



**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN
CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.**

POSGRADO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES

**“Influencia de mucílago de nopal Cactus *Opuntia
ficus-indica* en la durabilidad de mezclas de
mortero para la construcción”**

Tesis que presenta
Azucena Karen Alvarado Pérez

Para obtener el grado de
Maestro(a) en Nanociencias y Materiales

Codirectores de tesis
**Dr. Miguel Ávalos Borja
Dr. Wilfrido Martínez Molina**

San Luis Potosí, S.L.P., junio de 2023



Constancia de aprobación de la tesis

La tesis “**Influencia de mucílago de nopal Cactus Opuntia ficus-indica en la durabilidad de mezclas de mortero para la construcción**” presentada para obtener el Grado de Maestro(a) en Nanociencias y Materiales fue elaborada por **Azucena Karen Alvarado Pérez** y aprobada el **08 de junio de 2023** por los suscritos, designados por el Colegio de Profesores de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

Dr. Miguel Ávalos Borja
Director de la tesis

Dr. Wilfrido Martínez Molina
Codirector de la tesis

Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios
Miembro del Comité Tutorial

Dra. Elia Mercedes Alonso Guzmán
Miembro del Comité Tutorial



Créditos Institucionales

Esta tesis fue elaborada en el Laboratorio Nacional de Investigación en Nanociencias y Nanotecnología de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., bajo la dirección del Dr. Miguel Ávalos Borja

Durante la realización del trabajo el autor recibió una beca académica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (1079989) y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.

Página en Blanco que se va a utilizar para colocar la copia del acta de examen.

Dedicada a la Azu de la pasado, presente y del futuro

Sigue trabajando por ser tu mejor versión...

Agradecimientos

A mi mamá, Juanita, por su amor y apoyo incondicional. A mi papá, Betito, por cada esfuerzo que ha hecho y las oportunidades que me ha brindado. Los amo mucho y siempre los llevo en mi corazón.

A mis hermanos, Faustino y Karla, por todo su apoyo, abrazos y cuidados. Son los mejores compañeros de vida que pudiera haber pedido, agradezco a la vida que me da la oportunidad de crecer junto con ustedes.

A mis asesores, a quienes mencionaré conforme fueron apareciendo en mi vida. Al Dr. Wilfrido, quién me ha enseñado como ser un gran profesionalista, maestro y ser humano, estoy segura de que el mundo necesita más personas como usted.

A la Dra. Elia, porque a veces solo se necesita que alguien más crea en ti para que tú también lo hagas, espero que siga siendo luz en la vida de más personas.

A mi director de tesis Dr. Miguel, por su paciencia y enseñanzas, gracias por haberme guiado en este proyecto, su experiencia y sabiduría ha sabido direccionar mis conocimientos.

Al Dr. Vladimir, por sus consejos, aportaciones y las buenas pláticas, le agradezco por siempre mantener la puerta abierta para sus estudiantes y motivarnos a ser y hacer más. También le agradezco por facilitar el uso de las instalaciones del Laboratorio de Polímeros del IPICYT y por hacerme sentir parte de su grupo de trabajo.

Al LINAN-IPICYT por las facilidades prestadas y el acceso a los laboratorios para la caracterización de los materiales. En especial a los técnicos Mtra. Ana Iris Peña, Dr. Ignacio Becerril y Beatriz Rivera.

Al Laboratorio de Nuevos Materiales y Catálisis Heterogénea Ambiental-LANOCAT, de la División de Materiales Avanzados del IPICYT por facilitar el uso de sus instalaciones.

Al Laboratorio de Materiales “Ing. Luis Silva Ruelas” de la UMSNH por facilitar el uso de sus instalaciones y materiales, en especial a la Mtra. Sandra y al Mtro. Cipriano, siempre agradeceré su apoyo y consejos. A la UMSNH, nunca me he dejado de sentir como en casa.

A mis amigos que han estado presentes a lo largo de este trabajo, Melissa, Hernán, Nayeli, Alexandra, Adriana, Lilia, Rahí, Maritzel, Francisco, Citlalin, Gabriel, Israel, Jesús. Estoy segura de que, sin su compañía, apoyo, mensajes de aliento, momentos de diversión y buenas charlas este proceso hubiera sido imposible de llevar, cada uno tiene un capítulo entero en el libro de mi vida.

Al CONACYT por la beca otorgada (No. 1079989) durante este trabajo de investigación.

Contenido

Constancia de aprobación de la tesis	ii
Créditos institucionales	iii
Acta de examen	iv
Dedicatorias	v
Agradecimientos	vi
Contenido	vii
Lista de tablas	x
Lista de figuras	xi
Resumen	xv
Abstract	xvi
1. Introducción	1
1.1. Objetivos de Desarrollo Sostenible	1
1.2. Materiales de construcción	1
1.3. Materiales base Cemento Portland	2
1.4. Durabilidad en concretos o morteros	4
1.5. Mucílago de nopal <i>Opuntia Ficus Indica</i>	5
1.6. Materiales base CP con adiciones de mucílago de nopal	6
2. Justificación	7
3. Hipótesis	8
4. Objetivos	8
4.1. Objetivo general	8
4.2. Objetivos específicos	8
5. Metodología	9
5.1. Materiales	10
5.2. Técnicas de caracterización	10
5.2.1. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier	11
5.2.2. Microscopio electrónico de Barrido	12

2.5.3. Fluorescencia por rayos X	13
2.5.4. Difracción de rayos X	14
2.5.5. Refinamiento Rietveld	14
5.3. Pruebas mecánicas	15
5.3.1. Resistencia a la compresión simple	15
5.3.2. Resistencia a la flexión	16
5.3.3. Resistencia a la tensión directa	16
5.3.4. Resistencia a la tensión indirecta	17
5.3.5. Módulo de elasticidad	18
5.4. Pruebas de durabilidad	19
5.4.1. Densidad	19
5.4.2. Resistividad eléctrica	19
5.4.3. Velocidad de pulso ultrasónico.	20
5.4.4. Porosidad total	21
5.4.5. Absorción capilar	22
5.4.6. Carbonatación	23
5.4.7. Ataque por Sulfatos	24
6. Resultados y discusión	26
6.1. Análisis de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	26
6.1.1. Análisis de los líquidos de preparación de las muestras	26
6.1.2. Análisis FTIR de morteros	27
6.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	29
6.2.1. SEM a muestras de morteros a una edad de 7 días	29
6.2.2. SEM a muestras de morteros a una edad de 28 días	31
6.2.3. SEM a muestras de morteros a una edad de 45 días	31
6.2.4. SEM a muestras de morteros a una edad de 6 años	33
6.3. Fluorescencia de rayos X (XRF)	34
6.3.1. XRF a muestras de mortero a una edad de 45 días	34
6.3.2. XRF a muestras de mortero a una edad de 6 años	35
6.4. Difracción de Rayos X (XRD)	36
6.4.1. Identificación de fases	36
6.4.2. Cuantificación de fases presentes	38

6.5. Pruebas mecánicas y de durabilidad	41
6.5.1. Resistencia a la compresión simple y resistividad eléctrica	41
6.5.2. Resistencia a la flexión, tensión directa e indirecta y módulo de elasticidad	43
6.5.3. Velocidad de Pulso Ultrasónico (VPU)	44
6.5.4. Densidad y porosidad total	45
6.5.5. Absorción capilar	47
6.5.6. Carbonatación	48
6.5.7. Ataque por sulfatos	48
7. Conclusiones	51
8. Referencias	53
9. Anexos	60
Anexo 1. Refinamiento Rietveld	60
Anexo 2. Evidencia fotográfica de ciclos de ataques por sulfatos	63
Ciclo cero	63
Primer ciclo	63
Segundo ciclo	64
Tercer ciclo	65
Cuarto ciclo	67
Quinto ciclo	68
Sexto ciclo	70
Séptimo ciclo	72
Octavo ciclo	73
Noveno ciclo	75

Lista de tablas

Tabla 1. Compuestos principales del CP [4].	4
Tabla 2. Composición química de las muestras de estudio a una edad de 45 días.	35
Tabla 3. Composición química de las muestras de estudio a una edad de 6 años.	35

Lista de figuras

Figura 1. Clasificación de los materiales de construcción.	2
Figura 2. Diagrama de la metodología llevada a cabo en el presente trabajo.	9
Figura 3. Frecuencias características de los grupos funcionales, dentro del espectro infrarrojo [15].	11
Figura 4. a) Esquema de configuración de un SEM. b) Esquema de señales detectadas por un SEM.	12
Figura 5. Representación de un modelo atómico para el análisis de Fluorescencia por Rayos X.	13
Figura 6. Esquema que enuncia la ley de Bragg.	14
Figura 7. a) Ensayo de compresión simple en probetas cúbicas de acuerdo con la norma ASTM C109/109 M. b) Ensayo de flexión en vigas con medidas de 40x40x160 mm, siguiendo las indicaciones de la norma NMX-C-191-ONNCCE-2015.	15
Figura 8. a) Representación de probeta en forma de maní utilizada para obtener la resistencia a la tensión directa, las medidas para obtener el área se obtuvieron de la parte más angosta. b) Representación del equipo tipo Michaelis empleado para obtener la resistencia a la tensión directa.	17
Figura 9. a) Ensayo de tensión indirecta en cilindro de mortero de acuerdo con la norma ASTM C496/496. b) Curva esfuerzo – deformación unitaria.	18
Figura 10. Representación de prueba para obtener el módulo de elasticidad de un mortero; en el esquema se puede observar que un cilindro se encuentra sometido a una fuerza de compresión y para evitar que exista desplazamientos se utilizan dos anillos de punta.	18
Figura 11. Diagrama esquemático del circuito de prueba de velocidad de pulso ultrasónico [41].	21
Figura 12. Ejemplo ilustrativo de una gráfica para obtener el índice de absorción.	23
Figura 13. Espectros FTIR de mucílago de nopal diluido en agua, mucílago de nopal y mucílago de nopal seco.	26
Figura 14. Espectros IR de las mezclas estudiadas a edades de a) 7 días, b) 28 días, c) 45 días y d) 6 años.	28
Figura 15. Ampliaciones de bandas donde se presentan desplazamientos en el número de onda, en las cuales se observa que no hay un cambio en la forma. a) Ampliación de la banda atribuida a los enlaces Si-O, Ca-O y Al-O. b) Ampliación de la banda que se atribuye al enlace Si-O(Al). Las ampliaciones son del espectro que se obtuvo a muestras con seis años.	28

Figura 16. En la figura se muestra la propuesta de la estructura del mucílago de nopal OFI, un tipo de producto de hidratación del CP y como se darían estas interacciones débiles entre ellos. 29

Figura 17. Micrografías utilizando detector de electrones secundarios de a) Mezcla testigo con aumentos de x2500, b) mezcla testigo con aumentos de x20000e c) mezcla MN 1:3 x2500, d) mezcla MN 1:3 x20000, e) mezcla MN 1:2 x2500 aumentos y f) mezcla MN 1:2 x2000. 30

Figura 18. Micrografías de morteros de estudio a una edad de 28 días utilizando detector de electrones secundarios de a) Mezcla testigo con aumentos de x10,000, b) mezcla MN 1:3 x10,000, c) mezcla MN 1:2 x10,000 aumentos. Geometrías observadas: C-S-H (gel de tobermorita), portlandita (po) y mucílago (mu). 31

Figura 19. Micrografías de morteros de estudio a edad de 45 días utilizando detector de electrones retrodispersados de a) Mezcla testigo con aumentos de x2,500, b) mezcla MN 1:3 x1,000, c) mezcla MN 1:2 x2,500 aumentos. Geometrías observadas: C-S-H (gel de tobermorita), etringita (et), portlandita (po) y mucílago (mu). 32

Figura 20. Micrografías de morteros testigo con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados. a) Estructura de “panal de abeja” formada por cristales de C-S-H, aumentos de x2,500. b) Geometrías prismáticas, escalenoédricas atribuidas a calcita, aumentos x20,000. 33

Figura 21. Micrografía de mortero MN 1:3 con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados con aumento de x2,500. En la imagen es posible observar geometrías de C-S-H y calcita (ca). 34

Figura 22. Micrografías de mortero MN 1:2 con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados donde se aprecia la presencia de mucílago seco (mu). a) Aumentos de x20,000 y b) aumentos de x50,000. 34

Figura 23. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 7 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de alita (línea amarilla), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) y tobermorita (línea magenta). 36

Figura 24. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 28 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla). 37

Figura 25. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 45 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de ettringita

(línea morada), calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla). 37

Figura 26. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de seis años, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de ettringita (línea morada), calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla). 38

Figura 27. Evolución del porcentaje respecto al peso de la presencia de fases cristalográficas en las muestras de estudio a) muestra testigo, b) muestra MN 1:3 y c) muestra MN 1:2. En la gráfica de valores de R la franja verde representa valores suficientemente buenos de R para refinamientos Rietveld. 39

Figura 28. Correlación entre los resultados de compresión simple en cubos de mortero (líneas sólidas y resistividad eléctrica a través del tiempo. Las líneas verdes sirven como referencia de sus normas respectivas. 42

Figura 29. a) Resistencia a la flexión aplicada en prismas de mortero con medidas de 40x40x160 mm correspondientes a la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades. b) Resistencia a la tensión directa en briquetas de mortero con forma de maní correspondientes a la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades. 43

Figura 30. a) Resistencia a la tensión indirecta en cilindros de mortero con medidas de 50 mm de diámetro y 100 mm de longitud de la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades. b) Curvas esfuerzo-deformación unitaria de mezclas de estudio. 44

Figura 31. Evolución de la VPU de las muestras de estudio. Las líneas verdes representan los criterios de evaluación de acuerdo con la red DURAR [38]. 45

Figura 32. Gráfica de la correlación entre la densidad y la porosidad total de las muestras de estudio. En la gráfica las líneas punteadas representan los datos de porosidad total y las líneas sólidas los resultados de densidad. Las líneas verdes son de apoyo para comparar con lo que dice la literatura en ambos casos. 46

Figura 33. Gráficas de las tasas de absorción de las mezclas de estudio a una edad de seis años. 47

Figura 34. Esquema representativo de carbonatación en prisma con medidas de 40mmx40mm y largo variable a una edad de seis años, donde se indican las constantes de carbonatación de las mezclas testigo, MN 1:3 y MN 1:2. 48

Figura 35. Pérdida o ganancia de masa de muestras de estudio en función del número de ciclos para la prueba a de ataques por sulfatos. Edad de las muestras: seis años. 49

