visual de este supuesto mediante gráficas: gráfica de probabilidad normal, gráfica Residuales vs. Valores ajustados, y gráfica Residuales vs. Unidades experimentales.

##### **Normalidad**

Para evaluar si los datos siguen una tendencia de probabilidad normal, se utilizó la prueba de Shapiro Wilk. La hipótesis de éste es:

$$H_0 = \text{Los datos proceden de una distribución normal (Normalidad)}$$

$$H_1 = \text{Los datos no proceden de una distribución normal}$$

### **Varianza constante**

Para evaluar si los datos tienen una varianza constante, se utilizó la prueba de Breush Pagan. Su hipótesis es:

$$H_0 = \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_k^2 \text{ (varianza constante); } k \text{ tratamientos}$$

$$H_1 = \sigma_i^2 \neq \sigma_j^2, \text{ para todo } i \neq j$$

### **Independencia**

Para evaluar la independencia de los datos, se usó la prueba de Durbin Watson; su hipótesis es:

$$H_0 = \text{Correlación } (\varepsilon_{ij}, \varepsilon_{kj}) = 0; \text{ para todo } ij \neq kj \text{ (Independencia de los datos)}$$

$$H_1 = \text{Correlación } (\varepsilon_{ij}, \varepsilon_{kj}) \neq 0, \text{ para todo } ij \neq kj$$

#### **4.3.5. Superficie de respuesta del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)**

Finalmente, se propone un modelo de segundo orden que se determina de acuerdo con los datos arrojados en el diseño programado, con el fin de tener una relación entre las variables de entrada (Activador-OPC) y la variable respuesta (Resistencia a Comprensión UCS) del sistema fibra-OPC activado alcalinamente. A diferencia del primer modelo explicado anteriormente (modelo lineal), éste busca generar de manera gráfica una superficie de respuesta, para así visualizar la región óptima que maximice la respuesta. Un modelo cuadrático o de segundo orden, de dos factores, se puede escribir de la siguiente manera:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \epsilon \dots (7)$$

Donde  $Y$  es la variable respuesta,  $x_1$  y  $x_2$  son los factores, y  $\epsilon$  es el efecto del error experimental aleatorio.

Una prueba que valida si el modelo cuadrático está suficientemente ajustado, es la prueba de falta de ajuste o también llamada prueba de “Lack of Fit”, que arroja un valor con base en un estadístico, cuando se le realiza un ANOVA a el modelo. La hipótesis de la prueba es:

$H_0$  = El modelo se ajusta a los datos

$H_1$  = El modelo no se ajusta de forma satisfactoria a los datos

#### **4.4. Metodología desarrollada para la obtención del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

Luego de analizar mezclas del cemento activado alcalinamente (CAA) y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA), se procedió a evaluar propiedades mecánicas y químicas de mezclas de suelo estabilizado tanto con CAA, como con CHAA. En adelante, cuando se describa suelo estabilizado con CHAA, se incluye también al suelo estabilizado con CAA; ya que la diferencia entre ambos es que en el primer caso, se estabilizó alcalinamente tanto con fibra como con OPC, y en el segundo caso, se estabilizó alcalinamente solo con fibra

El objetivo principal en esta etapa final de la investigación fue analizar el efecto de la estabilización química de CHAA en propiedades mecánicas, útiles en la caracterización de un suelo estabilizado, como son la resistencia a compresión Inconfinada (UCS), así como el módulo secante de elasticidad al 50% ( $E_{50}$ ) y la capacidad o relación soporte California, conocido como CBR. Para tal fin, se realizó un diseño de experimentos de mezclas. Así mismo, se analizó productos de reacción del mismo suelo, mediante Difracción de Rayos X (XRD) y Microscopía de Barrido Electrónico y Espectroscopia de rayos X de Energía Dispersiva (SEM-EDS). Los ensayos tanto mecánicos como químicos se realizaron cumplidos 28 días de curado.

#### **4.4.1. Diseño de experimentos de mezclas para la evaluación del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

Se procedió entonces a realizar un segundo diseño de experimentos, para evaluar las mezclas de suelo estabilizado con el CHAA. El diseño de experimentos de mezclas consistió en tres componentes o materias primas, los cuales fueron: suelo ( $x_1$ ), desecho de fibra de lana mineral ( $x_2$ ), y cemento de uso ordinario OPC ( $x_3$ ). Por medio de este diseño se buscó, además de evaluar el efecto de los tres componentes en la resistencia a compresión UCS, generar una superficie de respuesta que pueda ayudar a encontrar las condiciones favorables con el fin de generar la mayor resistencia en suelo estabilizado con el CHAA.

Los puntos candidatos del diseño de experimentos de mezcla de vértices extremos, se generaron por medio del software estadístico Statgraphics versión 18. En total, se eligieron 7 puntos o combinaciones dentro de la región restringida: 3 puntos en los vértices extremos, 3 puntos medios entre las aristas y 1 punto como centroide global; cada uno con dos réplicas, excepto el punto del centroide global, el cual tuvo 4 réplicas; para dar así un total de 18 corridas o unidades experimentales. El hecho de realizar más corridas en el centroide es con el fin de generar más grados de libertad necesarios para la prueba de ajuste del modelo, como lo recomienda Ortega et al. (Ortega Pérez, Bustamante-rua, Gutiérrez-rôa, & Correa-espinal, 2015). Adicionalmente, se realizaron dos combinaciones de blancos o muestras de referencia: dos combinaciones de suelo estabilizado con OPC (suelo-cemento), y una mezcla de suelo sin estabilizar químicamente, llamado también en este trabajo suelo sin tratamiento; también cada mezcla de referencia, con dos réplicas.

La lista de los 7 puntos o combinaciones más las combinaciones de referencia o blancos, de acuerdo con cada componente de la mezcla, se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4: Lista de puntos de las combinaciones de la fracción sólida del suelo estabilizado.

---

**Proporciones de mezclas de la fracción  
sólida del suelo estabilizado (en peso seco)**

---

<b>de la mezcla)</b>			
<b>Puntos</b>	Suelo	Fibra	OPC
<b>1</b>	0.895	0.105	0.000
<b>2</b>	0.850	0.150	0.000
<b>3</b>	0.850	0.105	0.045
<b>4</b>	0.873	0.128	0.000
<b>5</b>	0.873	0.105	0.023
<b>6</b>	0.850	0.128	0.023
<b>7</b>	0.865	0.120	0.015
<b>B1</b>	1.000	0.000	0.000
<b>B2</b>	0.895	0.000	0.105
<b>B3</b>	0.850	0.000	0.150

A continuación, también se muestra los límites de la región restringida, tanto en fracción, como en porcentaje.

$$0.850 < x_1 < 0.895 \quad \text{o} \quad 85.0 < x_1 < 89.5$$

$$0.105 < x_2 < 0.150 \quad \text{o} \quad 10.5 < x_2 < 15.0$$

$$0.000 < x_3 < 0.045 \quad \text{o} \quad 0.00 < x_3 < 4.50$$

Al respecto de las combinaciones elegidas se programó el diseño con el fin de que en la región restringida el porcentaje o fracción sólida del estabilizante no fuera mayor al 15%. También se procuró que, dentro de la fracción sólida del estabilizante, se dieran combinaciones con las proporciones 70-30% y 85-15% de LM-OPC, similar a como se estudió en el diseño factorial anteriormente desarrollado, para así analizar el comportamiento del CHAA con estas proporciones, pero ya como estabilizante químico de un suelo.

Adicionalmente, en todas las combinaciones evaluadas, se estabilizó el suelo con una fracción líquida de 0.24 o 24.0% con respecto al peso seco de la fracción sólida (Suelo-LM-OPC), que es el porcentaje de humedad óptima del suelo para alcanzar la máxima densidad seca, de acuerdo con el ensayo de compactación Próctor estándar realizado previamente al suelo. Para todas las mezclas se utilizó este valor de humectación, con el fin de obtener la misma condición para todas las combinaciones, que es la de compactar a una energía cada mezcla, para lograr la máxima densidad seca. La fracción líquida era compuesta por la suma de la humedad higroscópica del suelo (3.5%), después de ser secado en horno a 60 °C, durante 24 horas, y dejándolo expuesto a temperatura de laboratorio hasta alcanzar constante dicha humedad; más la solución alcalina (Act.1), que es la misma que se utilizó para la elaboración de probetas de CHAA, y seleccionada de acuerdo con el primer diseño de experimentos. Para las mezclas de referencia o blancos la fracción líquida era compuesta solo de agua.

Es importante aclarar que el presente diseño de experimentos de mezclas se trabajó sobre la fracción sólida de la mezcla, que es compuesta por los componentes Suelo-LM-OPC. La fracción líquida que corresponde al activador (Act.1) + agua higroscópica, para todas las mezclas fue constante. Es decir, se agregó 21.5% de solución alcalina a todas las mezclas en peso seco de la fracción sólida, más la humedad higroscópica de suelo (3.5%), las cuales sumaban un total de 24%, de humectación presente en cada mezcla.

A continuación, se muestra en la Tabla 5 las adiciones en gramos de todas las combinaciones, de acuerdo con el diseño de mezclas de experimentos, según lo descrito anteriormente. De igual forma, se ponen las combinaciones de los blancos de suelo sin tratamiento, y las 2 combinaciones de suelo-cemento.

Tabla 5: Adiciones en gramos de las combinaciones del diseño de experimentos de mezclas.

Mezcla	Componentes de la mezcla fracción sólida (%)			Suelo (g)*	Fibra (g)	OPC (g)	Activador alcalino (g)**	Agua (g)
	Suelo	Fibra	OPC					

<b>LM1</b>	89.50	10.50	0.00	741	84	0	167	0
<b>LM2</b>	87.25	12.75	0.00	722	102	0	168	0
<b>LM3</b>	85.00	15.00	0.00	704	120	0	168	0
<b>LM-OPC1</b>	86.50	12.00	1.50	716	96	12	168	0
<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.50	2.25	722	84	18	168	0
<b>LM-OPC3</b>	85.00	12.75	2.25	704	102	18	168	0
<b>LM-OPC4</b>	85.00	10.50	4.50	704	84	36	168	0
<b>B1</b>	100.00	0.00	0.00	828	0	0	0	164
<b>B2</b>	89.50	0.00	10.50	741.06	0	84	0	167
<b>B3</b>	85.00	0.00	15.00	703.8	0	120	0	168

\*El suelo agregado contiene la humedad higroscópica, 3.5%. El componente del suelo en el diseño de mezcla corresponde al suelo seco

\*\*La adición del activador suma, junto a la humedad higroscópica del suelo, 24% de humectación total mezcla

#### **4.4.2. Elaboración de probetas de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

Teniendo la lista de las combinaciones y ubicados los puntos en el diagrama ternario, se procedió a preparar y a fallar las probetas de suelo estabilizado con el CHAA. El procedimiento básicamente consistió en 4 etapas, las cuales fueron: Mezclado-Compactación-Curado-Falla.

La primera etapa, se realizó pesando previamente los tres componentes de la mezcla en una balanza con una incertidumbre de  $\pm 5$  g. El activador, se adicionó midiendo su volumen en mL, utilizando una probeta volumétrica de 100 mL, con una incertidumbre de  $\pm 1$  mL. Todas las proporciones o fracciones de los ingredientes de la mezcla (Suelo-LM-OPC-Activador), se midieron en peso. Se calculó el peso de todas las fracciones de los constituyentes para cada combinación, sobre una base de cálculo de 800 g como mínimo para preparar dos probetas, por combinación. El peso de la solución o activador alcalino se midió, conociendo previamente su densidad, la cual se calculó mediante la utilización de picnómetro, y cuyo valor arrojó 1.30 g/mL. Todas las mezclas de las combinaciones se realizaron manualmente, utilizando guantes de látex y mezclados en recipientes plásticos.

La segunda etapa, consistió en la compactación de las mezclas en molde metálico, que se realizó con el fin de que cada probeta alcanzara la máxima densidad o peso unitario seco, a la humedad óptima, de acuerdo con el ensayo de compactación Próctor previamente realizado en la caracterización del suelo. Para tal fin se realizaron previamente pruebas de compactación en un cilindro metálico, mediante adición de capas de suelo, utilizando un martillo semejante al martillo de compactación que se utiliza en el ensayo Próctor estándar, pero a escala más pequeña, con el fin de compactar a la misma energía de este ensayo, y así preparar muestras compactadas de suelo para determinar la resistencia a compresión UCS, según los requerimientos de la norma ASTM D2166 (ASTM D2166, 2016).

Con estos ensayos previos se logró compactar las muestras de suelo, tanto las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente, como las combinaciones de suelo de referencia (los blancos), al 92 % de la compactación Próctor estándar. Se procedió entonces a compactar todas las probetas a partir de condiciones de compactación y de humectación iguales para todas. Las condiciones del procedimiento de compactación fueron: compactación a 5 capas de igual altura, cada una mediante 150 golpes con martillo. Las probetas que se lograron obtener fueron de 48 mm de diámetro, por 100 mm de alto, obteniéndose una relación diámetro-altura, de aproximadamente 1:2 (ver Figura 20).



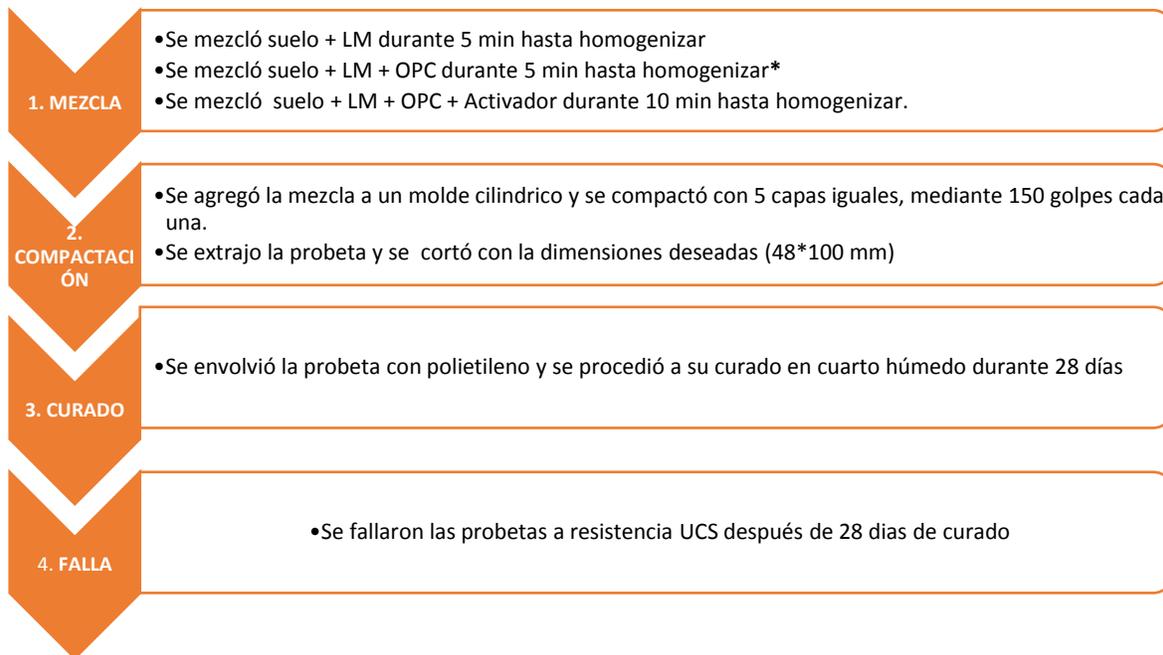
Figura 20: Fotografía probeta de suelo compactado para ensayo resistencia UCS.

La tercera etapa, consistió en el curado de las probetas compactadas. Inmediatamente después de la compactación, se envolvió cada probeta con papel de polietileno (papel chicle), y luego fue puesta en un cuarto húmedo, con el fin de conservar la humedad con la que fue compactada. Las probetas se curaron en cuarto húmedo, a unas condiciones de temperatura promedio de 24.0 °C y 99% de humedad relativa (RH) (ver Figura 21).

En la Figura 22, se ilustra un resumen del procedimiento de la elaboración de las probetas de suelo estabilizado con el CHAA mencionado anteriormente.



Figura 21: Fotografía probetas de suelo estabilizado en cámara húmeda (proceso de curado)



\*Cuando se prepararon las combinaciones sólo con LM, se mezcló directamente con el Activador durante 10 min.

Figura 22: Esquema del procedimiento para la elaboración de probetas de suelo estabilizado con CHAA.

#### 4.3. Evaluación de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)

Finalmente, la cuarta etapa consistió en fallar las probetas compactadas, para determinar la resistencia a compresión UCS después de transcurrir el periodo de curado. Las probetas se fallaron en un equipo Humboldt Master Loader HM-3000, empleando una velocidad de deformación axial de 0.5 mm/min, siguiendo las disposiciones de acuerdo a la norma ASTM D2166 (ver Figura 23).



Figura 23: Ensayo de resistencia UCS de probetas de suelo.

#### **4.4. Determinación del módulo secante ( $E_{50}$ ) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

El módulo elástico secante al 50% ( $E_{50}$ ), se determinó de acuerdo con los resultados de la prueba de resistencia a compresión inconfiada UCS realizada a las probetas de suelo estabilizado. El método para determinar este valor consistió en determinar la pendiente de la línea recta, trazada en la curva esfuerzo-deformación, que va desde el origen hasta el punto correspondiente al 50% de la resistencia a compresión UCS ( $UCS/2$ ) de dicha curva. Este método se realizó de acuerdo a lo explicado en su trabajo por Yilmaz (Y. Yilmaz, 2009).

#### **4.5. Determinación de la Relación de Soporte de California (CBR)**

Para conocer la capacidad de soporte del suelo estabilizado, se procedió a realizar el ensayo de relación de soporte de California, CBR. El fin de este procedimiento

fue comparar la capacidad de resistencia a corte del suelo estabilizado con CHAA, con respecto al suelo blanco o sin tratamiento. Se escogió la combinación de suelo estabilizado con CHAA, que presentó la mayor resistencia UCS, de acuerdo con el diseño de experimento de mezclas elaborado anteriormente. Para tal fin, se procedió a realizar este ensayo, de acuerdo a la norma ASTM D1883 (ASTM D1883, 2016). Se realizó la compactación de modo que llegara a una densidad y una humedad, próxima a la lograda en la compactación Próctor estándar evaluada anteriormente para la realización de las probetas para fallarlas a resistencia UCS. Por tanto, se procedió a realizar el ensayo para conocer la relación de soporte, a una humedad determinada, como lo estipula la norma. Se realizó la compactación, tanto al suelo estabilizado con CHAA (Fibra=10.5%: OPC=4.5%), como al suelo sin tratamiento (blanco); a tres capas iguales, aplicando 25 golpes con el martillo de compactación que se utiliza en el ensayo Próctor modificado (peso de 4.5 kg), y humectando el suelo con el 24.0% en peso sobre la masa del suelo seco. Se determinó también el porcentaje de expansión del suelo, bajo inmersión, de la siguiente manera: la muestra de suelo sin tratamiento, inmediatamente después de ser compactada, se sometió a una sobrecarga (4.54 kg), y se sumergió en agua durante 96 horas, registrándose las lecturas de expansión (ver Figura 24). Respecto a la muestra de suelo estabilizada se precedió de igual manera; solo que después de ser compactada y ser sometida a la sobrecarga, se selló con polietileno (papel chicle o de cocina); sin retirar las sobrecargas, para luego ponerlas a curar en cuarto húmedo, a 24.0 °C y 99 % , durante 28 días (ver Figura 25) Pasado este tiempo, se les retiró el polietileno, y se sumergió en agua durante 96 horas, similarmente como se hizo con las muestras de suelo sin estabilizar, para medir la expansión. Posteriormente se escurrió cada muestra tanto del suelo estabilizado como sin estabilizar, y se falló en el pistón para determinar el CBR (ver Figura 26).



Figura 24: Ensayo de expansión de suelo estabilizado bajo inmersión.



Figura 25: Curado de probetas de suelo estabilizado para CBR (28 días).



Figura 26: Ensayo de penetración CBR de suelo estabilizado.

#### 4.6. Modelo estadístico del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)

De acuerdo con Ortega Pérez et al. (2015), un diseño de mezclas de experimentos consiste en una serie de experimentos donde se evalúan combinaciones particulares o mezclas de  $q$  ingredientes o componentes. Si cada proporción de la mezcla, se denota por  $X_1, X_2, X_3, \dots, X_q$ ; se debe cumplir dos restricciones para cada componente  $i$ , que son:

- $0 \leq X_i \leq 1$
- $\sum_{i=1}^q x_i = 1$

Las anteriores restricciones traen como consecuencia dos cosas: primero, la suma de cada componente de la mezcla no debe sobrepasar la unidad o el 100%; y

segundo, que cada proporción de la mezcla varía entre 0 y 1 o entre 1 y 100% (Ortega Pérez et al., 2015). El diseño de experimentos de mezclas más simple para tres componentes que se conoce es el diseño de mezclas simplex, el cual se representa en un diagrama ternario. Un diseño de  $q=3$ , con centroide, se representa a continuación en la Figura 27, donde los puntos rellenos representan los experimentos obligatorios, mientras los puntos sin rellenar representan los puntos o corridas opcionales.

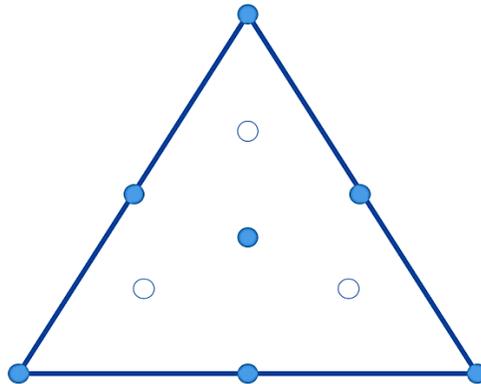


Figura 27: Diagrama ternario del diseño de experimentos de mezcla, modificado de (Ortega Pérez et al., 2015).

En el presente trabajo, como se describió anteriormente, se realizó un diseño de mezclas de experimentos con restricciones; es decir, con límites tanto superior como inferior en algunos de los componentes. Dependiendo del modelo que se ajuste al diseño, existe el modelo lineal, cuadrático, cúbico especial y cúbico completo. Estos modelos se basan en los polinomios de Sheffe (1958) (Lawson, 2015). La ecuación que se utilizó para modelar el diseño fue un modelo cúbico especial, que para tres componentes consiste en:

$$E(y) = \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (8)$$

donde cada término es:

$E(y)$ : Valor esperado de la respuesta

$\beta_i$  = Coeficientes términos lineales

$\beta_{ij}$  = Coeficientes términos cuadráticos

$\beta_{ijk}$  = Coeficientes términos cúbicos

Para que el modelo sea válido, debe éste cumplir los tres supuestos de normalidad, varianza constante e independencia en tiempo, los cuales fueron descritos en detalle en la descripción del diseño factorial.

#### **4.7. Caracterización química de la materia prima (Fluorescencia de Rayos X (XRF) y Difracción de Rayos X (XRD))**

Al suelo, a la fibra de lana mineral y al cemento de uso ordinario OPC, se les realizó Fluorescencia de Rayos X (XRF) para conocer su composición química. Para los tres materiales, se utilizó un equipo AxiomAX Minerals de Panalytical mediante el procedimiento de perla fundida empleando un software semi-cuantitativo. Por otro lado, tanto al suelo como a la fibra, se les realizó Difracción de Rayos X (XRD), con el fin de conocer las principales fases cristalinas y semi-cristalinas presentes en las muestras. Ambas muestras se prepararon previamente pasando cada una por la malla # 100 (tamiz ASTM), para luego analizarlas mediante un difractómetro de rayos X, de marca Empryam Panalytical, usando como fuente de radiación cobre [Cu,  $K\alpha = 0.1541 \text{ nm (1,541 \text{ \AA})}$ ], a un rango  $2\theta$  entre 5 y 80°, y un paso de 0.0263°. Se utilizó la base de datos ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) para la identificación de las fases mediante XRD.

Adicionalmente, tanto al suelo como a la fibra de lana mineral después de realizarles un tratamiento de molienda, se les hizo un análisis mediante SEM-EDS, para determinar tanto su morfología microestructural, como su composición química. Para tal fin, se utilizó el equipo JEOL JSM 6490 LV. Las muestras, tanto de fibra de lana mineral, como de suelo se fijaron en una cinta de grafito y luego se les realizó un recubrimiento delgado de oro (Ag) en un equipo DENTON VACUUM Desk IV. Posteriormente, se analizaron en el microscopio electrónico de barrido en

alto vacío con el fin de obtener imágenes en alta resolución. Se empleó el detector de electrones secundarios para evaluar la morfología y topografía de las muestras.

#### **4.8. Caracterización química del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA) (Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS))**

Una vez falladas las probetas cilíndricas tanto del cemento activado alcalinamente (CAA-CHAA) como del suelo mejorado con (CAA-CHAA), se procedió a extraer una muestra de cada combinación, en la zona de falla, para hacerles Difracción de rayos X (XRD), Microscopía electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS), con el fin de hacerles una caracterización química, y encontrar fases asociadas a la formación de geopolímeros y obtener información de la morfología de la microestructura de las mezclas. Para el análisis por XRD, se prepararon las muestra pulverizándolas en un mortero cerámico, y se pasó por malla # 100 (tamiz ASTM), para finalmente analizarla en un difractor de rayos X, de marca Empyrean Panalytical, usando como fuente de radiación cobre [Cu,  $K\alpha = 0.1541 \text{ nm}$  (1,541 Å)]. Para las muestras de CAA y CHAA se utilizó un rango de  $2\theta$  entre  $4.3$  y  $75^\circ$ , y un paso de  $0.0260^\circ$ . Para las muestras de suelo estabilizado, se utilizó un rango  $2\theta$  de  $5$  a  $100^\circ$ , y a un paso de  $0.0262^\circ$ . De la misma manera, se prepararon las muestras para el análisis SEM-EDS con la misma metodología como se describió con las muestras de suelo sin estabilizar y fibra sin activar. Se utilizó un equipo de la marca JEOL JSM 6490 LV,

## **V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **5.1. Resultados de la caracterización física de la materia prima**

A continuación, se muestran los resultados de la caracterización física que se realizó tanto al suelo como a la fibra de lana mineral. Por medio de estos ensayos se determinó tanto la distribución del tamaño de partícula del suelo como de la fibra de lana mineral, luego de realizarle un proceso de molienda a la fibra, como se describió en la metodología experimental. También se muestran los resultados de propiedades físicas del suelo, tales como índices de consistencia y gravedad específica, que se realizaron con el fin de clasificar el suelo en un sistema internacional; y finalmente, se muestran los resultados de compactación Próctor estándar, con el fin de mostrar las condiciones de humedad y compactación con las que se realizaron las probetas de suelo estabilizado.

#### **5.1.1. Distribución de tamaño de partícula del suelo y de la fibra de lana mineral**

En la Figura 28, se muestran los resultados del ensayo de Difracción de Rayos Láser (DRL) efectuado tanto a la fibra, como al suelo. En ésta, se ha graficado cada curva, en una distribución de frecuencias de acuerdo con el porcentaje de volumen ocupado por las partículas Vs el tamaño de partícula.

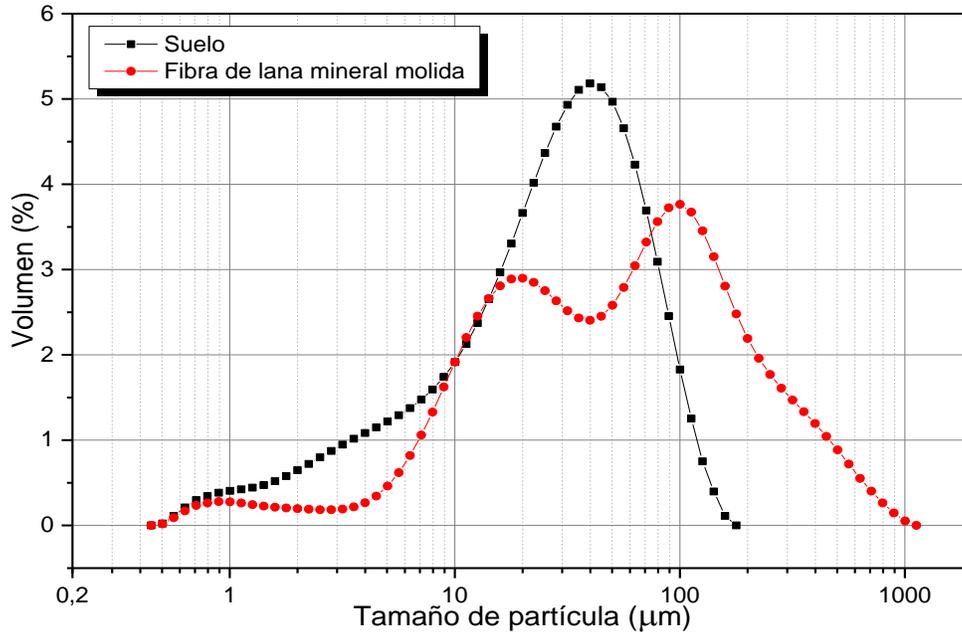


Figura 28: Distribución de tamaño de partícula por Difracción de Rayos Láser (DRL) realizado al suelo y a la fibra de lana mineral molida.

De acuerdo con la forma de las curvas mostradas en la Figura 28, se puede observar que la curva del suelo presenta una distribución monomodal, mientras que la correspondiente para la fibra presenta una distribución bimodal. Se puede observar también que la curva que corresponde al suelo presenta una distribución más simétrica, que la curva de la fibra; con una cola más larga hacia la derecha que hacia la izquierda. Por otro lado, de acuerdo con la Figura 28, se puede observar que el tamaño de mayor frecuencia del suelo en el rango entre 0.50 y 180 µm, es de 40 µm, aproximadamente; mientras que los tamaños de mayor frecuencia de la fibra son 20 y 100 µm, en un rango entre 0.50 y 1120 µm. Adicionalmente, el ensayo de DRL arrojó que el  $d(0.5)$  correspondiente al suelo es de 26.779 µm, lo cual quiere decir que el 50% del tamaño de las partículas del suelo son menores a este tamaño; mientras que el  $d(0.5)$  de la fibra arrojó 53.224 µm.

La razón por la cual la curva de la fibra presenta dos picos, con respecto a la curva del suelo es por el hecho de que la fibra presenta más heterogeneidad en las

formas de las partículas, debido a que sufrió un proceso de molienda, donde se sometió a fractura dichas fibras cerámicas. Más adelante, se mostrarán dichas formas, arrojadas por el análisis SEM. También se puede decir, de acuerdo con la curva del suelo de la Figura 28, que el tamaño de mayor frecuencia del suelo, es decir, el que más se repite, cuyo valor es 40  $\mu\text{m}$ , está entre los dos de mayor frecuencia correspondiente a la fibra que son 20 y 100  $\mu\text{m}$  aproximadamente. Adicionalmente, el rango de la curva de tamaños del suelo está dentro del rango de tamaños de la fibra, como se puede observar en la Figura 28. Por lo anterior, se puede decir que los tamaños de partícula tanto del suelo como de la fibra molida no difieren significativamente en tamaño; por lo cual, podrían interactuar fácilmente desde el punto de vista físico y químico en un proceso de estabilización química.

Por otro lado, la Figura 29, muestra las dos gráficas de distribución de tamaño de partícula del suelo, realizado tanto con el método por hidrometría, como por la Difracción de Rayos Láser (DRL). La diferencia de la curva de tamaño de partícula hallada por DRL, mostrada en la Figura 29, con respecto a la curva mostrada en la Figura 28; es que en esta última se expresa el porcentaje pasante versus tamaño de partícula, mientras que en la Figura 28 se expresó en la frecuencia de volumen versus tamaño partícula. El fin de mostrar las dos curvas en una sola gráfica es el de comparar los dos métodos utilizados en la determinación de tamaño de partícula de suelos. Como se puede observar en la Figura 29, los datos tanto por hidrometría como por DRL no difieren significativamente y dan una buena aproximación del tamaño y la distribución de partícula del suelo.

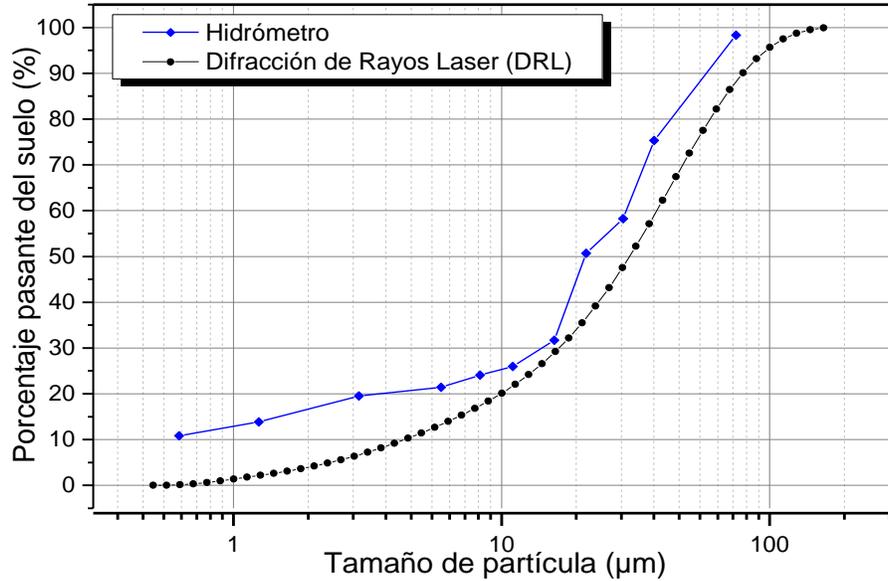


Figura 29: Comparación de la distribución de tamaño de partícula del suelo utilizando el método de Hidrómetro y de Difracción de Rayos Láser (DRL).

### 5.1.2. Límites de consistencia del suelo y humedad óptima de compactación Próctor estándar

A continuación, en la Tabla 6, se muestra los resultados de los ensayos de límites de consistencia o de Atterberg, gravedad específica, y de compactación Próctor estándar, realizado al suelo, con el fin de clasificarlo en un sistema internacional. Se utilizó para este suelo, el método propuesto por el *Sistema de Clasificación Unificada de Suelos* (USCS, por su sigla en inglés), de acuerdo con la norma ASTM D2487 (ASTM D2487, 2017). De acuerdo con esta norma, el suelo se clasifica dentro del grupo de suelos finos, como una arcilla inorgánica de alta plasticidad, cuya nomenclatura es CH. Por otro lado, se muestra las curvas de compactación Próctor estándar del suelo en el Figura 30, donde se realizó este ensayo con dos réplicas. Se registró un peso unitario máximo seco por volumen de  $15.40 \text{ kN/m}^3$ , a una humedad óptima de 23.65%.

Tabla 6: Resumen propiedades físicas del suelo y su clasificación

Índices de consistencia (%)			Gravedad específica (20°C)	Próctor estándar		Clasificación (USCS)
LL	LP	IP		Peso unitario máximo seco por volumen (kN/m <sup>3</sup> )	Humedad óptima (%)	
51.57	24.56	27.01	2.76	15.40	23.65	CH

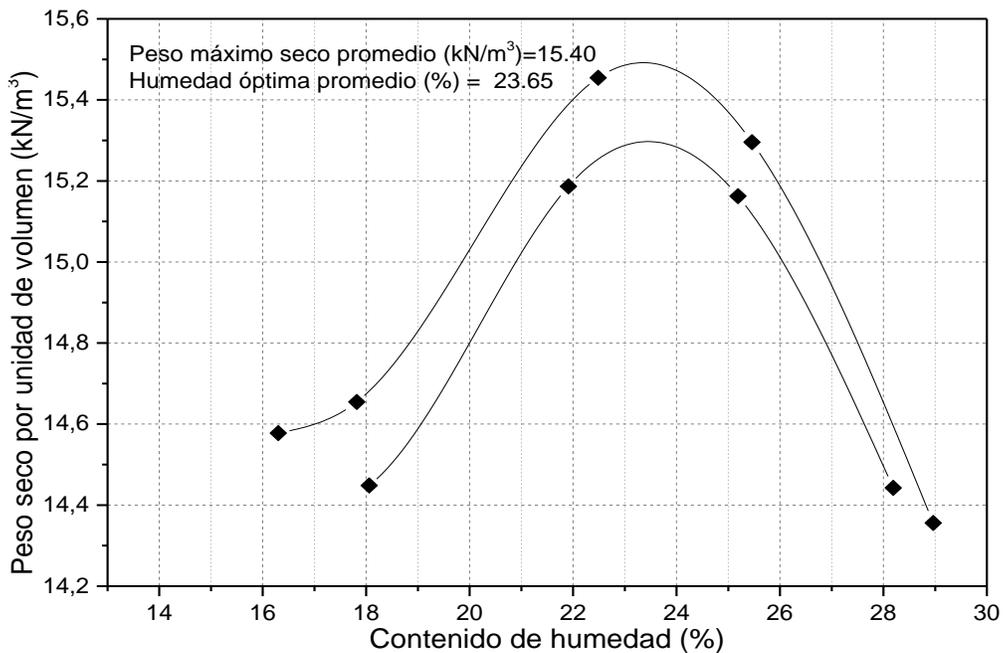


Figura 30: Curvas de compactación Próctor estándar del suelo.

Los suelos clasificados como CH suelen estar dentro de los grupos de suelos expansivos de alta plasticidad, y por tanto, de alta compresibilidad; los cuales presentan cambios de volumen cuando están sometidos a cambios de humedad. Usualmente, para conocer el potencial expansivo de un suelo, con el fin de ser aplicado en bases para pavimentos, se le realiza el ensayo de relación o índice de soporte de California, conocido comúnmente como CBR, que consiste básicamente en la inmersión en agua de una muestra compactada bajo una densidad y humedad prefijadas (Londoño Naranjo & Alvarez Pabón, 2008). Más adelante se

muestra los resultados de este ensayo realizado a la muestra de suelo procedente de la región de Urabá, Antioquia.

## **5.2. Resultados de la evaluación mecánica del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)**

Con los resultados de resistencia a compresión inconfiada (UCS) de las probetas del cemento híbrido activado alcalinamente, se procedió a realizar el análisis de los resultados, de acuerdo con el diseño de experimento programado. Este análisis consistió, primero, en un análisis exploratorio gráfico, que se hizo mediante gráficos de barras, caja de bigotes y gráficas de interacción; posteriormente se muestra los resultados del análisis ANOVA, y la prueba de Tukey para comparar medias de tratamientos. Finalmente, se llegó a un modelo de superficie de respuesta, la cual relaciona la variable respuesta, resistencia UCS, con los factores Activador (Na: Al) y porcentaje de OPC.

### **5.2.1. Resistencia a Compresión Inconfiada (UCS) de las muestras de CAA y CHAA**

A continuación, se muestra en la Tabla 7 las relaciones que se controlaron en el diseño factorial del cemento activado alcalinamente CHAA. En la Tabla 8, se muestra los promedios de la resistencia a compresión inconfiada UCS, de las probetas de cemento activado alcalinamente, de acuerdo con el diseño de experimentos factorial.

Tabla 7: Relaciones de diseño factorial CHAA.

<b>Mezcla</b>	<b>Relación</b>	<b>Relaciones</b>		<b>Relación Agua/(Fibra</b>
	<b>Sólido/Líquido</b>	<b>molares</b>		<b>+OPC)</b>
	S/L	Si:Al	Na:Al	A/(F+C)
<b>Act.1-0%</b>	1.18	1.9	1.3	0.68
<b>Act.1-15%</b>	1.18	1.9	1.3	0.58
<b>Act.1-30%</b>	1.18	1.9	1.3	0.51
<b>Act.2-0%</b>	1.18	1.9	1.8	0.68
<b>Act.2-15%</b>	1.18	1.9	1.8	0.58
<b>Act.2-30%</b>	1.18	1.9	1.8	0.51
<b>Act.3-0%</b>	1.18	1.9	2.2	0.68
<b>Act.3-15%</b>	1.18	1.9	2.2	0.58
<b>Act.3-30%</b>	1.18	1.9	2.2	0.51

Tabla 8: Promedios de resistencia UCS (MPa) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente.

<b>Activador</b>	<b>Relación molar</b>	<b>OPC (%)</b>	<b>UCS</b>
	<b>(Na:Al)</b>		<b>(MPa)</b>
<b>1</b>	1.3	0	4.13
<b>1</b>	1.3	15	10.50
<b>1</b>	1.3	30	6.62
<b>2</b>	1.8	0	6.67
<b>2</b>	1.8	15	12.35
<b>2</b>	1.8	30	8.02
<b>3</b>	2.2	0	4.18
<b>3</b>	2.2	15	4.32
<b>3</b>	2.2	30	5.84

En la Figura 31, se muestra de manera gráfica, los resultados de la resistencia a compresión inconfiada UCS, mostrados en la Tabla 8; donde están las nueve combinaciones agrupadas, en los mismos niveles de porcentaje de OPC y relación Agua/Fibra+OPC (A/F+O). Se puede observar en la Figura 31, que los mayores valores de resistencia se obtuvieron en el nivel de 15% de OPC, en los activadores Act.1 y Act.2. Así mismo, se puede observar que hay una tendencia de incremento de resistencia al pasar de Act.1 a Act. 2, para luego descender cuando se pasa a Act.3, independiente del nivel de porcentaje de OPC.