Figura 36. Difractograma de la mezcla testigo obtenido a la edad de siete días, en este caso se encontraron cuatro fases presentes. Los porcentajes que se observan

en la imagen no corresponden a los calculados en el estudio, son los porcentajes preliminares al ingresar las fases, pero sin tener un tratamiento de refinamiento. 60

Figura 37. a) Imagen de la estructura cristalina de la calcita (ICDD 01-078-4615) obtenida del programa VESTA visto de forma isométrica y a lo largo del eje c. b) Difractograma calculado de la carta ICDD 01-078-4615, esta herramienta de VESTA se utilizó para revisar la intensidad y ubicación de los picos. C) Datos de parámetros de red y algunas de sus posiciones atómicas, esta parte sirvió para corregir alguna omisión en duplicado en las posiciones atómicas. 61

Figura 38. Refinamiento Rietveld del difractograma experimental de la muestra MN 1:3 a la edad de 28 días. En la imagen se puede observar que el difractograma experimental es el que se marca de color rojo, y las fases calculadas que se utilizaron para el refinamiento se representan con los colores gris, guinda, aqua y magenta. En la parte inferior de la imagen también se puede apreciar la gráfica de diferencia entre el difratctograma experimental y el refinamiento, así como el valor de Rwp. 62

Resumen

“INFLUENCIA DE MUCÍLAGO DE NOPAL CACTUS *OPUNTIA FICUS-INDICA* EN LA DURABILIDAD DE MEZCLAS DE MORTERO PARA LA CONSTRUCCIÓN”

Palabras clave: Durabilidad, mucílago, resistencia, cemento Portland, morteros

Durante la presente investigación se evaluó el efecto de adicionar mucílago de nopal en mezclas de mortero base cemento Portland. Se estudiaron tres tipos de mezclas, una mezcla testigo sin adición de mucílago de nopal, y dos mezclas que sustituyen el líquido de mezclado con mucílago de nopal diluido en agua: mezcla MN 1:3 (aprox. 8 % peso) y MN 1:2 (aprox. 15 % peso). Las mezclas se caracterizaron por FTIR, SEM, XRF y XRD, realizando adicionalmente refinamiento Rietveld; además se evaluaron mecánicamente (compresión simple, flexión, tensión directa e indirecta, y de igual manera se realizaron pruebas de durabilidad (densidad, resistividad eléctrica, velocidad de pulso ultrasónico, absorción, porosidad total, carbonatación y ataque por sulfatos). Las mezclas se estudiaron a edades de 7, 28, 45 días y seis años principalmente, con algunas mediciones intermedias en algunos casos.

Las caracterizaciones muestran que el mucílago de nopal se introduce en los intersticios que quedan entre la pasta del cemento, lo que genera interacciones secundarias entre las cadenas del polisacárido y la pasta del cemento, dificultando la entrada de agentes agresivos externos, sin modificar la capacidad mecánica que caracteriza a este tipo de materiales, siendo la mezcla MN 1:3 la que mejor comportamiento presenta en los diferentes análisis.

Abstract

"INFLUENCE OF NOPAL CACTUS MUCILAGE CACTUS *OPUNTIA FICUS-INDICA* ON THE DURABILITY OF MORTAR MIXTURES FOR CONSTRUCTION".

Key words: Durability, mucilage, strength, Portland cement, mortars, mortars

During the present investigation, the effect of adding nopal mucilage to Portland cement-based mortar mixes was evaluated. Three types of mixtures were studied, a control mixture without the addition of nopal mucilage, and two mixtures that substituted the mixing liquid with nopal mucilage diluted in water: MN 1:3 (approx. 8 wt.%) and MN 1:2 (approx. 15 wt.%). The mixtures were characterized by FTIR, SEM, XRF and XRD, with additional Rietveld refinement; they were also evaluated mechanically (simple compression, bending, direct and indirect tension, and durability tests (density, electrical resistivity, ultrasonic pulse velocity, absorption, total porosity, carbonation and sulfate attack). The mixtures were studied mainly at ages of 7, 28, 45 days and six years, with some intermediate measurements in some cases.

The characterizations show that the nopal mucilage is introduced in the interstices that remain between the cement paste, which generates secondary interactions between the polysaccharide chains and the cement paste, hindering the entry of external aggressive agents, without modifying the mechanical capacity that characterizes this type of material, the MN 1:3 mixture showing the best behavior in the different analyses.

1. Introducción

1.1. Objetivos de Desarrollo Sostenible

Los objetivos de desarrollo sostenible (ODS), también conocidos como objetivos globales, fueron adoptados por las Naciones Unidas en 2015 como un llamamiento universal para poner fin a la pobreza, proteger al planeta y garantizar que para el 2030 todas las personas disfruten de paz y prosperidad [1]. Los 17 ODS fueron diseñados de manera integral, de tal forma que una acción en un área afectará los resultados en otras áreas, buscando el equilibrio entre el desarrollo sostenible, social, económico y ambiental.

Los ODS comprenden una variedad de temas, lo cuales pueden ser abordados desde diferentes enfoques y perspectivas, tomando en cuenta las diversas realidades nacionales. Dentro de estos objetivos tres son de gran relevancia en términos de infraestructura, los objetivos 7 (energía asequible y no contaminante), 9 (industria, innovación e infraestructura) y 11 (ciudades y comunidades sostenibles), que tienen como fin el desarrollo de la infraestructura energética y tecnologías limpias, ampliación y desarrollo de infraestructuras y comunicaciones, así como asegurar a las personas de viviendas y servicios básicos y asequibles. Por otro lado, los objetivos 12 (producción y consumos responsables) y 13 (acción por el clima) tienen como finalidad la reducción del uso de recursos, consumo y producción sostenibles y bajar los niveles de CO₂ [2]. Como se menciona anteriormente, los ODS están formulados de tal manera que su impacto sea completo, por lo que es evidente interpretar que las metas en términos de construcción deben de estar orientadas a cumplir de igual manera los objetivos con fines de consumo y producción responsables, reducción de materias primas y reducción de niveles de CO₂.

Siendo México uno de los 193 países que conforman la Organización de las Naciones Unidas y respaldado por iniciativas gubernamentales como el Plan Nacional de Desarrollo 2019-2024, el cual es un programa de actividades para atender problemáticas actuales de nuestro país, dentro del cual en los programas de política social VI y VII mencionan las necesidades de contar con una vivienda e infraestructuras dignas y de calidad, relacionando la planeación técnica adecuada, así como la calidad de los materiales que utilizados para dicho propósito, es trascendental proponer diseños más eficaces así como materiales de construcción que contribuyan con dichos propósitos.

1.2. Materiales de construcción

La construcción de obras de infraestructura tiene un papel importante no solo en el crecimiento económico de un país debido a su impacto en la calidad de vida, confort, seguridad, salud, entre otros aspectos, sino también está relacionado con el desarrollo sostenible de este [3]. Los materiales utilizados para tal propósito son materias primas, productos o subproductos que, de acuerdo con sus características

y propiedades, son determinantes en la definición de las cualidades físicas de la construcción, método constructivo, equipos y mano de obra necesarios para llevarla a cabo.

Los materiales de construcción deben de cumplir con características tales como ser resistentes a la abrasión, rígidos, resistentes mecánicamente, durables, accesibles y de bajo costo para ser atractivos en el ámbito de edificación, sumado a estas características se debe de considerar las iniciativas de los ODS que se contemplaron en la sección pasada, relacionadas a la producción y consumo responsable y así como amigables con el medio ambiente. Los materiales de construcción más usados se presentan en la Figura 1 donde se clasifican de acuerdo con sus propiedades.

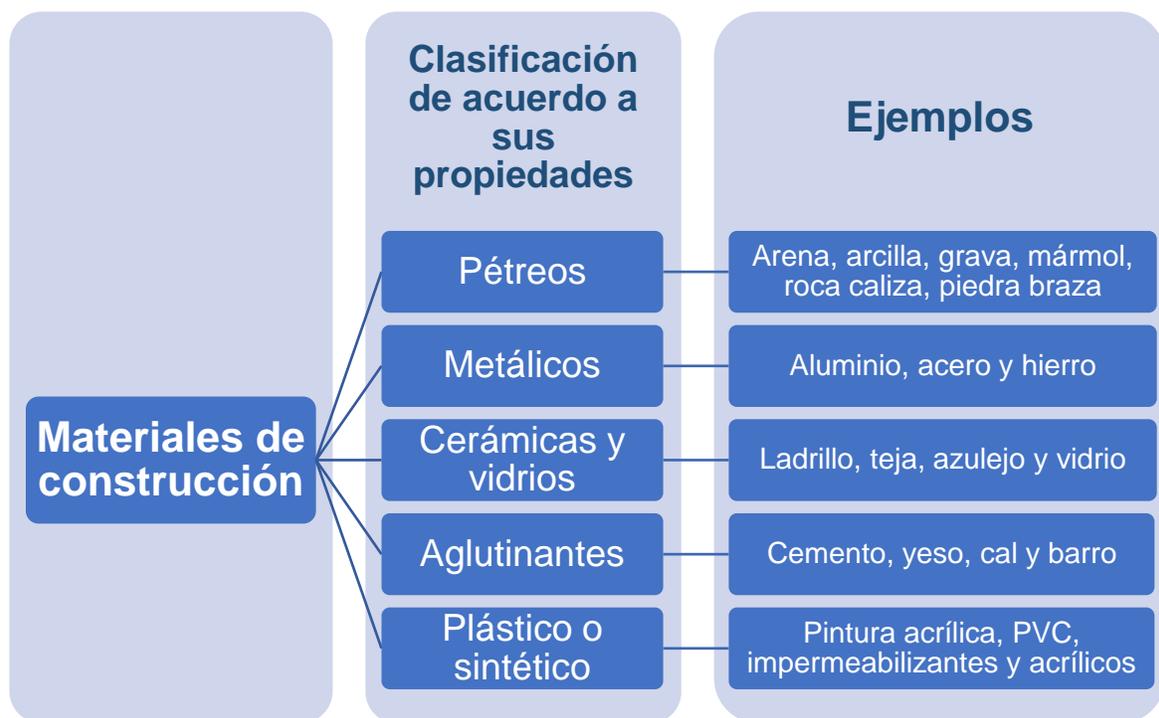


Figura 1. Clasificación de los materiales de construcción.

1.3. Materiales base Cemento Portland

Los materiales de construcción con mayor uso tienen como componente principal cemento Portland (CP) que se encuentran dentro de la clasificación de materiales aglutinantes, de hecho, la palabra cemento hace referencia a un material con propiedades tanto adhesivas como cohesivas, las cuales tienen la capacidad de aglutinar fragmentos minerales para formar un todo compacto [4].

El cemento es fundamental para el mundo que nos rodea, es la materia prima fundamental para la creación morteros y concretos con los cuales se pueden crear hogares, escuelas, redes de transporte, lugares de recreación, sistemas de suministro de agua, y son la base de la infraestructura de energía limpia, como

turbinas eólicas y presas. Lamentablemente la industria del cemento tiene una huella ecológica difícil de ignorar: utiliza cantidades significativas de recursos naturales como piedra caliza y arena, además por supuesto de recursos energéticos. La industria del cemento ocupa el segundo lugar después de la generación de energía en la producción de CO₂. La producción de una tonelada de CP libera aproximadamente una tonelada de CO₂ a la atmósfera y, a veces, mucho más, lo que significa que esta industria representa entre el 7 y el 8 por ciento de las emisiones de CO₂ producidas por el hombre en el planeta. La mitad proviene de la producción de clínker (los restos incombustibles de la combustión del carbón), el 40 por ciento de la quema de combustible y el 10 por ciento del uso en transporte y electricidad [5]. Estos datos en conjunto con las ODS (sección 1.1, página 1) han desarrollado iniciativas para disminuir el impacto de la industria del cemento, estas iniciativas están enfocadas a tener procesos de elaboración más eficientes en las plantas de cemento y que además cumplan con limpieza de los gases que arrojan al ambiente, así como en la creación de sustitutos o aditivos para el cemento, de tal manera que la cantidad que se utilice sea menor o que las mezclas tengan una vida útil más extensa, lo que impactaría directamente en la producción de nuevas mezclas de concreto o mortero. Por tal motivo el estudio del cemento y sus productos se ha vuelto un tema que cada vez genera mayor interés, no solo por su versatilidad y propiedades mecánicas, sino también por el impacto ambiental que tiene y se desea mitigar.

Los cementos que se utilizan para la fabricación del concreto o mortero son polvos finos que al entrar en contacto con el agua se comportan como un pegamento, sin embargo, tienen la característica de que a pesar de estar sumergidos en agua pueden fraguar y endurecer, por esta razón también se pueden definir como cementos hidráulicos. Los cementos hidráulicos están compuestos principalmente de silicatos de calcio y aluminosilicatos de cal, esto quiere decir que los cementos hidráulicos fraguan y endurecen por la reacción química con el agua [6]. El proceso de hidratación comienza cuando el cemento tiene contacto con el agua, en la superficie de las partículas de cemento se empieza a formar una capa fibrosa (productos de hidratación) que se va extendiendo gradualmente hasta llegar a otra partícula de cemento hidratada o la superficie de algún otro material. De esta manera se va formando la estructura de la pasta de cemento hidratado, que de acuerdo con su acomodo microestructural proveerá las características deseables en un concreto: resistencia mecánica, resistencia a la abrasión, impermeabilidad, resistencia al calor, no combustible y que requiere poco mantenimiento.

Desde que en 1843 William Aspdin produjo el primer CP con la definición actual, ha habido un proceso continuo de evolución en la tecnología del proceso de fabricación del cemento, así como la composición de este [7]. La fabricación del CP consta de las siguientes etapas: en primer lugar, la recolección de la materia prima que consiste en caliza, marga y esquisto, arcilla, arena o mineral de hierro; el material recolectado se tritura primero para reducirse hasta un tamaño de 125 mm (5") y

después a un tamaño de 20 mm (3/4") para entonces almacenarla; se prosigue con la dosificación, mezclado y molienda del material; el producto resultante del paso anterior se calcina a temperaturas que oscilan entre 1350°C y 1450°C, de esta manera se produce el clínker (gránulos o pequeñas bolas, de entre 0.5 a 25 mm compuestas de caliza, arcilla, entre otros componentes calcinados) como resultado; los granos de clínker junto con una adición de yeso se transfieren a un molino derivando en el polvo fino grisáceo llamado cemento [6].

Se suelen considerar cuatro componentes principales del cemento, que se enumeran en la Tabla 1, junto con su fórmula química y abreviación. La notación abreviada, que es utilizada por los químicos del cemento, describe a cada óxido con una letra, por lo que: CaO = C; SiO₂ = S; Al₂O₃ = A; Fe₂O₃ = F[4].

Tabla 1. Compuestos principales del CP [4].

Compuesto de Cemento	Fórmula Química	Abreviatura
Silicato tricálcico (alita)	Ca ₃ SiO ₅ o 3CaO.SiO ₂	C ₃ S
Silicato dicálcico (belita)	Ca ₂ SiO ₄ o 2CaO.SiO ₂	C ₂ S
Aluminato tricálcico (celita)	Ca ₃ Al ₂ O ₆ o 3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
Aluminoferrita tetracálcica (felita)	Ca ₄ Al ₂ Fe ₂ O ₁₀ o 4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF

La alita es el más importante constituyente del clínker de CP, su presencia está en el rango del 50-70%; su reacción al contacto con el agua es relativamente rápida y es uno de los constituyentes que aporta mayor resistencia dentro de los primeros 28 días, es por lejos el más importante. El porcentaje de belita se encuentra en el rango de 15-30%; al contacto con el agua su reacción suele ser más lenta, el aporte a la resistencia dentro de los primeros 28 días es bajo, sin embargo, va incrementándose sustancialmente al pasar los años. La celita por otro lado constituye del 5-10% del clínker del CP, su reacción al contacto con el agua es indeseablemente rápida y puede tener un efecto indeseado en este aspecto (fraguado en menor tiempo), por ese motivo que para contrarrestar este efecto al momento de moler el clínker se agrega yeso a la mezcla. Finalmente, la fase ferrita compone del 5-15% del clínker de CP, su reacción al contacto con el agua es variable, quizás debido a diferencias en composición u otras características, pero en general su reacción es rápida, ubicado entre la alita y la belita [8]. La cantidad de los componentes principales del CP contribuyen en el comportamiento mecánico y la durabilidad de la pasta de cemento.

1.4. Durabilidad en concretos o morteros

Es esencial que toda estructura de concreto deba de continuar ejecutando sus funciones destinadas, es decir manteniendo las utilidades requeridas, durante el tiempo en servicio especificado o tradicionalmente esperado [4], a esta capacidad podemos definirla como durabilidad. La durabilidad del concreto depende de muchos factores incluyendo sus propiedades físicas y químicas, el entorno de

servicio y la vida de diseño; las propiedades físicas del concreto a menudo se discuten en términos de permeabilidad y el movimiento de agentes agresivos dentro y fuera del concreto, estas propiedades pueden verse afectadas como resultado de agrietamiento por contracción por secado, acción de heladas, erosión o fuego durante el servicio; las propiedades químicas se refieren a la cantidad y tipo de los productos de hidratación del CP, principalmente el silicato de calcio hidratado, aluminato de calcio hidratado y el hidróxido de calcio (portlandita) del cemento fraguado, las reacciones de los agentes agresivos externos con estos hidratos pueden tener como consecuencia productos inertes, altamente solubles o expansivos, siendo la reacción de estos de gran importancia para controlar la severidad del ataque químico [9]. La zona superficial o de cobertura, por lo tanto, juega un papel muy importante en la durabilidad, ya que actúa como primera línea en la defensa de ataques químicos y físicos del medio ambiente.

Actualmente no se tiene un método unificado para determinar la calidad de un concreto en términos de durabilidad, sin embargo, existen indicadores para determinar qué tan susceptible es el material a la entrada de agentes agresivos externos o a reaccionar con alguna sustancia; los indicadores han sido normados para ofrecer una mayor fiabilidad y están en función de la porosidad total, porosidad interconectada, compacidad, grado de reacción ante agentes agresivos externos y condiciones ambientales, la información correspondiente a las normas, alcances y parámetros se mostrarán más adelante.

1.5. Mucílago de nopal *Opuntia Ficus Indica*

El género *Opuntia* es una planta que pertenece a la familia de las cactáceas y también es conocida como planta de tuna o nopal. Debido a su eficiente almacenamiento interno de agua, este cultivo es abundante en regiones áridas o semiáridas de muchos países, entre los que se encuentra México [10]. El género *Opuntia* tiene un contenido de agua entre 90 y 92.5%, además de calcio, potasio, sílice, sodio y menor cantidad hierro, aluminio, magnesio y zinc, entre otros compuestos como glúcidos, compuestos nitrogenados, aminoácidos y ácidos orgánicos. La familia Cactácea está caracterizada por la producción de mucílago, el cual es un carbohidrato complejo con perspectivas prometedoras no solo para la explotación alimentaria, sino también para uso médico o industrial [11].

El mucílago de nopal es la sustancia viscosa que excretan las pencas de OFI (*Opuntia Ficus-Indica*) comúnmente conocido como nopal. El mucílago de OFI es un polisacárido natural fibroso, altamente ramificado que tiene una composición promedio de azúcares de 24.6 – 42.0% de arabinosa, 22.0 – 22.2% xilosa, 21.0 – 40.1 % galactosa, 8.0 – 12.7 % de ácido galacturónico y 7.0 – 13.1% de ramnosa [10], [12]; cuyo peso molecular promedio se encuentra en el orden de 3×10^6 Da según Cárdenas y colaboradores [13], 4.3×10^6 Da de acuerdo con datos de Trachtenberg y Mayer [14] y 2.3×10^4 Da [15] de acuerdo con lo reportado por Medina-Torres y colaboradores, esta variación de los azúcares, peso molecular, la

calidad y cantidad de mucílago se atribuyen a la edad del espécimen, estación climática y topografía del lugar, lo que puede dificultar la comparación y correlación [10], [16].

1.6. Materiales base CP con adiciones de mucílago de nopal

El mucílago de nopal es un material empleado ampliamente en la industria; sus propiedades han sido utilizadas con perspectivas alimentarias, farmacéuticas, purificación de agua, así como en la industria de la construcción [10]

El mucílago de nopal ha sido utilizado en la construcción como aditivo de morteros de cal por siglos para proteger y restaurar edificios, debido a que su inclusión mejora su comportamiento contra la penetración del agua y agrietamiento [17], [18].

Tomando en consideración estos beneficios, en tiempos más recientes se ha probado este aditivo natural en mezclas de concreto y mortero con base en cemento Portland, mostrando por consecuencia ser un aditivo de menor costo el cual puede tener como beneficios mayores tiempos de fraguado, menor absorción de agua y mayor resistencia a esfuerzos de compresión [19], [20].

Debido a estas características el interés de miembros de la industria de la construcción ha crecido, realizando caracterizaciones mecánicas y de durabilidad a especímenes que tienen este tipo de adiciones, ya que propiedades deseadas y que se planean mejorar. Por otro lado, los cambios microestructurales apenas se empiezan a estudiar de manera más detallada, con el fin de conocer el porqué de los resultados obtenidos, y de esta manera descubrir cual es la manera más efectiva de adicionar mucílago y en qué cantidad.

2. Justificación

En México los principales materiales de construcción son base cemento Portland (CP), los cuales cuentan con características inigualables como son impermeabilidad, resistencia al calor, resistente a la abrasión, resistente a esfuerzos de compresión, no combustible y que requiere poco mantenimiento, además de tener la propiedad de ser durable [6]. La durabilidad de un concreto/mortero es una característica deseable en los concretos usados en obras de infraestructura, esta propiedad nos garantiza que el material soportará los agentes químicos y físicos externos a los que estará expuesto durante el tiempo de vida útil de la obra en cuestión, sin generar costos extraordinarios.

Para lograr que los concretos/morteros presenten mayor durabilidad, se han investigado y desarrollado aditivos que han logrado cumplir con esta intención; en años recientes y tomando en consideración los ODS [1] se ha apostado por aditivos o sustitutos naturales y/o desechos regionales, tomando en cuenta que además de proveer mayor durabilidad no se deben de sacrificar sus propiedades físicas y mecánicas que lo caracterizan, lo que representa un objeto de estudio.

El nopal *Opuntia Ficus-Indica* (OFI) ha sido usado en la elaboración de morteros de cal durante siglos para restaurar y proteger edificios debido a su desempeño contra la penetración de agua y agrietamiento [10]. Los antecedentes de este producto nos indican que puede tener un buen desempeño como aditivo en las mezclas base CP.

La cinética de la reacción de hidratación y fraguado del CP es por si sola bastante compleja e incluye varios procesos; al hacer contacto con el agua los componentes del CP reaccionan generando diferentes enlaces y estructuras cristalinas y cada de uno de los componentes se comportan de manera diferente en cuanto a generación de calor, hidratación y fraguado se refiere. Al adicionar mucílago de nopal las cadenas del biopolímero pueden incrustarse en la porosidad del material, lo cual puede generar interacciones moleculares débiles y de esta manera dificultar la interacción con agentes externos, adicionalmente si el mucílago de nopal se encuentra en los sitios intersticiales de la microestructura, los esfuerzos a los que está sometido el mortero podrían ser disipados.

3. Hipótesis

Al incorporar mucílago de Nopal *Opuntia ficus-indica* (OFI) al agua de mezclado de compositos base Cemento Portland (CP) se pueden formar interacciones secundarias (puente de hidrógeno, Van der Waals) entre las fases del cemento y las cadenas del mucílago de nopal, obstaculizando la entrada de agentes agresivos, incrementándose la durabilidad de las mezclas sin afectar la resistencia mecánica.

4. Objetivos

4.1. Objetivo general

Caracterizar la influencia del biomaterial mucílago de nopal OFI, incorporándolo en dos proporciones en peso de Nopal: Agua, 1:2 y 1:3, así como la mezcla control, en morteros para la construcción que tienen como componente principal CP, a edades tempranas (7, 28 y 45 días) y a edades tardías (seis años).

4.2 Objetivos específicos

- Identificar los enlaces químicos que se forman y como pueden contribuir al desempeño de la mezcla, por medio de análisis FTIR.
- Obtener la composición química de las diferentes mezclas empleando el análisis XRF y comparar los resultados obtenidos.
- Caracterizar mediante SEM en sus distintos modos de operación para conocer su morfología y composición elemental.
- Reconocer las fases cristalinas presentes mediante XRD para evaluar su evolución al añadir mucílago de nopal.
- Realizar refinamiento Rietveld para conocer el porcentaje de las fases cristalinas presentes.
- Correlacionar los resultados de pruebas XRD, SEM y FTIR con los datos de durabilidad obtenidos en las diversas pruebas realizadas a morteros.
- Correlacionar los resultados de pruebas XRD, SEM y FTIR con los datos de resistencia mecánica obtenidos en las diversas pruebas realizadas a las mezclas de morteros.

5. Metodología

La metodología del presente trabajo se presenta en la Figura 2. En primer lugar, se elaboraron las muestras de mortero con las diferentes proporciones (testigo, MN 1:3 y MN 1:2). Seguido de esto se realizaron caracterizaciones de tipo SEM, XRD, XRF y FTIR a las muestras a edades de 7, 28, 45 días y 6 años. De igual manera se realizaron pruebas mecánicas y de durabilidad a edades de 7, 28, 45, 90, 150, 180, 300 días y 6 años. Se empleó el programa X'Pert High Score Plus para el refinamiento Rietveld.

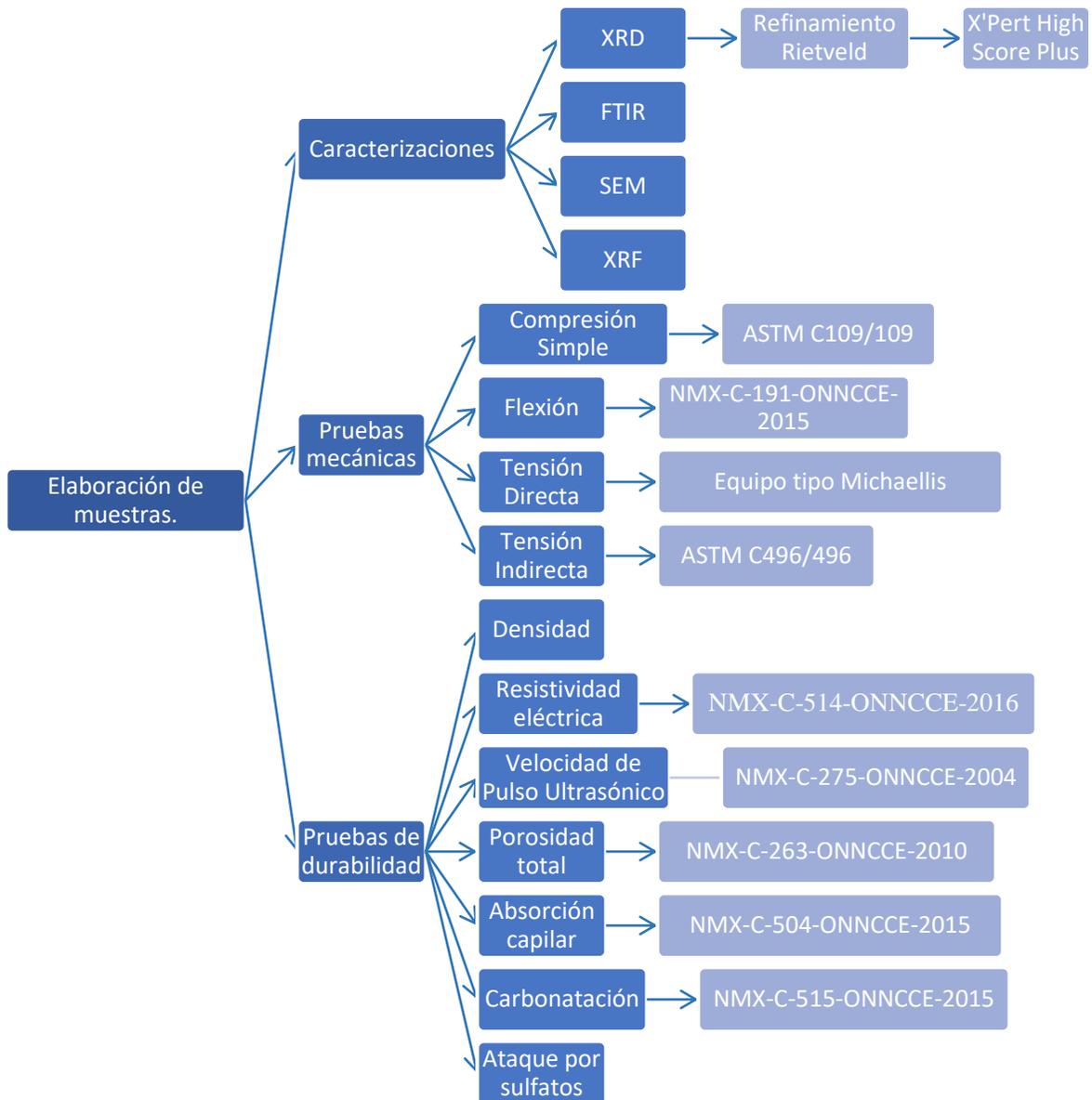


Figura 2. Diagrama de la metodología llevada a cabo en el presente trabajo.