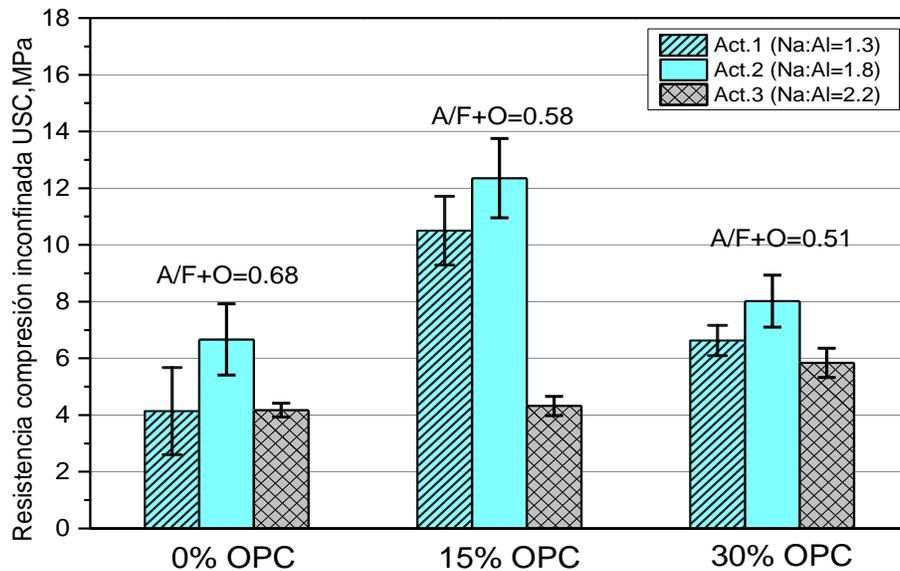


Figura 31: Gráfica de barras Resistencia UCS vs % OPC, del cemento activado alcalinamente.

Por otro lado, la gráfica de barras de la Figura 32, contiene la misma información presentada en la Figura 31; pero en ésta, se agrupan las nueve combinaciones en función de los niveles de activador, donde se varió la relación molar Na:Al en cada una: Act.1 (Na:Al= 1.3), Act.2 (Na:Al= 1.8) y Act.3 (Na:Al= 2.2). Cabe recordar que en todas las soluciones activadoras se procuró mantener una relación constante de Si:Al=1.9. Como se puede observar en la Figura 32, las resistencias mayores se presentan en los niveles de 15% de OPC, en los Act.1 y Act.2, mientras que en el Act.3, se presenta solamente en el nivel de 30% de OPC. Se puede observar también que independiente del uso del activador, hay una tendencia de incremento de la resistencia cuando se adiciona OPC; es decir de pasar de un cemento activado alcalinamente (0% OPC) a un cemento híbrido activado alcalinamente (con adición de 15 y 30% de OPC).

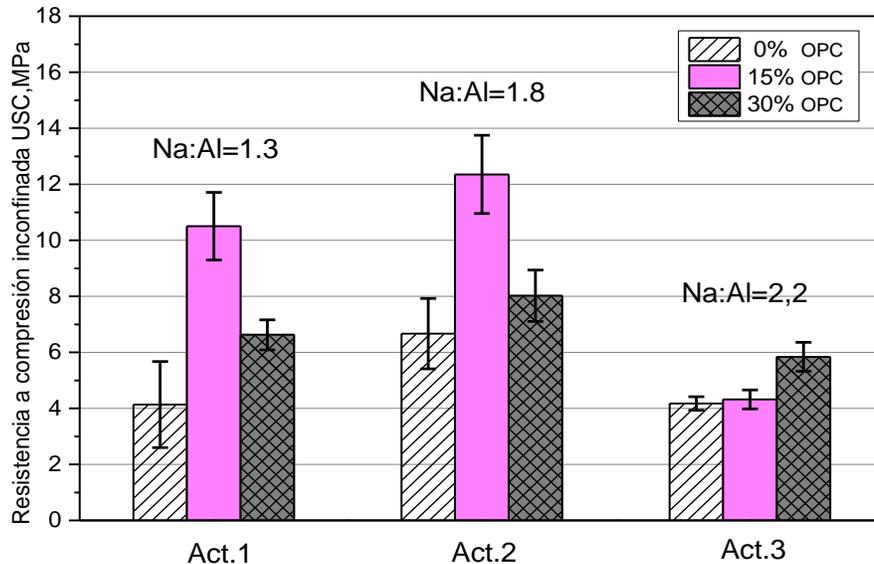


Figura 32: Gráfica de barras Resistencia UCS vs Activador (Act.), del cemento activado alcalinamente.

Al respecto de la adición de OPC a sistemas cementicios, Palomo et al. (2007) han reportado, que en sistemas que contienen ceniza volante, en proporción 30% OPC-70% ceniza volante; la adición de OPC acelera la activación alcalina de la ceniza volante, a temperatura ambiente. La razón de este aceleramiento es debido a la energía en forma de calor, que libera el OPC en el proceso de hidratación, y que a su vez hace que se active las reacciones químicas para que se origine el fraguado y endurecimiento de la ceniza volante en un medio altamente alcalino. Además agregan, que la hidratación del OPC en estos sistemas dependen de la concentración de  $\text{OH}^-$  y de la presencia de la sílice soluble en el medio (García-Lodeiro et al., 2012) (Palomo, Fernández-Jiménez, Kovalchuk, Ordoñez, & Naranjo, 2007). Por otro lado, el comportamiento de la hidratación “anómala” del OPC en medios cáusticos o alcalinos se puede explicar por la poca solubilidad del calcio debido a la concentración de  $\text{OH}^-$ . De hecho, en sistemas binarios o ternarios que incluyan OPC, falla la precipitación o no es detectado posiblemente porque el Ca rápidamente se carbonata, es decir, se convierte en  $\text{CaCO}_3$ .

Durante la elaboración de las probetas de cemento activado alcalinamente, se pudo observar que luego del mezclado, las probetas que contenían OPC (15 y

30%), fraguaban más rápido que las probetas que no contenían OPC (0%). Es probable que el OPC acelere el fraguado y el endurecimiento de la matriz, como se ha evidenciado en sistemas con ceniza volante en medios altamente alcalinos. También hay que anotar que el pH en las tres soluciones activadoras, fueron alrededor de 13, por tanto, en el sistema tuvieron las condiciones de concentración de  $\text{OH}^-$  para que el OPC acelerara los procesos químicos en el sistema.

Por otro lado, se ha investigado el uso del Aluminato de Sodio ( $\text{NaAlO}_2$ ) como acelerador en los procesos de hidratación del OPC a temperatura ambiente. Lota et al. (1997), han mostrado que la hidratación del OPC en soluciones acuosas de 0.1 a 1.0 M de  $\text{NaAlO}_2$  se aceleraba, debido a que éste forma una capa límite de hidratación que cubre totalmente los granos del OPC; además los iones de Al provenientes del aluminato de sodio reaccionan rápidamente con los iones liberados de Ca, provenientes de la disolución de los silicatos de calcio del OPC, formándose así los aluminatos de calcio hidratados. Adicionalmente, Andersen et al. (2004), encontraron que el aluminato de sodio aceleraba la hidratación tanto de la alita como de la belita, en un rango de temperatura entre 5 y 20°C (Ruiz Madroñero & Rodríguez Páez, 2010)(Andersen, Jakobsen, & Skibsted, 2004).

De acuerdo con lo anterior, el hecho de usar como activador alcalino aluminato de sodio ( $\text{NaAlO}_2$ ) posiblemente favorecería la aceleración de los procesos de hidratación del OPC, y éste a su vez, la activación alcalina de la fibra de lana mineral, al liberar calor de hidratación para que desarrollara un fraguado más rápido. Para sustentar más la afirmación anterior, habría que realizar más estudios químicos acerca del efecto de aluminato de sodio en ambientes alcalinos, sobre los procesos de hidratación del OPC en sistemas y su papel en la activación alcalina en geopolímeros.

### 5.3. Análisis estadístico del diseño factorial del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)

#### 5.3.1. Análisis gráfico: gráficas de caja y bigotes

La Figura 33, muestra el comportamiento de la variable respuesta (resistencia UCS), en relación con los niveles de los dos factores usados en el experimento: activador alcalino (Na:Al) (Figura 33 a)). y porcentaje de cemento (OPC) (Figura 33 b)).

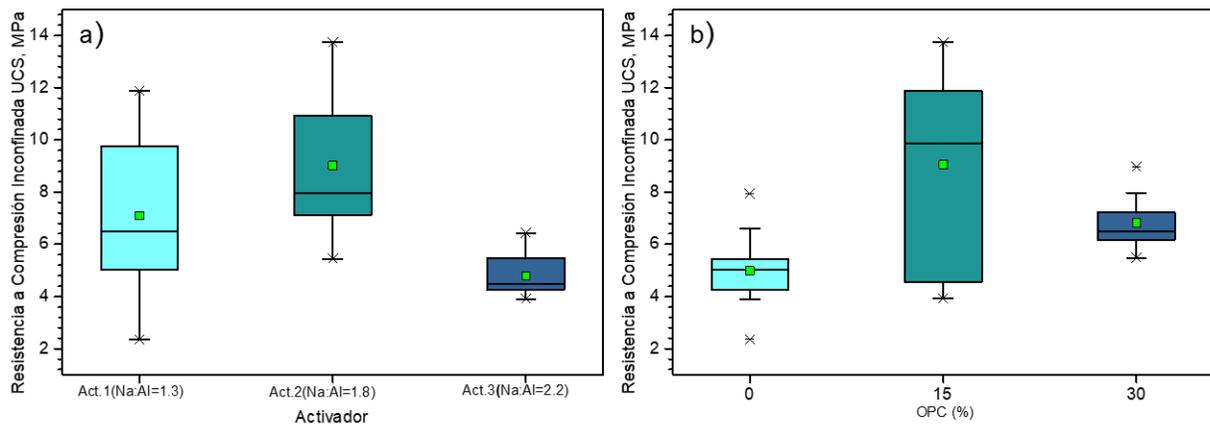


Figura 33: Gráfica de caja de bigotes: a) resistencia UCS Vs. Activador y b) resistencia UCS Vs. % OPC.

En la Figura 33 a), se puede observar que hay una mayor variabilidad en las soluciones activadoras Act.1 (Na:Al=1.3) y Act.2 (Na:Al=1.8), que en el Act.3 (Na:Al=2.2); de acuerdo a la extensión de la cajas en estos dos niveles, desde el cuartil 0.25 (25%) hasta cuartil 0.75 (75%) y por la longitud de los bigotes, tanto superior como inferior; lo cual indicaría una mayor dispersión de los datos. Según esta gráfica, el Act.3 no tiene un efecto significativo sobre la respuesta (resistencia UCS), mientras que los activadores Act.1 y Act.2, sí. De estos dos últimos, no se podría concluir a primera vista cuál maximiza más la respuesta, pues tienen similar variabilidad: adicionalmente se traslapan el rango de los valores en la resistencia UCS en cada una de las cajas en estos dos últimos niveles.

En la Figura 33 b), se muestra que el nivel de 15% de OPC, tiene más variabilidad que los niveles de 0 y 30% de acuerdo con la extensión de las cajas en estos dos niveles, desde el cuartil 0.25 (25%), hasta el cuartil 0.75 (75%). También se puede observar, que tanto el nivel de 0, como de 30% de OPC, no parecen tener diferencia significativa en la respuesta (resistencia UCS), de acuerdo con los rangos de los cuartiles y la longitud de los bigotes de las cajas en estos niveles. Por otro lado, se muestra que para el nivel medio de OPC (15%), el cuartil 0.50 (50%), donde se marca la mediana está por encima de las medianas de los niveles de 0% y 30% de OPC. También se puede observar en los niveles de 0% y 30%, algunos puntos “outlier” o puntos que salen de los rangos de las cajas, pero que no son de preocupación debido a que como se mostrará más adelante en las pruebas de supuestos del ANOVA, los datos cumplen el supuesto de normalidad, y no afectará por tanto los parámetros de estimación.

### **5.3.2. Efectos principales y de interacción**

A continuación, se muestra en la Tabla 9, los valores de los efectos combinados de los niveles de los factores Activador y Porcentaje de OPC. El efecto combinado en un diseño factorial, busca cuantificar el cambio en la respuesta cuando hay un cambio en un nivel del factor. Como se puede observar en la Tabla 9, se presentan cambios positivos en los activadores 1 y 2, cuando se pasa del nivel de 0 a 15%; en el activador 3, el cambio es negativo. De igual forma, se puede observar que en los activadores 1 y 2, hay un cambio negativo, cuando se pasa del nivel de 15 a 30%, excepto en el activador 3, cuyo cambio es positivo. Lo anterior, se puede ver más claro en la Figura 34, en donde se puede visualizar las interacciones tanto principales, como de interacción, del factor Activador (Act.), conforme se cambia el nivel del factor Porcentaje de OPC, en la resistencia UCS.

Tabla 9: Efectos principales y de interacción factores y niveles de factores

Activador	Relación molar (Na:Al)	OPC (%)	Efectos principales-interacción
1	1.3	0	-0.99
1	1.3	15	1.32
1	1.3	30	-0.33
2	1.8	0	-0.38
2	1.8	15	1.24
2	1.8	30	-0.86
3	2.2	0	1.36
3	2.2	15	-2.56
3	2.2	30	1.19

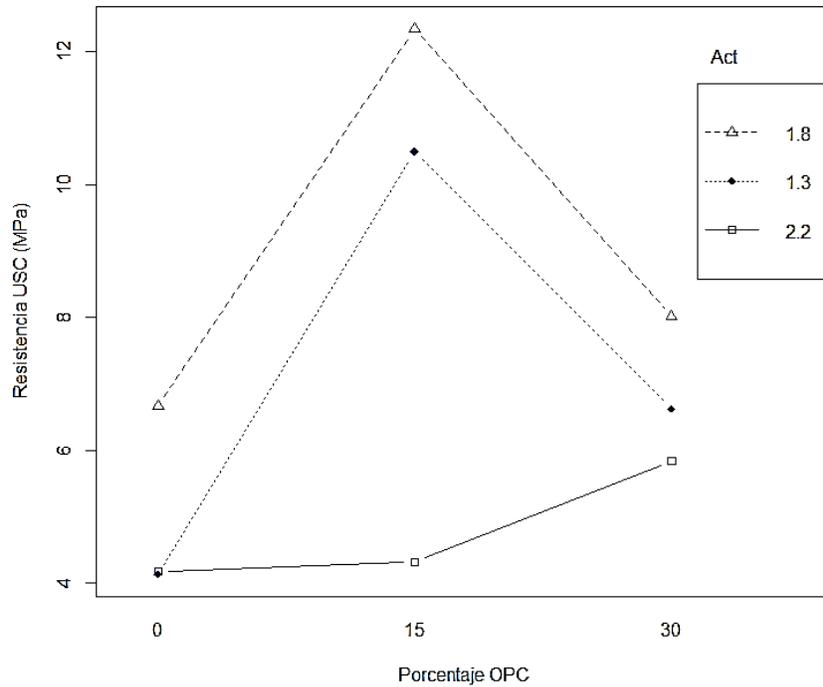


Figura 34: Gráfica de la interacción del Activador con respecto al Porcentaje OPC en la resistencia UCS.

Como se puede observar en la Figura 34, el Act. 2 (Na:Al=1.8) es el que obtuvo la máxima respuesta promedio, al nivel de 15% de OPC; mientras que el Act.3 (Na:Al=2.2) es el que tiene la mínima respuesta promedio en todos los niveles de

OPC. También se observa, que los activadores Act.2 (Na:Al=1.8) y Act.1 (Na:Al=1.3), presentan líneas paralelas y no se cruzan, lo cual indica que estos dos activadores tienen similar efecto sobre la respuesta conforme se aumenta los niveles de OPC. Por último, se puede apreciar que no hay interacciones entre los tres activadores (Act.1, Ac.2 y Act.3), conforme se aumenta los niveles de OPC, a no cruzarse las líneas que indican los niveles del activador. En resumen, se puede decir que tanto Act.1 y Act.2, tienen el mismo efecto principal, y tienen la máxima respuesta, cada uno, en 15% OPC. También que Act.2 (Na:Al=1.8) al nivel 15% OPC, presenta la mejor respuesta UCS de todas las combinaciones. Las más bajas respuestas se dan en los niveles de Act.3 (Na:Al=2.2) y 0% OPC.

Teniendo en cuenta el análisis anterior, es necesario conocer si los dos activadores, Act.1 (Na:Al= 1.3) y Act.2 (Na:Al:1.8), que no mostraban aparentemente diferencia en cuanto a la respuesta (resistencia UCS), son diferencialmente significativos. En cuanto al nivel de factor %OPC, es claro que el nivel de 15% es el que mejor tiene respuesta. Por lo tanto, siguiendo un proceso secuencial, se procedió a realizar un análisis de varianza ANOVA y comparación de medias (prueba Tukey), para saber de manera analítica si hay diferencia significativa en el uso tanto de Act.1 como Act.2, en cuanto a la respuesta del cemento activado alcalinamente.

### **5.3.3. Prueba ANOVA del diseño factorial**

El objetivo de realizar la prueba ANOVA, consistió en verificar, de manera cuantitativa, si hay diferencias significativas entre el factor Activador (Act.), y el factor % OPC, y en la interacción entre ambos factores. Se plantean las respectivas hipótesis de la prueba para el diseño factorial, de acuerdo con lo descrito en la metodología experimental:

#### **Factor: Activador**

$$H_0 = \alpha_{\text{Act.1}} = \alpha_{\text{Act.2}} = \alpha_{\text{Act.3}} = 0$$

$H_{1=}$  Al menos una  $\alpha_i \neq 0$  ( $i=$ Act.1,Act.2 y Act.3)

**Factor: %OPC**

$$H_0 = \beta_{0\%OPC} = \beta_{15\%OPC} = \beta_{30\%OPC} = 0$$

$H_1 =$  Al menos una  $\beta_j \neq 0$  ( $j=0,15$  y  $30\%$ )

**Interacción factores Activador y % OPC**

$$H_0 = (\alpha\beta)_{ij} = 0, \text{ para todas las } i,j$$

$H_1 =$  al menos una  $(\alpha\beta)_{ij} \neq 0$

Los resultados de esta prueba se presentan en la Tabla 10. De acuerdo al valor-P, registrado tanto para los efecto principales como para los factores, como el efecto de interacción entre los dos, se puede concluir que tanto los efectos principales (Activador y OPC) como el efecto de interacción de los factores (Act:OPC), son altamente significativos a un nivel de confianza de 95%, ya que el valor-P, es mucho menor al  $\alpha$  (valor-P <  $\alpha = 0.05$ ), y por tanto no se puede rechazar la hipótesis alternativa ( $H_1$ ) tanto de los niveles de Activador como de OPC, así como en sus combinaciones. En otras palabras, estos resultados comprueban que tanto el factor Activador como Porcentaje OPC, por sí solos, influyen significativamente en la resistencia UCS; de igual forma, la interacción Activador-OPC. La validación de esta prueba se muestra en el Anexo A, de acuerdo con lo formulado en la Metodología Experimental (ver Validación del modelo factorial). Con base a este resultado, se procede a hacer una prueba de comparación entre medias de tratamiento, entre el Act.1 y el Act.2.

Tabla 10: Análisis de varianza de la resistencia UCS del CHAA

Grados de libertad	Suma de cuadrados	Suma de cuadrados medios	Valor estadístico F	Valor-P
--------------------	-------------------	--------------------------	---------------------	---------

<b>Activador</b>	2	80.9	40.45	40.86	2.03E-07
<b>OPC</b>	2	74.61	37.3	37.68	3.68E-07
<b>Act : OPC</b>	4	45.17	11.29	11.41	8.65E-05
<b>Residuales</b>	18	17.82	0.99		

### 5.3.4. Comparación de medias de tratamientos (prueba Tukey)

Como se describió en la metodología, por medio de esta prueba se puede cuantificar las diferencias entre los pares de medias entre los niveles de los factores. En este caso, se tendrá atención en los pares de medias entre el Act1 (Na:Al=1.3) y Act.2 (Na:Al=1.8) en los niveles del %OPC (0, 15 y 30%), para saber si existen diferencias significativas entre estos dos frente a la variable respuesta, resistencia UCS. Se expresa a continuación las hipótesis de la prueba de Tukey para comparar el Act1 con Act.2 al nivel fijo 15%OPC, de acuerdo con lo expresado en la Metodología Experimental (Comparación de tratamientos de medias (prueba Tukey)).

$$H_0: \mu_{\text{Act1-15\%Opc}} = \mu_{\text{Act.2-15\%Opc}} \quad (\text{Hipótesis nula})$$

$$H_1: \mu_{\text{Act1-15\%Opc}} \neq \mu_{\text{Act.2-15\%Opc}} \quad (\text{Hipótesis alternativa})$$

A continuación, se muestra en la Tabla 11 los resultados de la prueba, donde se puede ver las diferencias entre pares de medias de los tratamientos de interés, extraídos del programa R, en un intervalo de confianza de 95%, con los límites superior e inferior de dicho rango, y el valor-P, para cada uno.

Tabla 11 : Resumen prueba de comparación de medias de tratamientos.

Pares de tratamientos	Diferencia	Rango I.C (95%)		Valor-P ajustado
		Límite inferior	Límite superior	
<b>Act.1.3-0%Opc : Act.1.8-0%Opc</b>	2.53	-0.31	5.34	0.10

<b>Act.1.3-15%Opc : Act.1.8-15%Opc</b>	1.85	-0.99	4.70	0.42
<b>Act.1.3-30%Opc : Act.1.8-30%Opc</b>	1.40	-1.50	4.24	0.73

En la Tabla 11 se puede observar, que para todos los pares de tratamientos entre el Act.1 y Act.2, al nivel de 0, 15 y 30% de OPC, el valor-P, es mayor al  $\alpha$  (valor- $P > \alpha = 0.05$ ); como criterio adicional, se puede observar que en los tres niveles de activador y porcentaje de OPC, el rango del intervalo de confianza (IC) incluye al 0. Lo anterior quiere decir que, de los tres pares de tratamientos comparados, no se puede rechazar la hipótesis nula (igualdad de medias) entre las medias de los tratamientos. En otras palabras, no se halla una diferencia significativa entre usar el Act.1 (Na:Al=1.3) y Act.2 (Na:Al=1.8) independiente del nivel de porcentaje de OPC que se tenga. Por tanto, se concluye que no se esperará una diferencia relevante en la respuesta de resistencia (UCS), si se usa estos dos activadores de manera comparativa.

Ahora, teniendo en cuenta el procedimiento anterior, con miras a pasar a la siguiente etapa de la presente investigación, se procedió a escoger un activador alcalino, entre el Act.1 y Act.2. Se decidió por el uso del Act.1 (Na:Al=1.3) como solución alcalina para estabilizar el suelo. La decisión de seleccionar el Act.1, además de las razones desde el punto de vista estadístico expuestas anteriormente, es por el hecho de que esta solución fue con la que menor concentración de NaOH se mezcló con el aluminato de sodio; cuya concentración fue de 6.7 M (remitirse a preparación de soluciones alcalinas, en Metodología Experimental). Por tanto, en términos de seguridad para la manipulación de estos reactivos, se recomienda el uso de las menores concentraciones posible de NaOH; además, se tendría un ahorro en un consumo de un reactivo, a la hora de comparar costos en insumos, en un posible futuro de uso de este cemento activado alcalinamente en la construcción de obras civiles.

### 5.3.5. Modelo de superficie del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)

Finalmente, en esta etapa del análisis del primer diseño de experimento, se propone una ecuación que describe la relación entre los factores (Act. y %OPC) y la variable respuesta (resistencia UCS). En esta ecuación o modelo cuadrático no se intenta evaluar el efecto de las variables de entrada, que son los dos factores Activador (Act.) y % OPC, sino mostrar gráficamente una relación entre estas variables y la variable respuesta (resistencia UCS) con el propósito de observar las condiciones de la región óptima del sistema.

Se escribe a continuación la ecuación cuadrática, de acuerdo con los coeficientes arrojados por el programa R. También se muestra en la Tabla 12 el resumen de los parámetros del modelo.

$$R = 11.07 - 1.154 \cdot \text{Act} + 0.919 \cdot \text{Opc} - 0.206 \cdot \text{Act} \cdot \text{Opc} - 3.081 \cdot \text{Act}^2 - 3.147 \cdot \text{Opc}^2$$

donde:

R= Resistencia a compresión UCS, en MPa

Act = Relación Na:Al del activador alcalino, a una relación Si:Al constante (1.9)

OPC= Porcentaje de cemento ordinario OPC

Tabla 12: Resumen modelo cuadrático cemento activado alcalinamente.

	Grados de libertad	Valor estadístico F	Valor P
<b>Modelo cuadrático</b>	5	10.49	3.76E-05
<b>Coefficiente de determinación R<sup>2</sup></b>	0.7141		
<b>Coefficiente de determinación ajustado R<sup>2</sup><sub>aj</sub></b>	0.646		

Como se puede observar en la Tabla 12 el modelo es significativo, de acuerdo con el valor-P, que muestra un valor mucho menor al nivel de significancia del 5%.

También se muestra que el  $R^2$  de 0.71, lo cual quiere decir que alrededor del 71% de la variabilidad de la resistencia a compresión UCS, es explicada por el modelo, lo cual es un valor aceptable; luego se muestra el  $R^2_{aj}$ , con un valor de 0.65. El hecho de que el  $R^2_{aj}$  baje con respecto al  $R^2$ , indica que dentro del modelo hay términos que no aportan significativamente. Para fines de predicción, se recomienda un R ajustado de al menos 0.70 (Humberto Gutiérrez Pulido, 2016). En este caso, el valor se aproxima a dicho valor. Ahora, se hace necesario hacer un análisis ANOVA a este modelo, para tener más información, que se muestra a continuación en la Tabla 13.

Tabla 13: ANOVA del modelo cuadrático cemento activado alcalinamente.

	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Suma de cuadrados medios</b>	<b>Valor estadístico F</b>	<b>Valor P</b>
<b>Términos lineales (FO)</b>	2	39.142	19.571	6.5783	6.05E-03
<b>Términos de interacción (TWI)</b>	1	0.51	0.51	0.1715	0.683
<b>Términos cuadráticos (PQ)</b>	2	116.367	58.184	19.5568	1.60E-05
<b>Residuales</b>	21	62.477	2.975		
<b>Falta de Ajuste (Lack of Fit)</b>	3	44.659	14.886	15.0376	3.79E-05
<b>Error puro</b>	18	17.819	0.99		

Como se puede observar en la Tabla 13, en la columna Valor-P, para los términos tanto lineales como cuadráticos, y de la interacción, se muestra que el único valor que no es significativo es el término de interacción, ya que el valor  $-P > \alpha$  (0.05). Esto indica que este término no aporta significancia al modelo. Por otro lado, se muestra el valor de la falta de ajuste (Lack of Fit), el cual indica que es significativo, ya que el valor  $-P > \alpha$  (0.05); de acuerdo con la hipótesis planteada al respecto en la Metodología Experimental (ver 4.3.5. Superficie de respuesta del cemento

activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)). El que arroje significativo en esta prueba, indica que el modelo cuadrático propuesto necesita ser ajustado, de lo contrario no es adecuado para hacer predicciones.

Una de las razones por lo que un modelo cuadrático no está ajustado, es el hecho de que la región que comprende la superficie es demasiado grande para que la función tenga una buena aproximación que explique la respuesta, o que hay puntos outliers, o una extrema no-linealidad en los extremos (Lawson, 2015). Al respecto de la falta de ajuste del modelo que se propone, se considera que es debido por la primera razón expuesta, ya que la región donde se evalúa la respuesta, OPC (entre 0 y 15%) y Act. (Na:Al entre 1.3 y 2.2), es muy amplia y habría que reducir dichos rangos de las variables, para lograr un modelo cuadrático más ajustado.

#### **5.3.6. Gráfica de contorno y de la superficie de respuesta del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)**

En la Figura 35 a), se muestra el mapa de contorno de la superficie de respuesta y en la Figura 35 b), se muestra la superficie de respuesta del modelo cuadrático. En la Figura 35 a), se muestra a través de líneas de contorno y tonalidades de colores los cambios en los valores de la resistencia UCS, en la región restringida por los valores de Act. (Na:Al= 1.3-2.3) y porcentaje de OPC (0-15%), en donde las tonalidades más claras denotan las máximas resistencias USC; mientras en la Figura 35 b) se muestra la proyección de la gráfica de la Figura 35 a) y representa la superficie de respuesta, resistencia UCS (MPa).

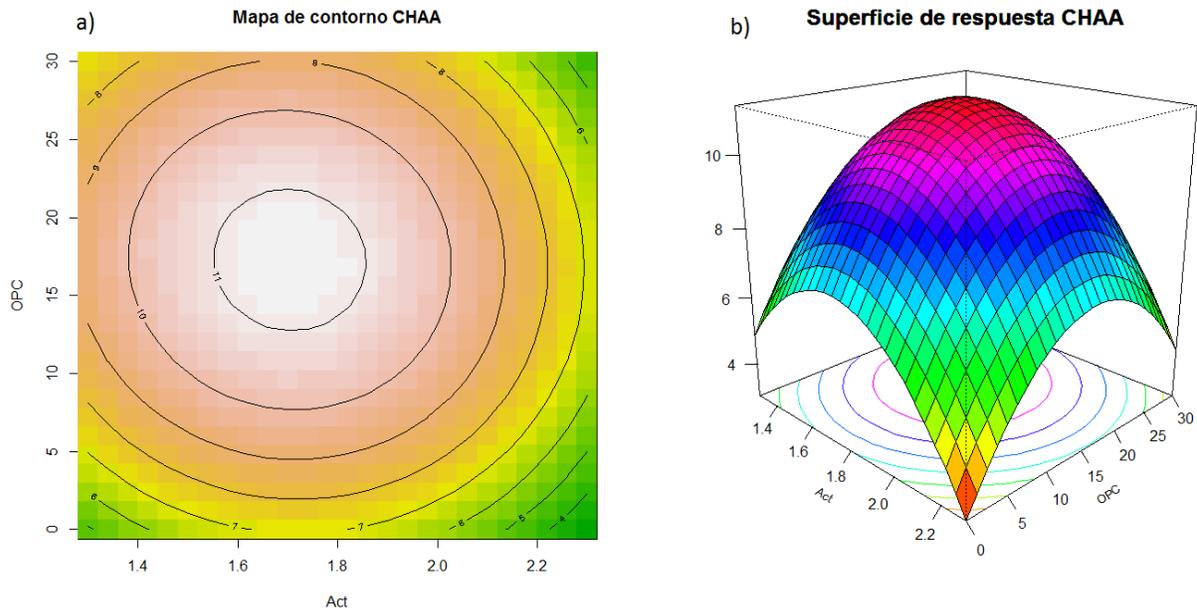


Figura 35: a) Mapa de contorno CHAA; b) Gráfica de superficie de respuesta CHAA.

Se puede observar en la Figura 35 a), que en la región que comprende los valores máximos de resistencia se ubican entre los valores Act.: 1.6-1.8, y OPC: 15-20%, aproximadamente; se encuentra el óptimo de las mezclas. Adicionalmente, en la Figura 35 b) se puede observar que el valor máximo de la superficie de respuesta corresponde a los valores de la región del dominio o mapa de contorno descritos anteriormente.

En síntesis, se considera que este modelo, aunque no está ajustado, puede mostrar de manera gráfica una aproximación del comportamiento de la respuesta (resistencia UCS) frente a los factores; Act. y %OPC, de acuerdo con los resultados y análisis mostrado previamente (gráficas de barras, gráficas de interacciones y prueba de Tukey). Cabe recordar que en la planeación del diseño factorial, no se partió de utilizar un diseño de experimentos para ajustar y llegar a una superficie de respuesta ajustada como objetivo principal, ya que existen unos diseños de experimentos concretos para alcanzar dicho objetivo que requieren de realizar corridas adicionales de experimentos, a medida que se va ajustando el modelo de superficie de respuesta. El objetivo principal del diseño factorial planeado en esta

investigación, era encontrar la influencia o los efectos de las variables de entrada con la variable respuesta y de acuerdo con los resultados, escoger un activador para ser utilizado en la estabilización del suelo, procedente de la región de Urabá.

#### **5.4. Resultados de la evaluación mecánica del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

De acuerdo con el diseño de experimentos de mezclas planeado, se obtuvieron los resultados de resistencia a compresión UCS, y módulo secante de elasticidad al 50% ( $E_{50}$ ), para todos los puntos o combinaciones de las mezclas del suelo estabilizado con CHAA. Se hizo el análisis de los resultados mediante gráficas de barras y de interacciones con el fin de poder observar correlaciones entre estas dos propiedades, como también mediante gráficas de esfuerzo-deformación. También se determinó la relación de soporte de California CBR a la mejor combinación, de suelo estabilizado con el CHAA de acuerdo con la resistencia UCS evaluada. Finalmente, se propone un modelo estadístico de acuerdo con el diseño de experimentos de mezclas realizado al suelo estabilizado con CHAA, con el fin de tener una comprensión de los factores que influyen en la resistencia del sistema suelo-fibra-OPC activado alcalinamente.

##### **5.4.1. Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) y módulo secante $E_{50}$**

A continuación, se muestra en la Tabla 14, los datos obtenidos de resistencia a compresión, así como también los datos del módulo secante  $E_{50}$ , realizados a partir de los resultados de la prueba o falla a resistencia UCS, de las combinaciones de suelo estabilizado, después de 28 días de curado, y de acuerdo con el diseño de experimentos de mezclas planeado.

Se puede observar, de acuerdo con la Tabla 14 que el mayor valor tanto de resistencia UCS como de módulo  $E_{50}$  de todas las mezclas evaluadas, corresponden a la mezcla de referencia B3 suelo-cemento (15% OPC) con los

valores promedios de 3.18 MPa y 3.08 MPa, respectivamente. Por otro lado, se observa que la mayor resistencia y módulo de las combinaciones estabilizadas alcalinamente solo con fibra de lana mineral corresponde a la combinación con mayor porcentaje de fibra, LM3 (15.0% fibra) con 0.94 MPa y 0.75 MPa, respectivamente; mientras que de las combinaciones estabilizadas alcalinamente con Fibra+OPC, la de mayor resistencia y módulo, corresponde a la mezcla LM-OPC4, con 1.72 MPa y 1.60 MPa, respectivamente; con contenido de fibra de 10.5% y de OPC de 4.5% (el contenido de OPC más alto en todas las mezclas de suelo estabilizado alcalinamente). Cabe recordar acá, que todos los componentes de las mezclas del suelo mejorado con el cemento activado alcalinamente con o sin adición de OPC, están expresados en porcentaje de mezcla (es decir, todos los componentes de fracción sólida (Suelo-Fibra-OPC) suman la unidad o 100 %), y no están expresados en porcentaje en peso seco con respecto al suelo seco (ver Tabla 5).

Tabla 14: Resultados promedio y desviación estándar de la Resistencia a Compresión Inconfinada (UCS) y del módulo secante de elasticidad ( $E_{50}$ ) de las probetas de mezclas de suelo estabilizado.

Mezcla	Componentes de la mezcla (%)			UCS promedio (MPa)	Desviación estándar UCS (MPa)	Módulo $E_{50}$ promedio (MPa)	Desviación estándar $E_{50}$
	Suelo	LM	OPC				
<b>B1</b>	100.00	0.00	0.00	0.20	0.01	0.05	0.02
<b>B2</b>	89.50	0.00	10.50	1.92	0.20	1.57	0.44
<b>B3</b>	85.00	0.00	15.00	3.18	0.59	3.08	0.37
<b>LM1</b>	89.50	10.50	0.00	0.69	0.03	0.52	0.05
<b>LM2</b>	87.25	12.75	0.00	0.80	0.23	0.64	0.02
<b>LM3</b>	85.00	15.00	0.00	0.94	0.04	0.75	0.07
<b>LM-OPC1</b>	86.50	12.00	1.50	1.04	0.22	1.13	0.32
<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.50	2.25	1.62	0.17	1.07	0.08
<b>LM-OPC3</b>	85.00	12.75	2.25	1.57	0.09	1.47	0.08
<b>LM-OPC4</b>	85.00	10.50	4.50	1.72	0.12	1.60	0.12

De igual manera, se muestran los resultados de resistencia a compresión UCS y módulo secante de Elasticidad  $E_{50}$ , en las gráficas de barras, en la Figura 36 y

Figura 37, respectivamente. Tanto en la Figura 36 como en la Figura 37, se puede observar que las primeras mezclas, son las de referencia o blancos, siendo la primera B1 la de suelo sin estabilizar; y B2 y B3, las de suelo con OPC al 10.5 y 15%, respectivamente. Luego siguen las mezclas de suelo estabilizado alcalinamente: las tres primeras mezclas, corresponden a la adición de porcentaje de fibra sin adición de OPC, es decir, suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) (Fibra= 10.5-12.75-15.0%), correspondientes a LM1, LM2 y LM3, respectivamente. Después de éstas, siguen las mezclas que corresponden al suelo estabilizado alcalinamente con CHAA; empezando con LM-OPC1, con un incremento de porcentaje de OPC (1.5%); posteriormente le siguen LM-OPC2 y LM-OPC2, con un incremento de porcentaje de LM, a un porcentaje de OPC constante (2.5%); y finalmente, está la mezcla LM-OPC4, con el porcentaje de OPC más alto (4.5%) de todas las mezclas de suelo estabilizado con CHAA. Es importante recordar que las mezclas de referencia B (suelo-cemento), no contienen activador alcalino, por lo que se hidrataron con adición de agua; a diferencia de las mezclas de referencia LM y LM-OPC que se estabilizaron con adición de una solución alcalina.

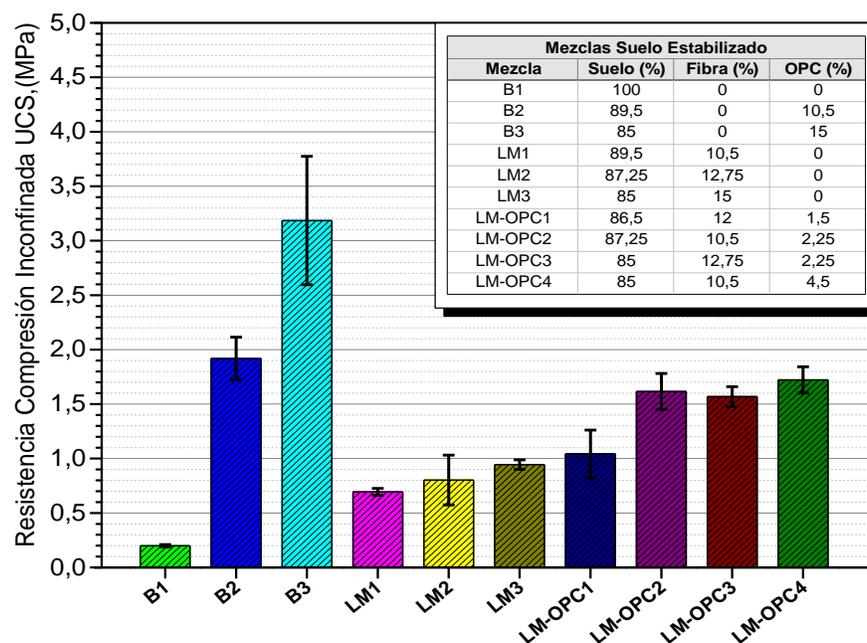


Figura 36: Gráfica de barras resistencia a compresión inconfiada UCS de las mezclas de suelo estabilizado.

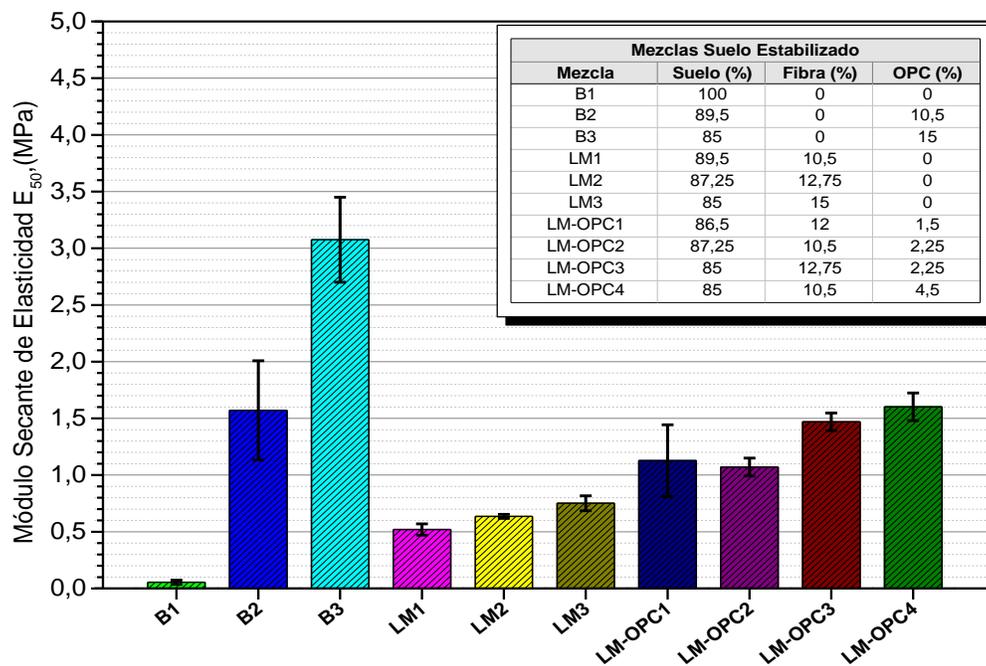


Figura 37: Gráfica de barras módulo secante ( $E_{50}$ ) de las mezclas de suelo estabilizado.