5.1. Materiales

Las muestras evaluadas corresponden a morteros base CP, arena y mucílago de nopal como líquido de mezcla. La arena, clasificada como agregado fino procede del banco de material “Calderón” de la comunidad de Joyitas, ubicada en el municipio de Morelia, Michoacán, a la cual se le realizaron las pruebas pertinentes para descartar contenido de materia orgánica y arcilla, así como que cumplieran con la dureza adecuada para su uso [21]. El procedimiento para obtener el mucílago de nopal consistió en limpiar de suciedad y espinas al nopal, córtalo, someterlo a ebullición y pasar por un proceso de macerado a fin de obtener la sustancia final; se realizaron dos mezclas de las cuales la primera tiene una proporción de un kilogramo de nopal por dos litros de agua (lo que da como resultado una solución con aproximadamente 15% en peso de mucílago), la cual se identifica como MN 1:2; la otra tuvo una proporción de un kilo de nopal por tres litros de agua (aproximadamente 8% en peso de mezcla en la solución), llamándose MN 1:3. El cemento Portland que se utilizó para elaborar los morteros es un cemento CPC-30R-RS de la marca Tolteca, la nomenclatura indica que se trata de un Cemento Portland Compuesto (CPC), de clase 30 con resistencia especificada a los tres días de 30 MPa (30R), con la propiedad extraordinaria de ser resistente a los sulfatos.

Se realizaron tres tipos de mortero, uno con la proporción MN 1:2 al que se le agregó 1% en peso de cemento de aditivo superplastificante, otro con la proporción MN 1:3 con el 0.3 % de aditivo y finalmente, otro llamado control; el mortero control fue un mortero convencional, que no tuvo ni aditivo ni sustitución, sus componentes fueron agua, cemento y arena; el porcentaje de aditivo que se agregó está relacionado con la fluidez y trabajabilidad de la mezcla, utilizando la prueba de fluidez en morteros se determinó la cantidad necesaria de agua para la mezcla testigo y conociendo que la fluidez de morteros con adiciones de mucílago OFI cambia, se realizó la misma prueba, con la misma cantidad de líquido de mezclado para conocer la cantidad de aditivo necesario para cada una de las mezclas [21], para esta investigación se utilizó el aditivo CRISOTAN R-5.

Previo al proceso de mezclado el agregado y el cemento fueron sometidos a pruebas de calidad de acuerdo con las normas correspondientes [21]; el mortero en estado fresco fue sometido a pruebas consistencia y fluidez y finalmente una vez fraguado la mezcla fue sometida a pruebas mecánicas a edades de 7, 28, 45, 90 días (edades tempranas) y 120, 150, 180, 300 días (edades tardías); pruebas de durabilidad a 90 días (edades tempranas) y 180 días (edad tardía).

5.2. Técnicas de caracterización

La caracterización de nuevos materiales durante su proceso de desarrollo es de gran importancia, no solo de los materiales de partida, sino también de su morfología y características interfaciales, por lo que es muy importante su caracterización [22]. Para este trabajo se manejaron cuatro técnicas de caracterización: Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier,

caracterización de morfología microestructural con Microscopio Electrónico de Barrido, Fluorescencia por Rayos X y Difracción de Rayos X complementando como refinamiento Rietveld.

5.2.1. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

Los enlaces químicos que unen los átomos de una molécula se comportan con efectos de elasticidad de alargamiento, contracción o flexión entre los átomos, todo esto como si fueran pelotas unidas por un resorte, este tipo de conductas complejas pueden clasificarse matemáticamente como modos de vibrar; cada tipo de vibración molecular está cuantizada, lo que quiere decir que los movimientos de estiramiento y flexión de la molécula están restringidos a ciertas frecuencias. Si a una molécula se le incide radiación electromagnética que coincide con la frecuencia de uno de sus modos de vibrar, en la mayoría de los casos la molécula absorberá la energía de la radiación y saltará a un estado de energía más alto, lo que significa que la amplitud de la vibración será mayor, pero conservando la misma frecuencia de vibración [23], [24]. Con base en esta información la espectroscopía infrarroja (IR) se basa en el supuesto de que, al incidir luz infrarroja sobre una molécula absorberá la luz de esta zona del espectro electromagnético, lo que puede dar importante información acerca de la naturaleza química y estructura de la molécula.

El método de espectroscopía más utilizado es el de FTIR (por sus siglas en inglés Fourier Transform Infrared) el cual es una técnica que se utiliza para obtener un espectro de absorción o transmisión de algún material. Cuando la radiación de infrarrojos alcanza el espécimen de estudio, parte de la radiación es absorbida por la muestra y otra parte la atraviesa (se transmite). La señal resultante en el detector está dividida en dos zonas: la zona de los grupos funcionales, que se encuentra de 4000 a 1400 cm^{-1} y la zona dactilar comprendida entre 1400 y 400 cm^{-1} [25], [26] (Figura 3). Particularmente la zona dactilar es de gran utilidad cuando se realiza una identificación mediante comparación de espectros.

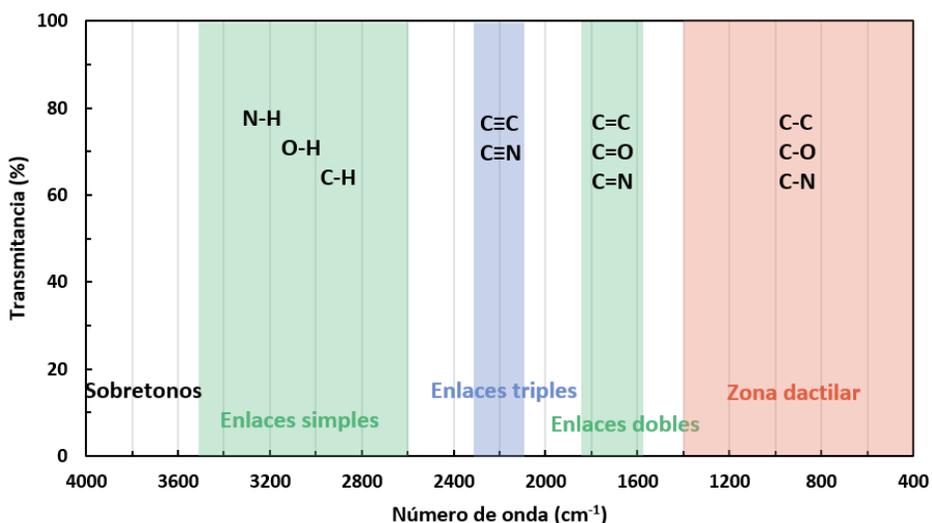


Figura 3. Frecuencias características de los grupos funcionales, dentro del espectro infrarrojo [15].

El espectro infrarrojo (FTIR) se obtuvo en el rango de 400-4000 cm^{-1} con un espectrómetro Shimadzu IR-tracer utilizando el método ATR. Todas las mediciones fueron realizadas a temperatura ambiente, las muestras de mortero se analizaron en polvo y fueron obtenidas del núcleo de los especímenes cúbicos utilizados en compresión, las muestras de mucílago de nopal fueron analizadas en líquido y en polvo (en ese caso el mucílago de nopal se colocó en una termobalanza por treinta minutos con una temperatura de 100 $^{\circ}\text{C}$ hasta masa constante, lo que significó perder el 98.3% de su humedad).

2.5.2. Microscopio electrónico de Barrido

El Microscopio Electrónico de Barrido (por sus siglas en inglés SEM, Scanning Electron Microscope) es un instrumento que por su configuración (Figura 4a) puede ser de gran utilidad para observar y caracterizar la morfología microestructural superficial y composición química elemental de los materiales estudiados [27]. Los SEM se encuentran compuestos principalmente de un emisor de electrones, una columna y diferentes lentes electromagnéticas; una vez que el haz de electrones generado por el emisor pasa por las diferentes lentes electromagnéticas que se encuentran en la columna es posible llevar a cabo un barrido superficial de la muestra, cuando los electrones incidentes interactúan con la superficie de la muestra se generan diferentes señales como los electrones secundarios los cuales son de gran utilidad para observar la morfología de la superficie de la muestra, debido a la gran sensibilidad de estos [28]; electrones retrodispersados, los cuales son sensibles a la composición del espécimen, por lo que pueden aportar información de este tipo para determinada área que se esté observando [28]; otra clase de señales producida por la interacción del haz de electrones sobre la muestra son los rayos X característicos, el análisis de rayos X característicos para proporcionar información química es la técnica microanalítica más utilizada en el SEM [27], entre otras señales (Figura 4b) que podrán ser capturadas por los diferentes detectores con los que cuenta el equipo.

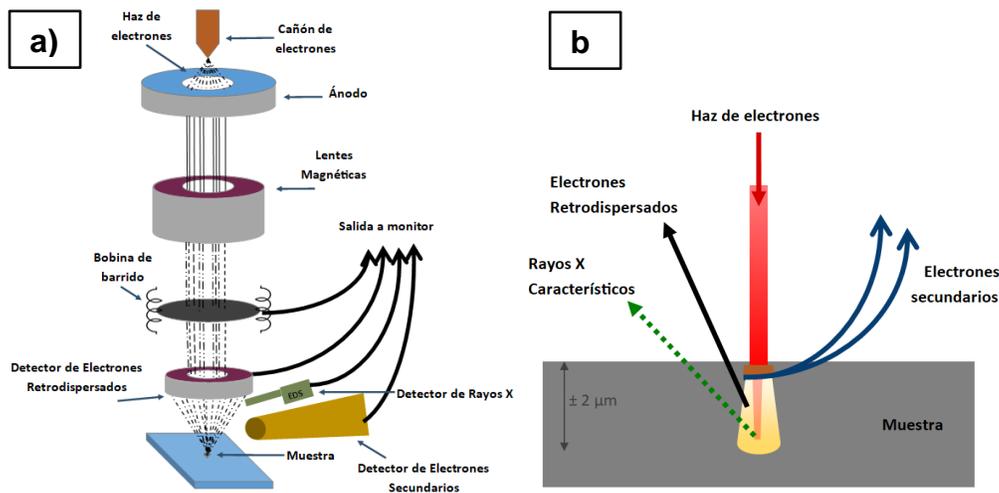


Figura 4. a) Esquema de configuración de un SEM. b) Esquema de señales detectadas por un SEM.

Para el análisis de SEM se utilizaron dos microscopios electrónicos de barrido, en el caso de las muestras con 7 y 28 días de edad se empleó un SEM modelo ESEM FEI Quanta 250 FEG, para el caso de las muestras de 45 días y 6 años se utilizó el SEM FEI - FIB Dual Beam Helios Nanolab 600. Todas las muestras fueron obtenidas del núcleo de los especímenes cúbicos probados en compresión simple; para las muestras con edades de 7 y 28 días se montaron en el porta muestras con ayuda de cinta de carbón y se probaron en su modo de operación ambiental, para las muestras con edades de 45 días y 6 años, las muestras se montaron sobre pintura de plata o cinta de carbón, y fueron recubiertas con oro (recubrimiento “sputtering”), con el fin de garantizar que las muestras sean conductoras y se permita la observación en el microscopio, así como que mejore la calidad de la imagen. Al realizar el análisis EDS se omitieron las señales del elemento oro.

2.5.3. Fluorescencia por rayos X

La espectroscopía de fluorescencia de rayos X, (XRF por sus siglas en inglés, X-Ray Fluorescence) es una técnica analítica no destructiva que es usada para determinar la composición elemental de una muestra. Su principio se basa incidir rayos X sobre la muestra, de tal manera que se logre extraer los electrones de las capas internas del átomo creando vacancias, las cuales pueden ser llenadas por electrones de las capas exteriores, esta transmisión de electrones está relacionada con una emisión de energía (fotón de rayos X), una representación esquemática de esto se puede apreciar en la Figura 5. La diferencia entre dos niveles de energía es particular para cada elemento, lo que ayuda a identificarlos, y a vez su intensidad determina la concentración en la que se encuentra presente [29]. Esta técnica será utilizada para obtener un análisis semi cuantitativo de los elementos y óxidos presentes en las muestras.

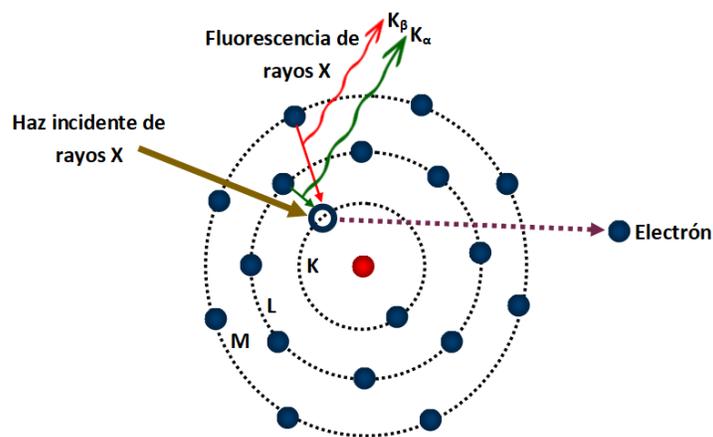


Figura 5. Representación de un modelo atómico para el análisis de Fluorescencia por Rayos X.

Las muestras que se utilizaron para el análisis en XRF fueron en polvo que se extrajeron del núcleo de los especímenes; se empleó el espectrómetro ZSX Primus II de la marca RIGAKU con generador de rayos X de rodio. En este equipo se analizaron muestras con edades de 45 días y 6 años desde que se elaboraron.

2.5.4. Difracción de rayos X

La Difracción de Rayos X (XRD por sus siglas en inglés X-Ray Diffraction) es una técnica que consiste en incidir un haz de rayos X monocromático sobre una muestra cristalina para así obtener un patrón de difracción de rayos X. En una muestra cristalina, los átomos se encuentran agrupados de forma ordenada y periódica, por lo que, al incidir esta radiación, son dispersados en todas direcciones, produciendo interferencia constructiva como destructiva, donde para ciertos tipos de arreglos atómicos puede ocurrir que las ondas dispersadas se encuentren en fase y se refuercen, dando origen al fenómeno de difracción [30]. Este fenómeno está descrito por la ley de Bragg (ecuación 1) que se cumple cuando los rayos X difractados por planos paralelos separados por una distancia “d”, presentan una diferencia de camino recorrido igual a un entero de la longitud de onda del haz incidente. La XRD en polvos es ampliamente utilizada para la identificación de fases cristalinas [31].