Comparando las gráficas de la Figura 36 y Figura 37, se puede observar que la estabilización química mejora sustancialmente tanto las propiedades de resistencia UCS, como el módulo secante  $E_{50}$  con respecto al suelo sin estabilizar. Se muestra este mejoramiento de estas propiedades, tanto en el suelo estabilizado con OPC (suelo-cemento), como en las mezclas estabilizadas alcalinamente con fibra (CAA) y Fibra+OPC (CHAA).

Otras investigaciones han mostrado que la estabilización química y mecánica de un suelo, ya sea mediante la adición de un cementante como el OPC o la cal, o un material puzolánico como la ceniza volante; o ya sea mediante la adición de fibras, tanto naturales como sintéticas, mejoran las propiedades físicas y mecánicas del suelo (Pourakbar & Huat, 2016) (Hejazi, Sheikhzadeh, Abtahi, & Zadhoush, 2012b). Al hablar de estabilización química se hace referencia a la adición de un aditivo, o cementante como la cal o el cemento de uso ordinario, y a la estabilización mecánica al proceso de compactación mecánica. En el caso de la presente investigación, es evidente que a medida que se adicionó OPC, aumentó la

resistencia a compresión y el módulo secante  $E_{50}$ , cuando se adicionó agua, como se hace de manera tradicional, y se desarrollaron los mayores valores de estas dos propiedades, en el periodo de falla a los 28 días. Sin embargo, también se evidencia el incremento en estas dos propiedades, con la estabilización alcalina tanto con fibra solamente, como con Fibra+OPC; lo cual indicaría el efecto y el potencial de este nuevo cementante (cemento activado alcalinamente a partir de fibra de lana mineral, y cemento híbrido activado alcalinamente, a partir de Fibra+OPC) en las propiedades mecánicas del suelo.

Por otro lado, en términos de valores de resistencia UCS, todas las combinaciones de suelo estabilizado con Fibra+OPC, de LM-OPC1 a LM-OPC4, presentaron valores mayores a 1.0 MPa, mientras que la mezcla que se acercó a este valor, de las estabilizadas con fibra solamente, fue la de mayor contenido de esta última, LM3 (15% de fibra), con 0.94 MPa; aunque también la combinación LM2 (12.25%), no estuvo lejos de 1.0 MPa (ver Tabla 14). Lo anterior indicaría que, durante el tiempo de curado de 28 días, se desarrolló las condiciones de alcalinidad suficientes para que empezaran a ocurrir las reacciones puzolánicas que favorecerían un incremento en la resistencia del suelo estabilizado. De acuerdo a estudios previos, se sugiere que para que haya dichas reacciones, debe tener el suelo una condición de alcalinidad de pH mayor a 10.5, para que se pueda desarrollar resistencias mayores a 1.0 MPa (Paul Sargent, Hughes, Rouainia, & White, 2013). También se ha encontrado que las reacciones puzolánicas en suelos estabilizados, pueden ocurrir durante meses o años (F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, 2012). Por lo tanto, es un hecho a resaltar que la mayoría de las combinaciones exceptuando la primera, LM1 con 10.5% de fibra, hayan alcanzado resistencias superiores o cercanas a 1.0 MPa, a una edad temprana para este tipo de materiales (28 días), especialmente las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con Fibra+OPC.

En cuanto a la adición tanto de fibra como de OPC, en el suelo estabilizado alcalinamente, se puede decir que la resistencia UCS es más sensible a los cambios de contenido o porcentaje de OPC, y que el módulo de elasticidad  $E_{50}$  es

más sensible a los cambios de contenido o porcentaje de fibra. Respecto a lo afirmado en este párrafo, se hará un análisis en detalle del comportamiento del suelo estabilizado frente a estas dos propiedades, en las gráficas de interacciones y esfuerzo-deformación.

A continuación, se muestran gráficas de interacciones de relaciones entre la resistencia UCS y el módulo secante  $E_{50}$  de las mezclas de suelo estabilizado evaluadas. Estas gráficas se presentan con el fin de hacer un análisis por separado de las mezclas, y comprender mucho mejor el comportamiento mecánico de cada una. Todas las gráficas de interacción comparan un grupo de combinaciones de mezclas con respecto al suelo sin tratamiento (B1).

#### 5.4.2. Efecto de la adición de OPC (suelo-cemento) en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$

De acuerdo con la Figura 38 se puede observar que tanto la resistencia como el módulo, se incrementan de forma lineal con la adición de OPC, con respecto al suelo de referencia o sin tratar; además, los valores de estas dos propiedades son muy próximos. Como es de esperarse, a mayor adición de OPC, se obtiene mayor resistencia del suelo y corresponde un mayor módulo.

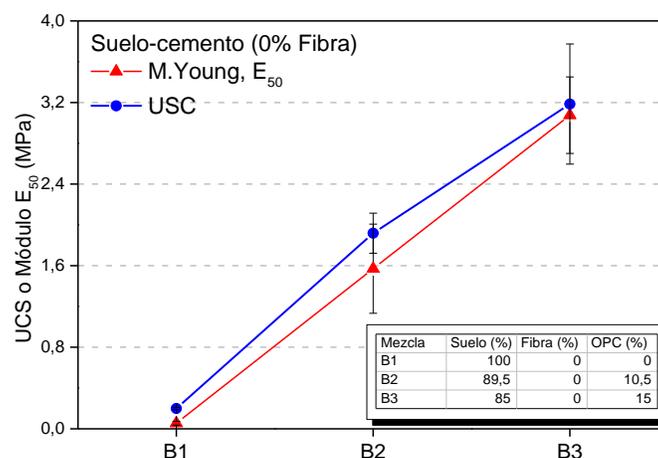


Figura 38: Gráfica de interacción combinaciones suelo-cemento y suelo sin estabilizar.

### 5.4.3. Efecto de la adición de fibra de lana mineral en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$

Como se puede observar en la Figura 39, la estabilización alcalina con fibra de lana mineral, mejora sustancialmente tanto la resistencia UCS como el módulo  $E_{50}$ , con respecto al suelo sin tratamiento, y en la medida en que se adiciona fibra (10.5-12.75-15%), se incrementan estas dos propiedades casi que de forma paralela.

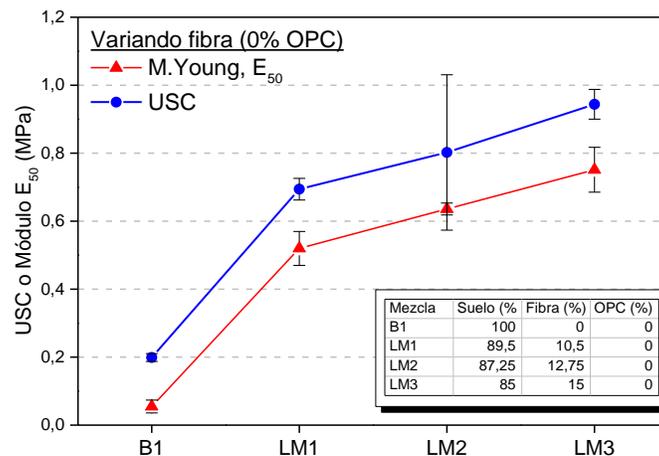


Figura 39: Gráfica de interacción UCS y módulo secante  $E_{50}$  de las combinaciones suelo estabilizado alcalinamente con fibra CAA (0% OPC), y suelo sin estabilizar.

Por otro lado, en la Figura 40, se muestra el comportamiento esfuerzo-deformación de las combinaciones mencionadas. En esta última, se puede observar que la respuesta esfuerzo-deformación de las combinaciones LM1-LM2-LM3 mejora con respecto a suelo sin tratar, cuya deformación es evidentemente alta, más allá de 3.5%. Sin embargo, la resistencia máxima o de falla, de estas tres combinaciones, está por debajo de las mezclas de suelo cemento (10.5 y 15% OPC). No obstante, es notable que, en las mezclas de suelo estabilizadas alcalinamente con fibra, mejora el porcentaje de deformación a esfuerzo último o de falla, con respecto a las mezclas de suelo-cemento; por lo tanto, mejora la ductilidad del suelo la adición de fibra en un medio alcalino respecto al suelo-cemento; donde en este último, por lo

observado en las curvas, presenta mayor rigidez como material a medida que se pasa de 10.5 a 15% de adición de OPC.

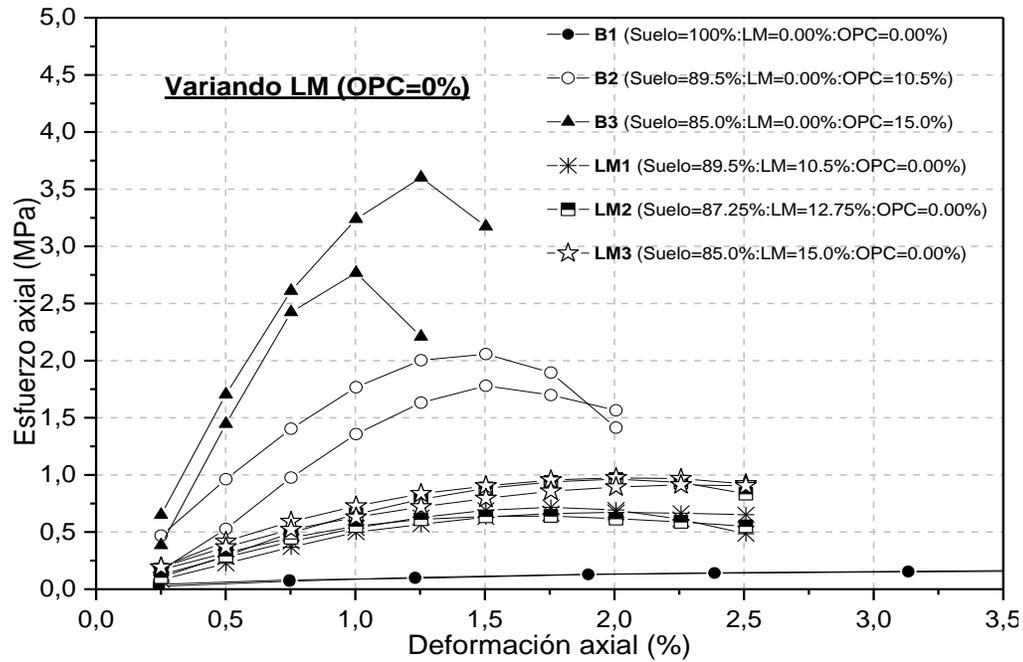


Figura 40: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones suelo estabilizado alcalinamente con fibra CAA, suelo-cemento y suelo sin estabilizar.

Por otro lado, es sabe que la adición de fibra a un suelo se conoce como una técnica de reforzamiento de éste para mejorar sus propiedades. El suelo reforzado con fibras bien sea con fibras naturales o sintéticas, se comporta como un material compuesto; en el cual las fibras, que tienen por lo general una resistencia a tracción relativamente alta, están embebidas en la matriz, que es el suelo. Por tanto, los esfuerzos de corte generados entre las partículas del suelo son transferidas a la fibra, mejorando así la resistencia del mismo, y haciendo que el suelo se transforme, de un material frágil, a uno más dúctil (Hejazi et al., 2012b)(Pourakbar & Huat, 2016). Desde este enfoque, y de acuerdo con los resultados mostrados por las gráficas de la Figura 39 y Figura 40, se puede afirmar que la fibra de lana mineral refuerza al suelo estabilizado alcalinamente, mejorando

la resistencia de éste (mayor resistencia UCS y módulo secante  $E_{50}$ ) respecto al suelo sin tratamiento; y haciendo el suelo más dúctil con respecto al suelo estabilizado con OPC, de acuerdo con la gráfica esfuerzo-deformación.

#### 5.4.4. Efecto de la adición de OPC en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente manteniendo constante la fibra de lana mineral.

Como se puede observar en la Figura 41, y como se dijo anteriormente, la estabilización alcalina solo con fibra, mejora tanto la resistencia UCS como el módulo  $E_{50}$ . Esto se puede observar en la mezcla LM1 (Fibra=10.5%, OPC=0.0%). Ahora, se puede observar también que a medida que se adiciona porcentaje de OPC, se incrementa el módulo  $E_{50}$  de forma lineal, mientras que la resistencia UCS, tiene una pendiente más alta en la mezcla LM-OPC2 (OPC=2.25%), y luego decae en LM-OPC4 (OPC=4.5%). También se puede observar que el incremento de OPC entre las mezclas LM-OPC2 y LM-OPC4 es de 2.25%. Se podría decir que en el rango entre 0.0-4.5% de adición de OPC, el módulo secante  $E_{50}$  se incrementa de forma lineal; de igual forma hay una tendencia lineal con la resistencia UCS, donde se presenta un pico en la mezcla LM-OPC2 (2.25% OPC). En términos generales, la adición de OPC en este grupo de mezcla, es beneficiosa en cuanto al aumento de estas dos propiedades, manteniendo fijo el valor constante de 10.5% de fibra de lana mineral.

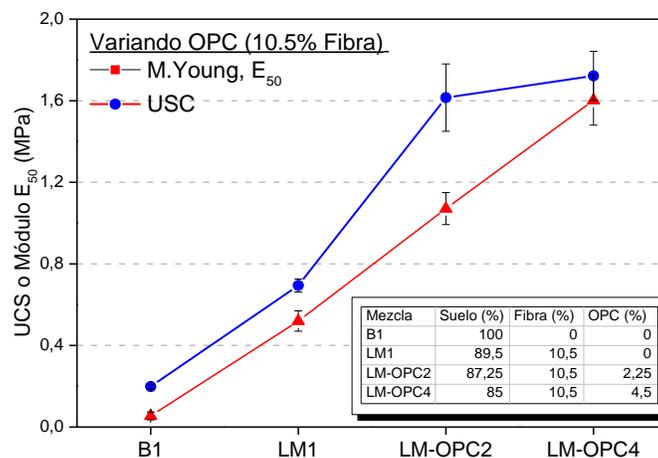


Figura 41: Gráfica de interacción UCS y módulo  $E_{50}$  de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando OPC, 10.5% LM fijo), y suelo sin estabilizar.

La Figura 42 muestra la respuesta esfuerzo-deformación de las mezclas mencionadas, en la que se puede observar que la mezcla con 10.5% de fibra (LM1), como se había dicho anteriormente, mejora el comportamiento mecánico a este nivel de adición de fibra. Ahora, cuando se adiciona OPC en los niveles de 2.25 y 4.5% manteniendo fijo el nivel de fibra; es decir, cuando se empieza a estabilizar con el cemento híbrido (Fibra+OPC), se aumenta el pico de resistencia máxima, incluso llegando a valores muy cercanos a los registrados por el suelo-cemento con 10.5% OPC. También se puede observar que tanto las mezclas estabilizadas con CHAA, LM-OPC2 y LM-OPC4, y el suelo cemento a 10.5% (B2), tienden a un porcentaje de deformación a esfuerzo de falla similar, aunque es un poco mayor en la mezcla LM-OPC2.

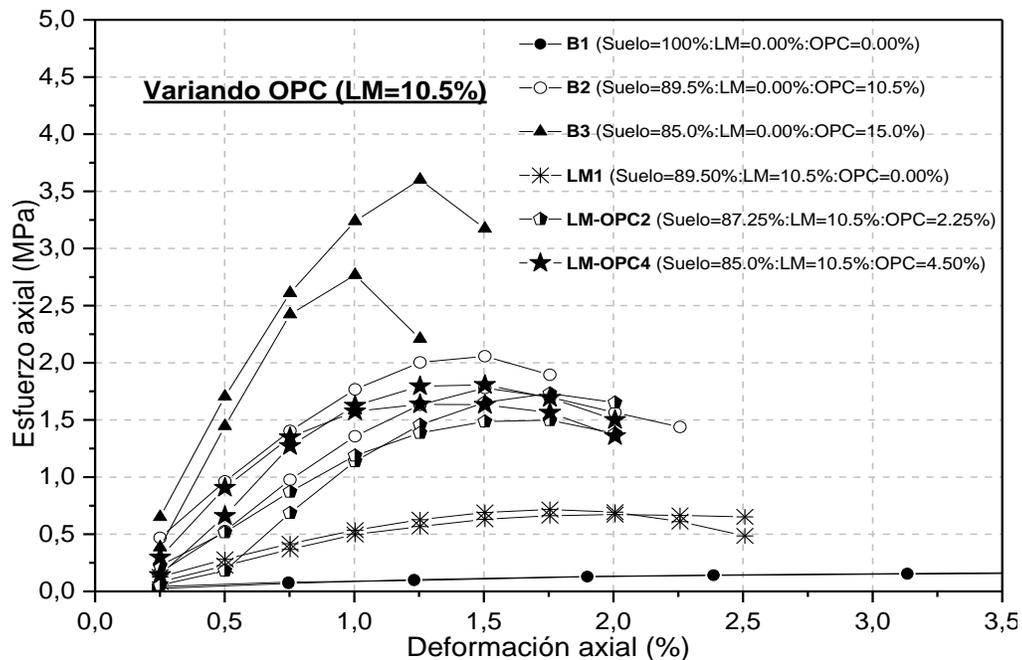


Figura 42: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando OPC, 10.5% LM fijo), suelo-cemento y suelo sin estabilizar.

Consoli et al. (2010), investigó el efecto de la adición de OPC en el rango entre 1,5 y 8.0% de OPC, en suelo reforzado con fibras del PP (Polipropileno). Concluyeron los autores, que la adición de OPC aumenta la resistencia a compresión UCS, y que la ganancia de resistencia es más efectiva en la medida que se aumenta la densidad seca del suelo, es decir, cuando hay una reducción de la porosidad del suelo compactado (Consoli, Arcari Bassani, & Festugato, 2010). Así mismo, varios estudios muestran que la adición de cementantes químicos, como el OPC, la cal, ceniza volante, polímeros, entre otros; en suelos reforzados con fibra, mejoran la resistencia de éste y disminuye la ductilidad, tanto en suelos granulares como en finos. En este sentido, la adición de fibra ayudaría a reducir el factor de fragilidad del suelo como material compuesto (Hejazi et al., 2012b).

Como se dijo anteriormente, en el caso de este grupo de combinaciones, donde se adicionó porcentaje de OPC al suelo reforzado con fibra, al nivel de 10.5% de fibra fijo, se observa el incremento en resistencia UCS y módulo secante  $E_{50}$ . Incluso se llegó a niveles de resistencia con suelo-cemento (10.5%), pero también se puede observar una disminución en el porcentaje de deformación máxima al moverse el pico de falla hacia la izquierda, cuando se aumentó el nivel de OPC, corroborándose este resultado con estudios previos acerca de suelo-cemento reforzado con fibras.

#### **5.4.5. Efecto de la adición de fibra de lana mineral en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente manteniendo constante OPC**

La Figura 43, muestra el comportamiento del suelo estabilizado alcalinamente, dejando fijo el nivel de OPC en 2.25% (LM-OPC2), y variando el porcentaje de fibra del nivel de 10.5 a 12.75% (LM-OPC3). Se puede observar, que las dos propiedades (resistencia y módulo), aumentan con respecto al suelo sin tratamiento (B1), siendo más el incremento en la resistencia que el módulo, cuando se estabiliza con el cemento híbrido. Ahora bien, cuando se adiciona fibra, se nota una

disminución de la pendiente de la curva del módulo  $E_{50}$ , es decir, no crece de manera lineal. En cuanto a la resistencia, no hay un indicio de incremento, de acuerdo con la desviación estándar y a la caída de la curva; se podría decir que la resistencia permanece igual con la adición de fibra. Se puede afirmar entonces, de acuerdo con el comportamiento tanto de la curva de resistencia UCS y el módulo secante  $E_{50}$ , que el aumento de 2.25% de fibra en suelo estabilizado con CAA no incrementa la resistencia (curva resistencia UCS) pero sí aumenta la rigidez (curva módulo  $E_{50}$ ).

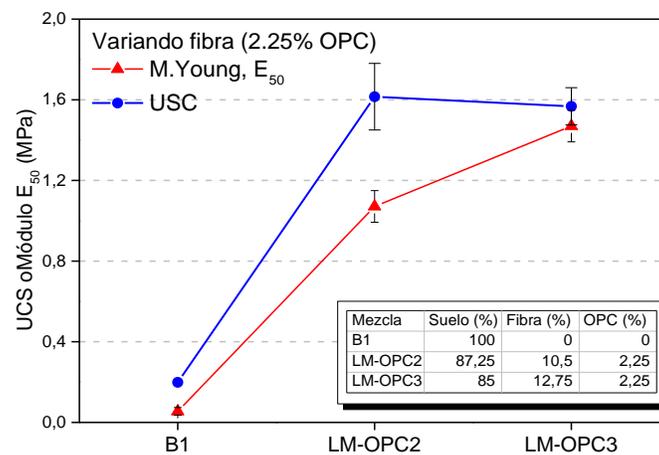


Figura 43: Gráfica de interacción UCS y módulo  $E_{50}$  de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM, 2.25% OPC fijo), y suelo sin estabilizar.

Respecto al comportamiento esfuerzo-deformación de este grupo de combinaciones, se puede observar en la Figura 44 que la adición de contenido de fibra en suelo estabilizado con el cemento híbrido no representa un cambio considerable en las curvas de LM-OPC2 y LM-OPC3. También se puede observar que estas dos mezclas se aproximan al pico de falla del suelo-cemento a 10.5% OPC. De acuerdo con las curvas, se puede afirmar entonces que la combinación de LM-OPC2 y LM-OPC3 tienen comportamiento muy similar en cuanto a esfuerzo-deformación, y no es muy clara una diferencia en estas dos.

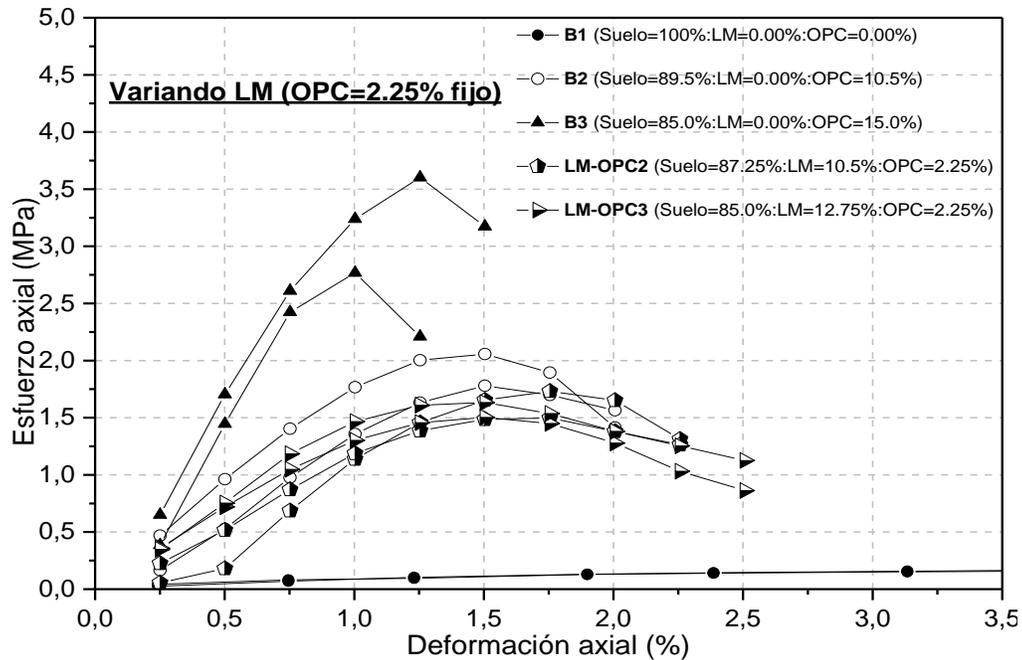


Figura 44: Gráfica de interacción UCS y módulo secante  $E_{50}$  de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM, 2.25% OPC fijo), suelo-cemento y suelo sin estabilizar.

Respecto a lo dicho anteriormente, se había mencionado más arriba que en suelos reforzados la adición de fibra mejora la ductilidad del suelo. Al respecto, Tang et al. (2007), investigaron el efecto de la adición de fibras de PP (polipropileno) en el rango entre 0.05% y 0.25%, en un suelo arcilloso, tanto con adición de 5% y 8% de OPC (suelo-cemento) y en suelo sin adición de OPC. Concluyeron los autores que la adición de fibra incrementa tanto en el suelo con o sin tratamiento (adición de OPC), la resistencia UCS y a corte, y la deformación axial a falla. Además, mejora el comportamiento del suelo post falla (post-peak), mejorando la resistencia del suelo y disminuyendo por tanto el comportamiento frágil del suelo. Explican los autores, que las fibras no actúan de manera individual sobre el suelo, sino más bien que actúan en conjunto, en un efecto que denominan “efecto puente”; que consiste en impedir la expansión de los esfuerzos por agrietamiento y deformación del suelo (Tang, Shi, Gao, Chen, & Cai, 2007). Ahora bien, en el caso de este grupo de combinaciones, donde se aumentó el nivel de fibra en el suelo

estabilizado alcalinamente con CHAA, el aumento en la resistencia fue más en el módulo secante  $E_{50}$ , que en la resistencia UCS.

Por otro lado, el aumento del módulo elástico no implica necesariamente ganancia de resistencia a compresión. El módulo elástico es una medida cuantitativa del grado de rigidez de un material. Cuando se habla de módulo elástico o módulo Young, se asume que el material tiene un comportamiento elástico-lineal, cuando se aplica el esfuerzo; por tanto se calcula el módulo como la pendiente de la curva esfuerzo-deformación, desde el punto de origen tangente a la zona elástica del material (Askeland & Wright, 2014). Ahora bien, se conoce que el suelo es un material que tiene un comportamiento poco elástico cuando se somete bajo esfuerzo; por tanto, se prefiere calcular en mecánica de suelos, el módulo elástico secante, como la pendiente de la curva desde el origen hasta algún punto de la curva esfuerzo-deformación; debido también a que el módulo secante es menos sensible a los efectos de asentamiento y contacto de las partículas del suelo cuando se produce el esfuerzo; sin embargo entre los dos hay relación (Yuksel Yilmaz & Ozaydin, 2013). El módulo secante  $E_{50}$  como se ha hecho el presente trabajo, se calculó en base a 50% de la resistencia UCS, y en base como lo ha hecho en su trabajo, Yilmaz (2009).

#### **5.4.6. Efecto en la resistencia UCS y módulo $E_{50}$ del suelo estabilizado alcalinamente variando tanto fibra de lana mineral como OPC**

En este último grupo de mezclas, se ordenan las combinaciones variando tanto el nivel de fibra como de OPC; de manera que se aumenta el porcentaje de OPC (1.5, 2.25, 4.5%), y se aumenta y disminuye el porcentaje de fibra (12.0, 12.75, 10.5%). De acuerdo con lo que se puede observar en la Figura 45, se puede observar el mejoramiento de la estabilización alcalina con el CHAA, con respecto al suelo sin tratamiento. Con el aumento en el porcentaje tanto de fibra como de OPC, en el CHAA en LM-OPC3 (Fibra=12.75%: OPC=2.25%), se aumenta la resistencia UCS y el módulo; posteriormente, en la mezcla LM-OPC4, se sube el porcentaje OPC y se baja el porcentaje de fibra (Fibra: 10.5%: OPC=4.5%), mejorando así tanto la resistencia como el módulo, con la tendencia igual que el punto o mezcla anterior.

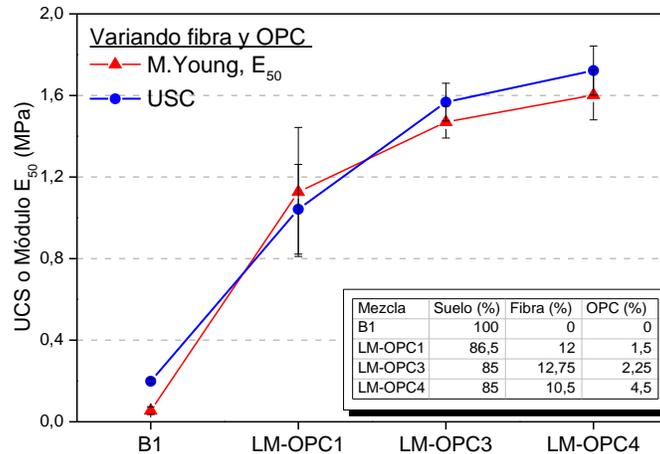


Figura 45: Gráfica de interacción UCS y módulo  $E_{50}$  de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM y OPC), y suelo sin estabilizar.

Por otra parte, en la Figura 46, se muestra el comportamiento esfuerzo-deformación del grupo de mezclas mencionadas. De este tipo de curvas mostradas anteriormente, se muestra por primera vez la mezcla LM-OPC1, la cual es la correspondiente al suelo estabilizado con fibra (12.0%) y el menor nivel de OPC de todas las combinaciones (1.5%). Cabe recordar, que este punto o combinación, dentro del diseño de experimentos, es el centroide o punto central, el cual, tuvo 4 réplicas, a diferencia de las demás combinaciones que tuvieron dos réplicas. Por eso se muestran 4 curvas de esta combinación en la Figura 46. De acuerdo con las curvas mostradas, se puede observar que a medida que se ha aumentado el porcentaje de OPC, mejora el pico de falla. También se puede observar la variabilidad de las curvas de la combinación LM-OPC1. De igual manera, se puede observar que el comportamiento esfuerzo-deformación de la mezcla LM-OPC3, es similar a la mezcla LM-OPC4, y se aproxima estas dos al comportamiento de la mezcla de suelo-cemento, B2. Por tanto, se puede decir, que en las mezclas LM-OPC3 y LM-OPC4, se ha aumentado la rigidez, cuando se ha adicionado porcentaje de OPC.

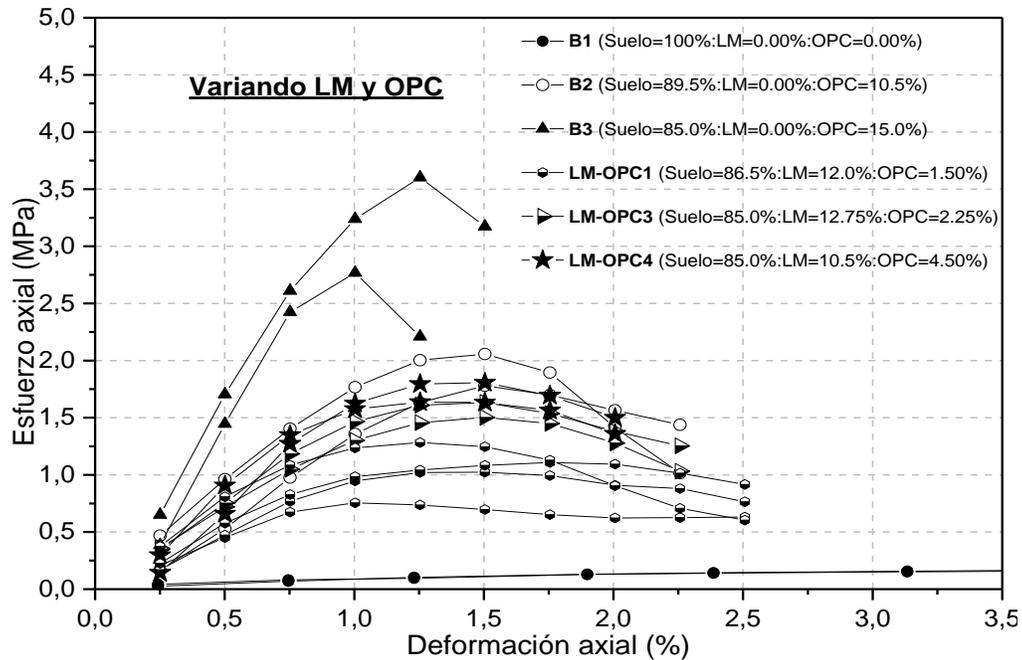


Figura 46: Gráfica esfuerzo-deformación de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con CHAA (variando LM y OPC), suelo-cemento y suelo sin estabilizar.

En términos generales se podría decir que, de este grupo de combinaciones, independiente del cambio de porcentaje de fibra, la adición de OPC mejora tanto la resistencia a compresión, como el módulo secante  $E_{50}$ , pero a la vez, el suelo se vuelve más rígido. Respecto a la adición de OPC, se puede afirmar que éste podría jugar un papel importante en la interacción fibra-matriz. Al respecto, Tang et al. (2007) explican, de acuerdo a su investigación de adición de fibras PP en un suelo arcilloso, que en un suelo no cementado, juega un papel importante la interacción del área superficial de la fibra y la partícula de suelo, al momento que es sometida a esfuerzo; en cambio, en un suelo cementado, juega un papel más importante los productos de hidratación en la superficie de la fibra, que hace que haya una mayor adherencia en la interfaz fibra-matriz, cuando es sometida a esfuerzos. Se puede concluir entonces, que la adición de OPC favorece la adherencia de la interfaz fibra-matriz del suelo estabilizado en un medio alcalino.

## 5.5. Relación de incremento de resistencia UCS e índices de deformabilidad

Luego de hacer un análisis de la resistencia a compresión inconfiada UCS, del módulo secante  $E_{50}$  y de comportamiento esfuerzo-deformación, de las combinaciones de suelo estabilizado con el cemento activado alcalinamente, se hace a continuación un análisis de la relación de incremento en UCS, y de deformabilidad, mediante el cálculo del índice de deformabilidad frente a las combinaciones de referencia o blanco, que son: suelo sin tratamiento (B1), y suelo estabilizado con OPC, (B2 y B3). El cálculo de estas relaciones se hace con base en lo propuesto por Park en (Park, 2011). Las relaciones se calcularon a partir de las Ecuaciones 9 y 10:

$$R_{UCS} = \frac{\text{UCS combinación suelo estabilizado}}{\text{UCS combinación B1}} \quad (9)$$

$$D_{Bi} = \frac{\Delta \varepsilon (\%) \text{ combinación suelo estabilizado}}{\Delta \varepsilon (\%) \text{ combinación suelo } Bi} \quad (10)$$

donde:

$R_{UCS}$ : Relación de incremento de resistencia UCS con respecto a  $B_1$  (suelo sin tratamiento).

UCS : Resistencia a compresión UCS de la combinación evaluada.

$\Delta \varepsilon (\%)$ : Porcentaje de deformación axial unitaria a resistencia UCS máxima de la combinación evaluada.

$B_1$ = Resistencia UCS del suelo sin tratamiento evaluado.

$B_i$  = Resistencia UCS del suelo de cualquiera de los blancos evaluados, donde  $i=1,2$  o  $3$ .

$D_{Bi}$ = Índice de deformación respecto a algunos de los blancos evaluados, donde  $i=1,2$  o  $3$ .

A continuación, se muestran los resultados de los cálculos, de acuerdo con las Ecuaciones (9) y (10) en la Tabla 15. En esta tabla se ubican las combinaciones, de acuerdo con los grupos de mezclas evaluados previamente; en los que se deja fijo o variable, la adición de OPC o fibra. La combinación LM-OPC1, se dejó de último, solo como representante del grupo donde los valores de OPC y fibra varían en adición a la vez. Antes de proceder a su análisis, es importante anotar respecto estas relaciones, que:

- $R > 1$ , implica mayor aumento de resistencia UCS con respecto a B1 (sin tratamiento); entre mayor sea, mucho mejor comportamiento en términos de UCS.
- $D_{B1} < 1$ , implica menor deformación con respecto a B1 (sin tratamiento); entre menor sea, implica mejor comportamiento esfuerzo-deformación.
- $D_{B2 \text{ o } B3} > 1$ , implica mayor ganancia de deformabilidad o ductilidad, respecto a suelo estabilizado con OPC (B2 y B3); entre mayor sea, mejor en términos de ductilidad.

Tabla 15: Relaciones de incremento de deformación, resistencia e índice de deformabilidad.

Mezcla	Componentes mezcla (%)			UCS (MPa)	$\Delta \epsilon$ (%)	R	$D_{B1}$	$D_{B3}$	$D_{B2}$
	Suelo	Fibra	OPC						
<b>B1</b>	100	0.00	0.00	0.20	13.0	1.00	1.00	-	-
<b>B3</b>	85	0	15	3.18	1.13	16.0	0.09	1.0	-
<b>B2</b>	89.5	0	10.5	1.92	1.50	9.65	0.12	1.3	1.0
<b>LM1</b>	89.5	10.5	0	0.69	1.88	3.49	0.15	1.7	1.3
<b>LM2</b>	87.25	12.75	0	0.80	1.76	4.03	0.14	1.6	1.2
<b>LM3</b>	85	15	0	0.94	2.13	4.75	0.16	1.9	1.4
<b>LM1</b>	89.5	10.5	0	0.69	1.88	3.49	0.15	1.7	1.3
<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.5	2.25	1.62	1.63	8.12	0.13	1.4	1.1
<b>LM-OPC4</b>	85	10.5	4.5	1.72	1.38	8.66	0.11	1.2	0.9
<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.5	2.25	1.62	1.63	8.12	0.13	1.4	1.1
<b>LM-OPC3</b>	85	12.75	2.25	1.57	1.50	7.88	0.12	1.3	1.0
<b>LM-OPC1</b>	86.5	12	1.5	1.04	1.38	5.24	0.11	1.22	0.92

De acuerdo con la Tabla 15, se puede observar en la columna de relación de incremento de resistencia,  $R$ , que el mayor valor en el suelo-cemento corresponde a B3 (15% OPC) con incremento de 16 veces de la resistencia con respecto a B1; también tiene la menor relación  $D_{B1}$ , con un valor aproximado de 0.09. Lo anterior, quiere decir que en la estabilización con (15% OPC), se incrementó considerablemente la resistencia; pero a la vez, se incrementó la rigidez del suelo como material, con respecto a B1. Cuando se pasa a la mezcla B2 (10.5% OPC), se disminuye en  $R$  a 9.65, y aumenta  $D_{B1}$  a 0.12; en cuanto a la relación  $D_{B3}$ , es decir, comparando el cambio de la rigidez con respecto a B3, hay un incremento al pasar de 1.0 a 1.3. Lo anterior quiere decir que en el suelo estabilizado con OPC (suelo-cemento), al pasar el porcentaje, de 15 a 10.5%, se disminuye la resistencia, pero se mejora en la ductilidad del suelo.

Cuando se pasa al grupo donde se ha hecho la estabilización alcalinamente solamente con la fibra (LM1, LM2 y LM3), se puede observar que a medida que se aumenta el contenido de fibra, se incrementa  $R$ , al pasar de 3.49 a 4.75 veces con respecto a B1. En cuanto a los índices de deformabilidad, se destaca el aumento de LM1 a LM3, que comparado con B1, se pasa a un suelo un poco más rígido, al aumentar el  $D_{B1}$  de 0.15 a 0.16; a la vez, con respecto a B3 y B2, mejora notablemente en ductilidad, al aumentar el  $D_{B3}$  (1.9) y  $D_{B2}$  (1.4), respectivamente. Lo anterior quiere decir que en el suelo estabilizado alcalinamente con la fibra solamente, se mejora notablemente la ductilidad del suelo, pero la resistencia decae, disminuyendo 3 veces en resistencia con respecto a B3 (suelo-cemento al 15%) y a la mitad, en B2 (suelo-cemento al 10.5%).

Respecto al grupo de combinaciones, donde se estabiliza con el cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA), dejando fijo el nivel de fibra en 10.5%, se puede observar que cuando se empieza a adicionar porcentaje de OPC, en LM-OPC2 y LM-OPC4, se incrementa el  $R$ , hasta llegar a 8.66 en el nivel más alto de adición de OPC; ahora, con respecto a los índices  $D_{B3}$  y  $D_{B2}$  se gana en rigidez del suelo con respecto a B3 y B2, ya que los valores disminuyen.

Con respecto al grupo donde se deja fijo el valor de OPC (2.25%) y se aumenta la fibra, se puede observar que el R casi que permanece igual (no hay ganancia de resistencia); respecto a los índices, aunque LM-OPC3 disminuye la deformabilidad con respecto a B1 (0.12), se pierde ductilidad con respecto al índice  $D_{B3}$  y  $D_{B2}$  (1.3 y 1.0, respectivamente). Se puede decir que con la adición de fibra (mezclas LM-OPC2 a LM-OPC3), a un nivel fijo de OPC (2,25%), no se incrementa la resistencia; se mejora en menor deformabilidad (incremento índice de deformabilidad B1), pero se gana en rigidez (incremento índice de deformabilidad de B3 y B2).

Finalmente, se muestra la combinación LM-OPC1 con el menor nivel de OPC en el suelo estabilizado con CHAA. Respecto al R (5.24), se puede decir que es un valor intermedio entre todas las combinaciones, y con respecto a los índices de deformabilidad, se mejora notablemente la deformación con respecto a B1 (0.11), mejora la rigidez con respecto a B3 (1.22), pero gana en rigidez con respecto a B2 (0.92).

De acuerdo con el análisis anterior, en términos generales, la mayoría de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente comparados con B1 (suelo sin tratamiento) mejoran la resistencia ganando rigidez. Con respecto a B3 (suelo-cemento al 15% OPC) se disminuyen la rigidez, pues fue el material que presentó el mayor R. Ahora respecto a B2 (suelo-cemento al 10.5%), los resultados acá obtenidos, son los más interesantes a resaltar, los cuales se resumen a continuación:

LM-OPC2 y LM-OPC4 son las combinaciones que presentaron los R más altos, (8.12 y 8.66, respectivamente); valores no muy lejos de B2 (9.65). Comparando el  $D_{B2}$  de éstas dos mezclas, se puede ver que al aumentar el porcentaje de OPC, de 2.25 a 4.5%, se pierde en rigidez al pasar el índice  $D_{B2}$  de 1.1 a 0.9, respectivamente. Se podría por tanto decir, en términos de buscar un balance óptimo entre resistencia y ductilidad, que la mezcla o combinación LM-OPC2 (Suelo=87.25%: fibra=10.5%: OPC=2.25%), sería la mejor opción entre todas las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente.

## 5.6. Relación de Soporte de California (CBR)

A continuación, se muestran los resultados del ensayo de relación de soporte de California (CBR), realizado a la combinación de suelo estabilizado alcalinamente, que registró la mayor resistencia UCS (LM-OPC4), como también al suelo sin tratamiento (B1), con el fin de comparar resultados. En la Tabla 16 se muestran las condiciones y resultados obtenidos para las dos mezclas. Así también, se muestra en la Figura 47, los resultados del porcentaje de CBR para las dos mezclas, a las profundidades de penetración estándar (2.54 y 5.08 mm). Finalmente, se muestra la curva esfuerzo-penetración de las mezclas analizadas, en la Figura 48.

Tabla 16: Resultados ensayo relación de soporte de California (CBR).

Mezcla	Componentes de mezcla (%)			Humedad de compactación (%)		Peso unitario seco (kN/m <sup>3</sup> )	Humedad muestra CBR (%)	Expansión (%)	Tiempo de inmersión (h)
	Suelo	LM	OPC	Agua	Activador				
<b>B1</b>	100	0	0	24	0	17.16	24.9	0.21	96
<b>LM-OPC4</b>	85	10.5	4.5	3.5	20.5	16.17	21.8	0.00	96 <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Para esta mezcla, el tiempo de inmersión (96 horas) se hizo, después de 28 días de curado en cuarto húmedo, con la muestra envuelta en papel de polietileno.

En la Tabla 16, se pueden ver las condiciones de compactación y humedad, en que se prepararon las muestras B1 y LM-OPC4. Como se describió en la metodología. Uno de los propósitos a la hora de preparar las muestras de CBR, era lograr las mismas condiciones de humedad y compactación con las que se prepararon las probetas de resistencia UCS.

Como se puede observar en la Tabla 16, se logró una densidad o peso unitario máximo seco, de la mezcla B1 de 17.16 kN/m<sup>3</sup>, en tanto que para la mezcla LM-OPC4 es de 16.17 kN/m<sup>3</sup>. En primer lugar, se resalta que se logró para las dos mezclas, una densidad mayor a la alcanzada para el ensayo UCS, la cual fue al 92% de la densidad Próctor estándar, cuyo valor reportado fue de 15.40 kN/m<sup>3</sup> (ver

Tabla 6); por lo cual se garantizó como mínimo alcanzar la condición de densidad de compactación con que se realizaron las probetas para resistencia UCS.

En segundo lugar, se puede observar que la densidad de la mezcla LM-OPC4 es ligeramente menor a B1, teniendo las mismas condiciones de porcentaje y densidad. Lo anterior, se explica por el hecho de que la adición de las fibras disminuye la densidad del suelo, aún en un medio alcalino. Por otro lado, se puede observar que el porcentaje de expansión de la mezcla LM-OPC4, fue de 0.00%, mientras que el de B1 fue de 0.21%; lo cual indicaría que el suelo estabilizado alcalinamente con el cemento híbrido, bajo una condición de exposición de humedad no sufre cambios de volumen o expansión, lo cual resulta significativo como material de soporte para bases de vías.

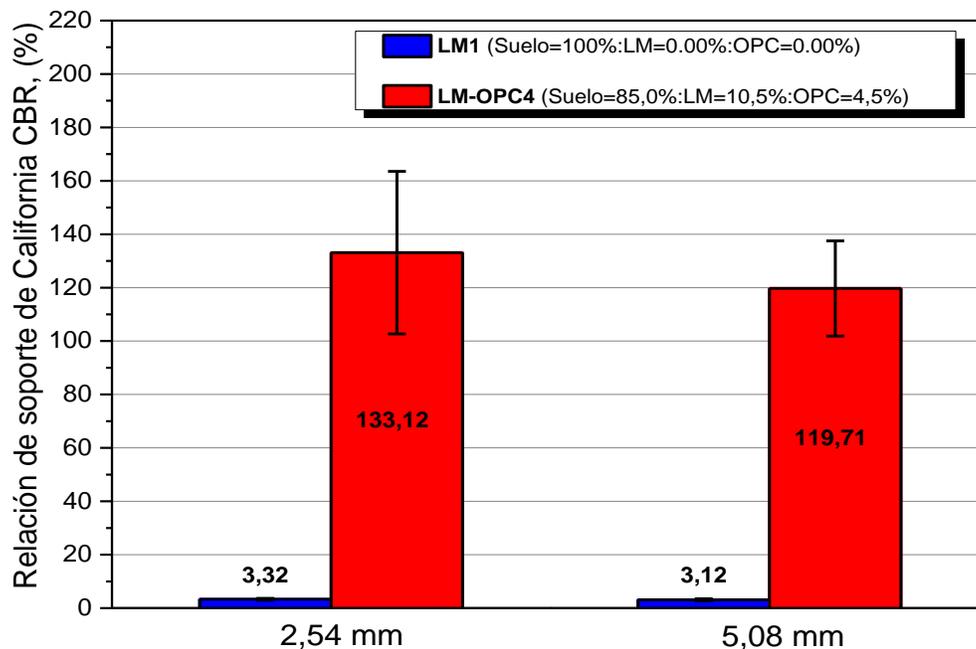


Figura 47: Gráfica de barras resultados del ensayo CBR realizado al suelo estabilizado con CHAA (LM=10.5%, OPC=4.5%) y suelo sin tratamiento.

Por otro lado, de acuerdo con la Figura 47 se puede observar un notable incremento del CBR que tiene la mezcla con suelo estabilizado alcalinamente con

el cemento híbrido (LM-OPC4), con respecto al suelo sin tratamiento (B1); se pasa de un porcentaje de CBR de 3.3 a 133.1% (en el valor de referencia a 2.54 mm desplazamiento del pistón). También se muestra los valores para 5.08 mm que son 3.1 correspondientes a B1 y 119.7 % de la muestra LM-OPC4. De igual manera, se muestra en la Figura 48 la curva esfuerzo-desplazamiento (pistón); allí se puede ver como mejora notablemente el comportamiento esfuerzo-deformación del suelo estabilizado con CHAA, con respecto al suelo sin tratamiento.

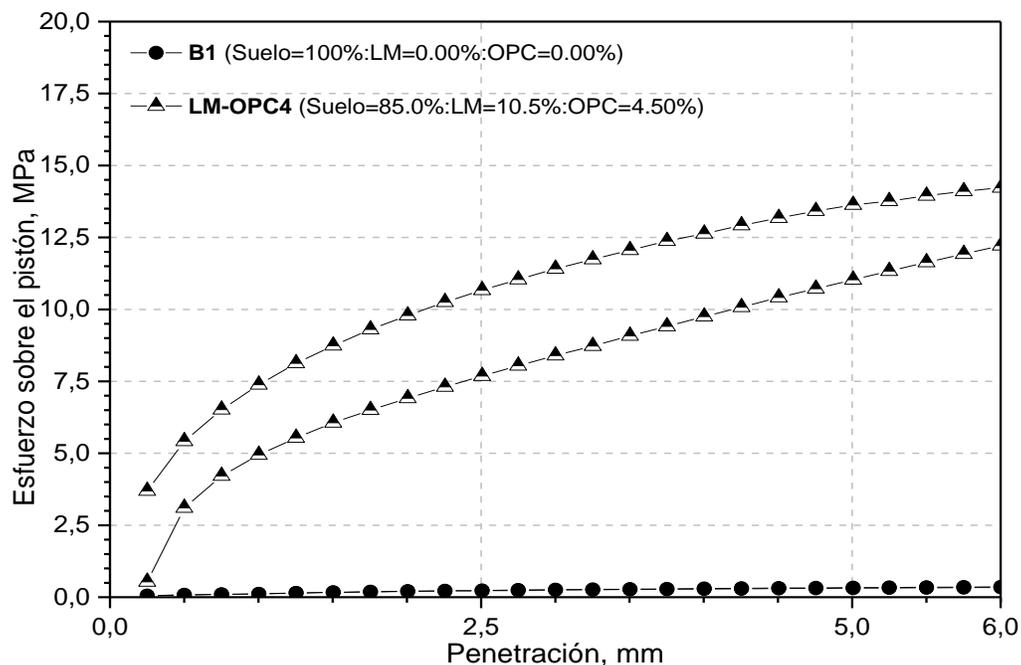


Figura 48: Comparación de gráficas esfuerzo-desplazamiento (pistón), del ensayo CBR realizado al suelo estabilizado con CHAA (LM=10.5%, OPC=4.5%) y suelo sin tratamiento.

Los resultados anteriores muestran el efecto de la estabilización alcalina, para aumentar la resistencia del suelo, al aumentar la capacidad de soporte respecto al suelo sin tratamiento, a la edad de 28 días de curado. Al respecto de la edad de curado, Sara Rios et. al (2007), evaluaron el CBR a distintas edades (4 y 28 días) de un suelo estabilizado con ceniza volante (FA) y activado alcalinamente con una solución de silicato e hidróxido de sodio; y encontraron incrementos en el CBR con respecto al suelo sin tratamiento, en especial a la edad de 28 días de curado (Rios,

Ramos, Viana da Fonseca, Cruz, & Rodrigues, 2017). De acuerdo con lo anterior, se podría decir que, a la edad de 28 días, el suelo desarrolla la suficiente resistencia, para aumentar la capacidad de soporte de suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral.

Por otro lado, de acuerdo a la normatividad colombiana en cuanto al diseño de vías, regulada por el Instituto Nacional de Vías (INVIAS), ésta recomienda que para subrasantes que tengan CBR menores a 2%, requieren de tratamientos especiales para mejorar su condición de soporte; ya sea mediante la adición o remoción de material para mejoramiento de la sub-rasante (artículo INV-230-07) o mediante la adición de productos o aditivos químicos, como la cal o el cemento ordinario OPC (artículo INV-341-07). El valor del CBR del suelo sin tratamiento es cercano a 2%, lo cual indica que es conveniente hacerle el mejoramiento. Ahora, teniendo en cuenta el valor del soporte del suelo (CBR), el INVIAS clasifica la base del pavimento de acuerdo a su capacidad de resistencia de la sub-rasante, en cinco clases o tipos de bases (de S1 a S5). La máxima clase es S5, para CBR mayores a 20%. Ahora, el valor del CBR obtenido por el CBR de la mezcla LM-OPC4 (CBR=133%), cumpliendo ampliamente con el requerimiento para ser clasificada como base tipo S5, lo cual lo hace apto para ser base para cualquier tipo de pavimento (Londoño Naranjo & Alvarez Pabón, 2008).

#### **5.7. Resultados del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

Después de realizar un análisis mecánico de las mezclas o combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra y OPC, se propone a continuación un modelo estadístico elaborado de acuerdo a los resultados obtenidos a partir del diseño de experimentos de mezclas, con el fin de no sólo evaluar la respuesta mecánica resistencia UCS, sino también el de conocer la influencia o los efectos principales de los tres componentes o variables de la fracción sólida de la mezcla de suelo

estabilizado (Suelo-Fibra-OPC); así como el efecto que tienen estos tres componentes de la mezcla actuando de manera conjunta.

### 5.7.1. Diagramas ternarios del diseño de experimentos de mezclas

A continuación, se muestra en la Tabla 17, la lista de puntos del diagrama ternario, que representan las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente, de acuerdo con el diseño de experimentos de mezcla programado. También, de manera gráfica, se muestra la región tanto restringida como sin restringir, en donde se ejecutaron los puntos o combinaciones de mezclas según el diseño de mezclas planeado. En el diagrama ternario restringido (ver Figura 49) se ubica los puntos, de acuerdo con el número de la combinación mostrado en la Tabla 17; mientras que en la Figura 50 se muestran los mismos puntos, pero ya en la región sin restringir; es decir, en el diagrama ternario, pero al 100% de los tres componentes de la mezcla (Suelo-Fibra-OPC).

$$0.850 < x_1 = \text{Suelo} < 0.895$$

$$0.105 < x_2 = \text{Fibra} < 0.150$$

$$0.000 < x_3 = \text{OPC} < 0.045$$

Tabla 17: Posiciones en el diagrama ternario diseño de experimentos de mezclas.

Posición	Mezcla	Suelo	LM	OPC	Posición
1	LM1	0.8950	0.1050	0.0000	Vértice extremo
2	LM3	0.8500	0.1500	0.0000	Vértice extremo
3	LM-OPC4	0.8500	0.1050	0.0450	Vértice extremo
4	LM2	0.8725	0.1275	0.0000	Pto medio arista
5	LM-OPC2	0.8725	0.1050	0.0225	Pto medio arista
6	LM-OPC3	0.8500	0.1275	0.0225	Pto medio arista
7	LM-OPC1	0.8650	0.1200	0.0150	Centroide global

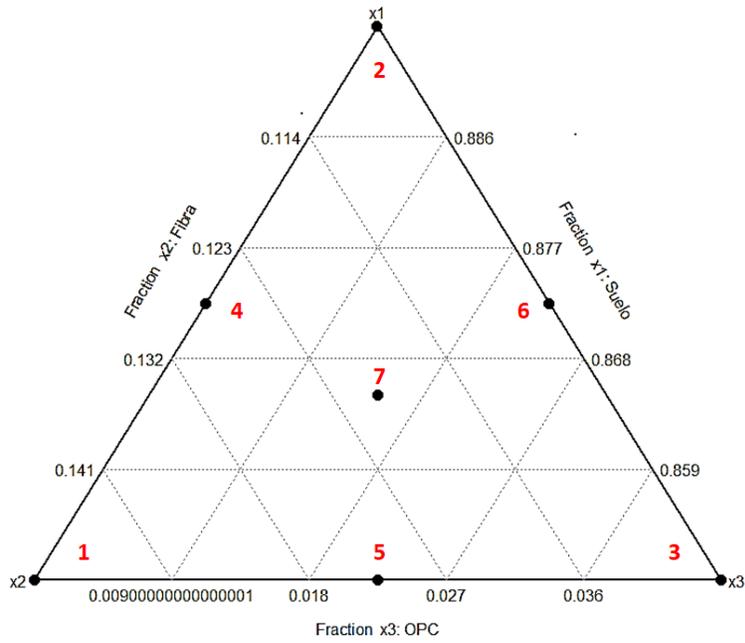


Figura 49: Diagrama ternario de la región restringida y representación de los puntos del diseño de mezclas.

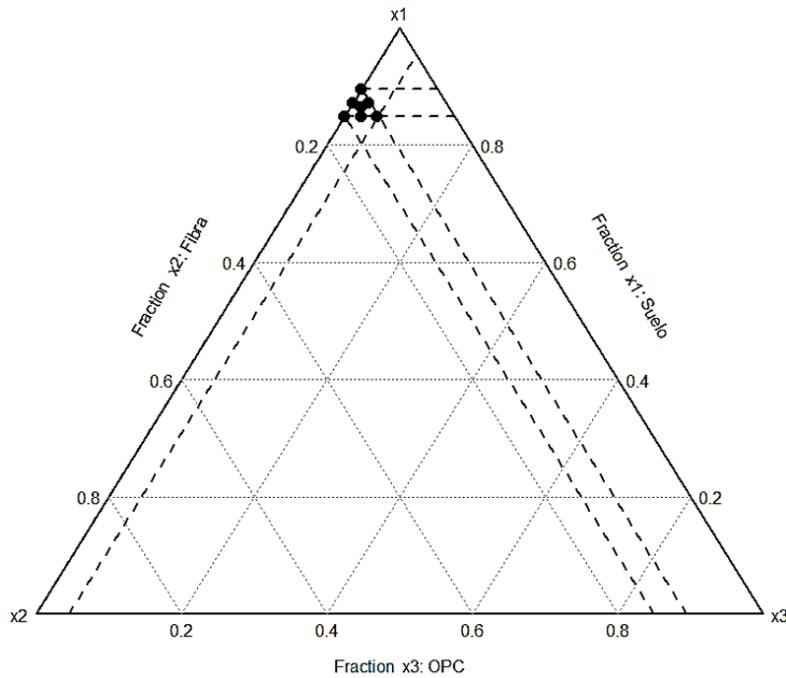


Figura 50: Diagrama ternario y representación de los puntos del diseño de mezclas en toda la región sin restringir (componentes al 100%).

### 5.7.2. Determinación del modelo del diseño de experimentos de mezclas

En la Tabla 18, se muestra los resultados de los posibles modelos estadísticos (lineal, cuadrático, cúbico especial), que se pueden aplicar para modelar la respuesta de acuerdo con el diseño de experimentos de mezclas realizado. En la Tabla 18, de acuerdo con cada modelo, se muestra el error estándar de regresión (S), el coeficiente de determinación  $R^2$  y el coeficiente de determinación ajustado  $R^2_{aj}$ .

Tabla 18: Comparación de modelos diseño de experimentos de mezclas.

<b>Modelo</b>	<b>Error estándar de regresión, S</b>	<b>Coeficiente <math>R^2</math></b>	<b>Coeficiente <math>R^2_{aj}</math></b>
<b>Lineal</b>	0.227	75.06	68.82
<b>Cuadrático</b>	0.227	81.17	68.62
<b>Cúbico especial</b>	0.176	89.94	81.14

De acuerdo con la Tabla 18, el modelo más adecuado, es el modelo cúbico especial, ya que cuenta con el mayor  $R^2$ ; incluso si se compara con el modelo cuadrático, se nota el aumento en aproximadamente 10 unidades; lo anterior, quiere decir que el modelo cúbico especial explica casi el 90% de la variabilidad de los resultados del diseño de mezclas. También se puede observar que el  $R^2_{aj}$ , aumenta significativamente con respecto al modelo cuadrático, lo cual indicaría que, aunque se vuelve más complejo el modelo (ya que se agregan más términos), explica mucho mejor la variabilidad con respecto al modelo cuadrático. También se puede observar en la Tabla 18, que el modelo que tiene el menor S, es el cúbico especial ( $S=0.176$ ); este valor entre menor sea en un modelo, es mucho mejor, ya que S cuantifica la dispersión que existe entre las observaciones y el modelo, por lo que pronosticará mucho mejor el mismo (Ortega Pérez et al., 2015).

### 5.7.3. Ajuste del modelo y ecuación del diseño de experimentos de mezclas

Ya escogiendo el modelo cúbico especial como la mejor elección, se muestran los parámetros de regresión de dicho modelo en la Tabla 19. Adicionalmente, se muestra en la Tabla 20, el modelo cúbico especial ajustado, y finalmente, se muestra la ecuación de dicho modelo ajustado (Ecuación 11), de acuerdo con lo formulado en Metodología Experimental (ver Modelo estadístico diseño de experimentos de mezclas).

Tabla 19: Parámetros modelo cúbico especial.

Parámetro	Coefficientes estimados	Error estándar	Estadístico T-Student	Valor-P
<b>x1</b>	0.695	0.1247		
<b>x2</b>	0.94	0.1247		
<b>x3</b>	1.72	0.1247		
<b>x2:x1</b>	-0.07	0.611	-0.11	0.912
<b>x3:x1</b>	1.62	0.611	2.65	0.029
<b>x2:x3</b>	0.93	0.611	1.52	0.166
<b>x2:x3:x1</b>	-9.591	3.63	-2.64	0.01
<b>Coefficiente de determinación R<sup>2</sup></b>			89.94	
<b>Coefficiente de determinación ajustado R<sup>2</sup><sub>aj</sub></b>			81.14	
<b>Error estándar de regresión S</b>			0.176	
<b>Error absoluto medio (EAM)</b>			0.097	

De acuerdo con la Tabla 19, se puede observar para cada parámetro de la regresión: los coeficientes estimados, el error estándar de coeficiente estimado, el estadístico Student (t) y el valor-P, como también se muestra parámetros de ajuste, además de los coeficientes de determinación; como el error estándar de regresión (S) y el error absoluto medio (EAM) del modelo. Los valores de éstos dos últimos (S y EMA), entre menores sean, en términos de ajuste del modelo, será mucho mejor (Ortega Pérez et al., 2015).

De acuerdo al criterio de significancia observada (valor-P) el cual muestra si el coeficiente es significativo (si aporta al modelo); es decir, si cumple que: el valor-

$P > \alpha = 0.05$ . En otras palabras, si el valor-P, es menor al 5%, no se rechaza la hipótesis de que el coeficiente es significativo con un 95% de confiabilidad. Ahora, los dos coeficientes que sobrepasan ese valor son los productos cruzados  $x_2:x_1$  (Fibra:Suelo) con 91.2%, y  $x_2:x_3$  (Fibra:OPC) con 16.6%; aunque este último, de acuerdo al error estándar del coeficiente, no sobrepasa al valor del coeficiente; en cambio el primero sí lo hace de manera notable. Por tanto, se procede a ajustar el modelo quitando el término  $x_2:x_1$ . A continuación se muestra los resultados del nuevo modelo ajustado, en la Tabla 20. Los supuestos para que modelo de mezclas sea válido, se muestran en el Anexo B.

Tabla 20: Resultados modelo cúbico especial ajustado.

<b>Parámetro</b>	<b>Coefficientes estimados</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T-Student</b>	<b>Valor-P</b>
<b>x1</b>	0.69	0.11		
<b>x2</b>	0.93	0.11		
<b>x3</b>	1.72	0.11		
<b>x3:x1</b>	1.63	0.569	2.87	0.02
<b>x2:x3</b>	0.94	0.569	1.66	0.13
<b>x2:x3:x1</b>	-9.77	3.11	-3.14	0.01
<b>Coefficiente de determinación <math>R^2</math></b>			89.93	
<b>Coefficiente de determinación ajustado <math>R^2_{aj}</math></b>			83.21	
<b>Error estándar de regresión S</b>			0.166	
<b>Error absoluto medio</b>			0.097	

De acuerdo a la Tabla 20, se puede observar que el valor-P del término Fibra:OPC ( $x_2:x_3$ ) bajó levemente (13%), mientras que los demás parámetros no cambiaron, excepto el error estándar de regresión (S), que también cambió levemente. Por lo anterior, se puede decir que se llega a un modelo satisfactoriamente ajustado. Se muestra a continuación la ecuación de regresión del modelo ajustado, y se procede a su análisis.

$$Y(X_1, X_2, X_3) = 0.69 \cdot X_1 + 0.93 \cdot X_2 + 1.72 \cdot X_3 + 1.63 \cdot X_1 X_3 + 0.94 \cdot X_2 X_3 - 9.8 \cdot X_1 X_2 X_3$$

(11)

donde:

- $Y(X_1, X_2, X_3)$  = Resistencia a compresión inconfiada, UCS (MPa).
- $X_1$  = Fracción suelo
- $X_2$  = Fracción fibra de lana mineral molida
- $X_3$  = Fracción cemento OPC
- $X_1 X_3$  = Interacción Suelo-OPC
- $X_2 X_3$  = Interacción Fibra-OPC
- $X_1 X_2 X_3$  = Interacción Suelo-Fibra-OPC

En la Ecuación (11), se puede observar que la magnitud de los coeficientes lineales ( $X_1, X_2, X_3$ ), el mayor de los tres, corresponde OPC, ( $X_3=1.7$ ), le sigue el de la fibra ( $X_2=0.9$ ), y por último, el del suelo ( $X_1=0.7$ ). Lo anterior quiere decir que el OPC, contribuye, por sí solo, de manera significativa a maximizar la respuesta, ya que su coeficiente es mayor a la unidad. En los modelos de diseños de mezclas de experimentos, solo los coeficientes mayores a uno contribuyen de manera significativa (Humberto Gutiérrez Pulido, 2016); se podría decir que la fibra se acerca, pero por sí sola no contribuye de manera significativa.

En cuanto a los términos cuadráticos, el signo tanto de  $X_1 X_3$  (Suelo-OPC), como  $X_2 X_3$  (Fibra-OPC), es positivo, lo que significa que hay sinergismo entre los componentes. Lo anterior quiere decir que el aumento de ambos (Suelo-OPC), como (Fibra-OPC) no disminuye la respuesta (resistencia UCS). Por otro lado, observando la magnitud de los coeficientes de  $X_1 X_3$  (Suelo-Fibra) y  $X_2 X_3$  (Fibra-OPC), se puede apreciar que es mayor el coeficiente Suelo-Fibra, que el de Fibra-OPC; lo cual quiere decir que afecta más en el incremento de la resistencia el primero (Suelo-OPC) que el segundo (Fibra-OPC), dentro de la región restringida en el diagrama ternario.

Por último, se tiene el término cúbico, en el cual tiene el coeficiente un signo negativo, lo que muestra un antagonismo de los tres componentes; es decir, el incremento de los tres a la vez no contribuye positivamente a la resistencia. De acuerdo con lo anterior, y de acuerdo con el coeficiente del término eliminado ( $X_1X_2$ ) cuando se ajustó el modelo (ver Tabla 19), el cual el coeficiente de este término es negativo; por lo cual, si dado el caso, se desea incrementar la resistencia UCS del suelo estabilizado, se subiría el porcentaje de OPC ( $X_1$ ) y suelo ( $X_2$ ), y se mantendría constante la Fibra ( $X_3$ ).

Para una mayor comprensión del comportamiento de la resistencia, frente a los componentes de la mezcla, es de gran ayuda la gráfica de trazas y la gráfica de contorno de la superficie de respuesta, que se muestran a continuación.

#### 5.7.4. Análisis de gráficas de contorno y región valor óptimo

La Figura 51, muestra el mapa de contorno de la superficie de respuesta del modelo matemático ajustado. También se muestra en la Figura 52, la superficie de respuesta del diseño de mezcla del suelo estabilizado alcalinamente .

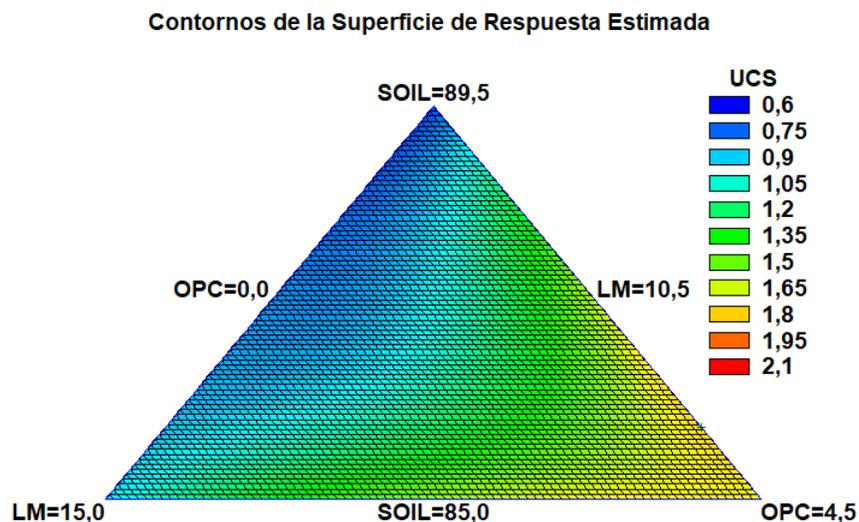


Figura 51: Mapa de contorno de la superficie de respuesta región restringida.

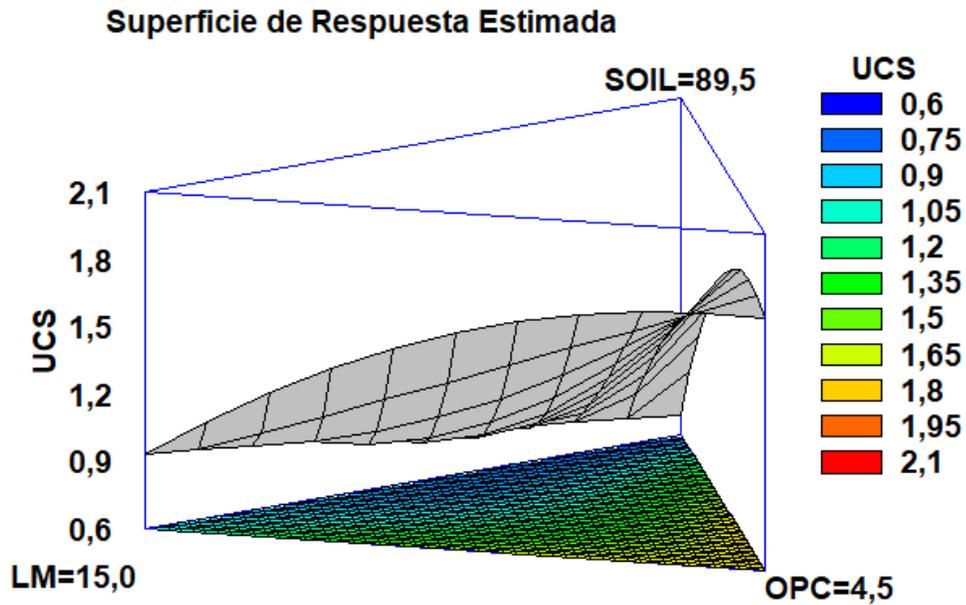


Figura 52: Superficie de respuesta del diseño de mezcla suelo estabilizado alcalinamente.

En la Figura 51, se puede observar las líneas de contorno que marcan la resistencia UCS en la región restringida por el diagrama ternario. En ella se puede notar que los valores de mayor resistencia se incrementan hacia el vértice de mayor contenido de OPC y menor contenido de suelo, presentándose una resistencia máxima de 2.1 MPa; en contraste, se puede ver que los menores valores de resistencia ocurren en la región del vértice de mayor contenido de fibra, y mayor contenido de suelo, presentándose una resistencia mínima de 0.6 MPa . En la Figura 52 se puede observar el efecto de curvatura que tiene los componentes Fibra y OPC, en especial el OPC sobre la resistencia UCS del suelo estabilizado alcalinamente. Se puede decir entonces, en términos de optimización y de acuerdo a lo observado en la Figura 51 y Figura 52, que los valores de mayor resistencia alcanzados con la estabilización alcalina usando el cemento híbrido en los ragos evaluados, se logra aumentando el contenido de OPC y disminuyendo la fibra. Como se mencionó más arriba, la proporción en porcentaje máxima del cemento híbrido evaluado fue de Fibra-OPC 70:30, y el valor óptimo se acerca a esta proporción, lo cual traería consigo un aprovechamiento significativo del residuo industrial de fibra de lana mineral, con un porcentaje menor de OPC, y por tanto de

disminución de costos tanto económicos como ambientales en el uso de estos materiales, ofreciéndose así una alternativa sostenible para el sector de la construcción. A continuación se muestra el valor óptimo en los niveles de cada componente arrojado por el software estadístico, en la Tabla 21.

Tabla 21: Valores óptimos de resistencia UCS del suelo estabilizado alcalinamente.

Factor	Niveles		Óptimo
	Bajo	Alto	
<b>X<sub>1</sub>: Suelo</b>	85.0	89.5	85.8
<b>X<sub>2</sub>:Fibra</b>	10.5	15.0	10.5
<b>X<sub>3</sub>:OPC</b>	0.0	4.5	3.7

En la Tabla 21 se puede observar las proporciones expresadas en porcentaje, donde se puede pronosticar el valor óptimo de resistencia UCS, dentro de la región restringida. Como se puede ver, el valor óptimo se encuentra con el mayor porcentaje de fibra de lana mineral, 10.5% y con los valores de suelo de 85.8% y de OPC de 3.7%. Lo más notable de estos valores, además del valor más alto de fibra, es el valor de 3.7% de OPC; lo cual sugiere una disminución de OPC, con respecto al porcentaje más alto evaluado en el diseño, que fue de 4.5%. Lo anterior es significativo en términos económicos, ya que el OPC es un insumo que aumenta los costos en las obras de construcción, y lograr una disminución en su uso, sin detrimento de las propiedades y desempeño del material es un logro que se busca a la hora de hacer un material de construcción sostenible.

### 5.7.5. Análisis de gráfica de trazas (dirección Cox)

En la Figura 53, se muestra la gráfica de trazas, del modelo de regresión de mezclas propuesto. La gráfica de trazas, expresada comúnmente en la “dirección Cox”, es de gran ayuda, para predecir la respuesta en un diseño de mezclas ajustado, en función de los componentes (Lawson & Willden, 2016). Esta gráfica es de gran utilidad también, para evaluar el efecto de cada componente en la

respuesta dentro de los rangos evaluados. Las tres curvas, en la gráfica de trazas de la Figura 53, parten de un lugar común de los tres componentes, correspondiente al centroide de la región simplex restringida en pseudocomponentes, y se extiende cada una hacia la derecha o hacia la izquierda a medida que se incrementa un componente en la dirección axial (línea desde el centroide del diagrama ternario, hasta el vértice del componente, donde es  $X_j = 1$ ) mientras que los otros componentes decrecen, o viceversa.

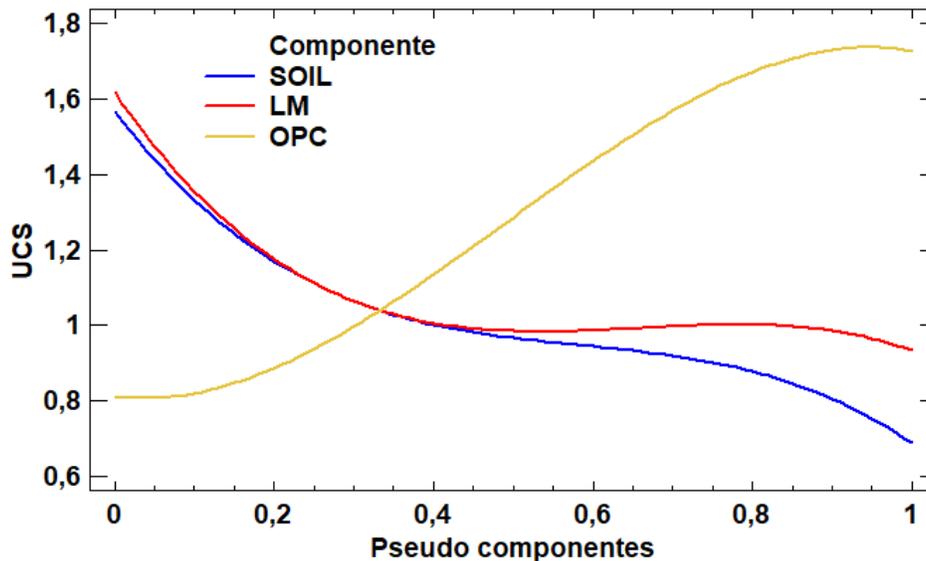


Figura 53: Gráfica de trazas modelo de mezclas.

Como se puede observar en comportamientos de las curvas en la Figura 53, el componente que tiene el mayor efecto es el  $X_3$ , correspondiente al OPC; luego le sigue el  $X_2$ , correspondiente a la fibra, y por último el  $X_1$ , correspondiente al suelo. Se puede observar que a medida que crece el contenido de OPC, se aumenta la resistencia de manera notable en el suelo estabilizado alcalinamente. Por otro lado, observando la curva correspondiente a  $X_2$  (fibra), ésta indica que el aumento de la fibra tiene un leve incremento en la resistencia cuando se aumenta en su contenido y luego decrece cuando llega al máximo incremento, mientras que el  $X_1$  (suelo) con su incremento no aporta en la resistencia, sino más bien que la disminuye; lo que

se esperaría con respecto al componente suelo, ya que cuando se sustituye suelo, por OPC y/o fibra, se mejoran las propiedades mecánicas del suelo.

#### **5.8. Conclusión modelo del diseño de experimentos de mezclas del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

Se logró obtener una ecuación ajustada de regresión del diseño de mezclas de experimentos, y caracterizar una superficie de respuesta que muestra el comportamiento de la respuesta (resistencia a compresión incofinada UCS), en función de los componentes Suelo-Fibra-OPC en una región restringida, la cual explica en gran parte la variabilidad del fenómeno evaluado a través del diseño de mezclas de experimentos programado. Tanto la ecuación del modelo, como el gráfico de trazas, indica que el OPC tiene gran efecto sobre la resistencia; en cuanto a efectos combinados, predomina más el efecto OPC-Suelo, que OPC-Fibra, lo cual sugiere que el suelo, combinado con el OPC en un medio alcalino, podría contribuir de alguna manera a la formación de productos de reacción, como se discutirá más adelante en la caracterización química. En cuanto al efecto en conjunto de los tres componentes (Suelo-Fibra-OPC), los tres presentan antagonismo, es decir su incremento paralelo, no aporta a la resistencia, por tanto se debe balancear cada uno, lo cual se haría dejando constante la fibra en algún valor, e incrementar el OPC. Por último, de acuerdo a la superficie de respuesta y al valor óptimo calculado, se lograría resultados óptimos de resistencia, con un nivel más bajo de OPC (3.7%), del máximo evaluado en el diseño (4.5%). Lo anterior representaría un ahorro considerable en costos económicos y ambiental, en cuanto al consumo de OPC, a la vez que se aprovecha un residuo industrial de difícil disposición final debido a su baja densidad, sin detrimento en las propiedades mecánicas del suelo a la hora de ser empleado como materia de construcción.

## 5.9. Resultados de la caracterización química de la materia prima

A continuación, se muestran los resultados y análisis de Fluorescencia de Rayos X (XRF) realizados a la materia prima con que se realizaron los experimentos en el presente trabajo (Suelo, Fibra y OPC). Así mismo se muestran los resultados de Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X de (SEM-EDS), donde se analiza la morfología y composición química puntual de la fibra de lana mineral. Los ensayos de XRD y SEM-EDS tanto de la fibra como del suelo, se muestran y se analizan más adelante en la caracterización química de las mezclas de cemento activado alcalinamente, como de suelo estabilizado alcalinamente, con el propósito de comparar los cambios con las mezclas investigadas en el presente trabajo.

### 5.9.1. Fluorescencia de Rayos X (XRF) del suelo, fibra de lana mineral y OPC

La Tabla 22 muestra la composición química expresada en el porcentaje de óxidos del suelo, la fibra de lana mineral y del cemento ordinario OPC. El suelo presentó una composición de mayor a menor porcentaje, de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . La fibra de lana mineral de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ; y finalmente, el cemento OPC de  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Por otro lado, el óxido mayoritario de la fibra que es notable es  $\text{MgO}$  (10.4%). Este alto valor puede deberse a que la fibra de lana mineral o lana de roca, se fabrica a partir de la fundición de rocas basálticas, que contienen un contenido de  $\text{Mg}$  mayoritario, entre otros minerales. Finalmente, se destaca en el suelo, fibra y OPC, el porcentaje  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , con composiciones de 5.77, 6.80 y 2.85%, respectivamente.

Tabla 22: Fluorescencia de Rayos X de la materia prima (suelo, fibra de lana mineral y OPC).

Composición química (%)			
Compuesto	Suelo	Lana Mineral	OPC
$\text{SiO}_2$	70.0	45.56	27.6

<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	12.49	12.53	7.58
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	5.77	6.80	2.85
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0.80	0.88	0.4
<b>CaO</b>	0.52	21.61	49.1
<b>MgO</b>	1.59	10.43	1.77
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	1.64	1.57	0.25
<b>K<sub>2</sub>O</b>	1.35	0.15	1.16
<b>BaO</b>	N.D.	N.D.	N.D.
<b>MnO</b>	0.05	0.17	0.89
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0.062	0.10	0.43
<b>SO<sub>3</sub></b>	0.075	0.07	2.62

### 5.9.2. Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) de la fibra de lana mineral

A continuación, en la Figura 54 y Figura 55, se muestran los resultados de Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (SEM-EDS), realizado a la fibra de lana mineral después del proceso de reducción de partícula (molienda), y antes de ser activada alcalinamente.