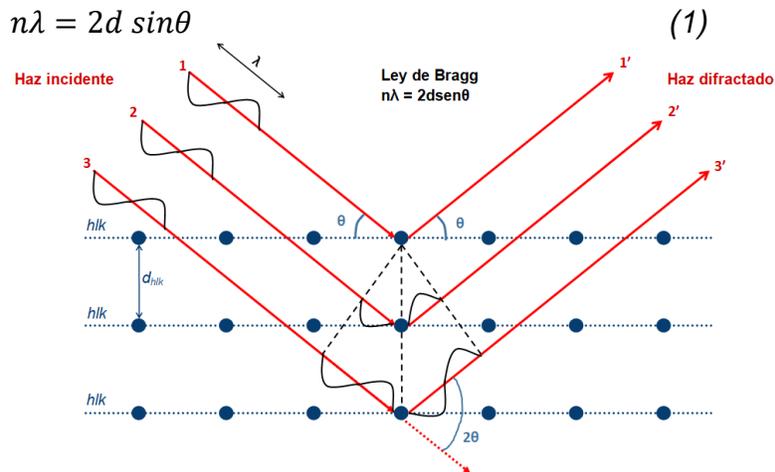


Figura 6. Esquema que enuncia la ley de Bragg.

Las muestras que se utilizaron para el análisis en XRD fueron en polvo que se extrajeron del núcleo de los especímenes; se empleó el equipo SmartLab RIGAKU, con una fuente de radiación de $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5418 \text{ \AA}$) en el rango 2θ de 5° a 55° .

2.5.5. Refinamiento Rietveld

Como se mencionó anteriormente la técnica de XRD es ampliamente utilizada para la identificación de fases cristalinas; lo que es de gran importancia para conocer las propiedades de los materiales, sin embargo, otro aspecto que también resulta de gran interés y que por sí solo no aporta esta técnica es la cantidad en que se encuentran presentes dichas fases, para conocer esta información es necesario realizar un tratamiento de datos más detallado conocido como refinamiento. El refinamiento de compuestos con estructuras cristalinas es un procedimiento que permite realizar análisis cualitativos y cuantitativos a partir de patrones de difracción de Rayos X.

El método del refinamiento Rietveld (llamado así por el científico que lo desarrolló, Hugo M. Rietveld) consiste en minimizar la diferencia que existe entre un

difractograma experimental y un difractograma calculado; para poder minimizar esta diferencia se hacen ajustes en la escala, desplazamiento, forma del pico, parámetros de red del difractograma experimental, así como en orientaciones preferenciales [32], si es que las existen; esto sin comprometer la veracidad de los datos.

Lo más importante de realizar un refinamiento Rietveld no sólo es tener un ajuste de datos adecuados, sino que la solución sea correcta, y para conocer cuando un refinamiento es suficientemente bueno podemos guiarnos en los parámetros R_p , R_{wp} y R_{exp} , los cuales son unos valores numéricos que dan mérito a la calidad del ajuste y cuanto menor sean significa que el error es menor; sin embargo, la forma más importante de determinar la calidad de un ajuste de Rietveld es ver gráficamente los patrones observados y calculados y asegurarse de que el modelo sea plausible químicamente [33]

5.3. Pruebas mecánicas

Las propiedades mecánicas de los materiales determinan su comportamiento ante cargas externas continuas o discontinuas, estáticas, dinámicas o cíclicas a las que pueden estar sometidos durante su vida y son especialmente importantes para el diseño de los elementos donde se utilizará. Las pruebas mecánicas que se realizan para ensayar los materiales regularmente se basan en normas nacionales o internacionales que estandarizan el procedimiento que se debe de llevar a cabo. A continuación, se abordan las pruebas que se realizaron para esta investigación.

5.3.1. Resistencia a la compresión simple

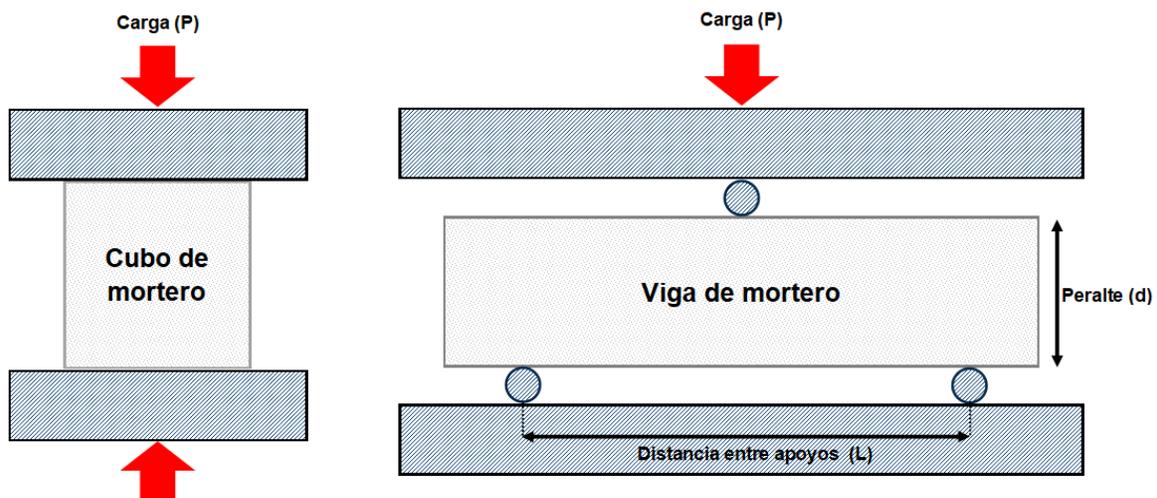


Figura 7. a) Ensayo de compresión simple en probetas cúbicas de acuerdo con la norma ASTM C109/109 M. b) Ensayo de flexión en vigas con medidas de 40x40x160 mm, siguiendo las indicaciones de la norma NMX-C-191-ONNCCE-2015.

La resistencia a la compresión simple es una de las características principales que determinan la calidad del concreto/mortero y nos expresa la capacidad de resistir un fenómeno de aplastamiento; se define como la capacidad para soportar una

carga por unidad de área, expresada en términos de esfuerzo. La prueba de compresión simple se realiza fundamentalmente para conocer si el concreto/mortero cumple con los requerimientos de resistencia especificada, pero también se emplea con fines de control de calidad y revisión de nuevas adiciones o sustituciones. Tal prueba se realiza de acuerdo con la norma ASTM C109/C109 M (Figura 7a) [34] la cual aplica la fórmula (2).

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

Donde f_m es el esfuerzo de compresión en MPa, P es la carga máxima aplicada expresada en N y A es el área de la superficie que estuvo en contacto con los platos de compresión en mm^2 .

Para compresión simple, la prueba se realizó en cubos de mortero con medidas de 50x50 mm de lado de acuerdo con la norma [34]. Las mediciones se hicieron en la máquina universal Tinius Olsen y se probaron hasta la falla cuatro especímenes por mezcla.

5.3.2. Resistencia a la flexión

La prueba de esfuerzo a flexión nos permite conocer cómo se comporta el mortero al aplicar esfuerzos de tracción a concreto sin acero de refuerzo; este ensayo es ampliamente utilizado para conocer el módulo de ruptura, un dato que importante en el diseño de pavimentos rígidos y que en algunos casos puede servir como referencia en el caso de concreto estructural. Para esta prueba se utilizan vigas de 40x40x160 mm, basándose en las especificaciones dadas por la norma NMX-C-191-ONNCCE-2015 (Figura 7b), la cual utiliza la fórmula de resistencia a la flexión o módulo de ruptura como se aprecia en la ecuación (3); donde R es el módulo de ruptura en kgf/cm^2 , P es la carga máxima aplicada en Kgf, L es la distancia entre apoyos en cm, b es el ancho promedio del espécimen y d es el peralte promedio del espécimen en cm.

$$R = \frac{PL}{bd^2} \quad (3)$$

Para este análisis se utilizaron probetas de 40x40x160 mm, basándose en las especificaciones dadas por la norma NMX-C-191-ONNCCE-2015 y el ensayo se llevó a cabo en la máquina universal Tinius Olsen.

5.3.3. Resistencia a la tensión directa

El esfuerzo a la tensión es la capacidad que tiene un cuerpo de soportar fuerzas opuestas aplicadas axialmente. Para esta prueba se utilizan probetas con forma de maní y la máquina de prueba para tensión de mortero tipo Michaelis (Figura 8), con la cual se usa la fórmula (4) para conocer los valores de tensión directa; donde R es la resistencia a la tensión en Kgf/cm^2 , M_m es la masa de las municiones usadas para generar el esfuerzo de ruptura por tensión directa en Kgf, S_m es el área

transversal media de la zona más angosta de la probeta en cm^2 y 50 es una constante del equipo. Es importante mencionar que este ensayo no está normalizado en casi ningún país, por lo que es muy poco utilizado.

$$R = \frac{Mm * 50}{Sm} \quad (4)$$

Para esta prueba se utilizaron tres briquetas (con forma de maní) por mezcla, y se añadieron municiones a la canastilla hasta la falla de los especímenes.

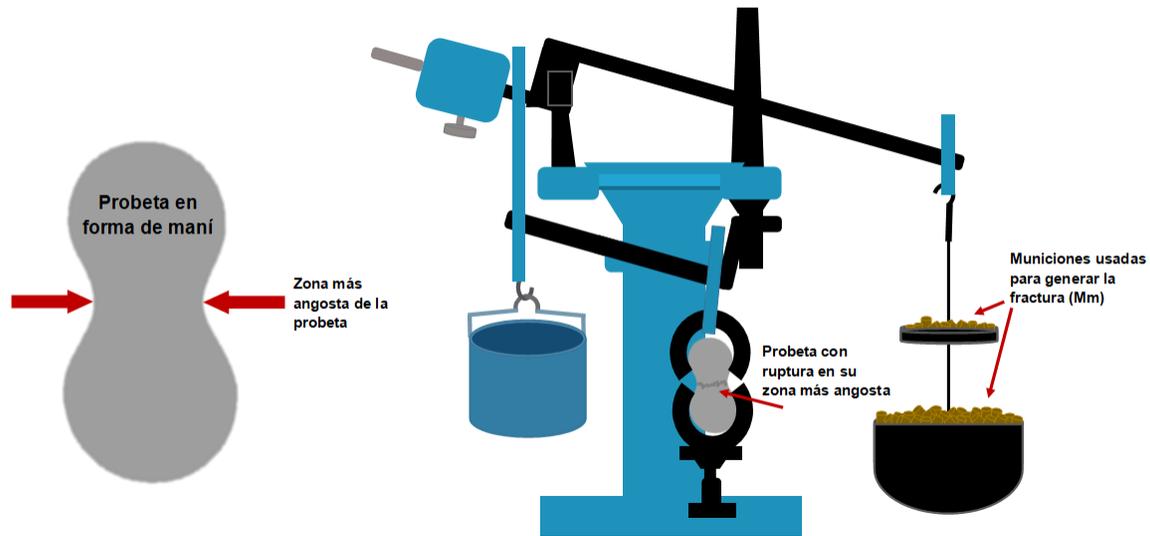


Figura 8. a) Representación de probeta en forma de maní utilizada para obtener la resistencia a la tensión directa, las medidas para obtener el área se obtuvieron de la parte más angosta. b) Representación del equipo tipo Michellis empleado para obtener la resistencia a la tensión directa.

5.3.4. Resistencia a la tensión indirecta

El ensayo de tensión indirecta consiste en aplicar una carga de compresión diametral a una probeta cilíndrica, aplicando una carga de manera uniforme y velocidad constante a lo largo de dos generatrices opuestas hasta alcanzar la rotura, el esfuerzo de compresión se transforma en esfuerzo de tensión lo que nos da un valor aproximado de resistencia a la tensión. Los ensayos para resistencia a la tensión indirecta se realizan en cilindros de mortero con medidas de 50 mm de diámetro y 100 mm de largo, siguiendo la metodología expresada en la norma ASTM C496/C496M (Figura 9a). La resistencia a la tensión indirecta se calcula con la fórmula (5), en donde: T es la resistencia a la tensión hasta el momento de la ruptura, P es la carga máxima aplicada en N, l es el largo del cilindro en mm y d es el diámetro del cilindro en mm [35].

Esta prueba se realizó con cilindros de medidas especificadas en la norma [35], aplicando carga hasta la falla mecánica de los especímenes, en esta prueba se utilizó la máquina universal Tinius Olsen.

$$T = 2P/\pi ld \quad (5)$$

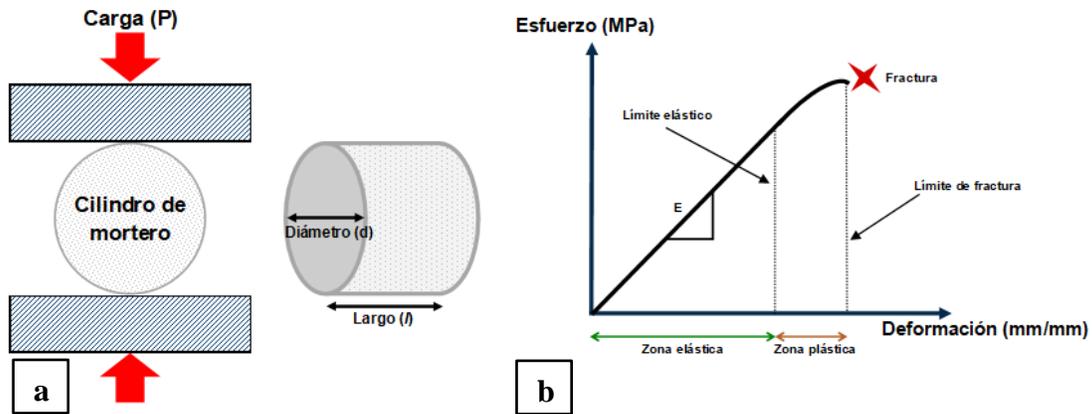


Figura 9. a) Ensayo de tensión indirecta en cilindro de mortero de acuerdo con la norma ASTM C496/496. b) Curva esfuerzo – deformación unitaria.

5.3.5. Módulo de elasticidad

Uno de los parámetros con mayor relevancia en el área de diseño de materiales es el módulo de elasticidad, esta es una propiedad mecánica que refleja la habilidad que tiene el material de deformarse elásticamente, el cual puede ser obtenido aplicando cargas conocidas sobre un espécimen para evaluar su deformación [36]. Para morteros/concretos este factor se define como la relación que existe entre el esfuerzo y la deformación axial, al estar sometido el material a esfuerzos de compresión dentro del comportamiento elástico y se consigue con la pendiente de la secante definida por dos puntos de la curva esfuerzo – deformación unitaria, dentro de esta zona elástica (Figura 9b) [37].