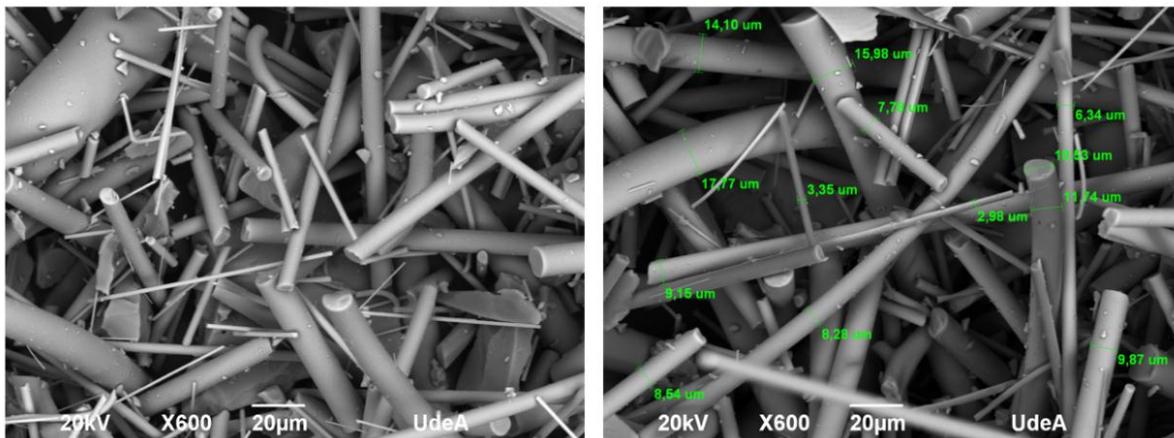


Figura 54: Imágenes SEM fibra de lana mineral después del proceso de molienda.

En la Figura 54, se puede observar una distribución y tamaño de fibra de lana mineral muy heterogénea con diámetros entre 2.98 y 17.77  $\mu\text{m}$ ; y longitudes entre 20.0 y 80.0  $\mu\text{m}$ , aproximadamente. Estos tamaños de fibra tomados en promedio a

partir de las imágenes SEM, están dentro del rango de tamaño de partícula mostrado por el ensayo de Difracción de Rayos Láser (DRL) (ver Figura 28); incluso se mostró en los resultados de DRL, tamaños de partículas menores a 8.8  $\mu\text{m}$ , correspondientes a  $d(0.1)$ ; y en las imágenes SEM de la Figura 54 se muestra partículas menores a este tamaño. Por otro lado, también se aprecia una morfología lisa en la fibra con pequeñas partículas adheridas aparentemente a la superficie de ésta y que muy posiblemente sean del mismo material de la fibra.

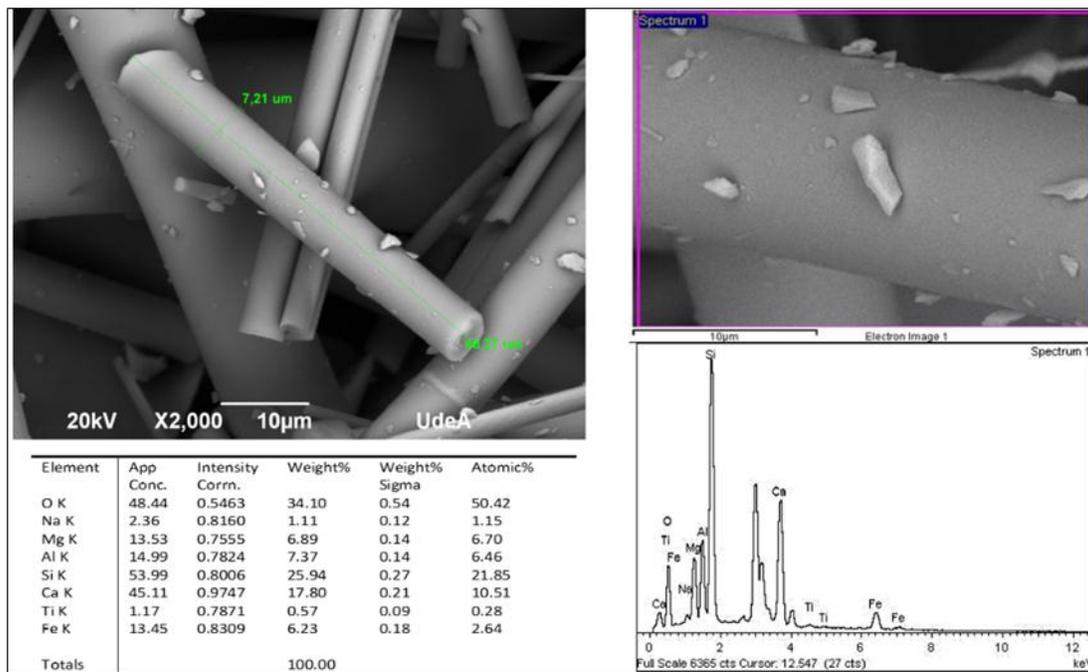


Figura 55: Resultados ensayos EDS fibra de lana mineral molida.

En la Figura 55 se muestran los resultados de EDS realizados a la fibra, expresado en el espectro EDS y en la composición química expresada en porcentaje. Como se puede observar en la Figura 55, la fibra de lana mineral tiene una composición química, mayoritariamente en Si, Ca, Al, Mg, Fe, Na y Ti. La anterior distribución de elementos químicos concuerda con el análisis de Fluorescencia de Rayos X (XRF) realizado a la fibra (ver Tabla 22), donde se expresaron los porcentajes químicos de los principales elementos en sus óxidos.

## **5.10. Resultados de la caracterización química del cemento activado alcalinamente (CAA) y del cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA)**

### **5.10.1. Difracción de Rayos X (XRD)**

A continuación, se muestra en la Figura 56, Figura 57 y Figura 58, los resultados de Difracción de Rayos X (XRD) realizado a las 9 muestras de combinaciones de cemento activado alcalinamente, las cuales corresponden tanto a muestras de cemento activado alcalinamente (CAA) como al cemento híbrido activado alcalinamente CHAA. Se han agrupado los resultados en tres figuras, de acuerdo a los tres activadores utilizados, en el que se cambió en el activador alcalino (Act.), la relación Na:Al en tres niveles; Act.1 (Na:Al =1.3) correspondiente a la Figura 56, Act.2 (Na:Al =1.8) correspondiente a la Figura 57, y Act.3 (Na:Al =2.3) correspondiente a la Figura 58. Como se mencionó en la Metodología Experimental, en las tres soluciones activadoras (Act.), se mantuvo constante la relación Si:Al=1.9. En cada grupo, se muestra la combinación Act., con el nivel de OPC (0-15-30%); adicionalmente, se muestran en la Figura 56, Figura 57 y Figura 58, el difractograma de difracción de la fibra de lana mineral sin activar (denotado como Fibra), con el fin de comparar cambios en la fibra de lana mineral con la activación alcalina.

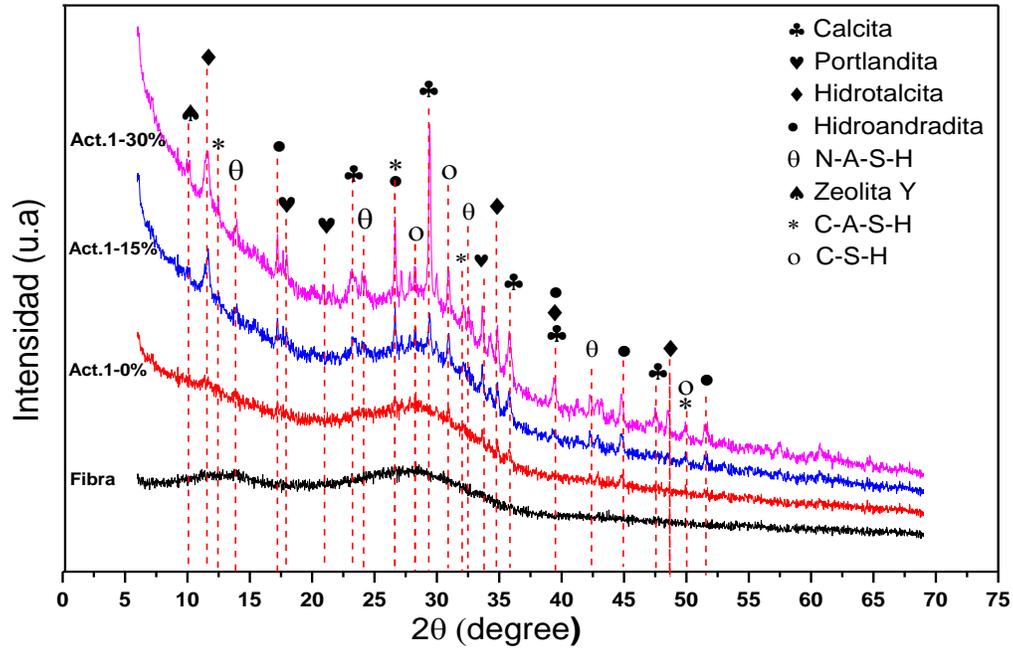


Figura 56: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act.1, sin adición y con adición de OPC.

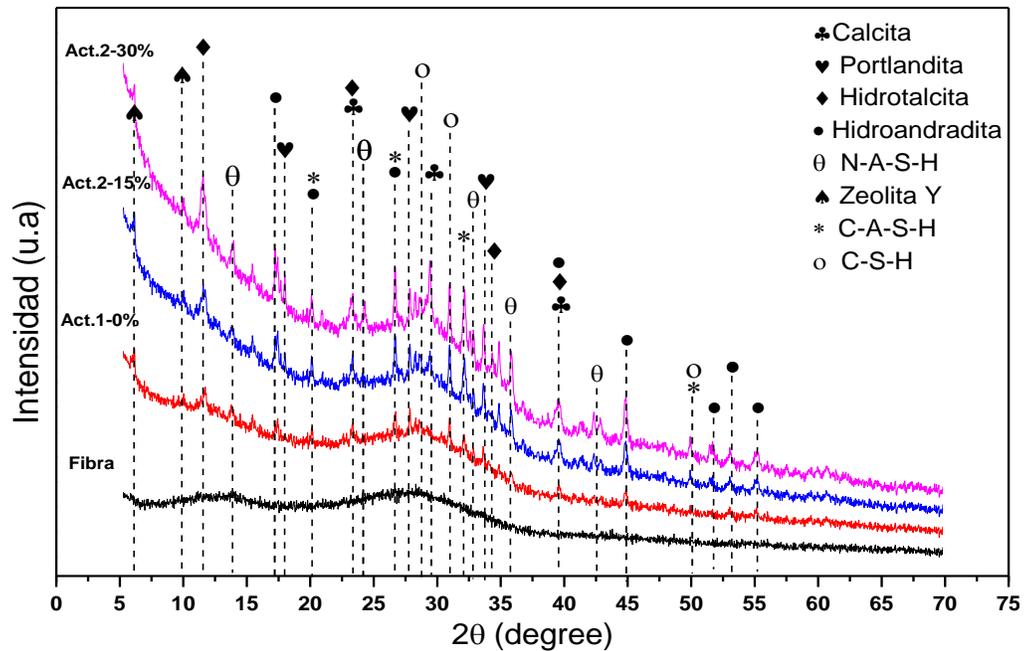


Figura 57: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act. 2, sin adición y con adición de OPC.

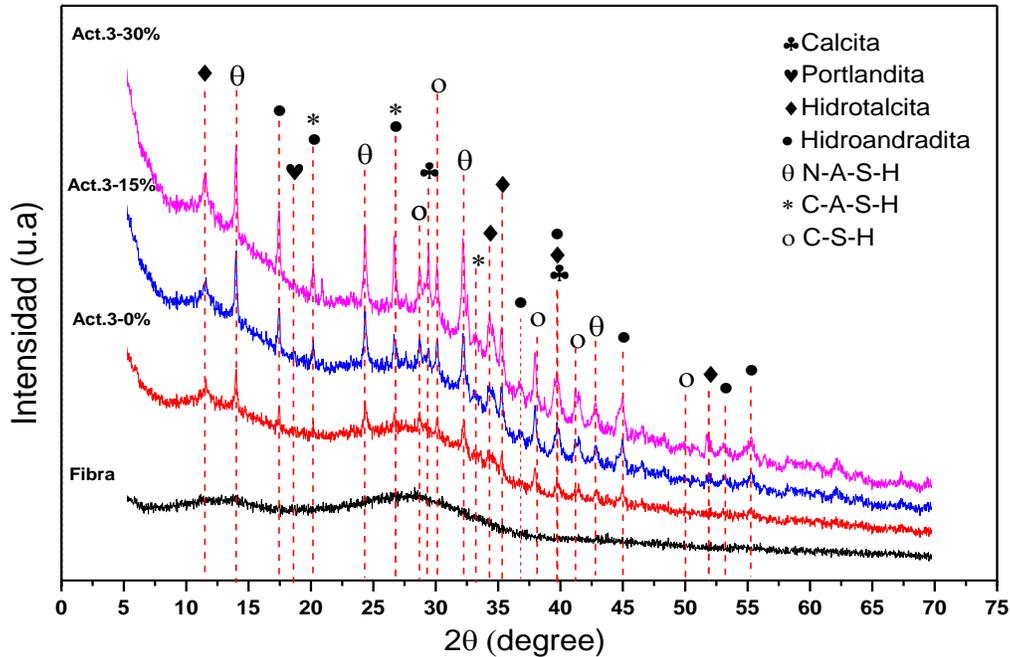


Figura 58: Difractogramas (XRD) de las combinaciones de cemento activado alcalinamente con Act.3, sin adición y con adición de OPC.

De acuerdo con los resultados de XRD mostrados, se pudieron identificar 8 fases en común, asociadas a la formación de productos de reacción de la formación de un geopolímero, como a su vez productos de hidratación del OPC. Las fases identificadas fueron: calcita,  $\text{CaCO}_3$ : Powder Diffraction File (PDF) #00-013-0135; portlandita  $\text{Ca(OH)}_2$ : (PDF) #00-004-0733; Hidrotalcita,  $((\text{Mg}_4\text{Al}_2)(\text{OH})_{12}(\text{CO}_3)(\text{H}_2\text{O})_3)_{0.5}$ : (PDF) #00-014-0191; Hidroandradita,  $\text{Ca}_3\text{Fe}_2(\text{SiO}_4)_{1.15}(\text{OH})_{7.4}$ : (PDF) #01-075-0553; Zeolita tipo Y,  $\text{Na}_3\text{H}_{53}\text{Al}_{56}\text{Si}_{136}\text{O}_{384}$ : (PDF) #00-038-0239; alumino-silicato de sodio hidratado, N-A-S-H: (PDF) #00-041-0009; alumino-silicato de calcio hidratado C-A-S-H (PDF) #00-033-0306; y silicato de sodio hidratado, C-S-H tipo I: (PDF) #00-034-0002. La Zeolita tipo Y no se identificó en las mezclas que contenían el activador 3.

Con respecto a la fibra sin activar alcalinamente, se puede observar que presenta una estructura amorfa, con dos montículos entre los ángulos  $2\theta$ :10-15 y 20-35°, aproximadamente. Se puede observar en las 9 combinaciones que, con la activación alcalina, se desplaza levemente o cambian la forma de estos montículos,

viéndolos respecto a la fibra sin tratar, a la vez que se nota fases cristalinas, muchas más y con mayor intensidad, con la adición de OPC. El cambio del desplazamiento y forma de los montículos en una estructura amorfa, puede indicar que se ha formado nanocristales de zeolita en materiales ricos en aluminosilicatos (Provis, Lukey, & Van Deventer, 2005). Este cambio en el desplazamiento de los montículos sobre fibras de lana mineral activada alcalinamente fue registrado también por Kinnunen et al. (2016) y Kinnunen (2016), quienes reportaron la formación de fases de geopolímero (Kinnunen et al., 2017) (Yliniemi et al., 2016).

Respecto a las fases encontradas, las fases asociadas a la formación de un geopolímero son el gel N-A-S-H (Aluminio Silicato de Sodio Hidratado), y como producto secundario de éste, se encontró la Zeolita tipo Y. De las nueve combinaciones, se observó el pico principal y los picos secundarios asociado a la formación Zeolita tipo Y, ( $2\theta=6,17^\circ$ ) solo en el Act.2, tanto con adición de OPC, como sin adición (ver Figura 57), mientras que en el Act.1 y Act.2 solo algunos picos secundarios de esta fase, como se puede observar en la Figura 56 y Figura 58, respectivamente.

Respecto a la hidrotalcita ( $Mg_6Al_2(CO_3)(OH)_{16}\cdot 4H_2O$ ), se ha observado esta fase, junto a la formación de estructuras de geopolímero en trabajos previos; Yliniemi et al. (2016) encontraron esta fase utilizando hidróxido de sodio, a dos condiciones de temperatura: temperatura ambiente y tratamiento térmico ( $50^\circ C$  por 4 días). Por otro lado, Erofeev et al. (2019), pudieron también observar esta fase, en la activación alcalina de fibra de lana mineral, a las mismas condiciones descritas anteriormente, pero utilizando solo hidróxido de sodio, y realizándole a las muestras un tratamiento térmico de  $50^\circ C$ , por 5 horas (Erofeev, Rodin, Yakunin, & Tuvin, 2019). En ninguno de los dos trabajos mencionados, relacionan esta fase con el incremento de la resistencia de las muestras. En cuanto a la fase de hidroandradita ( $Ca_3Fe_2(SiO_4)_{1.15}(OH)_{7.4}$ ), en los trabajos previos, en la activación alcalina de fibra de lana mineral consultados hasta la fecha, no se ha encontrado evidencia de su hallazgo, lo cual es novedoso en esta investigación. La formación

de esta fase puede ser asociada a alto contenido tanto de CaO (21.6%), como al contenido de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (6.8%), que la fibra tiene en estado natural (ver Tabla 22).

Por otro lado, no se ha sugerido por parte de los autores mencionados, que tanto el MgO como el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hagan parte de las reacciones de geopolimerización, como lo sugiere en su investigación Kinnunen et al. (2016). Como se mostró previamente en la composición química de la fibra de lana mineral previamente antes de ser activada alcalinamente, la fibra presenta contenidos de estos óxidos mayores a la unidad (10.4 y 6.8% respectivamente) como se pudo observar en la Tabla 22, en los resultados de XRF de la fibra de lana mineral.

Por último, las fases asociadas a productos de hidratación del OPC, son la calcita, o calcio carbonatado (CaCO<sub>3</sub>), la portlandita o hidróxido de calcio Ca(OH)<sub>2</sub>. Con respecto a la fase C-S-H (Silicato de Calcio Hidratado) o tobermorita; que es un producto de hidratación del cemento OPC, se encontró acá que es de Tipo I. Esta fase también fue encontrada en el trabajo previo de Erofeev et al. (2019), en la activación alcalina de fibra de lana mineral.

#### **5.10.2. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS)**

A continuación, se muestran los resultados de los ensayos de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (EDS), realizado a las muestras de cemento activado alcalinamente (CAA) y cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA), después de ser falladas a resistencia a compresión, al transcurrir el periodo de 28 días de curado. Se comparan en las imágenes SEM, las muestras de cemento activado alcalinamente, con los tres activadores (Act.1, Act.2 y Act.3) con los distintos niveles de OPC (0-15-30%); en cuanto a los resultados EDS, se comparan los activadores Act.1 y Act.3, a 0 y 30% de OPC, con el fin de mostrar y analizar los cambios en la composición química de las mezclas entre los niveles extremos del activador alcalino (Act.1 y Act.3) y porcentaje de OPC (0 y 30%).

En las dos primeras imágenes (a y b) de la Figura 59, Figura 60 y Figura 61Figura 59, correspondientes a la activación alcalina de la fibra, sin adición de OPC (CAA); se puede observar en cada una, productos de reacción debido a la activación alcalina de la fibra de lana mineral. También se pueden observar estos productos de reacción, adheridos en la superficie de la fibra de lana mineral ((Figura 59 b) y Figura 61 b)). Lo anterior, muestra que se ha formado nuevos productos asociados a la formación de geopolímero, independiente de la variación de la relación molar (Si:Al) en el activador alcalino. Por otro lado, comparando las imágenes SEM (c y d), de la Figura 59, la Figura 60 y la Figura 61, correspondientes a cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA); se puede observar de igual manera, productos de reacción, alrededor de la superficie de la fibra, en especial en las Figura 59 c) y Figura 60 c); mostrando una morfología de la superficie de la fibra más rugosa. También se muestra en las Figura 59 d) y Figura 61 c) y d), una morfología que se asocia a la formación de productos de reacción, específicamente formación de los geles N-A-S-H como C-A-S-H. Esto es consistente con lo observado por medio de imágenes SEM, en el trabajo de Kinnunen et al. (2017), en cuyo trabajo, activó fibra de lana mineral mediante solución activadora de aluminato de sodio e hidróxido de sodio.

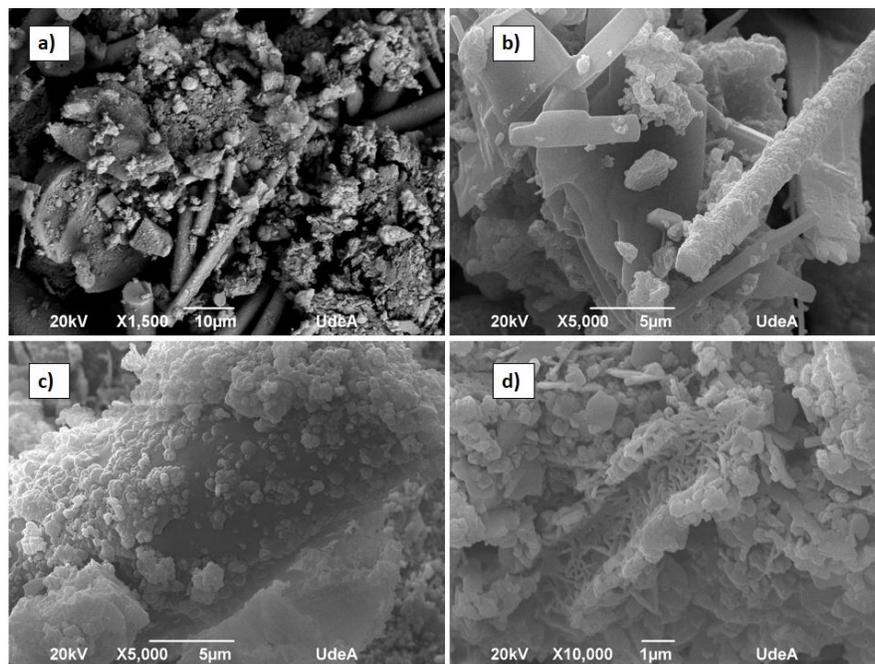


Figura 59: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 1: a) y b) Act.1-0%, c) Act.1-15% y d) Act.1-30%.

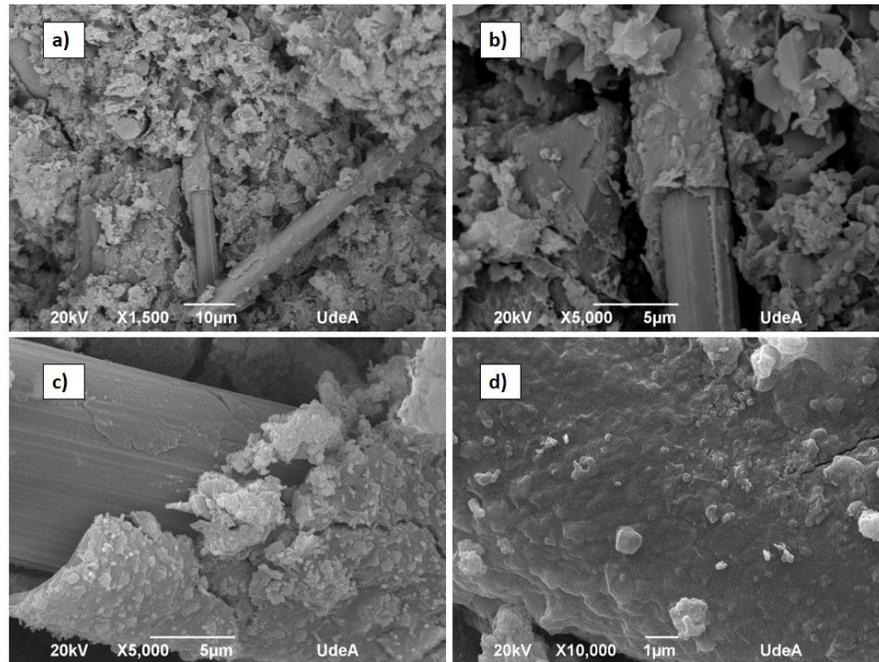


Figura 60: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 2; a) y b) Act.2-0%; c), Act.2-15%; d) Act.2-30

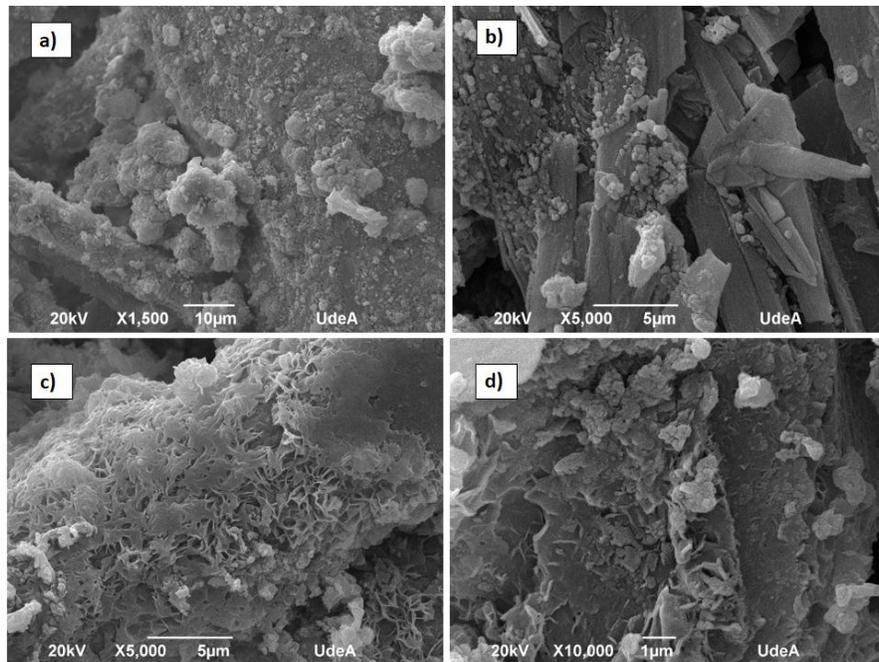


Figura 61: Imágenes SEM combinaciones de cemento activado alcalinamente utilizando Activador 3; a) y b) Act.3-0%; c), Act.3-15%; d) Act.3-30%.

En la Figura 62 y Figura 63 se muestran los resultados EDS de las muestras con Act.1-0% y Act.3-0%; es decir, del cemento activado alcalinamente (CAA), las cuales no tienen adición de OPC. De acuerdo con los porcentajes atómicos se puede notar el incremento de Na entre las muestras de CAA activadas con el Act.1 y con el Act.3, al pasar de 7.82% a 14.48%; de manera similar, se puede notar también un leve incremento de Al, al pasar de 8.06% a 10.37%. El incremento de estos dos elementos se debe por el aumento de la relación molar Na:Al entre los dos activadores, ya que se pasa de una muestra con el uso del Act.1, con una relación Na:Al = 1.3; a una muestra, con el uso del Act.3 con una relación de Na:Al = 2.2. Por lo tanto, se verifica mediante el análisis EDS que el control de la variable relación molar Na:Al entre el Act.1 y entre el Act.3, se hizo efectivo.

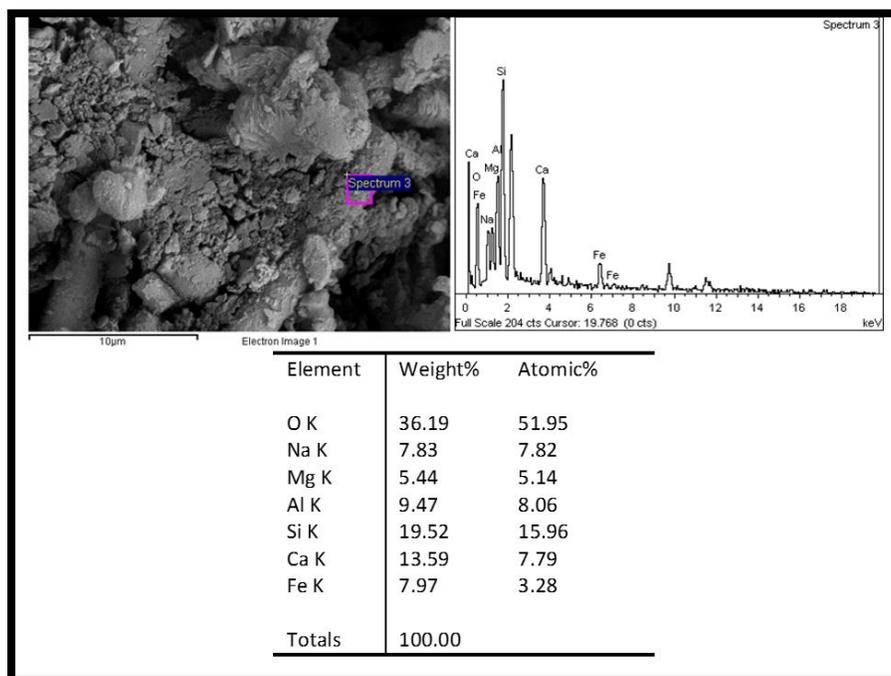


Figura 62: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 1-0%).

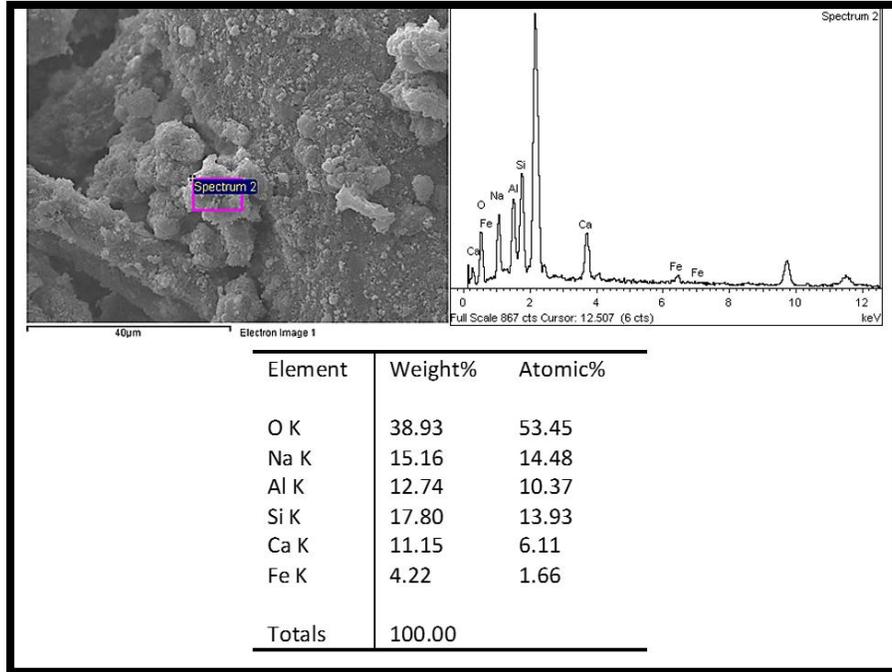


Figura 63: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 3-0%).

Por otro lado, en la Figura 64 y Figura 65 se muestran los resultados EDS de las muestras con Act.1-30% y Act.3-30%; es decir, muestras de CHAA con adición de OPC al 30%. De acuerdo con los porcentajes atómicos y a los espectros mostrados en las dos imágenes, se puede observar el incremento que tiene el Ca, respecto al cemento activado alcalinamente (CAA), mostrado en la Figura 62 y Figura 63; comparando los resultados con estas últimas imágenes, se puede observar que se pasa de un porcentaje de Ca de 7.79% (Act.1-0% Figura 62) a 12.42% (Act.1-30% Figura 64); de manera similar se puede observar también que se pasa de un porcentaje de Ca, de 6.11% (Act.3-0% Figura 63) a 13.35% (Act.3-30% Figura 65). El anterior incremento obedece al contenido de Ca que trae consigo la adición de OPC, el cual muy posiblemente cumple un rol activo en la formación de productos de reacción en la activación alcalina de la fibra de lana mineral.

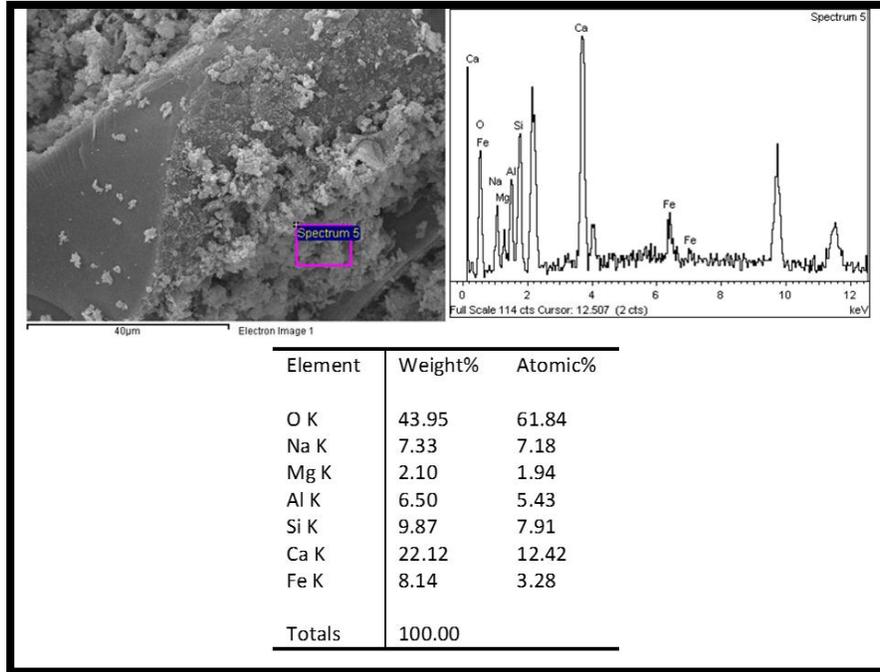


Figura 64: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 1-30%).

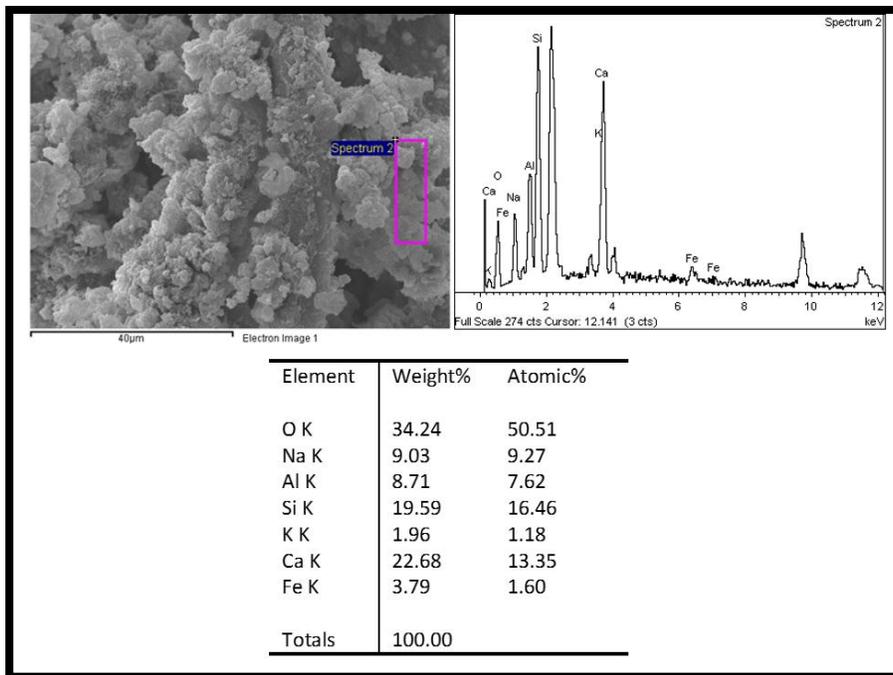


Figura 65: Espectro EDS Cemento Activado Alcalinamente (Activador 3-30%).

### 5.11. Resultados de la caracterización química del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)

Luego de realizar un análisis mecánico del comportamiento de las mezclas estabilizadas, se muestran ahora los resultados y análisis de la caracterización química que se ha realizado a combinaciones de suelo estabilizado tanto con el cemento activado alcalinamente (CAA), como con el cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA). Se muestran los resultados de Difracción de Rayos X (XRD), Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS), con el fin de identificar productos de reacción y morfología microestructural de fases asociadas a la formación de geles de geopolímero desarrolladas a los 28 días de curado, y relacionar los resultados encontrados con propiedades mecánicas.

Se han seleccionado algunas combinaciones tanto para el análisis de XRD como para el SEM-EDS. El propósito de elección de estas combinaciones es analizar el efecto de la adición de OPC, dejando fijo el nivel de fibra (10.5%), y luego comparar los resultados cuando se adiciona fibra, a un nivel fijo de OPC (2.25%). Para mayor claridad, se muestra la lista de combinaciones seleccionadas, en la Tabla 23.

Tabla 23: Lista de combinaciones de suelo estabilizado con CAA y CHAA para análisis por XRD y SEM-EDS.

Mezcla	Componentes de mezcla (%)			Fibra	OPC
	Suelo	Fibra	OPC		
<b>B1</b>	100.0	0.00	0.00	-	-
<b>B2</b>	89.50	0.00	10.5	-	Variable
<b>LM-OPC1</b>	89.50	10.50	0.00	Variable	-
<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.50	2.25	Fijo	Variable
<b>LM-OPC4</b>	85.00	10.50	4.50	Fijo	Variable
<b>LM-OPC3</b>	85.00	12.75	2.25	Variable	Fijo

### 5.11.1. Difracción de Rayos X (XRD)

En la Figura 66 se muestran, los difractogramas XRD en un rango 2 theta ( $\Theta$ ), entre 5 y 45° y en la Figura 67, se muestra los difractogramas XRD, en un rango amplificado, entre 5 y 20°, con el fin de mostrar y contrastar los cambios en los picos de intensidad que a simple vista son imperceptibles.

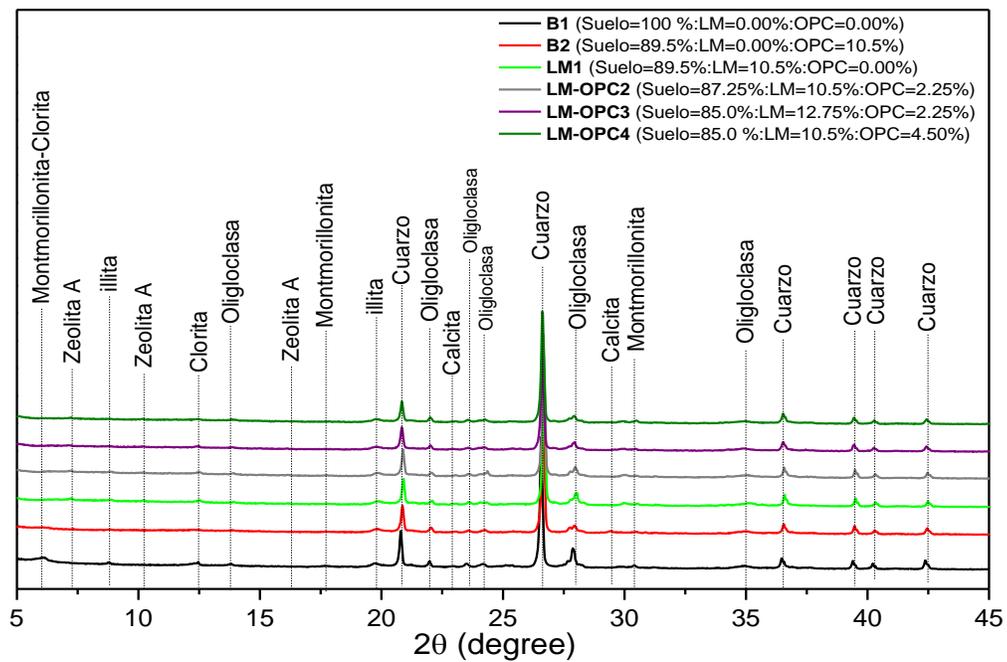


Figura 66: Resultados XRD de combinaciones de suelo estabilizado y sin estabilizar.

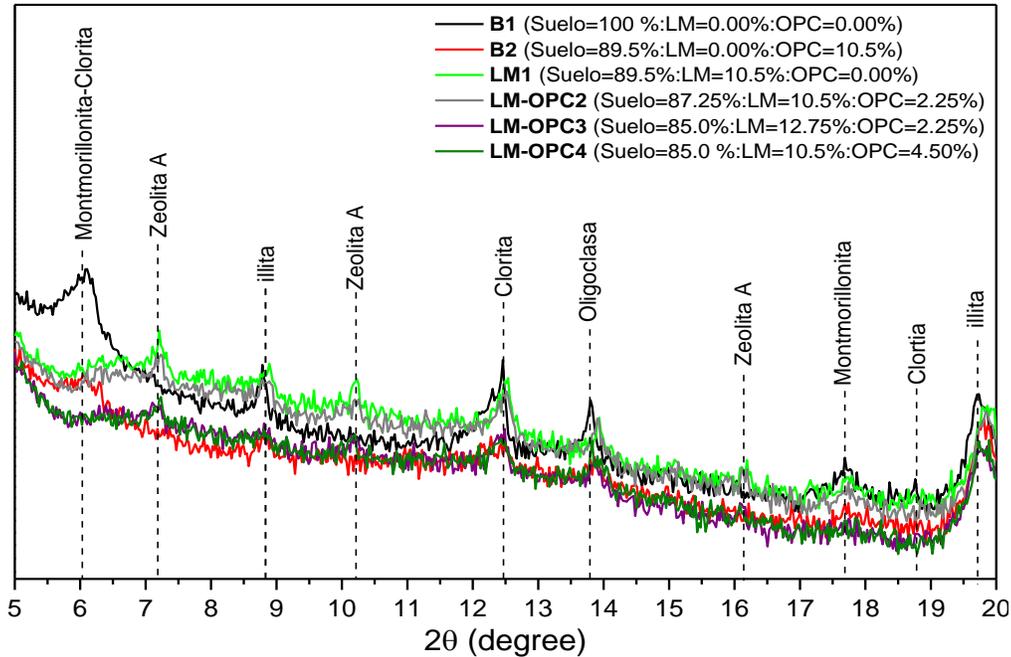


Figura 67: Resultados XRD de combinaciones de suelo estabilizado y sin estabilizar (rango ampliado 2 theta de 5 a 20°).

En la Figura 66, se pueden observar los difractogramas de las combinaciones de suelo sin tratamiento, suelo cemento, y del suelo estabilizado con el cemento activado alcalinamente con CAA y CHAA. Las fases asociadas a minerales identificadas en el suelo sin tratamiento fueron: cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ), como principal constituyente; Illita ( $\text{K}_{0.74}\text{Ca}_{0.03}(\text{Al}_{1.92}\text{Mg}_{0.09}\text{Fe}_{0.01})(\text{Si}_{3.22}\text{Al}_{0.78})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ), Clorita ( $\text{Mg}_{9.17}\text{Fe}_{1.02}\text{Al}_{3.46}\text{Si}_{6.35}\text{O}_{36}$ ), Oligoclasa ( $\text{Na}_{1.64}\text{Ca}_{0.76}\text{Al}_{2.36}\text{Si}_{5.64}\text{O}_{16}$ ) y Montmorillonita ( $\text{Ca}_{0.5}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{11}(\text{OH}))$ ).

Los minerales identificados por XRD presentes en el suelo, corresponden a minerales arcillosos comunes en la región de donde se extrajo la muestra para la presente investigación, que fue en el municipio de Arboletes, región de Urabá, del departamento de Antioquia. Los minerales predominantes en esta región son los minerales arcillosos como la montmorillonita y silicatos como la caolinita, de acuerdo con el trabajo hecho por IGAC, (2007). La illita, la clorita la oligoclasa, así como la montmorillonita pertenecen al grupo de silicatos, concordando con lo encontrado por IGAC. Con respecto al cuarzo, es un mineral presente en la mayoría de los suelos del mundo.

Con respecto a la mezcla de suelo-cemento con 10.5% de OP (B2), se ha identificado la fase de la calcita, fase que es conocida como producto de hidratación del OPC, y que se produce por la carbonatación del calcio. Las otras fases predominantes como la portlandita  $\text{Ca(OH)}_2$  o el C-S-H, no se identificaron. El gel C-S-H como se dijo anteriormente, es el responsable de la adherencia a los áridos en el concreto, y por tanto, de la ganancia en resistencia mecánica (Alejandro et al., 2006). Sin embargo, es poco cristalina, y por tanto difícil de identificar en muchos casos.

Como fase asociada a la formación de geopolímero, se identificó la Zeolita tipo A, (deshidratada de Ca intercambiado, (PDF) #01-076-1507). Este tipo de zeolita, es distinta a la hallada anteriormente en el análisis de XRD realizada a las combinaciones de cemento híbrido activado alcalinamente CHAA, la cual fue una Zeolita tipo Y. La fórmula química de esta zeolita hallada en el suelo, es  $\text{Ca}_{5.57}\text{AlO}_3(\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48})(\text{H}_2\text{O})_{1.2}$ , mientras que la fórmula de la Zeolita tipo Y, hallada en el CHAA, es  $\text{Na}_3\text{H}_{3.17}(\text{Al}_{56}\text{Si}_{136}\text{O}_{384})$ . De acuerdo a estudios previos acerca de las estructuras de los geopolímeros, se conoce que la relación Si:Al determina ya sea la formación de geopolímero (gel N-A-S-H) o la formación de zeolita; para sistemas con una relación Si:Al > 1.5, predomina la formación del gel N-A-S-H, mientras para sistemas con una relación Si:Al < 1.5, predomina la formación de zeolitas (Rožek, Król, & Mozgawa, 2019)(Khalifa et al., 2020). Teniendo en cuenta lo anterior, es muy posible que las diferencias en el tipo de zeolitas hallada tanto en las muestras de CHAA, como en las muestras de suelo estabilizado con CHAA, sea por no ser igual la relación Si:Al en los dos sistemas. Por otro lado, no se pudo identificar el gel N-A-S-H, como producto principal de reacción asociado a la formación de geopolímero. Posiblemente, se deba a que en estos sistemas, donde se estabiliza un suelo alcalinamente tanto con un CAA como con un CHAA, no son tan visibles los picos característicos para identificar a la edad de curado (28 días).

Ahora bien, en la Figura 67, donde se pueden ver los difractogramas de XRD en un rango ampliado  $2\theta$ , entre 5 y  $20^\circ$ , se pueden ver dos cambios interesantes con respecto al suelo sin tratamiento, como con el suelo estabilizado con OPC. El

primer cambio es la disminución del pico principal de la montmorillonita ( $2\theta=5.9^\circ$ ), que aparece en el suelo sin tratamiento, y que se ha disminuido en todas las combinaciones, tanto en el suelo estabilizado con OPC (suelo-cemento), como con suelo estabilizado alcalinamente con CAA y CHAA. El segundo cambio, es la presencia de los picos principales de la Zeolita tipo A, que solo aparecen en las mezclas estabilizadas tanto con CAA, si se comparan con el suelo sin tratamiento, como con el suelo-cemento. El pico principal de la Zeolita tipo A está, en  $2\theta=7.2^\circ$ ; le siguen luego los picos en  $10.2^\circ$  y el  $16.2^\circ$ , que se muestran en la Figura 67.

Antes de explicar las razones del porqué de este cambio en la disminución del pico principal de la montmorillonita en la estabilización del suelo tanto con OPC, como con el CAA y CHAA; es necesario saber acerca de este mineral arcilloso y las implicaciones que tiene su contenido en el suelo sobre la estabilización de suelos.

La montmorillonita es el mineral arcilloso más común, que pertenece a la familia o grupo de las esmectitas, los cuales son filosilicatos comúnmente denominadas arcillas 2:1, debido a su estructura molecular, conformada por un octaedro de aluminio, en medio de dos tetraedros de sílice. Su fórmula química general es  $(M^+_{y} \cdot nH_2O)(Al^{3+}_{2-y}Mg^{2+}_y)Si^{4+}_4O_{10}(OH)_2$ . La carga en la capa de la lámina es generada por la sustitución catiónica de  $Mg^{2+}$  o  $Fe^{2+}$  por  $Al^{3+}$  (sustitución isomórfica) en la lámina octaédrica, o por sustitución del  $Al^{3+}$  por  $Si^{4+}$  en las láminas tetraédricas. Lo anterior, trae como consecuencia una carga negativa entre capas, que es balanceada por cationes intercambiables entre ellas. Estos cationes intercambiables pueden ser  $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $K^+$  y  $Sr^{2+}$ , aunque, los más comunes son  $Ca^{2+}$  y  $Na^+$ . Por otro lado, estos cationes cuando se intercambian entre las capas o láminas de la montmorillonita, tiene la capacidad de hidratarse formando lo que se conoce como una capa difusa doble; razón por la cual, la partícula de arcilla presenta un comportamiento de hinchamiento por humedad (Khalifa et al., 2020).

Por otro lado, es clave tener presente tres factores que hacen que prospere la estabilización química de un suelo, que son: contenido de minerales arcillosos, tamaño de partícula, área superficial, contenido de humedad y, especialmente, la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) del mismo. El CIC, se puede definir

como la capacidad de las partículas de un suelo, de atraer, retener o intercambiar cationes. Terzaghi et al. (1996) definen el CIC como un estimativo de la carga neta negativa que pueda tener las partículas de un suelo, como consecuencia de la sustitución isomórfica y rompimiento de uniones en los límites de la misma partícula. El CIC depende en un suelo, básicamente de la concentración de cationes en suelo humectado. Adicionalmente, Terzaghi et al. (1996) cuantificaron el CIC en tres de los grupos de arcillas más comunes; estableciendo que entre la caolinita, la illita y la montmorillonita; la última tiene la mayor capacidad de intercambio catiónico, CIC (Terzaghi, Peck, & Mesri, 1996) (F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, 2012).

Adicional a lo anterior, estudios previos han mostrado una relación estrecha entre la disminución del pH y el aumento de la resistencia en suelos estabilizados. Este fenómeno se discute en la investigación realizada por Wilkinson et al. (Wilkinson, Haque, & Kodikara, 2010); en el cual, con base en estudios previos, se ha observado una disminución del pH en suelos estabilizados a ciertas edades de curado, a la vez que registraban un aumento en la resistencia. Lo anterior, como lo explican los autores, es debido a que los iones hidroxilo presentes en las partículas del suelo estabilizado se agotan y se combinan con la fase acuosa, para luego precipitar y formar nuevos productos cementicios dentro del esqueleto del suelo.

Por otro lado, en la investigación de Wilkinson et al. (2010), se compararon varios tipos de suelos estabilizados con ceniza volante y escoria metalúrgica, y activados con cal hidratada; y en ésta se comprobó que aquellos suelos estabilizados que tuvieron una alta fracción de montmorillonita, presentaron una ganancia mayor de resistencia, junto con la disminución de pH. De acuerdo con los autores, esto es debido a que la montmorillonita coagula vigorosamente en reacciones a corto plazo, a la vez que debido a la alta área superficial de este tipo de minerales arcillosos, incrementan la solubilidad en entornos alcalinos a lo largo de los procesos de reacción puzolánica.

De acuerdo a las consideraciones anteriores, la reducción en el pico de la montmorillonita en el suelo estabilizado con OPC, pudo ser debido a dos factores:

primero, a la alta capacidad de intercambio catiónico CIC, que generó las condiciones de intercambio catiónico, favorecidas por la condición de humectación (realizado a la humedad óptima, de compactación Próctor estándar), en que se realizó la mezcla de suelo-cemento y que facilitaron las reacciones puzolánicas, donde la montmorillonita jugaría un papel activo; segundo, a consecuencia de lo anterior, en la estabilización con suelo-cemento se generó el ambiente suficientemente alcalino debido a la calcita, como producto de hidratación del cemento OPC. La calcita tiene un rol tanto de agente electrolítico, al facilitar los procesos de reacción, así como de agente cáustico, al incrementar el pH y así poder facilitar los procesos de reacción puzolánica (Wilkinson et al., 2010). Como se pudo observar en la Figura 66, se identificó esta fase (calcita) en el difractograma del suelo-cemento con 10.5% de OPC. Por tanto, el ambiente alcalino en el suelo, generado por la formación de la calcita, permitiría que la montmorillonita jugara un papel activo; coagulara y facilitara igualmente los procesos de reacción puzolánicas y por tanto, la ganancia de la resistencia por parte del suelo, como mostraron las pruebas de resistencia a compresión UCS.

Respecto a la disminución del pico principal de difracción correspondiente a la montmorillonita, en las mezclas de suelo estabilizado tanto con CAA, como CHAA, observado tanto en la Figura 66, pero especialmente en la Figura 67; estudios previos han mostrado la posibilidad de la formación de geopolímeros en suelos con contenido de montmorillonita, tanto a temperatura ambiente como mediante tratamientos térmicos previos, ya sea con adición o sin adición de sílice soluble. En la mayoría de los casos estudiados, se ha comprobado que la formación de geopolímeros a partir de suelos con contenido de montmorillonita, es más factible a condiciones de concentración alta del activador y a altas temperaturas de tratamiento térmico (Khalifa et al., 2020).

En contraste con los estudios anteriores, se ha observado la formación de geopolímero en arcillas con contenido de montmorillonita a temperatura ambiente, mediante activación alcalina. Richardson et al. (1986) activó mediante soluciones de NaOH y KOH sistemas montmorillonita-illita, y realizó experimentos a

temperatura ambiente y a temperatura de 105° C mediante radiación por microondas. Sus hallazgos mostraron una disminución del pico principal de la montmorillonita (13,6 Å), debido a un proceso de deshidratación (montmorillonita deshidratada); además de la formación de zeolita tipo hidrosodalita. Los autores anotan que la descomposición de los minerales, liberan especies de Al y Si, que junto con el Na, forman un nuevo material (geopolímero) (Richardson, Markuszewski, Durham, & Bluhm, 1986). Por otro lado, Marsh et al. (2018), activó dos distintos tipos de montmorillonita sin calcinar, mediante una solución de NaOH, a temperatura ambiente, variando la relación Na: Al. Mediante diversas técnicas de caracterización química, constataron la formación de geopolímeros mediante la identificación del gel N-A-S-H como (N,C)-A-S-H. Igualmente, en los resultados, mostraron algunos cambios en el pico principal de la montmorillonita, a medida que se variaban las condiciones de activación alcalina (Alastair Marsh, Heath, Patureau, Evernden, & Walker, 2018).

Teniendo en cuenta lo anterior, en el caso de la presente investigación, y con base en lo observado en la Figura 66 y Figura 67, en el comportamiento del pico principal de la montmorillonita en las mezclas de suelo activado con CAA; se puede afirmar que la presencia de la montmorillonita podría tener un papel activo en las reacciones puzolánicas, sea como fuente de especies disueltas de Si y Al, o facilitando el intercambio catiónico, debido a su alto CIC. También las condiciones de medio alcalino en que fueron estabilizados y el uso de una mezcla binaria acuosa de NaOH (hidróxido de Sodio) más NaAlO<sub>2</sub>, (aluminato de sodio), especialmente el primero, propiciaron las condiciones alcalinas (pH), y de aporte del Na soluble y así relaciones mayores a 1, de Na:Al; ya que se ha encontrado en investigaciones previas, que relaciones mayores de Na:Al  $\geq 1$ , en suelos con contenido de montmorillonita favorecen la formación de geopolímero (Alastair Marsh et al., 2018)(A. Marsh, Heath, Patureau, Evernden, & Walker, 2019).

Otro factor importante que pudo influir en la formación de geopolímero en el suelo estabilizado, es el hecho de que la fibra es un material de aporte de sílice soluble, lo cual favorecería la formación de geopolímero. Si bien no se detectó mediante

XRD el gel N-A-S-H, si se pudo detectar tanto en la mezcla solo con Fibra (CAA), como en la mezcla con Fibra+OPC (CHAA) la fase de zeolita A; lo cual se relaciona como producto de una reacción puzolánica que haya involucrado la formación de un geopolímero. Es posible que a una edad más avanzada de curado (mayor a 28 días) se pudiera detectar mediante XRD el gel N-A-S-H en estas mezclas.

### 5.11.2. Influencia de las relaciones: Si:Al, Na:Al, sólido/líquido y de los porcentajes de los componentes del suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)

Antes de mostrar las imágenes y análisis de los espectros SEM-EDS, se muestra a continuación, en la Tabla 24, los valores de las relaciones molares y de masa entre los componentes de las mezclas, que se calcularon luego de realizar las probetas del diseño de mezclas. La información consignada en la Tabla 24, será útil para el análisis de los resultados EDS.

Tabla 24: Relaciones molares, sólido/líquido y porcentajes de los componentes del cementante de las combinaciones de suelo estabilizado.

Mezcla	Componentes en la mezcla (%)			Relaciones molares mezcla Activador y Fibra CAA		Relación Activador/ Fibra + OPC CHAA	Componentes en CHAA (%)		CAA adicionado en peso suelo (%)	UCS (MPa)
	Suelo	Fibra	OPC	Si:Al	Na:Al		Fibra	OPC		
<b>B1</b>	100.00	0.00	0.00	-	-	-	-	-	0	0.20
<b>B2</b>	89.50	0.00	10.50	-	-	1.95 <sup>a</sup>	0.0	100	10.5	1.92
<b>B3</b>	85.00	0.00	15.00	-	-	1.39 <sup>a</sup>	0.0	100	15	3.18
<b>LM1</b>	89.50	10.50	0.00	1.41	1.82	1.99	100	0	10.5	0.69
<b>LM2</b>	87.25	12.75	0.00	1.55	1.66	1.64	100	0	12.75	0.80
<b>LM3</b>	85.00	15.00	0.00	1.68	1.53	1.40	100	0	15	0.94
<b>LM-OPC1</b>	86.50	12.00	1.50	1.50	1.71	1.55	89	11	13.5	1.04

<b>LM-OPC2</b>	87.25	10.50	2.25	1.40	1.82	1.64	82	18	12.75	1.62
<b>LM-OPC3</b>	85.00	12.75	2.25	1.55	1.67	1.40	85	15	15	1.57
<b>LM-OPC4</b>	85.00	10.50	4.50	1.40	1.83	1.40	70	30	15	1.72

<sup>a</sup> La relación Activador/Fibra+OPC, en los blancos (B1, B2 y B3) se reemplazó el activador alcalino por agua

Las relaciones molares que se muestran en la Tabla 24, son Si:Al y Na:Al, que fueron calculadas de igual manera en que se hizo en el diseño factorial del cemento activado alcalinamente (CHAA). Para comprender la manera en que fueron calculadas, es necesario recordar que la fibra aporta, cuando es activada alcalinamente tanto las moles de Si como las de Al; en tanto el activador alcalino (mezcla de aluminato de sodio + hidróxido de sodio) aporta, tanto las moles de Al como las de Na.

De igual manera, se presenta en la Tabla 24 la adición en porcentaje del cementante (CAA) con respecto al peso seco del suelo del CAA en la mezcla. Este último porcentaje se pone con el fin de comparar tanto los resultados entre las combinaciones, cuando se mantiene constante el peso del suelo con respecto a CAA, como con el fin de comparar con trabajos previos que se han hecho en estabilización de suelo, cuando se adiciona el cementante en porcentaje con respecto al peso seco del suelo, que es lo más usual en investigaciones sobre estabilización de suelos.

Cabe recordar que la relación Activador/ (Suelo+OPC+Fibra), es decir, la fracción líquida sobre la fracción sólida de todas las combinaciones del diseño de mezclas (incluso las de los blancos) se mantuvo constante. La fracción líquida de todas las mezclas fue de 24.0% (humedad óptima para máxima densidad seca Próctor estándar), sobre el peso seco del suelo; en la que correspondió a un 21.5% de activador alcalino, más 3.5% que correspondió a la humedad higroscópica del suelo. En las mezclas de los blancos (suelo sin tratamiento, como suelo-cemento), el 24.0% de humectación, correspondió sólo en agua.

De acuerdo a lo observado en la Tabla 24, las relaciones molares Si:Al, varía en 1.40-1.68 mientras que Na:Al varía en 1.53-1.83. La relación Activador/Fibra+OPC (CHAA) varía 1.40-1.99, mientras las adiciones en peso, del cemento activado alcalinamente (CAA) es a 100% fibra, mientras en el cemento híbrido activado alcalinamente, CHAA (Fibra+OPC) está entre 10.5 y 15%. Por otro lado, como se puede observar en la Tabla 24, los porcentajes dentro del cemento híbrido activado alcalinamente CHAA, (Fibra+OPC) varía en la fibra desde 70 a 80%, mientras en el OPC, va desde 11 a 30%. Es de anotar, que hay dos combinaciones, la LM-OPC3 y la LM-OPC4, que están en porcentajes (Fibra:OPC), en (85:15) y (70:30), respectivamente; se escogió estos puntos, de acuerdo a lo programado en diseño de experimentos de mezclas, con el fin de compararlos con respecto a las mezclas de cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA), realizadas en el capítulo dos de esta investigación; en la que se pudo evaluar estos porcentajes en las mismas proporciones; sólo que acá se evaluará como estabilizante en un suelo compactado.

Siguiendo lo consignado en la Tabla 24, se puede ver en las combinaciones LM1 a LM3 (Suelo+CAA), que a medida que se aumenta el porcentaje de fibra, la relación Si:Al aumenta, mientras Na:Al, disminuye. A la vez, cuando se agrega más fibra, se aumenta el porcentaje de cementante (CAA), y como consecuencia de lo anterior, va disminuyendo la relación Activador/Fibra; y a la vez, aumenta la resistencia. Por otra lado, comparando las combinaciones de LM-OPC2 a LM-OPC4 (Suelo+CHAA), se puede observar que tienen los mismos valores de Si:Al y Na:Al; pero sí disminuye el nivel Activador/Fibra+OPC; debido a un aumento de OPC en el cementante (se pasa de 12.75 a 15% de CHAA), con un incremento de resistencia. Por otro lado, comparando las mezclas LM-OPC3 y LM-OPC4, se puede ver que tienen la misma condición de Activador/Fibra+OPC (1.40), a la vez que tienen el mismo nivel de porcentaje de CHAA, con respecto a suelo seco; solo que de las dos combinaciones, se diferencia de LM-OPC3 a LM-OPC4, que se pasa de la proporción (Fibra:OPC) de 85:15 a 70:30. En estas mezclas se puede ver que se disminuye Si:Al y aumenta Na:Al.

En resumen, en el Suelo+CAA, el aumento del porcentaje de la fibra, trae consigo disminución en relación Activador/Fibra; Si:Al sube; Na:Al, baja. En Suelo+CHAA, cuando se sustituye fibra por OPC, es decir, se pasa en (Fibra: OPC) de 85:15 a 70:30, se disminuye la relación Si:Al, pero aumenta la relación Na:Al. Los cambios anteriores, traen tanto en el Suelo+CAA como en Suelo+CHAA, aumentos en la resistencia a compresión UCS.

Ahora bien, tanto en los dos sistemas Suelo+CAA como Suelo+CHAA, la adición de fibra aumenta la relación Si:Al, y disminuye la relación Na:Al. Por otro lado, también el aumento en la relación Activador/fibra y Activador/Fibra+OPC, trae consigo aumentos en la resistencia en el suelo activado alcalinamente. La explicación del comportamiento en los cambios en estas relaciones sería por el hecho de que la fibra, en un sistema de estabilización alcalina, aportaría especies disueltas tanto de aluminio como de sílice, ya que es una fuente de aluminosilicato; por eso el cambio en el cociente de las fracciones de las relaciones molares Si:Al y Na:Al. Por otra parte, también el activador alcalino aporta especies disueltas de aluminio y sodio, pero el aumento de la relación Activador/Fibra o Activador/Fibra+OPC, no modificaría mucho las relaciones Si:Al y Na:Al.

Con respecto al incremento en la resistencia, cuando disminuye tanto la relación Activador/fibra como Activador/Fibra+OPC; se puede comparar a la relación Agua/Cemento, en los diseños de mezclas con cemento OPC, en el que menores relaciones A/C (Agua/Cemento), repercuten en mayores resistencias. Acá tanto en los dos sistemas de estabilización (con adición de OPC, como sin adición de OPC), se comporta de igual manera.

Con respecto a la importancia de las relaciones molares y su relación en la formación de los geopolímeros de cualquier sistema de acuerdo a lo que se encuentra en la literatura; tanto la cinética de las reacciones de síntesis, así como la resistencia y los productos de reacción finales, dependen en gran medida de las combinaciones de las relaciones Si:Al y Na:Al (Duxson et al., 2007) (Singhi, Laskar, & Ahmed, 2016). De igual manera, para que haya más probabilidad de que se formen estructuras o geles de geopolímero, se recomiendan que estas relaciones

estén dentro de un rango que son: para Na:Al aproximado a 1; mientras que para Si:Al deben estar aproximadamente entre 1 y 3 (Davidovits, 1994)(M. Zhang et al., 2015).

Respecto a investigaciones realizadas en estabilización alcalina de suelos, Singhi et. al. (2016), analizaron la influencia de Si:Al y Na:Al en la resistencia UCS de suelo estabilizado, con ceniza volante (FA), escoria metalúrgica de alto horno (GGBS), y la combinación FA+GGBS. Encontraron que la relación Na:Al es el principal factor que afectaba el sistema Suelo+FA+GGBS; mientras que en los sistemas Suelo+FA y Suelo+GGBS, afectaba más el contenido en peso del precursor. Encontraron además, que a medida que se aumentaba la relación Na:Al, en el rango (0.5-1.5), aumentaba la resistencia. Además, los autores sugirieron con respecto a la relación Si:Al, que el incremento en esta relación, influenciaría en la resistencia UCS, como también lo reporta Xu et. al (2003), que obtuvo similar comportamiento en el rango Na:Al 0.75-1.25, a una relación Si:Al=2.0 (Singhi et al., 2016) (Xu & Van Deventer, 2003).

En el caso de la presente investigación, con respecto a las relaciones molar Na:Al, en el Suelo+CAA, estuvo por encima de 1, llegando a la máxima resistencia con el mayor porcentaje de fibra (15%), en Na:Al=1.5. En el Suelo+CHAA, no está muy claro si juega un papel importante la relación Si:Al, y aunque disminuye la relación Na:Al en la mezcla con mayor resistencia UCS, parece que es más por la acción de la sustitución de OPC, que por la misma fibra.

Hay que tener en cuenta, que tanto el trabajo realizado por Singhi et. al. (2016), como en éste, se asumió desde el principio, antes de hacer las probetas de suelo estabilizado, que la disolución del precursor (que en la presente investigación es la fibra de lana mineral) se realizaba de manera por lo menos parcial, en el suelo estabilizado alcalinamente. Respecto a lo último, de acuerdo con lo hecho previamente por Kinnunen et al. (2017), los cuales realizaron pruebas de solubilidad de la lana mineral en medios altamente alcalinos, encontraron que en la fibra de lana mineral se presentó una disolución de SiO<sub>2</sub> de 73%, y de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 87%. Los anteriores valores son un buen indicativo de la solubilidad de la fibra de

lana mineral en medio alcalino: Por otro lado, se debe considerar otros factores a la hora de conectar las relaciones molares, con las propiedades mecánicas de un suelo estabilizado como; tipo de mezcla, grado de compactación, etc. Además de las relaciones analizadas previamente, también jugaría un papel importante la adhesión fibra-matriz, y su relación con las propiedades mecánicas, que es lo que se analizará en la próxima sección. Como se mostrará más adelante, en imágenes por microscopía electrónica (SEM), que efectivamente la fibra si tuvo en alguna medida una disolución, cuando se mezcló con el suelo, en un medio alcalino.

### **5.11.3. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado con OPC (10.5%) y del suelo sin tratamiento**

A continuación, se presentan los resultados y análisis de SEM-EDS de las combinaciones referentes sin estabilización química, así como el suelo estabilizado con OPC al 10.5%, de acuerdo con las combinaciones seleccionadas de las mostradas en la Tabla 23.

En la Figura 68 y Figura 69, se muestran las imágenes SEM del suelo, sin tratamiento químico (B1), y suelo cemento al 10.5% de OPC (B2), respectivamente. Se puede observar en la Figura 68 a) y Figura 68 b), un suelo relativamente denso, debido a la compactación aplicada (realizado a todas las combinaciones). También se puede observar que a medida que se aumenta la resolución, (ver Figura 68 c) y Figura 68 d)), se puede ver una estructura laminar de las partículas del suelo, lo que es propio de un suelo arcilloso. Respecto a la combinación con suelo-cemento, B2; se puede observar una estructura más densa en la Figura 69: a) y Figura 69 b), con respecto a la Figura 68 a) y Figura 68 b); que es debido a la estabilización química que hace que en un suelo haya una matriz más densa. Luego se puede observar en las imágenes a más resolución de suelo-cemento (Figura 69 c) y Figura 69 d)), una fase asociada a productos de hidratación del OPC, probablemente sea el gel C-S-H (Silicato de Calcio Hidratado).

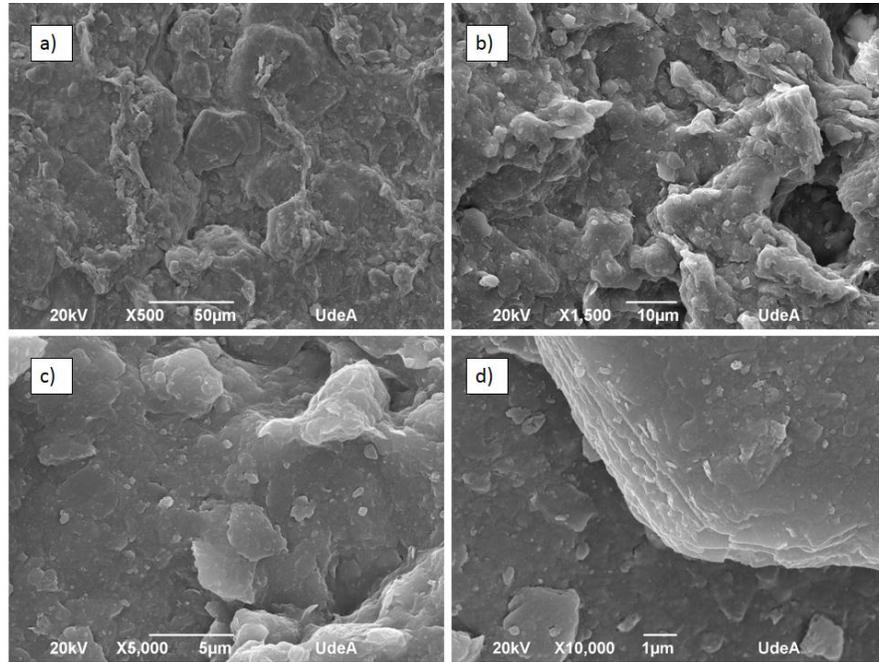


Figura 68: Imágenes SEM combinación B1 (suelo sin tratamiento).

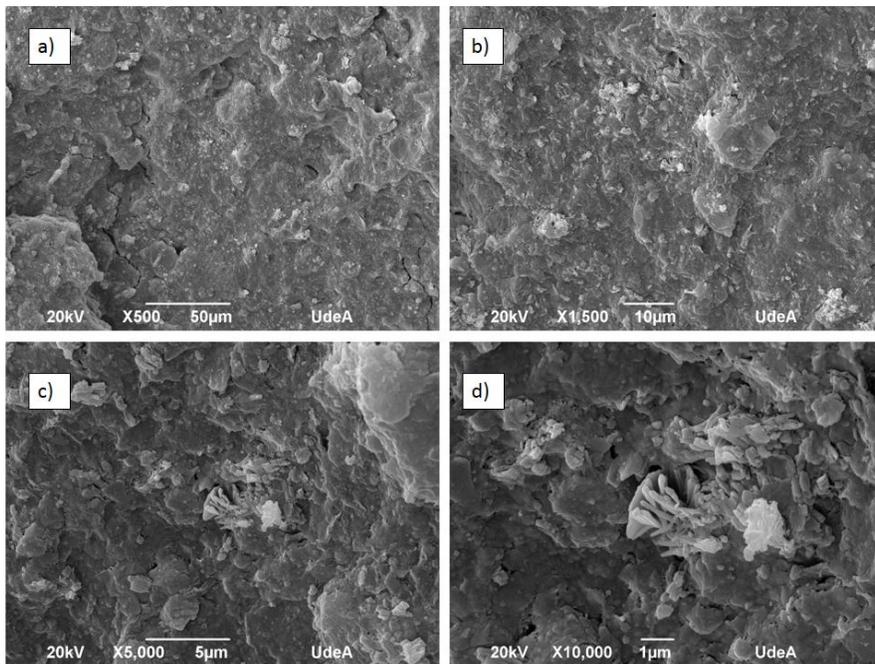


Figura 69: Imágenes SEM combinación B2 suelo-cemento (OPC=10.5%).

En la Figura 70, se muestra la zona y el espectro EDS, con los resultados de la composición química en porcentaje, que se tomó en la muestra combinación B1. De acuerdo con estos resultados, se puede observar tanto en el espectro, como en la tabla de porcentaje atómico, que los cuatro elementos químicos en su orden de mayor composición, aparte del oxígeno, son: Si (19.48%), Al (5.41%), Fe (3.33%) y Ca (1.24%); le siguen en menor medida Mg, K y Na (<1%). Estos porcentajes de elementos se asocian a los minerales identificados en el XRD del suelo sin tratamiento (ver Figura 66), que son constituyentes de las arcillas montmorillonita, illita, clorita, oligoclasa y cuarzo. Este orden en composición mayoritaria también fue encontrado en los resultados de XRF para el suelo expresado en óxidos, mostrado en la Tabla 22.

En la Figura 71, se muestra la zona que corresponde al espectro EDS de la combinación suelo-cemento, B2 (OPC=10.5%); se puede observar en la tabla de composición química que después del oxígeno los elementos de mayor a menor, en porcentaje atómico, corresponden a Si (15.20%), Ca (14.83%), Al (7.23%) y Fe (4.10%). Comparando estos resultados con los de la Tabla 22 de XRF para el cemento OPC, se puede evidenciar una similitud en el orden de mayor a menor, según el porcentaje de composición de estos elementos químicos. Es muy posible que el alto valor del Ca, detectado por el EDS en B2, sea debido a los productos de hidratación del OPC, como lo es el gel C-S-H (Silicatos de Calcio Hidratados) y calcita ( $\text{CaCO}_3$ ); este último detectado en el XRD correspondiente a B2 (ver Figura 66).

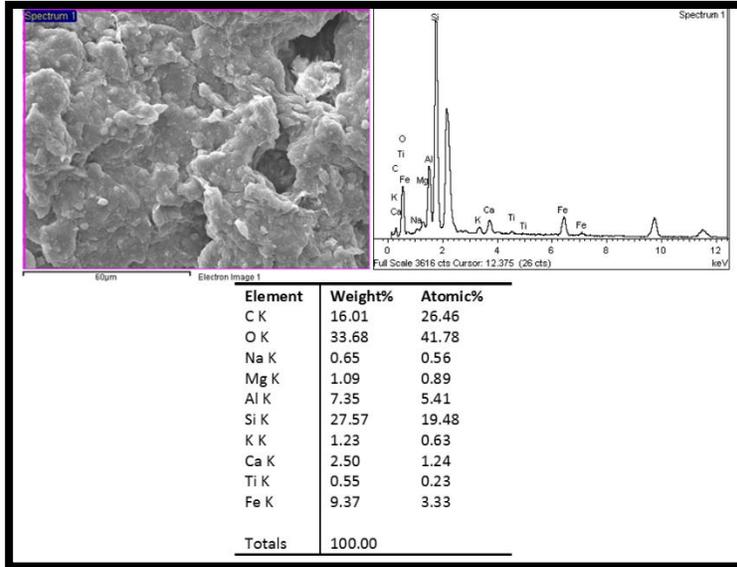


Figura 70: Espectro EDS combinación B1 (suelo sin tratamiento).

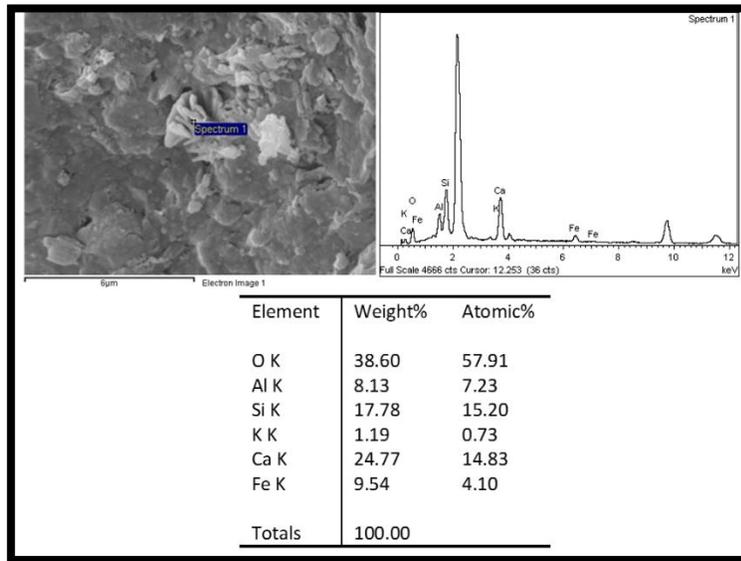


Figura 71: Espectro EDS combinación B2 suelo-cemento (OPC=10.5%).

#### **5.11.4. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (10.5%) CAA y con fibra de lana mineral (10.5%) y OPC (2.25%) CHAA**

A continuación, se muestra los resultados SEM-EDS de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (CAA), así como estabilizado con fibra de lana mineral y OPC (CHAA) con el fin de comparar el efecto de la adición del OPC al suelo estabilizado alcalinamente con fibra. Así mismo se muestran también los resultados de mapeo por EDS de la combinación de suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (10.5%) con el fin de tener una información más detallada de su composición química.

La Figura 72 corresponde a las imágenes SEM de la mezcla LM1, Suelo+CAA (Fibra=10.5%:OPC=0%), mientras que la Figura 73, corresponde a la mezcla LM-OPC2, Suelo+CHAA (Fibra=10.5%:OPC=2.25%). En la Figura 72 a) y Figura 72 b), se puede observar las fibras de lana mineral embebidas en la matriz de suelo, que por cierto, es más densa y menos porosa, que la mostrada en la Figura 68 (combinación B1), debido probablemente a la formación de productos de reacción por la activación alcalina. En la Figura 72 c) y Figura 72 d), imágenes SEM con mucho más resolución, se puede observar la superficie de la fibra, un poco rugosa, probablemente debido a la disolución alcalina de la fibra; en la Figura 72 d), se puede ver un espacio donde estuvo posiblemente una fibra embebida y que se movilizó; allí se puede observar una morfología asociada a la formación de productos de reacción, y particularmente, unos cubos diseminados por la matriz, probablemente asociado también a productos de reacción del suelo estabilizado. Esta morfología correspondería a cristales de Zeolita tipo A, indentificada previamente en el análisis XRD de la muestras de suelo estabilizadas alcalinamente. La Zeolita tipo A, también conocida como Zeolita LTA, adquiere forma de cristales cúbicos, como se ha podido observar en estudios de síntesis de geopolímeros a

través de SEM (Ríos, Williams, & Fullen, 2009; Rožek et al., 2019; Z. Zhang et al., 2012).

Por otro lado en la Figura 73 a), se puede ver una matriz mucho más densa con respecto a LM1 (Figura 72 a) y Figura 72 b), donde las fibras de lana mineral están embebidas. En la Figura 73 c) y Figura 73 d), se puede ver en la superficie de la fibra, una capa de naturaleza distinta a la fibra, incluso adherida a la misma fibra. Esta “capa cementante” probablemente sea un producto de reacción de la estabilización con CHAA. De la misma manera, se puede observar los mismos cubos de Zeolita A, observados en LM1 (ver Figura 72 d)); incluso se observan adheridos a la capa que cubre la fibra.

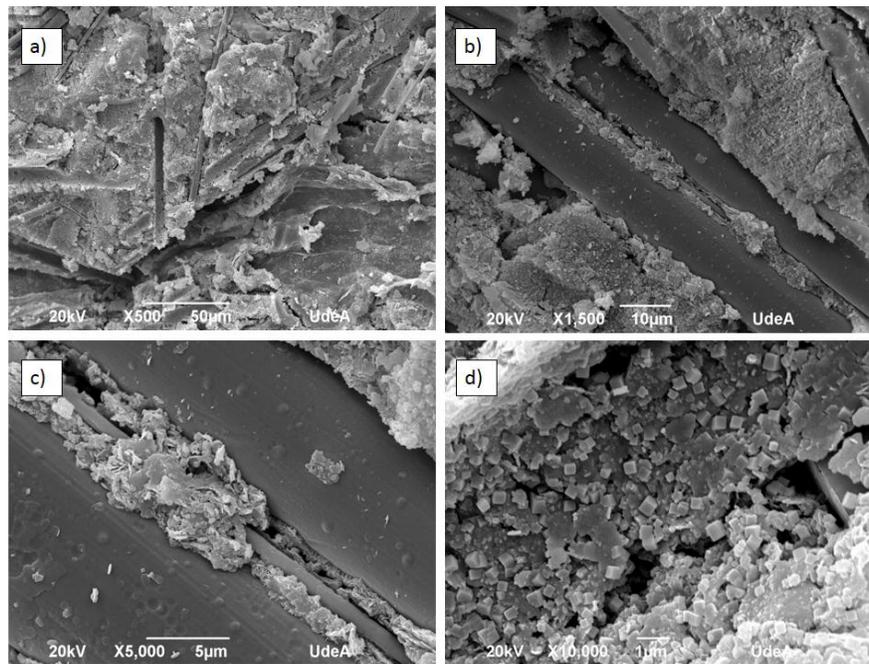


Figura 72: Imágenes SEM combinación LM1 (Fibra=10.5%; OPC= 0.0%).