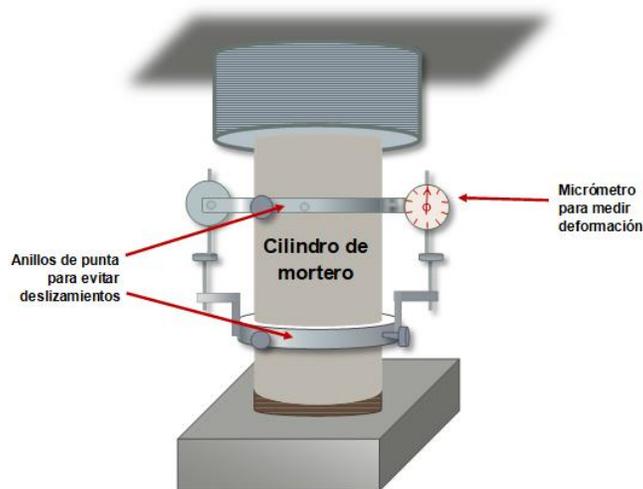


Figura 10. Representación de prueba para obtener el módulo de elasticidad de un mortero; en el esquema se puede observar que un cilindro se encuentra sometido a una fuerza de compresión y para evitar que exista desplazamientos se utilizan dos anillos de punta.

Para efectuar esta prueba se ensayaron probetas cilíndricas con medidas de 50 mm de diámetro y 100 mm de largo, las cuales se cabecearon con azufre con el fin de garantizar que las superficies de las caras se encontraban horizontales, sin relieves y paralelas entre sí. A continuación se probó a compresión un ejemplar de cada una

de las mezclas para conocer su esfuerzo ante cargas de compresión, seguido de esto se montaron los especímenes con la ayuda de anillos según estipulado en la norma NMX-C-128-ONNCCE-2013 [37], una vez que se verifica que los anillos están colocados correctamente (Figura 10), se sitúa el micrómetro en la posición adecuada y se realizan dos precargas correspondientes al 10% de la carga máxima obtenida en la prueba previa de compresión; después de verificar que al retirar la carga de las precargas obtenidas no hay deformaciones en la probeta, se procede a realizar la prueba aplicando una carga de ensaye máxima entre el 40 y 60% de la carga máxima obtenida en la prueba de compresión.

5.4. Pruebas de durabilidad

Como se mencionó anteriormente, en cuestión de durabilidad no existe un método unificado que nos indique cual es la calidad de un concreto, ya que intervienen varios factores en cada uno de los casos. Por tal motivo, en años recientes se ha prestado atención en desarrollar pruebas que simulen estas condiciones, de tal manera que sirvan como guía para conocer el comportamiento de nuestro material ante los estímulos degradantes a los que puede estar sometido o nos aporten más información sobre el acomodo interno; a continuación, se mencionan las que se utilizaron para el desarrollo de esta investigación.

5.4.1. Densidad

La densidad es la relación que existe entre la masa y el volumen de alguna sustancia o material; en el caso de los materiales base CP la densidad es un indicador que puede aportar información acerca de la compacidad de la mezcla en estado seco, los valores obtenidos se pueden comparar con la bibliografía existente y juzgar la calidad del material. En este caso, para los cálculos se utilizó la fórmula (6) en donde D es la densidad en g/cm^3 , M es la masa en g y V es el volumen en cm^3 .

$$D = \frac{M}{V} \quad (6)$$

Para obtener la densidad se utilizaron cuatro especímenes por cada mezcla, se retiraron del curado, se secaron superficialmente con una franela y se pesaron; posteriormente se colocaron en un picnómetro al que previamente se le llenó con agua y se dejó estabilizar, recibiendo el agua desalojada en una probeta graduada y registrando el volumen desplazado.

5.4.2. Resistividad eléctrica

La resistividad eléctrica es una propiedad de cada material y corresponde al recíproco de su conductividad [38], esta prueba no es destructiva y los valores obtenidos dependen en gran medida del grado de saturación de los poros de hormigón y en menor medida del grado de hidratación de la pasta y de la presencia de sales disueltas en la fase acuosa [38]. En función del estado de saturación de la muestra a analizar se pueden obtener dos tipos de resistividad: la resistividad aparente y la resistividad real [39], para este estudio se trabajará el método para calcular la resistividad real de acuerdo con la norma NMX-C-514-ONNCCE-2016.

La resistencia eléctrica estará dada por la ecuación (7) donde R_e es la resistencia eléctrica en ohm, E es la tensión o diferencia de potencial eléctrico en volts y I es la corriente aplicada en amperios [39].

$$R_e = \frac{E}{I} \quad (7)$$

Para obtener el valor de la resistividad (ρ) en ohm-cm se debe de multiplicar la resistencia eléctrica por un factor de constante de celda (k), la cual es la relación entre la sección transversal (A) en cm^2 de la probeta y la longitud L en cm de esta (ecuación 8)[39].

$$k = \left[\frac{A}{L} \right] \quad \rho = R_e k \quad (8)$$

Para esta prueba se utilizaron cubos de mortero de dimensiones de 50x50 mm los cuales se encontraban en estado de saturación. Se tomaron sus medidas, y después de ajustar el amperímetro y el voltímetro se montó la probeta en el resistómetro, se colocaron placas de acero inoxidable en la cara inferior y superior y se verificó que el contacto entre estas y el espécimen sea correcto, se conectaron las placas de acero inoxidable al equipo utilizando caimanos eléctricos y se procedió a transitar corriente eléctrica, de acuerdo con el procedimiento que se expresa en la NMX-C-514-ONNCCE-2016 [39].

5.4.3. Velocidad de pulso ultrasónico.

La prueba de velocidad de pulso ultrasónico es una prueba no destructiva que puede ser utilizada en probetas de concreto de cualquier edad y que permite conocer el estado interno de las estructuras, en cuanto a compactidad y porosidad se refieren, por medio del tiempo de desplazamiento de una onda ultrasónica. Para este ensayo, se utiliza un equipo que se compone básicamente de un generador de impulsos eléctricos, un par de transductores (transmisor y receptor), un amplificador y un temporizador electrónico para medir el intervalo de tiempo entre la iniciación de un pulso generado en el transductor transmisor y su llegada al transductor (receptor). El ensayo comienza cuando un pulso de vibraciones longitudinales es producido por un transductor electroacústico, que se mantiene en contacto con la superficie del concreto. Cuando el pulso generado es transmitido al concreto desde el transductor utilizando un material de acoplamiento líquido (como grasa o pasta de celulosa), sufre múltiples reflexiones en los límites de las diferentes fases materiales dentro del concreto. Se desarrolla un sistema complejo de ondas de tensión, que incluye ondas tanto longitudinales como transversales que se propagan a través del espécimen de concreto. Las primeras ondas al llegar al transductor receptor son las ondas longitudinales, que se convierten en una señal eléctrica por un segundo transductor, esta señal eléctrica permite que los circuitos eléctricos de temporización puedan medir el tiempo de tránsito T del pulso a medir (Figura 11);

de esta manera se puede utilizar la ecuación (9), para conocer la velocidad del pulso longitudinal [40]. La velocidad particular de una onda depende de las propiedades elásticas y densidad del medio [41].

$$v = \frac{L}{T} \quad (9)$$

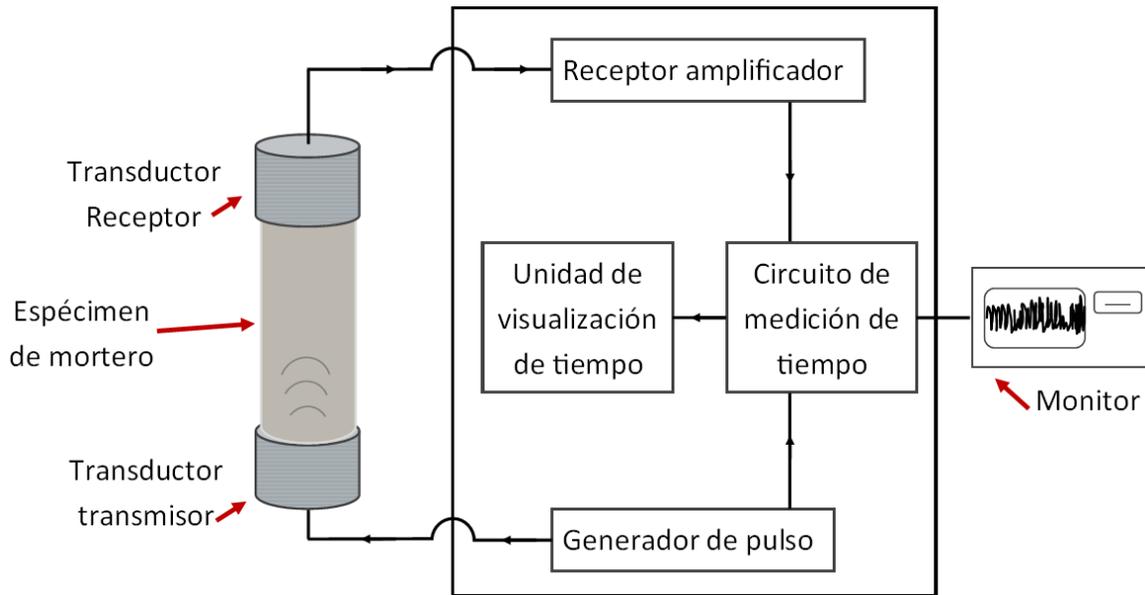


Figura 11. Diagrama esquemático del circuito de prueba de velocidad de pulso ultrasónico [41].

Para llevar a cabo esta prueba se empleó el equipo de VPU V-Meter MK IV, en el cual se utilizaron prismas de mortero en estado saturado de agua, con medidas 40x40x160 mm, se colocaron los transductores como se aprecia en la Figura 11, de tal manera que las ondas pasen longitudinalmente.

5.4.4. Porosidad total

Según la Norma NMX-C-530-ONNCCE-2018 la porosidad son huecos formados por canales visibles e invisibles en un medio discontinuo, como el concreto. El concreto es un medio poroso susceptible a la permeabilidad de agentes agresivos externos lo que puede ocasionar daños de rendimiento a lo largo de su vida útil, además de que por sí sola esta cualidad puede afectar el comportamiento mecánico del material; la porosidad está controlada por la microestructura de la pasta del cemento endurecida, que, a su vez, está determinada por los materiales cementicios utilizados, el agua de mezclado utilizada, el volumen de la pasta, y grado curado y compactación, siendo la zona de transición entre pasta de cemento y el agregado pétreo la más porosa [9]. De esta manera, determinar la cantidad de poros que se encuentran presentes en el material es fundamental para conocer la susceptibilidad que tiene el concreto a la permeabilidad de líquidos o gases que pueden afectar su buen funcionamiento; de acuerdo con la Red Durar [38] los morteros de calidad inadecuada tienen porosidades por encima del 15%, los morteros de calidad

moderada se encuentran entre 10% y 15% de porosidad. Para la realización de esta prueba se sigue la metodología descrita en la norma NMX-C-263-ONNCCE-2010, la cual aplica la fórmula 10 para conocer el porcentaje de volumen de poros permeables (porosidad total), en donde A es la masa seca en gramos del espécimen, C es la masa saturada por ebullición y superficialmente seca en gramos y D es la masa de la probeta sumergida.

$$\text{Porosidad total} = \left(\frac{C - A}{C - D} \right) * 100 \quad (10)$$

Para realizar esta prueba se probaron tres especímenes cilíndricos de medidas 50 mm de diámetro por 50 mm de largo por cada una de las mezclas. Siguiendo la metodología descrita en la NMX-C-263-ONNCCE-2010 se extrajeron los especímenes del estado de curado, se enumeraron y se metieron al horno a una temperatura de 100° C hasta tener masa constante, después de lo cual se procedió a registrar dicha masa. Después se sumergieron las probetas en agua a temperatura ambiente por no menos de 48 horas, para obtener la masa saturada por inmersión, al obtener este dato se procede a colocar las muestras en un recipiente adecuado de tal manera que se pueda mantener en ebullición durante 5 horas, con el fin de obtener la masa saturada por ebullición. Finalmente, en un recipiente lleno de agua, se coloca dentro de una canastilla metálica la muestra sobre la balanza en equilibrio para así obtener la masa de la probeta sumergida.

5.4.5. Absorción capilar

La absorción capilar es el proceso de penetración de agua en el concreto, determinado por las características de capilaridad de la matriz de concreto. Definido como masa de agua por unidad de área que puede ser absorbida en los espacios capilares cuando el concreto se encuentra en contacto con agua en estado líquido. Representa la porosidad efectiva accesible al agua y por lo tanto a los agentes agresivos que se encuentran en el ambiente[42]. Esta prueba permite conocer el comportamiento de los poros que se encuentran interconectados en la matriz del mortero y por el ende su grado de absorción capilar. Para conocer la absorción capilar se siguió la metodología conforme con la norma NMX-C-504-ONNCCE-2015 la cual indica que se debe de medir la masa de las probetas en los tiempos de 1 min, 5 min, 10 min, 20 min, 30 min, 60 min, 2 h, 3 h, 4 h, 5 h, 6h, 24 h, 48 h, 72 h, 96 h, 120 h, 144 h, 168 h y 192 h (respectando las tolerancias que marca la norma) a partir de entrar en contacto con un tirante de agua controlado [42]. Con las mediciones obtenidas se podrán obtener el índice de absorción (ecuación 10) en la que I es el índice de absorción de agua en mm; m_t es la masa en el tiempo t en gramos; m_0 es la masa en el tiempo 0, en gramos; a es el área de la zona expuesta de la muestra en mm² y d es la densidad del agua en g/mm³.

$$I = \frac{m_t - m_0}{a * d} \quad (11)$$

Al realizar las mediciones anteriores se obtienen dos parámetros: la tasa inicial de absorción de agua (que está comprendida entre 60 y 21600 s) y la tasa secundaria de absorción de agua (que se obtiene usando los datos de 1 a 7 días); ambas tasas están dadas por la pendiente de la línea resultante de graficar I contra la raíz cuadrada del tiempo ($s^{1/2}$) (Figura 12) y de acuerdo con un análisis de regresión lineal mediante el método de mínimos cuadrados aplicado a cada espécimen.

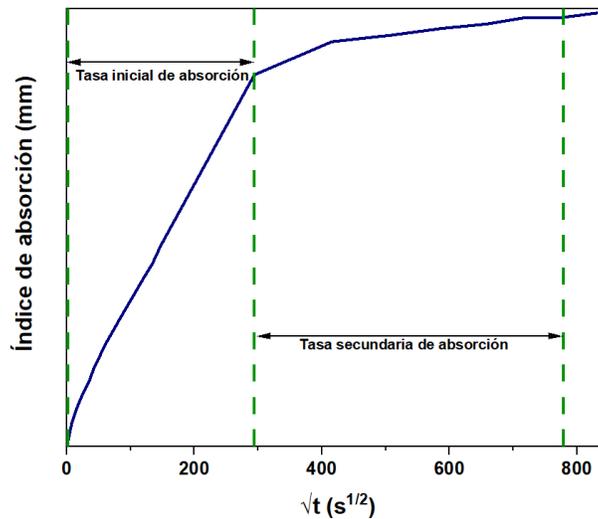


Figura 12. Ejemplo ilustrativo de una gráfica para obtener el índice de absorción.

Para este análisis se ensayaron especímenes cilíndricos con medidas de 50 mm de diámetro y 50 mm de largo, los cuales se dejaron en el horno durante tres días, para posteriormente mantenerse a temperatura ambiente por quince días, de acuerdo con la norma NMX-C-504-ONNCCE-2015; posteriormente se midió la masa de cada espécimen para después cubrir la superficie lateral de los cilindros con cera y la cara superior con un plástico (de manera que se evite la absorción de agua por la superficie lateral y la evaporación del líquido absorbido), se volvió a medir la masa de los especímenes y finalmente se colocaron los especímenes en un recipiente que contenía un tirante de agua de 3 mm. Se tomaron lecturas del aumento de la masa como se indica en la norma, respetando las tolerancias que marca la norma [42]. Con las mediciones obtenidas se podrán obtener el índice de absorción (ecuación 11).

5.4.6. Carbonatación

Uno de los agentes que influyen en la degradación del acero en el concreto es el dióxido de carbono (CO_2) producido mayoritariamente en zonas urbanas e industriales. El CO_2 ingresa al concreto a través de los poros capilares cuando estos están en condiciones de humedad muy baja, generalmente menor de 50%. En presencia de humedades mayores el CO_2 reacciona con los productos de hidratación base calcio y los álcalis, neutralizándolos para formar carbonatos y

compuestos carbonatados, disminuyendo el pH del concreto por debajo de 10. Cuando esto ocurre, se dice que el concreto está carbonatado [43]. Para determinar la susceptibilidad del mortero a la carbonatación se empleará la metodología de acuerdo con la norma NMX-C-515-ONNCCE-2016; en esta prueba se utiliza una solución de fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) la cual es un indicador de color (de rojo a incoloro) al pasar de pH alcalino a neutro. Para el caso del mortero se torna de color magenta cuando predomina la fase mineral de la portlandita (medio alcalino) y se torna incoloro cuando la fase predominante es la calcita, de esta manera la carbonatación se manifiesta como una corona exterior incolora que avanza hacia el núcleo. En este caso se utiliza la ecuación 12 para obtener la constante de carbonatación.

$$K_{CO_2} = \frac{X_{CO_2}}{\sqrt{t}} \quad (12)$$

Donde K_{CO_2} es la constante de carbonatación en mm/año^{1/2}, X_{CO_2} es la medida de la profundidad de carbonatación en mm y t es el tiempo de exposición del espécimen al ambiente, en años.

Para realizar esta prueba se utilizaron prismas con medidas de 40x40x160 mm los cuales fueron expuestos a la intemperie por 90 días, después de este tiempo se partieron con un mazo para obtener el resultado de una parte que no estuvo expuesta directamente, se roció la solución de fenolftaleína y se dejó reaccionar por un minuto, la parte que no se tiñe se considera la parte carbonatada, se toman tres mediciones de la profundidad de carbonatación por cara del prisma, y después se utiliza la ecuación 12 para obtener la constante de carbonatación.

5.4.7. Ataque por Sulfatos

Los sulfatos naturales de sodio, potasio, calcio o magnesio que se pueden encontrar en los suelos, agua de mar o subterránea, así como los que se utilizan en la industria y fertilizantes, pueden causar daños a estructuras de concreto; este ataque puede manifestarse como: ataque físico por cristalización de las sales, ataque químico debido a reacciones entre iones de sulfato con compuestos del concreto o ataque de sulfato químico interno debido a la liberación tardía de sulfato dentro del concreto [9]. La permeabilidad de este tipo de sales hacia el concreto está íntimamente relacionada con la cantidad y conectividad de los poros presentes; una vez dentro de la matriz cementicia, los sulfatos pueden hidratarse lo que por ende significa un aumento importante de volumen, esto genera presión en los poros causando descamación, desconchado y agrietamiento. Este tipo de problemas por si solos no producen fallas estructurales, sin embargo, pueden ser precursores de problemas más graves al combinarse con otros daños en el material.

La severidad del ataque por sulfatos al concreto depende del tipo de sulfato (siendo los sulfatos de magnesio y amonio los más dañinos), concentración de sulfatos,

factores ambientales como temperatura y presión. Y algunos de los factores que contribuyen a la resistencia del concreto a sulfatos son: tipo de cemento, contenido de cemento del concreto, relación agua-cemento y si es que se utilizan aditivos para mejorar el comportamiento [44].

En este caso, para conocer cómo se comporta el mortero en un ambiente agresivo por sulfatos, se simularon ciclos de exposición a sulfato de sodio (Na_2SO_4) en los cuales, se expusieron probetas en rango de tiempo de 16 a 18 horas para después ubicarse en un horno con temperatura constante de 50°C hasta masa constante, de manera que al final de cada ciclo se tenga la medida de la masa. La variabilidad de la masa nos aportará información acerca de que tan resistente es el material para evitar la entrada y expansión de sulfatos, lo cual nos puede servir como guía para conocer su comportamiento ante este tipo de agentes agresivos.

6. Resultados y discusión

6.1. Análisis de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

6.1.1. Análisis de los líquidos de preparación de las muestras

En la Figura 13a se muestra los espectros infrarrojos para mucílago de nopal diluido en agua, mucílago de nopal húmedo y mucílago de nopal seco, la principal diferencia entre las muestras analizadas es la humedad presente y el grado de disolución, como se puede observar entre mayor sea la concentración de mucílago, los grupos funcionales serán más fáciles de observar y por ende de analizar; en los tres espectros se observa una banda ancha en 3270 cm^{-1} que es representativa de vibraciones O-H [45], las bandas en 2924 y 2855 cm^{-1} se deben al estiramiento del enlace C-H [18], en el espectro del mucílago seco se presenta una vibración pequeña en 1730 cm^{-1} la cual se puede asociar a vibraciones del tipo C=O de grupos carboxílicos no ionizados[46], la banda que se presenta en 1632 cm^{-1} se atribuye a estiramientos del tipo C=C [47], es importante mencionar que en el caso del mucílago del nopal seco existe un desplazamiento en esta banda hasta 1597 cm^{-1} , lo cual nos indica que existen interacciones secundarias para este tipo de enlaces cuando el mucílago pierde humedad. En el caso del mucílago seco se puede observar una banda en 1414 cm^{-1} la cual está asociada con enlaces del tipo C-H relacionados con el grupo de ácido carboxílico y el enlace peptídico vinculado con las vibraciones de deformación de los polisacáridos [48]. La banda en 1241 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de tensión asimétrica del enlace C-O. La señal en 1034 cm^{-1} es debido a la vibración que involucra al estiramiento C-O [45], [47]. Esta información es de gran utilidad al momento de analizar como el mucílago influye en las mezclas de morteros.

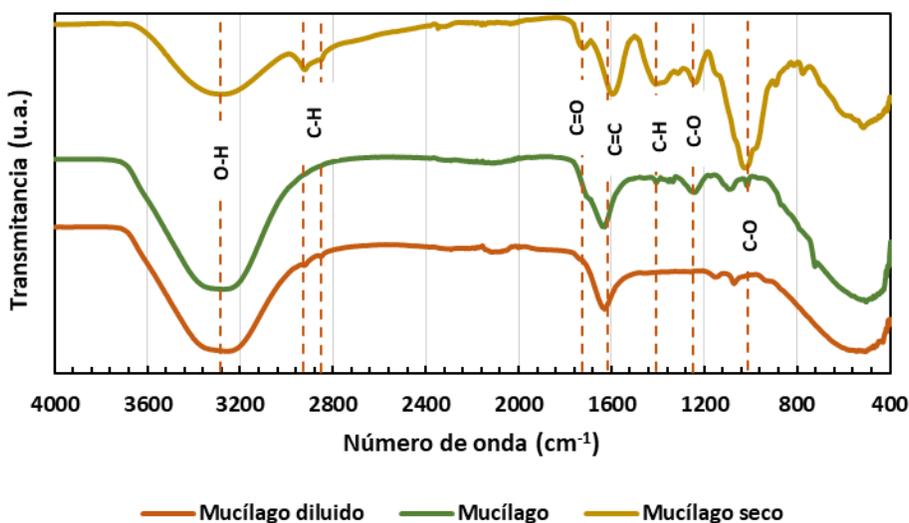


Figura 13. Espectros FTIR de mucílago de nopal diluido en agua, mucílago de nopal y mucílago de nopal seco.

8.1.2. Análisis FTIR de morteros

Los espectros mostrados en la corresponden a las Figura 14a, 14b, 14c y 14d mezclas analizadas con edades de 7 días, 28 días, 45 días y seis años, la ubicación del número de onda de las bandas se encuentra en posiciones similares para los tres casos, y son referentes a silicatos y carbonatos. La amplitud y la frecuencia dan una interesante información acerca de las propiedades “ligantes”, de resistencia que tiene el cemento endurecido[49].

Las bandas de aproximadamente 3450 cm^{-1} y 2920 cm^{-1} están asociados con los modos de estiramiento O-H que pueden estar relacionadas con la humedad presente en las muestras [50]. De hecho, es posible apreciar que en las muestras que tienen una edad de 7 días, estas bandas son más visibles.

La portlandita es una de las fases presentes en los productos de hidratación del CP la cual contribuye a la banda ancha que se encuentra en 3450 cm^{-1} , y también se manifiesta en vibraciones C-O pertenecientes al grupo de los carbonatos (CO_3^{2-}) en las posiciones de 1400 , 975 y 870 cm^{-1} [51], Vázquez en su estudio por espectroscopia IR de los procesos de hidratación del cemento Portland hasta una edad de 4 años, menciona que la portlandita tiende a aumentar hasta una edad de 2 años, a partir de lo cual empieza a disminuir, esto debido a que la hidratación de los silicatos de calcio termina, mientras que continua la formación de carbonatos de calcio, puesto que ha reaccionado con el CO_2 atmosférico [52]. De hecho, las señales ubicadas en números de onda ubicados en 1400 cm^{-1} con una banda ancha y fuerte junto con vibraciones moleculares débiles en el rango de 2500 cm^{-1} y 1800 cm^{-1} son bandas atribuidas a la calcita y en los espectros de las tres muestras se aprecia que a una edad de seis años estas bandas tienen mayor porcentaje de transmitancia.

La banda con mayor índice de transmitancia se encuentra en el rango de 962 cm^{-1} a 975 cm^{-1} , tiene la característica de ser ancha e intensa, asociada con el enlace Si-O(Al) [53]–[55], de igual manera se tiene una contribución de este tipo de enlace en 1450 cm^{-1} y una más pequeña en 870 cm^{-1} . En la banda de 712 cm^{-1} hay una vibración del tipo Al-O [53]. En los espectros estudiados se puede observar que en el caso de la mezcla testigo estas bandas se presentan con mayor intensidad que para las mezclas con adiciones de mucílago de nopal, esto se puede deberse a que en los morteros modificados quizás tengan una menor polimerización tetraédrica de los silicatos afectando el ordenamiento estructural progresivo que se presenta en la mezcla testigo.

Con base en este análisis, podemos decir que las propiedades ligantes que le dan la resistencia al concreto/ mortero no se ven notablemente afectadas por la adición de mucílago de nopal, sin embargo, existen algunos desplazamientos en las bandas de los espectros que nos indican que existen interacciones intermoleculares secundarias.

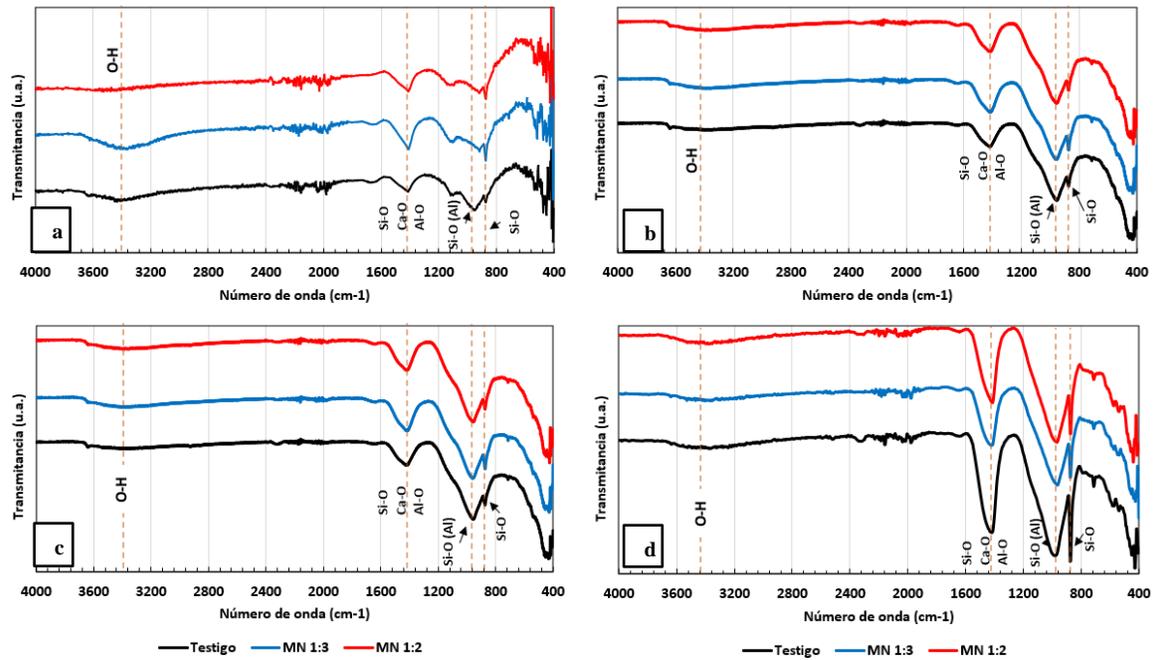


Figura 14. Espectros IR de las mezclas estudiadas a edades de a) 7 días, b) 28 días, c) 45 días y d) 6 años.