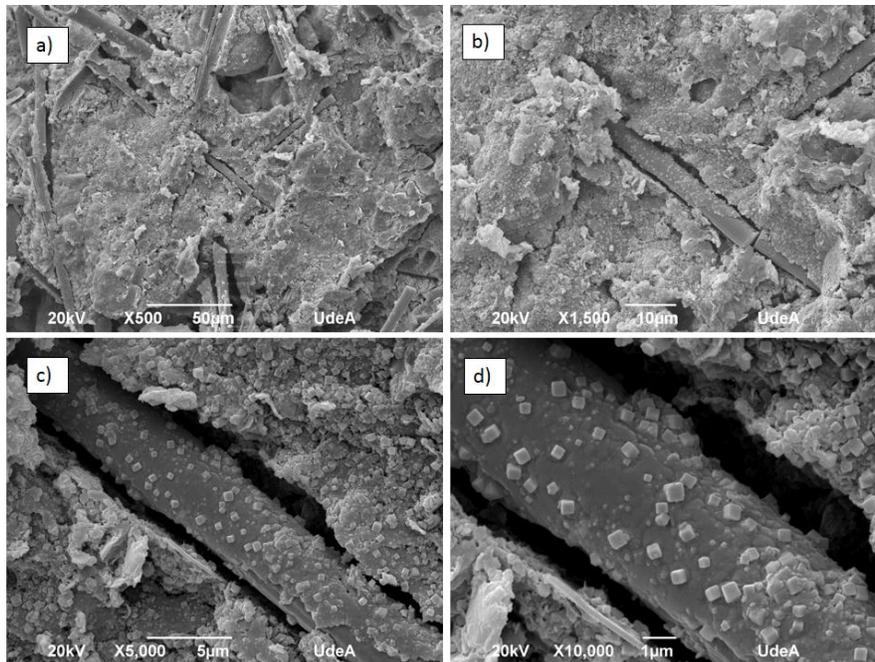


Figura 73: Imágenes SEM combinación LM-OPC2 (Fibra=10.5%; OPC=2.25%).

En la Figura 74 y Figura 75, se muestran las imágenes de la zona y espectros EDS, correspondiente tanto a LM1 como a LM-OPC2, respectivamente.

De acuerdo a los resultados EDS mezcla LM1 (Figura 74), se puede ver la composición química atómica expresada en porcentaje. Comparando estos resultados con los resultados del EDS de la mezcla B1 (ver Figura 70), se puede notar que el porcentaje de Na, ha subido de 0.56 a 3.66%; de la misma manera, el Al pasó de 5.41 a 8.58 %. El incremento en estos elementos es debido posiblemente a la adición del activador alcalino en el suelo estabilizado con fibra, que aporta tanto especies disueltas de Al como de Na. Ahora, de la misma manera comparando el EDS (Figura 75) de LM-OPC2 (Suelo+CHAA) con LM1 (Figura 74); se puede notar que sube el porcentaje de Ca de 5.40 a 9.66. Lo anterior es debido a la adición de OPC al sistema, el cual aporta Ca. También aumenta ligeramente el porcentaje de Al, Fe y Mg, que son también elementos que aporta el OPC.

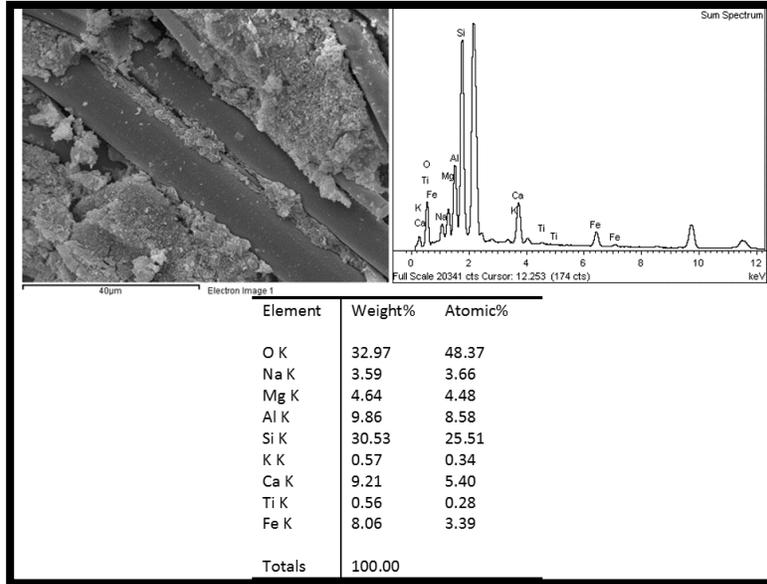


Figura 74: Espectro EDS combinación LM1 (Fibra=10.5%: OPC= 0.0%).

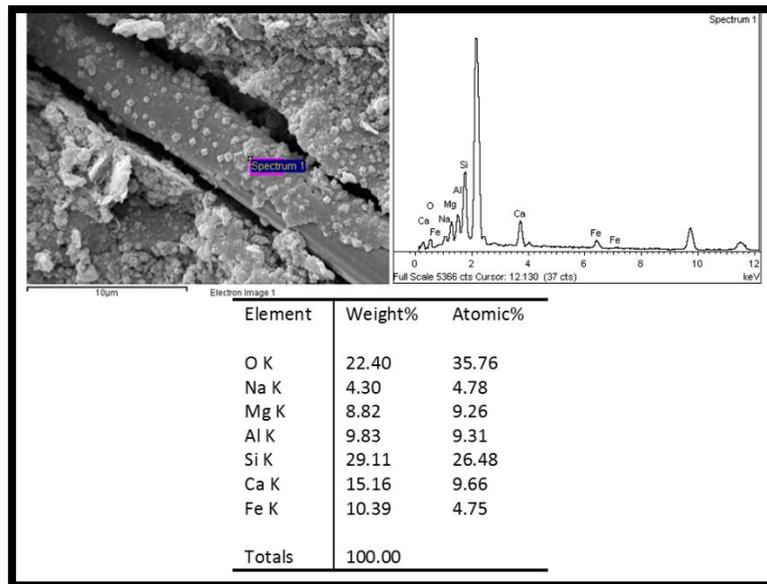


Figura 75: Espectro EDS combinación LM-OPC2 (Fibra=10.5%: OPC=2.25%)

En la Figura 76, correspondiente al mapeo EDS de la combinación LM1, se puede observar en la imagen correspondiente al Ca que este elemento está en la zona de

la fibra, lo cual quiere decir que el Ca detectado por el EDS es constituyente de la fibra; lo mismo pasa también con el Mg. El Ca al igual que el Mg, hacen parte de los elementos detectados en el EDS de la fibra hecha en la caracterización de la materia prima (ver Figura 55). Por otro lado, el Si y el Al se detecta tanto en la fibra como en la matriz, mientras que el O, Ti, K y Fe están difundidos por toda la zona. Estos últimos elementos son los aportados por el suelo, indentificados también en la XRF (ver Tabla 22), realizado al suelo sin tratamiento. Por otro lado, el Na parece estar más alrededor de la fibra; el Na es aportado más por el activador alcalino, que por la misma fibra.

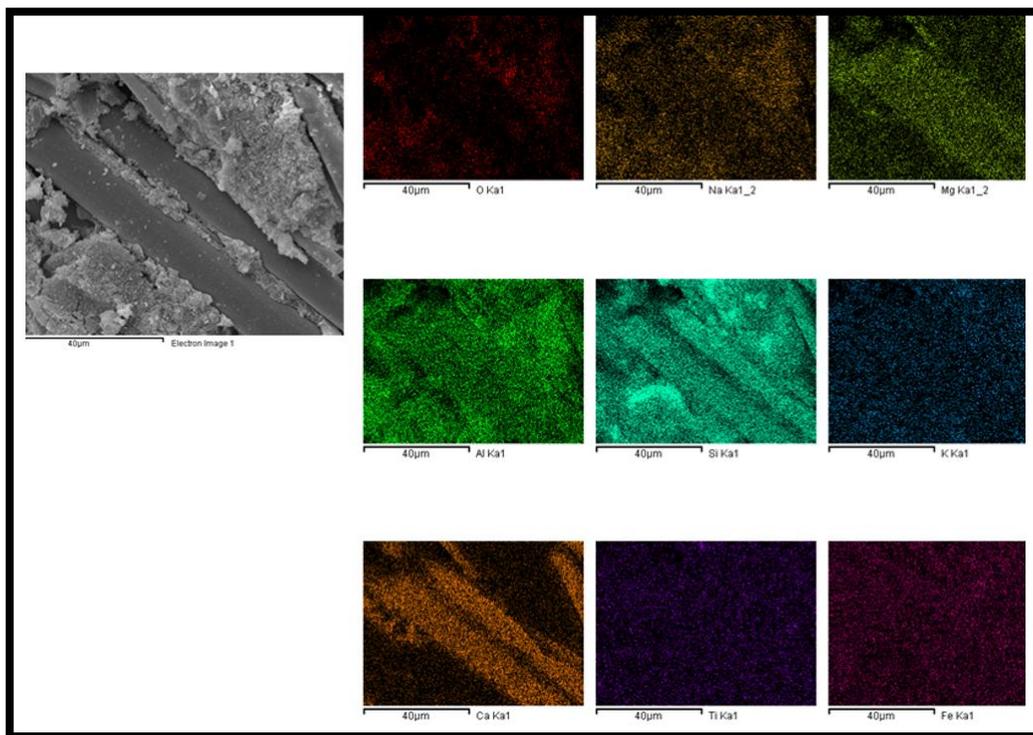


Figura 76: Mapeo EDS combinación LM1 (Fibra=10.5%: OPC= 0.0%).

**5.11.5. Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) del suelo estabilizado alcalinamente con fibra de lana mineral (12.75%) - OPC (2.25%) CHAA y con fibra de lana mineral (10.5%) - OPC (4.5%) CHAA**

A continuación se muestra los resultados SEM-EDS de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra y OPC (CHAA), con el fin de comparar el efecto de la adición de OPC, disminuyendo el contenido de fibra. Así mismo se muestran también los resultado de mapeo por EDS de la combinación de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (10.5%) y el más alto porcentaje de OPC (4.5%) con el fin de tener una información más detallada de su composición química.

En la Figura 77 y Figura 78, se muestran las imágenes SEM realizadas a las combinaciones LM-OPC3 (Fibra=12.75%:OPC=2.25%), y LM-OPC4 (Fibra=10.5%:OPC=4.5%). En la Figura 77 a) y Figura 77 b), se puede observar una matriz más densa y menos porosa, en comparación con el suelo sin tratamiento (ver Figura 68) y muy posiblemente, la formación de productos de reacción en ella; también se observa que las fibras están embebidas en la matriz de suelo. En la Figura 77 c), se puede observar una capa que cubre la fibra, muy probablemente un producto de reacción; en la Figura 77 d), se ve en la matriz los cubos mostrados anteriormente, en las imágenes SEM, correspondientes a la Zeolita tipo A.

Pasando a la Figura 78 a) y Figura 78 b), se puede observar una matriz mucho más densa y menos porosa, incluso es la más densa que se ha visto, con respecto a las imágenes SEM de suelo estabilizado alcalinamente mostrados anteriormente. Se puede observar también, que las fibras están embebidas en la matriz, y cubiertas por una capa cementante. En la Figura 78 c) y Figura 78 d), observando la matriz con mayor magnificación, se puede observar claramente productos de reacción asociados a la formación de los geles N-A-S-H y C-A-S-H, muy similares a los

observados en las imágenes SEM previas de las probetas de CHAA, Figura 59 d) y Figura 60 (c y d).

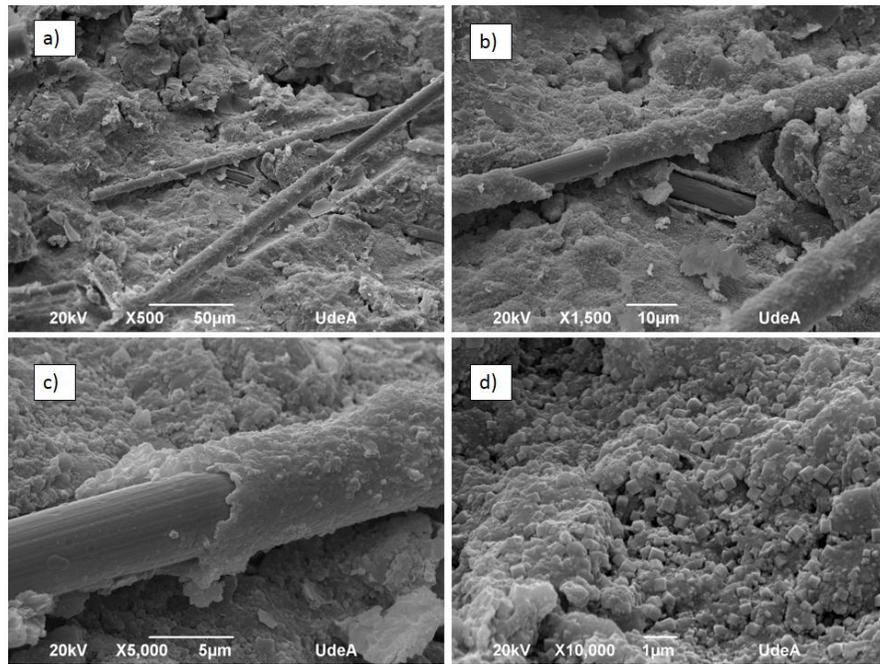


Figura 77: Imágenes SEM combinación LM-OPC3 (Fibra=12.75%; OPC 2.25%).

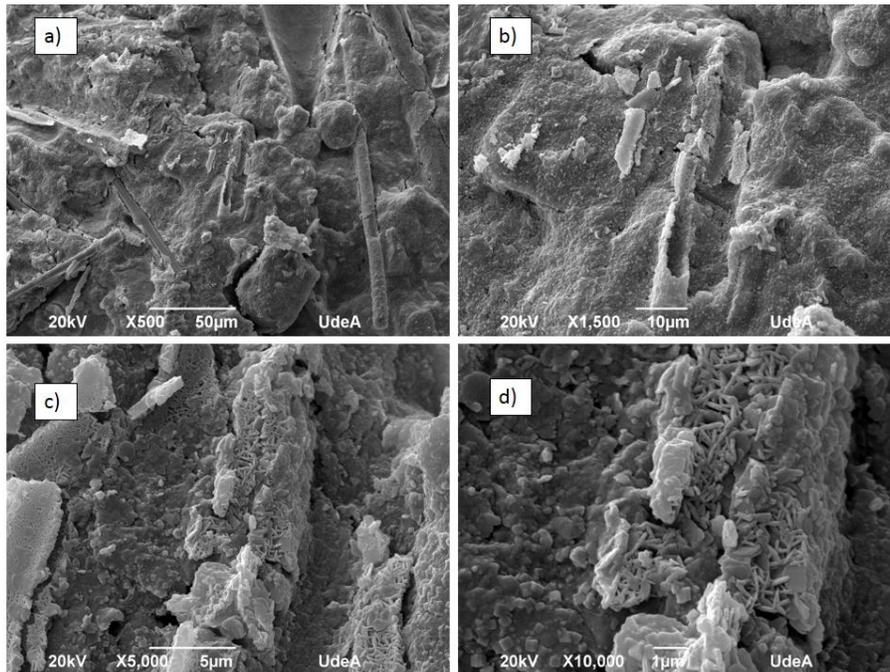


Figura 78: Imágenes SEM combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%).

En la Figura 79 y Figura 80, se muestran los resultados EDS de las mezclas LM-OPC3 y LM-OPC4, respectivamente; mientras que en la Figura 81 se muestra el mapeo EDS realizado a la mezcla LM-OPC4. En la Figura 79, se puede observar que se ha tomado el EDS en la zona sobre la superficie de una fibra. Se puede observar que no hay un cambio en los porcentajes, con respecto a LM-OPC2 (ver Figura 75), excepto en el Ca que tiene un porcentaje alto (15.07%). El anterior incremento es muy probable que sea; primero, por el contenido de Ca en un producto de reacción que hace parte de la capa cementante, que cubre la fibra y segundo, porque es debido a que el EDS toma la zona de la fibra sin recubrir, la cual está compuesta de un porcentaje considerable de Ca (21.61%, ver Tabla 22) como se mostró anteriormente. Por otro lado, en la Figura 80 (LM-OPC4) se puede observar el EDS tomado en la zona sobre la matriz, que el porcentaje de Na se ha incrementado con respecto a LM-OPC2 (ver Figura 75), ya que pasa de 4.78 a 9.67%; de igual manera se ve un incremento ligero de Al (de 9.31 a 10.54%). Los anteriores incrementos se deben al aporte de estos elementos por parte del activador alcalino.

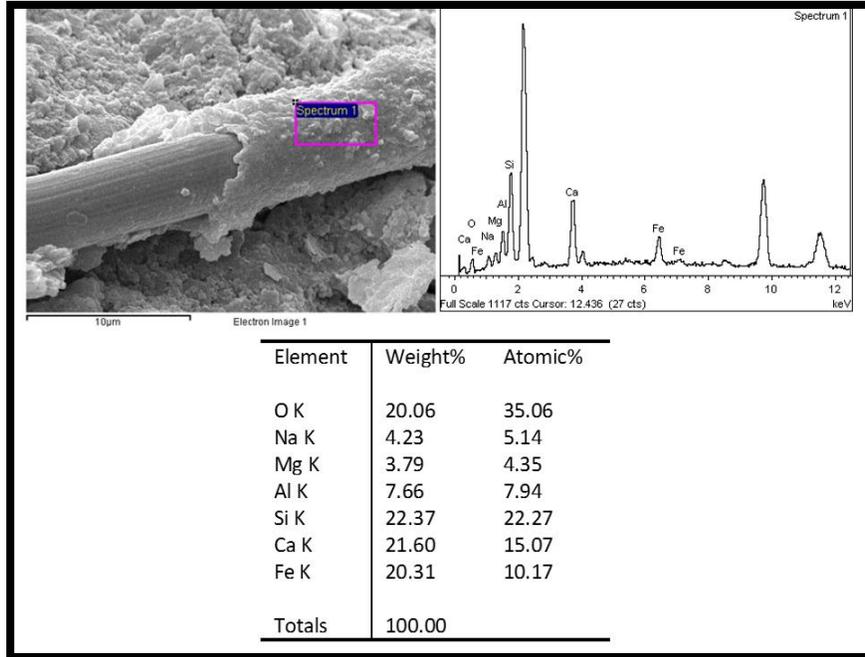


Figura 79: EDS combinación LM-OPC3 (Fibra=12.75%; OPC 2.25%).

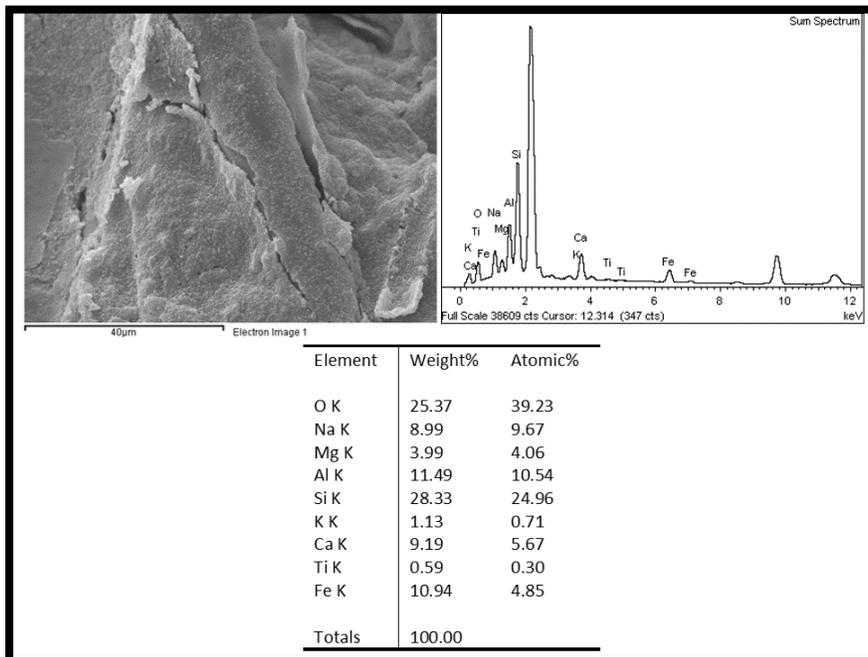


Figura 80: Espectro EDS combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%).

La Figura 81 corresponde al mapeo de composición EDS de la Figura 80 (LM-OPC4). Allí se puede observar que el Ca está más concentrado en la fibra embebida en la matriz que en el resto de la zona del mapeo; igualmente ocurre con el Mg. Como se dijo anteriormente, estos elementos son constituyentes de la fibra, aunque el Ca también puede ser constituyente de un producto de reacción sobre la matriz, como lo es el gel C-A-S-H. El Al y el Si se observaron con mayor concentración en la matriz que en la fibra, lo cual probablemente indicaría que son elementos constituyentes de una matriz cementada por productos de reacción. El Na estaría más concentrado en la matriz. Por último, se puede observar que el O, K, Ti y Fe están diseminados por toda la zona, lo cual mostraría que estos elementos son propios de los minerales constitutivos del suelo en estado natural (ver Tabla 22).

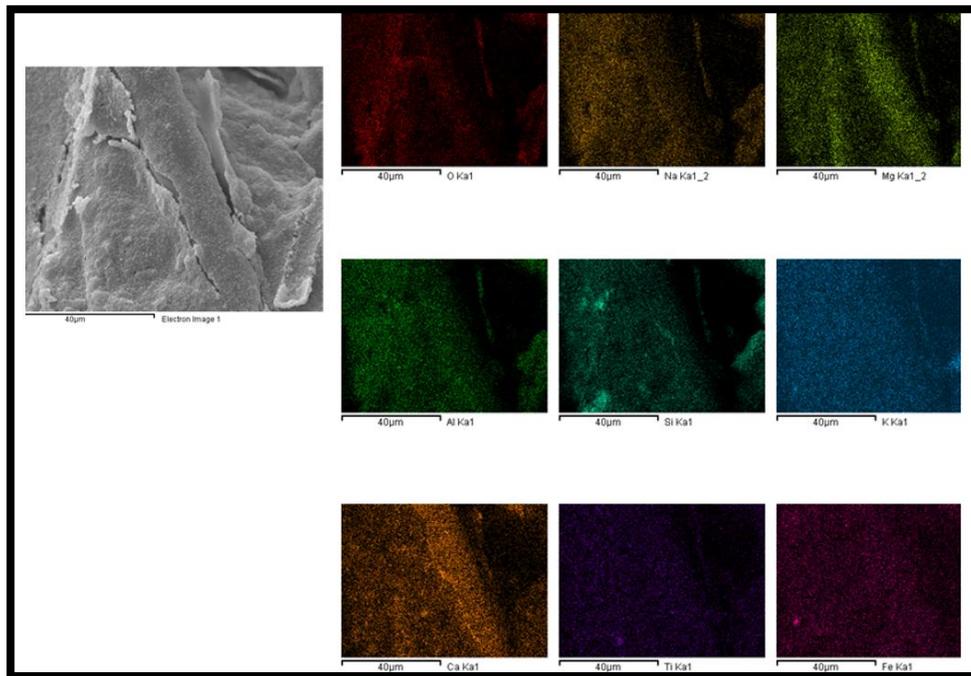


Figura 81: Mapeo EDS suelo combinación LM-OPC4 (Fibra=10.5%; OPC=4.5%).

#### **5.11.6. Discusión de los resultados SEM de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

De acuerdo a lo observado en las imágenes SEM, comparando las imágenes SEM de B1, suelo sin tratamiento B1 (ver Figura 68) y LM1 (ver Figura 72); se pudo observar que la estabilización alcalina con fibra de lana mineral hizo que el suelo tuviera una estructura más densa y más homogénea, en donde se observan las partículas más unidas. La inclusión de fibra de lana mineral al suelo, y la activación alcalina mediante la adición de una solución alcalina ( $\text{NaOH} + \text{NaAlO}_2$ ), hace que el suelo tenga este cambio en su microestructura, lo cual indicaría la formación de una estructura conocida como geopolímero. De manera similar Elkhebu et al. (2019), observó una estructura más densa mediante SEM, en un suelo estabilizado con ceniza volante con adición de fibras de polipropileno (PP) y activada con hidróxido de sodio. Según los autores, el cambio en la matriz del suelo se debe a la recondensación de partículas disueltas y a la formación de estructuras amofas o semicristalinas. Estas estructuras que son de cadena entrecruzadas y tridimensionales, se asocian a la formación de un gel que se conoce como geopolímero (Elkhebu et al., 2019).

De igual manera, Zhang et al. (2013) observaron una matriz con estructura más homogénea en un suelo estabilizado con metacaolín y activado alcalinamente con una solución alcalina de hidróxido de sodio y silicato de sodio, con respecto a un suelo sin tratamiento. Ellos reportaron incrementos tanto en resistencia UCS, como en el módulo tangente, y explican que estos incrementos son debido al alto grado de unión de las partículas del suelo y la formación de una microestructura más compacta con la estabilización alcalina; lo cual repercute en las propiedades del suelo estabilizado, como: mayor ganancia, resistencia y rigidez y menor deformación por contracción, debido a que se desacelera la evaporación del agua a través del poro del suelo (M. Zhang, Guo, El-Korchi, Zhang, & Tao, 2013b).

De acuerdo a lo anterior y a las imágenes SEM mostradas en el presente trabajo, se puede decir que la estabilización alcalina del suelo mezclado con fibra de lana mineral (Suelo+CAA), mejoró notablemente la estructura de la matriz,

repercuentiendo en un incremento en la resistencia del suelo, como se mostró con los resultados de resistencia UCS y módulo secante  $E_{50}$ .

Por otro lado, observando las imágenes de las combinaciones de la serie LM1 (ver Figura 72) con respecto al suelo sin tratamiento B1 (ver Figura 68), se puede observar como las fibras están embebidas en la matriz, lo cual puede haber ayudado a mejorar las propiedades del suelo estudiadas. Al respecto, Elkhebu et al. (2019) observaron mediante imágenes SEM, que la interacción entre las fibras de polipropileno (PP) y el gel de geopolímero en la matriz del suelo, contribuyeron a incrementar la resistencia a compresión del suelo; debido a que en las fibras, se transfieren los esfuerzos de corte a que están sometidas las partículas del suelo, cuando son sometidas a esfuerzos de tracción. Adicionalmente, anotaron los autores que con la adición de fibra PP se produjo una mejor resistencia residual (post-peak) a una tasa mayor a 1.5% de deformación.

Por otro lado, Pourakbar et al. (2017) estudiaron la estabilización alcalina de un suelo utilizando ceniza de palma de aceite (POFA), fibra de wollastonita, y solución activadora de hidróxido de sodio (NaOH) o de potasio (KOH). Observaron mediante SEM que la microfibra cumple un doble papel en la estabilización alcalina de un suelo; que es ser a la vez un material de refuerzo y un precursor para generar un geopolímero. Ellos explican que la adición de la microfibra por su forma acicular, actúa en el suelo de manera similar a como lo hacen las raíces de una planta en el suelo en términos de distribuir los esfuerzos sobre un área más amplia; y por tanto, inhibe la propagación de las fisuras, incrementando así la resistencia del suelo (Pourakbar, Asadi, Huat, Cristelo, & Fasihnikoutalab, 2017).

En este mismo sentido, las fibras de lana mineral actúan también como precursor y como material de refuerzo. Como se mostró en la caracterización de la materia prima en el presente trabajo, la fibra puede ser definida como una microfibra, ya que el diámetro de las fibras en su estado natural y después de hacerle un tratamiento de molienda, no superaban las 18 micras de diámetro y 80 micras de longitud (ver Figura 54). Además, de acuerdo a las imágenes SEM de las combinaciones de estabilización del suelo con fibra sin adición de OPC LM1 (ver

Figura 72)), y suelo más fibra y adición de OPC; LM-OPC2 (ver Figura 73), LM-OPC3 (ver Figura 77) y LM-OPC4 (ver Figura 78) (Suelo+CHAA), se puede observar que la fibra de lana mineral puede actuar como refuerzo del suelo, al estar embebida en la matriz, ayudando a inhibir la propagación de grietas bajo esfuerzos.

Respecto a la función de la fibra de lana mineral puede ser un material precursor para la generación de geopolímero, se pudo constatar de acuerdo a lo observado en las imágenes SEM que la fibra se disolvió parcialmente, tanto la parte de la fibra disuelta así como las partículas de fibra enteras disueltas; contribuyeron como fuente de especies disueltas tanto de Si como de Al. Por otro lado, las partículas que no se disolvieron, o al menos se disolvieron parcialmente, quedaron como fibras embebidas en la matriz, sirviendo así como material de refuerzo en el suelo.

Retomando el trabajo de Pourakbar et al. (2017), los autores encontraron, de acuerdo a imágenes SEM, que muy posiblemente la fibra de wollastonita haya sido fuente de Si, de manera que también al igual que la ceniza de palma de aceite (POFA), haya sido fuente de aluminosilicatos (material precursor). Además, agregan que el Si disuelto de la superficie de la micro-fibra, pudo haber contribuido a la formación del gel de aluminosilicato (geopolímero), incrementando así la densidad del enlace Si-O-Si. Adicionalmente, agregan que el mismo Si presente en la superficie de la fibra, también pudo haber formado una especie de capa alrededor de la fibra cubriéndola firmemente y la cual ayudaría en reforzar uniones fibra-matriz. Tales interacciones fibra-matriz, contribuirían a restringir el movimiento relativo entre las fibras y las partículas del suelo, cuando la matriz es sometida a esfuerzos.

En esta misma línea de discusión, se pudo observar en las imágenes SEM de las mezclas de Suelo+CHAA; LM-OPC2 (ver Figura 73), LM-OPC3 (ver Figura 77), y LM-OPC4 (ver Figura 78), una capa o recubrimiento alrededor de la fibra de lana mineral la cual, podría haberse formado a partir de productos de reacción. En particular se pudo observar en las imágenes SEM de LM-OPC2 (ver Figura 73 c) y Figura 73 d)); sobre la capa que cubre la fibra cubos adheridos a ellas. La adhesión

de esta capa a la fibra y su morfología o rugosidad superficial, puede ser clave para entender la interacción fibra-matriz y su relación con el aumento en la resistencia del suelo en las mezclas de Suelo+CHAA. Al respecto Tang et al. (2010), investigó la interacción entre fibra-matriz en el suelo cementado con OPC y reforzado con polipropileno (PP). Encontraron que la inclusión de OPC, mejoró en el suelo reforzado el pico de resistencia interfacial (Interfacial Peak Strength, IPS) y la resistencia residual interfacial (Interfacial Residual Strength, IRS). Explican que esto es debido a que; primero, la adición de OPC ayuda a formar una matriz más compacta, lo cual restringe el reorganizamiento de las partículas en la interface e incrementa el contacto efectivo interfacial; y segundo, los productos de hidratación que cubren la superficie de la fibra, mejoran significativamente las características de unión interfacial, ya que incrementan la fuerza de anclaje y el coeficiente de fricción entre fibra-suelo (Tang et al., 2007). De acuerdo a lo anterior, se puede afirmar entonces que la adición de OPC al sistema Suelo+Fibra (lana mineral) + Activador, mejora las propiedades mecánicas en la interfaz fibra-matriz, lo que implica un incremento en la resistencia del suelo, mucho mayor que el sistema Suelo+Fibra (lana mineral) + Activador (sin adición de OPC).

#### **5.11.7. Discusión de los resultados EDS de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente con fibra (CAA) y con fibra y OPC (CHAA)**

De acuerdo a los resultados de Espectroscopía de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS), se mostró la variación en puntos o zonas de la composición química de suelo estabilizado, tanto con CAA (LM1) como con CHAA (LM-OPC2, LM-OPC3, LM-OPC4) y se compararon también con los blancos, suelo sin tratamiento (B1), como con suelo-cemento con 10.5% (B2). Para mayor comprensión a la hora de hacer el análisis, se muestra un promedio de la composición química de los elementos principales que pueden influir en las propiedades del suelo estabilizado. Se tomaron los promedios, de acuerdo a dos ensayos EDS por cada combinación. En la Tabla 25 se muestran los resultados de los promedios de los porcentajes químicos, tomados del análisis EDS.

Tabla 25: Porcentaje promedio atómico de combinaciones suelo estabilizado de acuerdo con las porciones tomadas del ensayo EDS.

Mezcla	Componentes de mezcla (%)			Elemento (%)			
	Suelo	Fibra	OPC	Si	Al	Na	Ca
<b>B1</b>	100.00	0.00	0.00	19.5	5.4	0.6	1.2
<b>B2</b>	89.50	0.00	10.50	18.8	7.5	0.4	11.7
<b>S1</b>	89.50	10.50	0.00	24.1	6.3	3.6	0.3
<b>S5</b>	87.25	10.50	2.25	29.6	9.4	6.9	5.4
<b>S6</b>	85.00	12.75	2.25	25.9	9.3	9	8.5
<b>S7</b>	85.00	10.50	4.50	29.7	13.3	9.4	3.1

De acuerdo a la Tabla 25, se puede observar el incremento de Si, Al, Na y Ca de las mezclas de suelo estabilizado alcalinamente (Suelo+CAA ó Suelo+CHAA), comparados estos elementos con respecto a B1 (suelo sin estabilizar); así como también se puede ver un incremento de Al y Na, de las combinaciones de suelo estabilizado alcalinamente, con repesto al suelo-cemento.

Comparando LM1 (Suelo+CAA) con B1, se puede observar el incremento de Si, Al, Na; ahora comparando LM-OPC2, LM-OPC3 y LM-OPC4 (Suelo+CHAA), además de los valores altos mencionados, también sube el porcentaje de Ca. El incremento del Ca, es debido al aporte que hace el OPC en Ca al sistema de suelo estabilizado. Caso aparte, es el de la combinación B2 que tiene el contenido de Ca más alto debido al aporte que trae consigo la adición de OPC en silicatos y aluminatos de Ca antes de mezclarse con el suelo.

En particular, el incremento tanto de Si como de Al, podría dar un indicio de la formación de estructuras o geles de geopolímero; como también, podrían dar una señal del tipo de enlace químico formado dentro de estas estructuras, las cuales determinan en gran medida la resistencia de cementante alcalino. Adicionalmente, la detección del incremento del Ca, en el suelo estabilizado alcalinamente, abre la posibilidad de que éste haya jugado un papel importante en la construcción de estas estructuras o geles, que también se conocen como productos de reacción alcalina.

Cabe recordar el mecanismo de formación del gel de geopolímero, que básicamente se divide en tres partes que son: disolución, precipitación-gelación y cristalización-endurecimiento (Duxson et al., 2007). El proceso comienza con la destrucción de los enlaces covalentes de Si-O-Si, Al-O-Al y Al-O-Si del material rico en auluminosilicatos, por la alta concentración de iones hidroxilo OH<sup>-</sup> (del activador alcalino). A la vez, los cationes alcalinos (comunmente Na<sup>+</sup> o K<sup>+</sup>) que son aportados según el tipo de activador que se use, actúa en la formación de la estructura polimérica, balanceando el exceso de carga negativa, debido a la modificación del número de coordinación de Al, en la fase de disolución. Finalmente, los productos de reacción (gel N-A-S-H, o dado el caso, también el gel C-A-S-H), precipitan y se reorganizan en una más estable y ordenada estructura de enlaces Si-O-Al y Si-O-Si (Rios, Cristelo, da Fonseca, & Ferreira, 2016).

Respecto al tipo de enlace, Pouroblas et al. (2018), afirmaron de acuerdo a los análisis EDS de muestras de geopolímero, que la relación Si:Al es críticamente importante en la geopolimerización y comportamiento de los productos de geopolímero. Ellos explican con base en estudios previos que los enlaces Si-O-Si, son más fuertes que los enlaces Si-O-Al y Al-O-Al; por eso se esperaría que un incremento de la relación Si:Al en muestras de geopolímero (detectado por EDS), se relacionaría con el incremento de resistencia de tales muestras, debido a que se aumenta la densidad de los enlaces Si-O-Al, por el incremento de la relación Si:Al (Pourabbas Bilondi, Toufigh, & Toufigh, 2018). De igual manera, Pourakbar et al. (2017), concluyeron que el Si disuelto de la superficie de la fibra de wollastonita en el suelo estabilizado alcalinamente, contribuiría a la formación de enlace Si-O-Si, el cual intensificaría la adhesión y fuerza de anclaje de la interfaz fibra-matriz, lo cual mejoraría notablemente el desempeño mecánico del suelo. Teniendo en cuenta lo anterior y de acuerdo a lo observado en la Tabla 25, donde se pudo observar el aumento de Si en todas la muestras de mezclas de suelo estabilizado, con respecto a B1, especialmente en las combinaciones LM-OPC2 y LM-OPC4; se puede decir entonces que el incremento de Si trajo como consecuencia, una relación de incremento Si:Al, en el suelo estabilizado con CHAA, y por tanto, un

incremento de resistencia del suelo; ya que estas dos combinaciones, presentaron notables incrementos de resistencia con respecto a las otras mezclas.

Respecto al papel del Ca en la formación de fases o productos de reacción, Yip et al. (2005) sugieren, de acuerdo a los resultados obtenidos a partir de analizar un geopolímero a partir de escoria metalúrgica granulada de alto horno (GGBFS), que el Ca disuelto de la superficie de GGBFS, precipitaría en un medio alcalino como  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ; por otro lado el Ca que no se precipitara en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , precipitaría en cambio, formando C-S-H (Silicato de Calcio Hidratado), en dirección a formar un gel de aluminosilicato basado en Ca (C-A-S-H) (Yip et al., 2005). En esta misma dirección, Phummipahn et al. (2016) investigaron la estabilización de un suelo laterítico utilizando como precursor ceniza volante (FA) y una solución alcalina de hidróxido de sodio, más silicato de sodio ( $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). De acuerdo a los resultados, ellos sugieren que  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  disuelve el Ca presente en FA y éste a su vez, se precipita en el gel C-S-H; adicionalmente, plantean la coexistencia tanto del gel C-S-H como del gel N-A-S-H (Phummipahn et al., 2016). También, Pourakbar et al. (2017), en su trabajo, agregan que el mejoramiento del desempeño mecánico de suelo estabilizado con POFA y fibra de wollastonita, podría deberse también al aporte de Ca disuelto desde la superficie de la fibra de wollastonita; el cual es incorporado en la matriz del suelo activado alcalinamente. Añaden los autores, que los iones de Ca, proporcionan unos sitios de nucleación extra para la precipitación de especies disueltas que contribuyan a la formación de gel C-A-S-H, aparte de la formación del gel N-A-S-H. A similar conclusión llegaron Singhi et al. (2016) al estabilizar un suelo con GGBFS en medio alcalino.

Teniendo en cuenta lo anterior, se puede decir que la fibra de lana mineral, podría ser fuente de Ca disuelto, además de ser fuente de aluminosilicatos, como material precursor; y podría contribuir a la formación del gel C-A-S-H. Como se mostró en la caracterización de la materia prima en el presente trabajo, la fibra de lana mineral posee un alto contenido de Ca (21.6% de CaO) de acuerdo a los resultados de Fluorescencia de Rayos X (XRF) que se mostraron en la Tabla 22. Por tanto, es muy probable que en la fibra activada alcalinamente por la solución de

aluminato de sodio más hidróxido de sodio ( $\text{NaAlO}_2 + \text{NaOH}$ ); al disolverse, además de aportar las especies Al y Si, también aportaría Ca. Por otro lado, es factible que tanto el Ca disuelto de la superficie de la fibra como el Ca disuelto aportado por el OPC, propiciaría productos de reacción, como el gel C-A-S-H, en coexistencia del gel N-A-S-H, para intensificar las uniones en la interfaz fibra-matriz trayendo como consecuencia que se incrementara la fuerza de aclaje fibra-suelo, y por tanto, de la resistencia mecánica del suelo. Esta “capa cementante” se pudo notar más, cuando se adicionó más contenido de OPC, como se puede observar en las imágenes SEM del suelo estabilizado alcalinamente con adición de OPC: LM-OPC3 (ver Figura 77), y LM-OPC4 (ver Figura 78), comparándolas con la imagen mostrada del suelo estabilizado alcalinamente sin adición de OPC, LM1 (ver Figura 72). En particular, en la combinación LM-OPC4, se puede observar que algunas fibras de lana mineral están totalmente cubiertas con la capa cementante.

## VI. CONCLUSIONES

El suelo proveniente de la región de Urabá, departamento de Antioquia (Colombia), se clasificó como una arcilla inorgánica de alta plasticidad (CH), de acuerdo con el Sistema de Clasificación Unificada de Suelos, USCS. Adicionalmente, se encontró mediante XRD la presencia de minerales arcillosos como la montmorillonita y la illita; además de minerales como el cuarzo, clorita y oligoclasa. Las características físicas y químicas del suelo analizado, lo hacen susceptible a altas deformaciones plásticas y a cambios volumétricos debido a los ciclos de expansión-contracción por cambios de humedad.

Se pudo mostrar que el Act.1 (Na:Al=1,3) y el Act.2 (Na:Al =1,8) con una relación Si:Al constante de 1.9 y la adición de OPC tienen un efecto significativo en el incremento de la resistencia UCS a los 33 días de curado, llegando a obtenerse la máxima resistencia en el nivel de 15% de OPC con el uso del activador 2 (Act.2) (12.3 MPa).

En los productos de reacción de CHAA, a los 33 días de curado se identificó, mediante XRD, fases asociadas a la formación de geopolímero como los geles N-A-S-H, C-A-S-H y zeolita tipo Y, así como otros productos de reacción alcalina como el C-S-H, calcita, portlandita, hidrotalcita e hidroandradita. Esta última fase no se ha reportado hasta ahora en los trabajos previos de sistemas activados alcalinamente con fibra de lana mineral, lo cual lo hace un hallazgo novedoso. Mediante ensayos SEM, se pudo observar la morfología de productos de reacción tales como los geles N-A-S-H y C-A-S-H, asociados a la formación de un geopolímero. Igualmente, mediante EDS se pudo corroborar el control de la relación molar Na:Al entre las muestras, de acuerdo al tipo de activador alcalino usado.

En cuanto a los resultados de resistencia a los 28 días, las resistencias UCS del suelo y del suelo-cemento fueron de 0.20 y 3.18 MPa, respectivamente. La mayor resistencia alcanzada del suelo estabilizado con CAA fue de 0.9 MPa, para un contenido de fibra de lana mineral 15%, mientras que la mayor resistencia de suelo

estabilizado con CHAA fue de 1.7 MPa, para un 10.5% de fibra y 4.5% de OPC. Así mismo, se pudo observar que en el suelo estabilizado alcalinamente, la adición de OPC tiene un efecto mayor en el incremento de la resistencia UCS, mientras que la adición de fibra de lana mineral tiene un mayor efecto en el incremento de la ductilidad. La mezcla de suelo estabilizado alcalinamente que presentó la mejor relación entre resistencia UCS y ductilidad, fue la mezcla correspondiente a la combinación de fibra de 10,5% y OPC de 2,25%.

Se pudo mostrar un incremento considerable del CBR del suelo cuando fue estabilizado con el CHAA, pasando de un valor de 3% (suelo sin tratamiento), a un CBR de 133% (suelo+CHAA).

De acuerdo al modelo estadístico del diseño de mezcla del suelo estabilizado alcalinamente, se pudo predecir una mezcla con mayor resistencia UCS para un porcentaje de OPC de 3.7% y de 15.0% de fibra de lana mineral, lo cual representaría una disminución de 0.8% de OPC con respecto al máximo nivel evaluado de OPC.

Mediante análisis XRD del suelo estabilizado alcalinamente se pudo identificar además de las fases del suelo sin estabilizar mencionadas anteriormente; una fase asociada a la formación de geopolímero (Zeolita tipo A) así como la indentificación de calcita. También se pudo observar una disminución en el pico principal de la montmorillonita, tanto en las muestras de suelo activado alcalinamente, como en el suelo-cemento.

Respecto a las relaciones molares, se pudo observar que aumentos en la relación Na:Al, así como la disminución de la relación Agua/(Fibra+OPC), aumentan la resistencia UCS.

Mediante SEM se pudo indentificar una morfología asociada a productos de reacción alcalina, específicamente a los geles N-A-S-H y C-A-S-H, similares a los observados en las muestras de cemento híbrido activado alcalinamente (CHAA). El suelo estabilizado alcalinamente mostró una matriz más densa y menos porosa, así como la formación de una capa cementante adherida a las fibras, cambiando la superficie de la fibra, de lisa a rugosa. Este cambio, en la morfología superficial de

la fibra, incrementaría las uniones en la interfaz fibra-matriz, mejorando así las propiedades mecánicas del suelo reforzado.

Los análisis EDS mostraron mayor contenido atómico de Si y Al en la matriz del suelo estabilizado alcalinamente, lo que indicaría la formación de enlaces tipo Si-O-Si y Si-O-Al, en las estructuras de los geles de geopolímero. Adicionalmente, se observó mayor porcentaje atómico de Ca, lo cual posiblemente sugiere la formación del gel C-A-S-H en coexistencia con el gel N-A-S-H.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo, sugieren un material sostenible en la estabilización de suelo, aprovechando un residuo industrial generado en la región (Valle del Aburrá) y materia prima local, evitando la generación de RCD, generados a partir de suelos de excavación.

## VII. RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS

- Se recomiendan ensayos adicionales de caracterización química, como Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (MAS-NMR), con el fin comprender y establecer la estructura química del geopolímero formado a partir de la activación alcalina de la fibra de lana mineral. De igual manera, se recomiendan ensayos de calorimetría para conocer el efecto en la cinética de la reacción del OPC en el cemento híbrido activado alcalinamente.
- Respecto al suelo estabilizado alcalinamente con fibra y OPC, se recomienda evaluar las propiedades mecánicas como la resistencia a compresión inconfiada, más allá de edades de 28 días, así como productos de reacción, mediante ensayos de caracterización química; con el fin de conocer la evolución de estos productos y su relación con las propiedades mecánicas.
- Respecto al diseño factorial realizado en este trabajo, se recomienda planear ensayos de superficie de respuesta, en rangos menores de los factores realizados en el presente trabajo, con fin de tener modelos más ajustados que ayuden a comprender mejor el sistema Fibra-OPC-Activador. Se deja como propuesta realizar diseños de experimentos de superficie de respuesta (como por ejemplo un diseño de experimentos de Box-Behnken), en donde se evalúe en regiones más estrechas del sistema Activador-OPC, y se pueda llegar a un modelo cuadrático ajustado.
- Frente a futuros diseños de experimentos de mezclas de suelo estabilizado alcalinamente con fibra y OPC, se sugiere realizar experimentos donde se evalúen distintos tipos de activadores alcalinos, así como a distintas

relaciones Activador/Fibra+OPC, para conocer mejor el efecto del activador en el sistema Suelo-Fibra-OPC.

## VIII. ANEXOS

### Anexo A: Validación modelo diseño factorial

A continuación, se muestra las pruebas que validan el modelo de efectos fijos, con el cual se realizó el análisis de varianza ANOVA. Como se explicó en la metodología, se debe cumplir tres supuestos para que el modelo sea verídico, que son: normalidad, independencia y varianza constante. Se muestra tres gráficas juntas, donde se inspecciona visualmente los cumplimientos de estos tres supuestos, para luego mostrar en una tabla el resumen de tres pruebas analíticas que validan dicho modelo.

La Figura A1 muestra tres gráficas que comprueba visualmente si los datos (residuales) siguen una distribución normal o no. Se puede observar en la Figura A1-a) que los puntos tienden a quedar alineados sobre una línea recta, además están acotados sobre dos líneas puntadas, que representan un intervalo de confianza del 95%; por tanto, se puede decir que los datos siguen una distribución normal. La Figura A1-b) muestra la varianza de los residuales respecto a los valores ajustados o predichos. Se puede observar que los estos puntos se distribuyen de manera aleatoria sobre la línea recta, y no siguen un patrón de “embudo”, lo cual indica que los datos cumplen el supuesto de varianza constante. Finalmente, la Figura A1-c) muestra los residuales respecto al orden de ejecución de los datos experimentales; en esta se puede observar que los puntos no siguen un patrón sobre la línea lo cual indica que los residuales no están correlacionados en el tiempo; por tanto se garantiza la independencia en el tiempo.

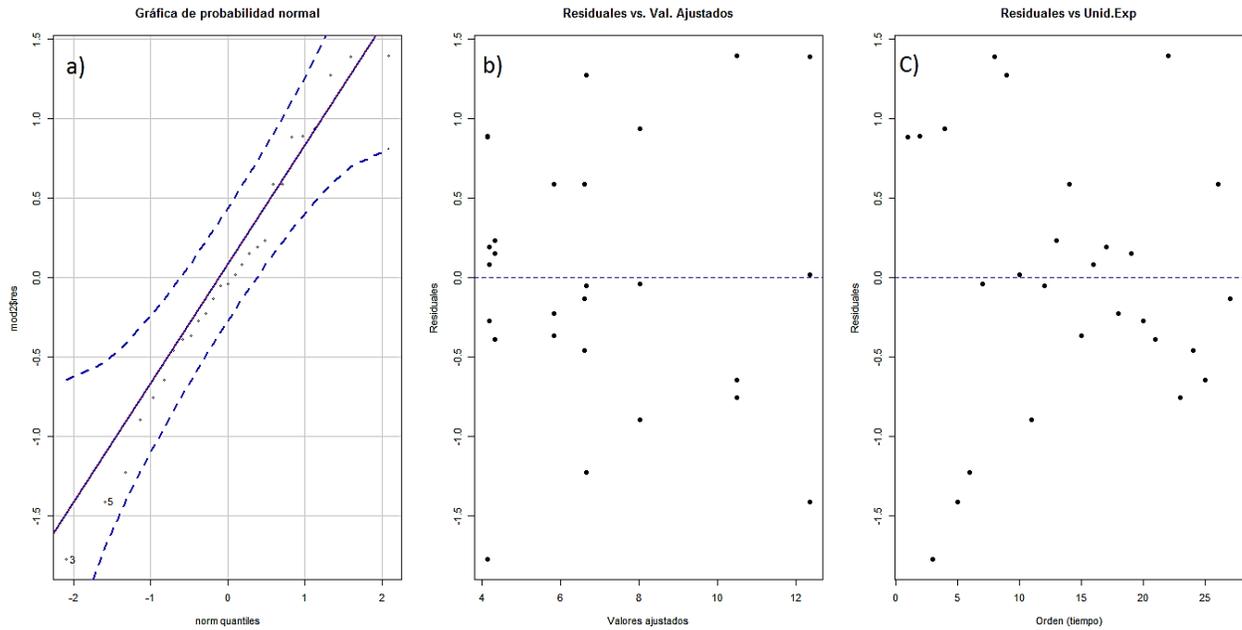


Figura A1: Gráficas de validación de los supuestos del modelo datos CHAA; a) Gráfica de probabilidad normal, b) Gráfica residuales vs Valores ajustados, c) Gráfica Residuales vs. Orden (tiempo).

El análisis anterior se confirma con los resultados de las pruebas analíticas para la validez de los supuestos. En la Tabla A1, se muestra las tres pruebas que se realizaron para evaluar; en su orden, la normalidad, varianza constante e independencia de los datos. Se muestra el valor del estadístico y el valor-P. Se puede observar entonces en la Tabla A1, en las tres pruebas que el valor-P es mayor al  $\alpha$  (valor-P >  $\alpha = 0.05$ ); luego se rechaza la hipótesis alternativa ( $H_a$ ), para las tres pruebas de acuerdo a las hipótesis planteadas para cada una de las descritas en la Metodología Experimental. Es decir, se concluye que los datos cumplen la normalidad, varianza constante e independencia en el tiempo. Lo anterior indica que el modelo planteado es válido, para sacar análisis y conclusiones.

Tabla A1: Pruebas analíticas para validación del modelo datos CHAA

Supuestos	Prueba	Valor del Estadístico	Valor-P
Normalidad	Shapiro Wilk	0.9765	0.7762
Varianza Constante	Breush Pagan	12.097	0.1469
Independencia	Durbin Watson	2.1511	0.9858

## Anexo B: Validación modelo diseño de mezcla

De igual manera como se presentó la validación de los supuestos en el diseño factorial, se presenta a continuación la validación de los supuestos para el modelo de mezclas. Mediante las siguientes graficas se hace un análisis para que cumpla el modelo los supuestos de distribución normal, variancia constante e independencia de los residuales.

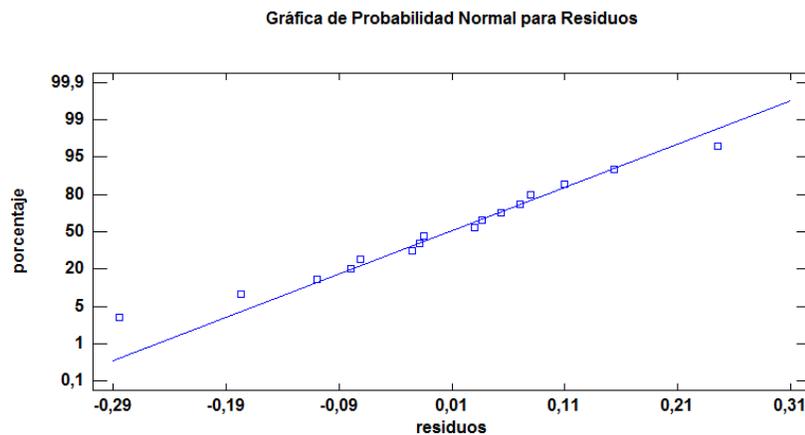


Figura B1: Gráfica de probabilidad normal datos del modelo de mezcla

De acuerdo a la Figura B1, se puede observar que los puntos correspondientes a los residuales tienden a quedar alienados sobre una línea recta. Tampoco se observa ningún punto extremadamente alejado de la línea recta ajustada, que pueda afectar el análisis. De acuerdo a lo anterior, se puede decir que los datos cumplen el supuesto de normalidad (los residuales siguen una distribución normal con media cero).

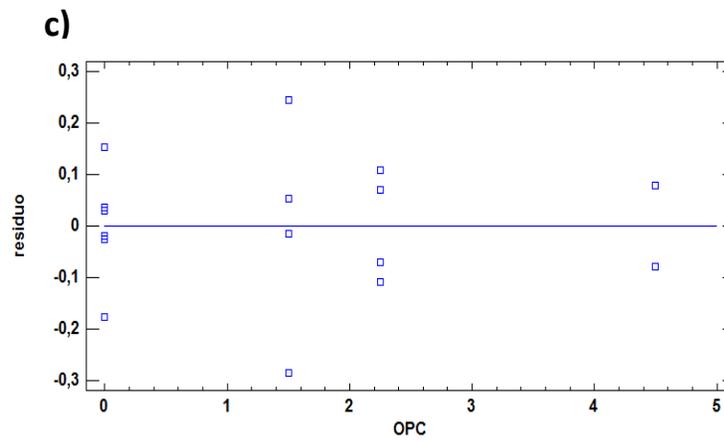
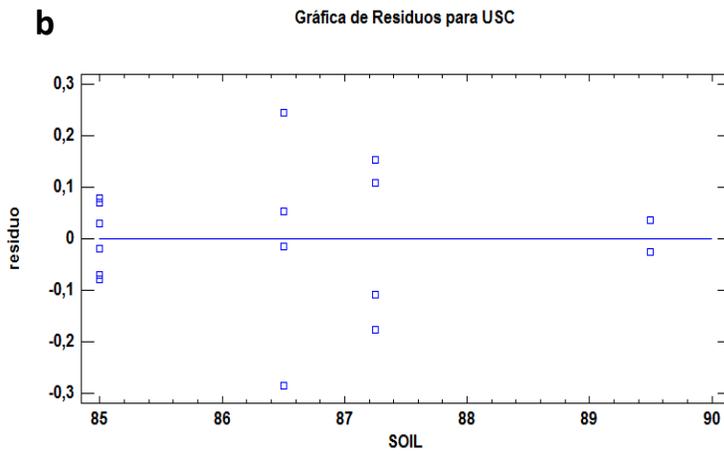
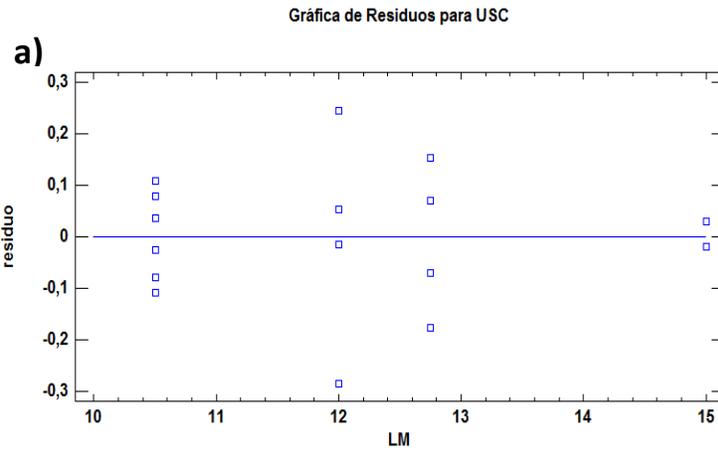


Figura B2: Gráfica de Residuales vs valores observados factores (componentes de la mezcla)

En la Figura B2 se muestra las tres gráficas correspondientes a los residuales contrastados con sus respectivos valores observados de los tres factores del modelo de mezcla (los tres componentes). Comparando las tres gráficas Figura A2-a), b) y c), se puede observar que la amplitud de la dispersión de los residuales es parecida en las tres gráficas. Tampoco se observa un patrón en los puntos que indique una no independencia. Por tanto se concluye que es válido el supuesto de varianza constante de los residuales.

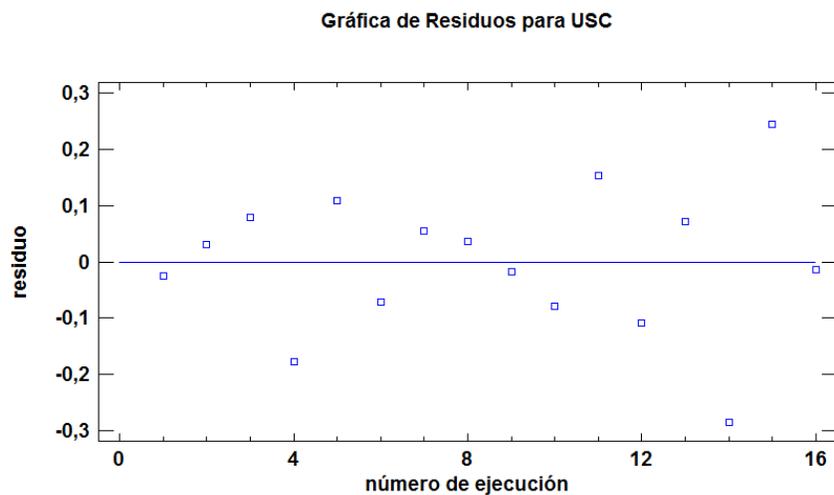


Figura B3: Gráfica Residuales vs número de ejecución (orden de corrida)

Finalmente, en la Figura B3 se muestra los residuales contra el orden de corrida de las unidades experimentales. Se puede observar que los puntos no muestran un patrón definido que indique una correlación con el error experimental, y que muestre una no independencia en el tiempo de los valores observados. Por tanto se concluye el supuesto de independencia de los residuales

## IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abdollahnejad, Z., Pacheco-Torgal, F., Félix, T., Tahri, W., & Barroso Aguiar, J. (2015a). Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam. *Construction and Building Materials*, 80(May 2010), 18–30. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.063>
- Abdollahnejad, Z., Pacheco-Torgal, F., Félix, T., Tahri, W., & Barroso Aguiar, J. (2015b). Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam. *Construction and Building Materials*, 80(May 2010), 18–30. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.063>
- Ajah, A., Mohammadinia, A., Phummiphan, I., Horpibulsuk, S., & Samingthong, W. (2016). Stabilization of Recycled Demolition Aggregates by Geopolymers comprising Calcium Carbide Residue, Fly Ash and Slag precursors. *Construction and Building Materials*, 114, 864–873. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.150>
- Alejandro, M., Jorge, G. M., Tobón, I., Mineralógica, E., Cemento, D. E. L., Durante, P., & M, M. A. G. (2006). Evolución mineralógica del cemento portland durante el proceso de hidratación. *Dyna*, 73, 69–81.
- Amran, Y. H. M., Alyousef, R., Alabduljabbar, H., & El-Zeadani, M. (2020). Clean production and properties of geopolymer concrete; A review. *Journal of Cleaner Production*, 251, 119679. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119679>
- Andersen, M. D., Jakobsen, H. J., & Skibsted, J. (2004). Characterization of white Portland cement hydration and the C-S-H structure in the presence of sodium aluminate by <sup>27</sup>Al and <sup>29</sup>Si MAS NMR spectroscopy. *Cement and Concrete Research*, 34(5), 857–868. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2003.10.009>
- Askeland, D. R., & Wright, W. J. (2014). *The Science and Engineering of Materials*. (Cengage Learning, Ed.) (Seventh Ed). Boston.
- ASTM D1883. (2016). Standard Test Method for California Bearing Ratio test of Lab Compacted Soil. *ASTM International*, 1–14. <https://doi.org/10.1520/D1883-16>
- ASTM D2166. (2016). Standard Test Method for Unconfined Compressive Strength of Cohesive Soil. *ASTM International*, 1–7. <https://doi.org/10.1520/D2166>
- ASTM D2487. (2017). Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System). *ASTM International*, 1–10. <https://doi.org/10.1520/D2487-17>
- ASTM D422. (2007). Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils. *ASTM International*, 1–8. <https://doi.org/10.1520/D0422-63R07E01.2>

- ASTM D4318. (2014). Standard Test Methods for Liquid Limit , Plastic Limit , and Plasticity Index of Soils. *ASTM International*, 1–16. <https://doi.org/10.1520/D4318-10E01>.
- ASTM D698. (2012). Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Standard Effort (12 400 ft-lbf/ft<sup>3</sup> (600 kN-m/m<sup>3</sup>)). *ASTM International*, 1–13. <https://doi.org/10.1520/D0698-12E01.1.3.1>
- ASTM D854. (2014). D854 - Standard Test Methods for Specific Gravity of Soil Solids by Water Pycnometer. *ASTM International*, 1–7. <https://doi.org/10.1520/D0854-10.2>
- Bedoya, C. M. (2011). Bedoya, Carlos Mauricio. Viviendas de Interés Social y Prioritario Sostenibles en Colombia – VISS y VIPS –. *Revista Internacional de Sostenibilidad, Tecnología Y Humanismo*, (6), 27–36. Retrieved from <http://hdl.handle.net/2099/11911>
- Calorcol. (2013). Lanas minerales evitan 200 toneladas de CO<sub>2</sub> por cada tonelada emitida en su fabricación. Retrieved June 14, 2022, from <http://calorcol.blogspot.com/2013/>
- Cheng, A., Lin, W.-T., & Huang, R. (2011). Application of rock wool waste in cement-based composites. *Materials & Design*, 32(2), 636–642. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2010.08.014>
- Consoli, N. C., Arcari Bassani, M. A., & Festugato, L. (2010). Effect of fiber-reinforcement on the strength of cemented soils. *Geotextiles and Geomembranes*, 28(4), 344–351. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.geotexmem.2010.01.005>
- Consoli, N. C., Rocha, C. G. Da, & Saldanha, R. B. (2014). Coal fly ash-carbide lime bricks: An environment friendly building product. *Construction and Building Materials*, 69, 301–309. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.067>
- Cristelo, N., Miranda, T., Oliveira, D. V., Rosa, I., Soares, E., Coelho, P., & Fernandes, L. (2015). Assessing the production of jet mix columns using alkali activated waste based on mechanical and financial performance and CO<sub>2</sub> (eq) emissions. *Journal of Cleaner Production*, 102, 447–460. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.04.102>
- Davidovits, J. (1994). Properties of Geopolymer Cements. *First International Conference on Alkaline Cements and Concretes*, (October 1994), 131–149.
- Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J. L., Lukey, G. C., Palomo, A., & Van Deventer, J. S. J. (2007). Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, 42(9), 2917–2933. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0637-z>
- Elkhebu, A., Zainorabidin, A., Asadi, A., Bakar, I. H., Huat, B. B. K., Abdeldjouad, L., & Dheyab, W. (2019). Effect of incorporating multifilament polypropylene fibers into alkaline activated fly ash

soil mixtures. *Soils and Foundations*, 59(6), 2144–2154.  
<https://doi.org/10.1016/j.sandf.2019.11.015>

Erofeev, V. T., Rodin, A. I., Yakunin, V. V., & Tuvín, M. N. (2019). Structure, composition and properties of geopolymers from mineral wool waste. *Magazine of Civil Engineering*, 90(6), 3–14. <https://doi.org/10.18720/MCE.90.1>

F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, A. P. (2012). *Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concrete*. הנוטע עלון (Vol. 66).

García-Lodeiro, I., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, A. (2013). Hydration kinetics in hybrid binders: Early reaction stages. *Cement and Concrete Composites*, 39, 82–92.  
<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.03.025>

García-Lodeiro, I., Maltseva, O., Palomo, Á., & Fernández-Jiménez, A. (2012). Cimenturi Hibride Alcaline. Partea I: Fundamente. *Revista Romana de Materiale/ Romanian Journal of Materials*, 42(4), 330–335.

García-Lodeiro, I., Palomo, A., & Fernández-Jiménez, A. (2015). 2 - An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. In F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, A. Palomo, & P. B. T.-H. of A.-A. C. Chindaprasirt *Mortars and Concretes* (Eds.) (pp. 19–47). Oxford: Woodhead Publishing. <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9781782422884.1.19>

Gutiérrez O, D. A., García A, E. F., & Gomez B, M. A. (2017). Mechanical and Physical Properties of Soil-Cement Blocks Reinforced with Mineral Wool and Sisal Fiber. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 2020, 1–12. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001753](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001753).

Hejazi, S. M., Sheikhzadeh, M., Abtahi, S. M., & Zadhoush, A. (2012a). A simple review of soil reinforcement by using natural and synthetic fibers. *Construction and Building Materials*, 30, 100–116. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.045>

Hejazi, S. M., Sheikhzadeh, M., Abtahi, S. M., & Zadhoush, A. (2012b). A simple review of soil reinforcement by using natural and synthetic fibers. *Construction and Building Materials*, 30, 100–116. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.045>

Huang, J., Kogbara, R. B., Hariharan, N., Masad, E. A., & Little, D. N. (2021). A state-of-the-art review of polymers used in soil stabilization. *Construction and Building Materials*, 305(August), 124685. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124685>

Humberto Gutiérrez Pulido. (2016). *Análisis y diseño de experimentos*. *Turkish Journal of Medical Sciences* (Vol. 46). <https://doi.org/10.3906/sag-1507-147>

Instituto Geográfico Agustín Codazzi. (2007). *Estudio general de suelos y zonificación de tierras*

(Departamento de Antioquia) (Vol. 2). Bogotá, Colombia.

- Khalifa, A. Z., Cizer, Ö., Pontikes, Y., Heath, A., Patureau, P., Bernal, S. A., & Marsh, A. T. M. (2020). Advances in alkali-activation of clay minerals. *Cement and Concrete Research*, 132(March), 106050. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106050>
- Kinnunen, P., Yliniemi, J., Talling, B., & Illikainen, M. (2017). Rockwool waste in fly ash geopolymer composites. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 19(3), 1220–1227. <https://doi.org/10.1007/s10163-016-0514-z>
- Lawson, J. (2015). *Design and analysis of experiments whit R*. (CHAPMAN & HALL/CRC, Ed.). Boca Raton. <https://doi.org/10.1192/bjp.111.479.1009-a>
- Liew, Y. M., Heah, C. Y., Mohd Mustafa, A. B., & Kamarudin, H. (2016). Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review. *Progress in Materials Science*, 83, 595–629. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.08.002>
- Lin, W.-T., Cheng, A., Huang, R., & Zou, S.-Y. (2013). Improved microstructure of cement-based composites through the addition of rock wool particles. *Materials Characterization*, 84(0), 1–9. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2013.06.020>
- Lin, W.-T., Han, T.-Y., Wu, Y.-C., Cheng, A., Huang, R., & Weng, T.-L. (2013). Engineered properties of sustainable cement-based composites containing recycled rock wool and supplementary cementitious materials. *Applied Mechanics and Materials*, 284–287, 113–117. <https://doi.org/doi:10.4028/www.scientific.net/AMM.284-287.113>
- Londoño Naranjo, C., & Alvarez Pabón, J. A. (2008). *Manual de diseño de pavimentos de concreto para vías con bajos, medios y altos volúmenes de tránsito*. (Instituto Colombiano de Productores de Cemento, Ed.). Bogotá, Colombia.
- Marsh, A., Heath, A., Patureau, P., Evernden, M., & Walker, P. (2018). Alkali activation behaviour of un-calcined montmorillonite and illite clay minerals. *Applied Clay Science*, 166(October), 250–261. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.09.011>
- Marsh, A., Heath, A., Patureau, P., Evernden, P., & Walker, P. (2019). Influence of clay minerals and associated minerals in alkali activation of soils. *Construction and Building Materials*, 229, 116816. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116816>
- Mart, C. (2015). *Evaluación ambiental del uso de geopolímeros basados en dos puzolanas volcánicas como alternativa potencial al cemento portland*. Retrieved from [http://www.bdigital.unal.edu.co/49278/1/Carolina\\_Martinez\\_Lopez.pdf](http://www.bdigital.unal.edu.co/49278/1/Carolina_Martinez_Lopez.pdf)
- McLellan, B. C., Williams, R. P., Lay, J., Van Riessen, A., & Corder, G. D. (2011). Costs and carbon

- emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary portland cement. *Journal of Cleaner Production*, 19(9–10), 1080–1090. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.02.010>
- Mehta, A., & Siddique, R. (2016). An overview of geopolymers derived from industrial by-products. *Construction and Building Materials*, 127, 183–198. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.136>
- Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. (2017). RESOLUCION 472 DE-2017.pdf. Retrieved from <https://acmineria.com.co/normativa/resolucion-mads-472-de-2017-residuos-de-construccion-y-demolicion/>
- Ortega Pérez, D. C., Bustamante-rua, M. O., Gutiérrez-rôa, D. F., & Correa-espinal, A. A. (2015). Mixture experiments in industrial formulations Diseño de mezclas en formulaciones industriales, 82(189), 149–156.
- Pacheco-Torgal, F., Abdollahnejad, Z., Miraldo, S., & Kheradmand, M. (2017). Chapter 9 - Alkali-Activated Cement-Based Binders (AACBs) as Durable and Cost-Competitive Low-CO<sub>2</sub> Binder Materials: Some Shortcomings That Need to be Addressed. In A. Nazari & J. G. B. T.-H. of L. C. C. Sanjayan (Eds.) (pp. 195–216). Butterworth-Heinemann. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-804524-4.00009-9>
- Palomo, A., Fernández-Jiménez, A., Kovalchuk, G., Ordoñez, L. M., & Naranjo, M. C. (2007). Opc-fly ash cementitious systems: Study of gel binders produced during alkaline hydration. *Journal of Materials Science*, 42(9), 2958–2966. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0585-7>
- Palomo, A., Maltseva, O., Garcia-Lodeiro, I., & Fernandez-Jimenez, A. (2013). Hybrid Alkaline Cements. Part II: The Clinker Factor. *Revista Romana De Materiale-Romanian Journal of Materials*, 43(1), 74–80.
- Park, S.-S. (2011). Unconfined compressive strength and ductility of fiber-reinforced cemented sand. *Construction and Building Materials*, 25(2), 1134–1138. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.017>
- Phair, J. W., & Van Deventer, J. S. J. (2002). Characterization of fly-ash-based geopolymeric binders activated with sodium aluminate. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 41(17), 4242–4251. <https://doi.org/10.1021/ie010937o>
- Phummiphan, I., Horpibulsuk, S., Sukmak, P., Chinkulkijniwat, A., Arulrajah, A., & Shen, S.-L. (2016). Stabilisation of marginal lateritic soil using high calcium fly ash-based geopolymer. *Road Materials and Pavement Design*, 629(January), 1–15. <https://doi.org/10.1080/14680629.2015.1132632>
- Pourabbas Bilondi, M., Toufigh, M. M., & Toufigh, V. (2018). Using calcium carbide residue as an

- alkaline activator for glass powder–clay geopolymer. *Construction and Building Materials*, 183, 417–428. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.190>
- Pourakbar, S., Asadi, A., Huat, B. B. K., Cristelo, N., & Fasihnikoutalab, M. H. (2017). Application of Alkali-Activated Agro-Waste Reinforced with Wollastonite Fibers in Soil Stabilization. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 1–11. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001735](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001735).
- Pourakbar, S., & Huat, B. K. (2016). A review of alternatives traditional cementitious binders for engineering improvement of soils. *International Journal of Geotechnical Engineering*, 6362(August), 1–11. <https://doi.org/10.1080/19386362.2016.1207042>
- Provis, J. L., & Bernal, S. A. (2014). Geopolymers and related alkali-activated materials. *Annual Review of Materials Research*, 44(January), 299–327. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113515>
- Provis, J. L., Lukey, G. C., & Van Deventer, J. S. J. (2005). Do geopolymers actually contain nanocrystalline zeolites? a reexamination of existing results. *Chemistry of Materials*, 17(12), 3075–3085. <https://doi.org/10.1021/cm050230i>
- Provis, J. L., Palomo, A., & Shi, C. (2015). Advances in understanding alkali-activated materials. *Cement and Concrete Research*, 78, 110–125. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.013>
- Renaudin, G., Russias, J., Leroux, F., Cau-dit-Coumes, C., & Frizon, F. (2009). Structural characterization of C-S-H and C-A-S-H samples-Part II: Local environment investigated by spectroscopic analyses. *Journal of Solid State Chemistry*, 182(12), 3320–3329. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.09.024>
- Richardson, C. K., Markuszewski, R., Durham, K. S., & Bluhm, D. D. (1986). Effect of Caustic and Microwave Treatment on Clay Minerals Associated With Coal. *ACS Symposium Series*, 513–523.
- Ríos, C. A., Williams, C. D., & Fullen, M. A. (2009). Applied Clay Science Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods. *Applied Clay Science*, 42(3–4), 446–454. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2008.05.006>
- Rios, S., Cristelo, N., da Fonseca, A. V., & Ferreira, C. (2016). Structural performance of alkali-activated soil ash versus soil cement. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 28(2), 1–11. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001398](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001398)
- Rios, S., Cristelo, N., Miranda, T., Araújo, N., Oliveira, J., & Lucas, E. (2018). Increasing the reaction kinetics of alkali-activated fly ash binders for stabilisation of a silty sand pavement sub-base. *Road Materials and Pavement Design*, 19(1), 201–222.

<https://doi.org/10.1080/14680629.2016.1251959>

- Rios, S., Ramos, C., Viana da Fonseca, A., Cruz, N., & Rodrigues, C. (2017). Mechanical and durability properties of a soil stabilised with an alkali-activated cement. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 8189(January), 1–23. <https://doi.org/10.1080/19648189.2016.1275987>
- Rodriguez, E., De Gutierrez, R. M., Bernal, S., & Gordillo, M. (2009). Effect of the SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> ratios on the properties of geopolymers based on MK. *Revista Facultad De Ingenieria Universidad De Antioquia*, 3, 30–41.
- Rožek, P., Król, M., & Mozgawa, W. (2019). Geopolymer-zeolite composites: A review. *Journal of Cleaner Production*, 230, 557–579. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.152>
- Ruiz Madroñero, C. V., & Rodríguez Páez, J. E. (2010). Sodium aluminates obtained from using the controlled precipitation method. *Ingeniería E Investigación*, 30(2), 16–24.
- Sargent, P. (2015). 21 - The development of alkali-activated mixtures for soil stabilisation. In F. Pacheco-Torgal, J. A. Labrincha, C. Leonelli, A. Palomo, & P. B. T.-H. of A.-A. C. Chindaprasirt Mortars and Concretes (Eds.) (pp. 555–604). Oxford: Woodhead Publishing. <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9781782422884.4.555>
- Sargent, P., Hughes, P. N., Rouainia, M., & White, M. L. (2013). The use of alkali activated waste binders in enhancing the mechanical properties and durability of soft alluvial soils. *Engineering Geology*, 152(1), 96–108. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2012.10.013>
- Schmalz, R. (1981). *Geopolymer, Structure, processing, proprieties and industrial applications. Physics Letters A* (Vol. 82). [https://doi.org/10.1016/0375-9601\(81\)90388-1](https://doi.org/10.1016/0375-9601(81)90388-1)
- Secretaría de Gestión y Control Territorial, & Secretaria de medio Ambiente. Plan de Gestión Integral de Residuos Sólidos-PGIRS Municipio de Medellín 2016 – 2027, Journal of Chemical Information and Modeling § (2015). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Singh, B., Ishwarya, G., Gupta, M., & Bhattacharyya, S. K. (2015). Geopolymer concrete: A review of some recent developments. *Construction and Building Materials*, 85, 78–90. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.036>
- Singhi, B., Laskar, A. I., & Ahmed, M. A. (2016). Investigation on Soil–Geopolymer with Slag, Fly Ash and Their Blending. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 41(2), 393–400. <https://doi.org/10.1007/s13369-015-1677-y>
- Sohn, J. L., Kalbar, P. P., Banta, G. T., & Birkved, M. (2016). Life-cycle based dynamic assessment of mineral wool insulation in a Danish residential building application. *Journal of Cleaner*

*Production*, 142, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.10.145>

- Tang, C., Shi, B., Gao, W., Chen, F., & Cai, Y. (2007). Strength and mechanical behavior of short polypropylene fiber reinforced and cement stabilized clayey soil. *Geotextiles and Geomembranes*, 25(3), 194–202. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.geotexmem.2006.11.002>
- Terzaghi, K., Peck, R. B., & Mesri, G. (1996). Soil mechanics in engineering practice. [https://doi.org/10.1016/s0013-7952\(97\)81919-9](https://doi.org/10.1016/s0013-7952(97)81919-9)
- Turner, L. K., & Collins, F. G. (2013). Carbon dioxide equivalent (CO<sub>2</sub>-e) emissions: A comparison between geopolymer and OPC cement concrete. *Construction and Building Materials*, 43, 125–130. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.01.023>
- Väntsi, O., & Kärki, T. (2014a). Mineral wool waste in Europe: A review of mineral wool waste quantity, quality, and current recycling methods. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 16(1), 62–72. <https://doi.org/10.1007/s10163-013-0170-5>
- Väntsi, O., & Kärki, T. (2014b). Utilization of recycled mineral wool as filler in wood–polypropylene composites. *Construction and Building Materials*, 55, 220–226. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.050>
- Vetterelo, P. V., & Clariá, J. J. (2014). Suelos Reforzados con Fibras: Estado del Arte y Aplicaciones. *Revista Facultad de Ciencias Exactas, Físicas Y Naturales*, 1(1), 27–34.
- Wilkinson, A., Haque, A., & Kodikara, J. (2010). Stabilisation of clayey soils with industrial by-products: Part B. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers: Ground Improvement*, 163(3), 149–163. <https://doi.org/10.1680/grim.2010.163.3.149>
- Xu, H., & Van Deventer, J. S. J. (2003). Effect of source materials on geopolymerization. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 42(8), 1698–1706. <https://doi.org/10.1021/ie0206958>
- Yilmaz, Y. (2009). Experimental investigation of the strength properties of sand-clay mixtures reinforced with randomly distributed discrete polypropylene fibers. *Geosynthetics International*, 16(5), 354–363. <https://doi.org/10.1680/gein.2009.16.5.354>
- Yilmaz, Y., & Ozaydin, V. (2013). Compaction and shear strength characteristics of colemanite ore waste modified active belite cement stabilized high plasticity soils. *Engineering Geology*, 155, 45–53. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2013.01.003>
- Yip, C. K., Lukey, G. C., & Van Deventer, J. S. J. (2005). The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. *Cement and Concrete Research*, 35(9), 1688–1697. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.042>

- Yliniemi, J., Kinnunen, P., Karinkanta, P., & Illikainen, M. (2016). Utilization of mineral wools as alkali-activated material precursor. *Materials*, 9(5). <https://doi.org/10.3390/ma9050312>
- Zhang, J., Shi, C., Zhang, Z., & Ou, Z. (2017). Durability of alkali-activated materials in aggressive environments: A review on recent studies. *Construction and Building Materials*, 152, 598–613. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.027>
- Zhang, L. (2013). Production of bricks from waste materials - A review. *Construction and Building Materials*, 47, 643–655. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.043>
- Zhang, M., Guo, H., El-Korchi, T., Zhang, G., & Tao, M. (2013a). Experimental feasibility study of geopolymer as the next-generation soil stabilizer. *Construction and Building Materials*, 47, 1468–1478. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.017>
- Zhang, M., Guo, H., El-Korchi, T., Zhang, G., & Tao, M. (2013b). Experimental feasibility study of geopolymer as the next-generation soil stabilizer. *Construction and Building Materials*, 47, 1468–1478. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.017>
- Zhang, M., Zhao, M., Zhang, G., Nowak, P., Coen, A., & Tao, M. (2015). Calcium-free geopolymer as a stabilizer for sulfate-rich soils. *Applied Clay Science*, 108, 199–207. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.02.029>
- Zhang, Z., Wang, H., Provis, J. L., Bullen, F., Reid, A., & Zhu, Y. (2012). Thermochemica Acta Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers . Part 1 . The activation of metakaolin with sodium hydroxide. *Thermochemica Acta*, 539, 23–33. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.03.021>