Estos desplazamientos se pueden observar mejor en la Figura 15, donde se hace ampliaciones en dos de las bandas más intensas del espectro, como se había mencionado antes estos desplazamientos pueden ser atribuidos a interacciones secundarias entre las fases del mortero endurecido y el mucílago de nopal; estos enlaces pueden crear una resistencia en la entrada de agentes agresivos externos, lo que por ende puede aumentar la durabilidad del material en cuestión.

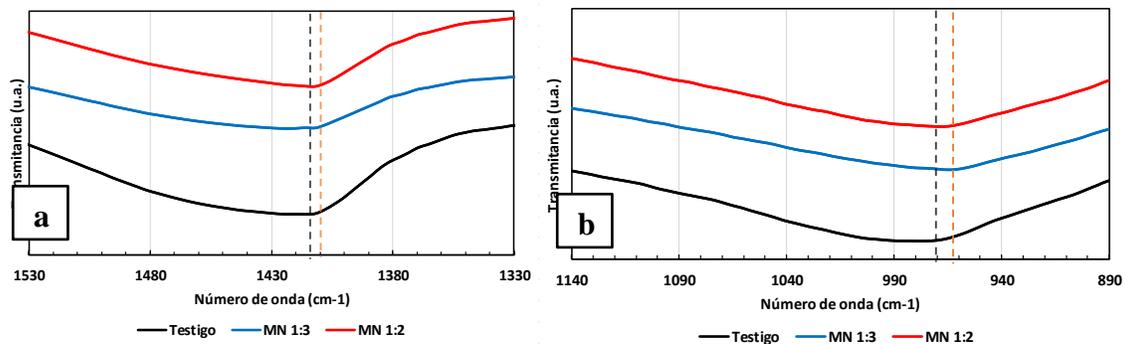
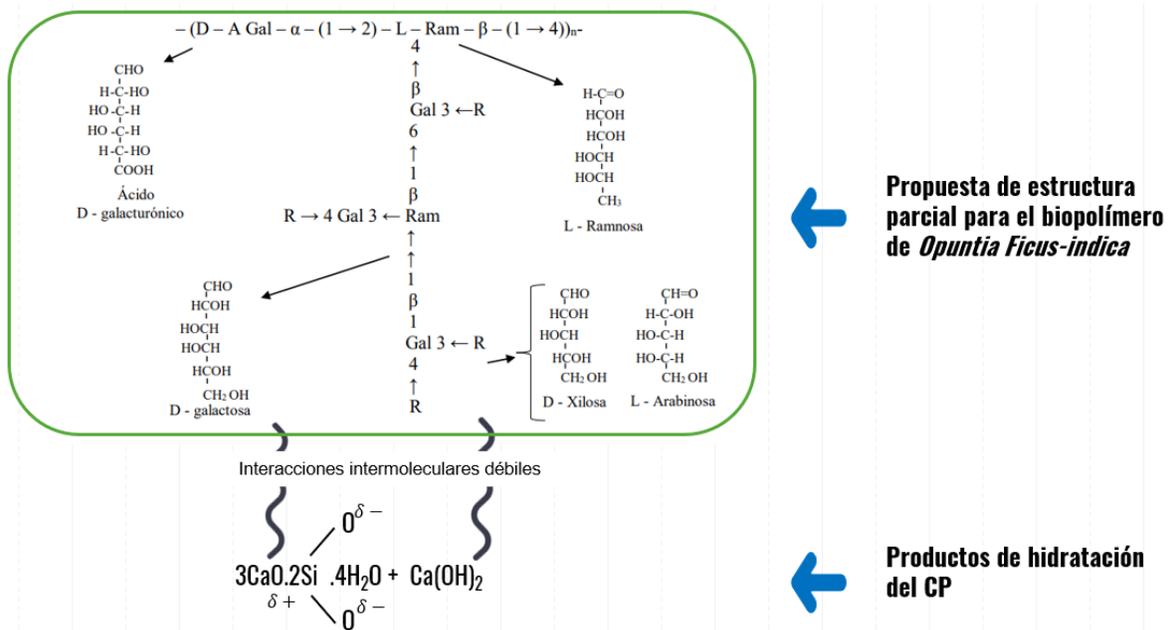


Figura 15. Ampliaciones de bandas donde se presentan desplazamientos en el número de onda, en las cuales se observa que no hay un cambio en la forma. a) Ampliación de la banda atribuida a los enlaces Si-O, Ca-O y Al-O. b) Ampliación de la banda que se atribuye al enlace Si-O(Al). Las ampliaciones son del espectro que se obtuvo a muestras con seis años.

En la Figura 16 se muestra la propuesta de la estructura parcial del mucílago de OFI obtenido del trabajo de García Nauto [56], y la forma en la que podían formarse las interacciones débiles entre este y los productos de hidratación del CP.



Propuesta de estructura parcial para el biopolímero de *Opuntia Ficus-indica*

Productos de hidratación del CP

Figura 16. En la figura se muestra la propuesta de la estructura del mucílago de nopal OFI, un tipo de producto de hidratación del CP y como se darían estas interacciones débiles entre ellos.

6.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

6.2.1. SEM a muestras de morteros a una edad de 7 días

La cinética de la reacción de la hidratación del CP es bastante compleja por si sola, de tal manera que al adicionar mucílago de nopal afecta notablemente esta cinética, principalmente al inicio, aumentando los tiempos de fraguado de los morteros y concretos base CP, en la es posible Figura 17 ver este fenómeno. La Figura 17a corresponde a la micrografía de la mezcla testigo, se puede observar gran cantidad de cristales de forma de “aguja” que salen de núcleos consolidados, estas geometrías corresponden al gel de tobermorita (C-S-H, silicato de calcio hidratado por sus siglas en inglés Calcium Silicate Hydrate) producto de la hidratación del CP [57]; por otro lado, en la Figura 17c podemos observar la mezcla MN 1:3 que a la misma edad presenta menor cantidad de estas geometrías características del proceso de hidratación del CP, y finalmente, en la Figura 17e la presencia de estas “agujas” es apenas perceptible, este fenómeno se puede asociar a que las cadenas poliméricas del mucílago de nopal se meten entre los intersticios, retrasando el proceso de hidratación de las partículas del cemento. El gel de tobermorita es de gran importancia ya que es el responsable de dar forma a la estructura interna de la pasta del cemento, así como de garantizar la adherencia entre los áridos y esta [58], por lo que su presencia o en este caso, su retraso en su formación afecta directamente la resistencia mecánica de los morteros o concretos.

El mucílago de nopal tiene la capacidad de formar redes moleculares capaces de retener grandes cantidades de agua [59], es propio decir que gracias a esta capacidad los nopales de OFI tienen una cantidad significativa de agua (>80%) [60], esta propiedad del mucílago de OFI puede garantizar las condiciones óptimas de

humedad y temperatura, y de esta manera se equilibre la pérdida de humedad que se da por la reacción exotérmica resultado de la hidratación del CP. Como se puede apreciar en la Figura 17b correspondiente a la mezcla testigo, es muy común que se desarrollen fisuras de hidratación lo cual puede perjudicar a largo plazo; en cambio, en las Figura 17d y 17f que corresponden a micrografías de las muestras con adiciones de mucílago de nopal no se observan este tipo de aberturas, a esta misma edad.

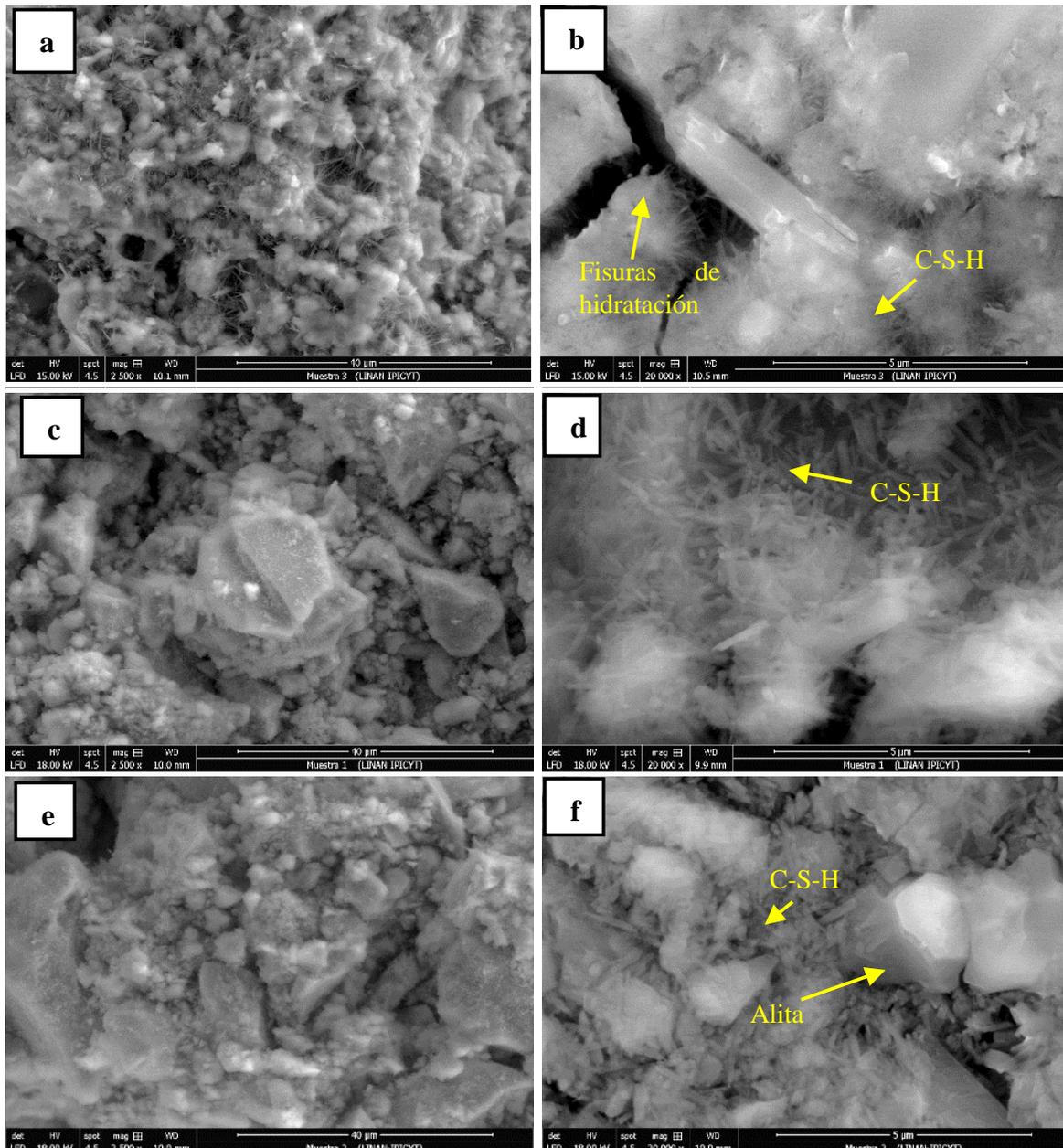


Figura 17. Micrografías utilizando detector de electrones secundarios de a) Mezcla testigo con aumentos de x2500, b) mezcla testigo con aumentos de x20000e c) mezcla MN 1:3 x2500, d) mezcla MN 1:3 x20000, e) mezcla MN 1:2 x2500 aumentos y f) mezcla MN 1:2 x2000.

6.2.2. SEM a muestras de morteros a una edad de 28 días

En la Figura 18 se puede apreciar las micrografías de las muestras con edad de 28 días. En primer lugar, podemos apreciar que las geometrías de agujas que son características de los productos de hidratación del CP, en particular del gel de tobermorita tienen mayores dimensiones que a una edad de 7 días, y que estas mismas geometrías se encuentran presentes en más superficies “rellenando” los intersticios, y por consecuencia aumentando la resistencia mecánica, como es de esperarse. De igual manera, es posible observar a la portlandita (po) la cual se presenta regularmente como plaquetas hexagonales delgadas que después se transforman en depósitos masivos [58], su presencia se ve y se verá reflejado en las propiedades de resistencia mecánica y durabilidad de los morteros o concreto. En el caso de las micrografías b y c, que corresponden a morteros con adiciones de mucílago de nopal es posible observar geometrías relacionadas a mucílago de nopal (mu) las cuales tienen forma de semiesferas aglomeradas o del tipo cúmulos de partículas [61], [62].

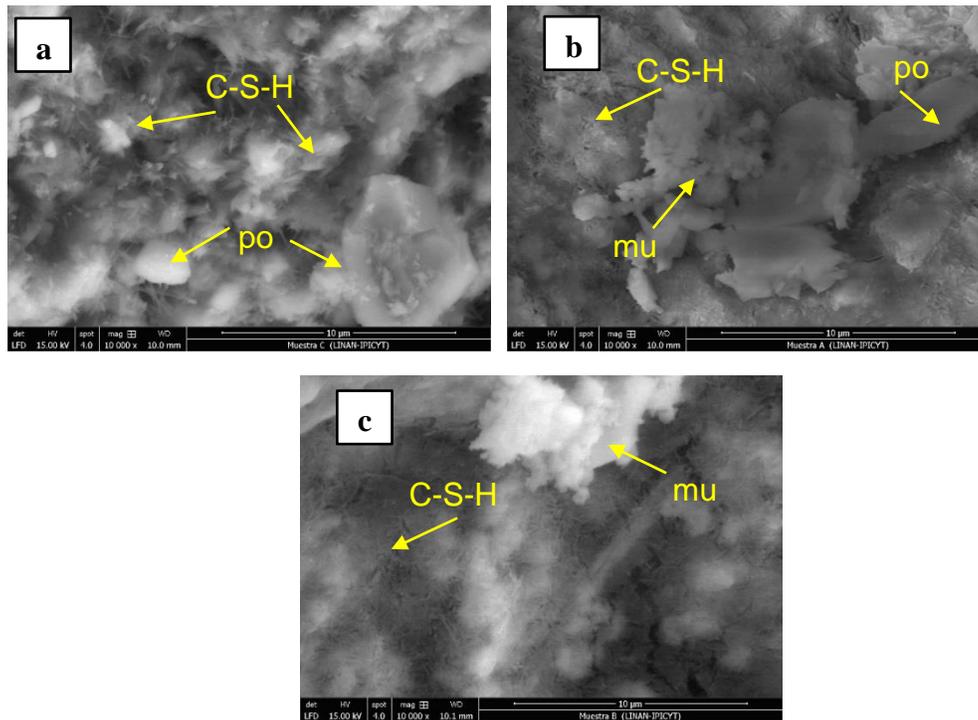


Figura 18. Micrografías de morteros de estudio a una edad de 28 días utilizando detector de electrones secundarios de a) Mezcla testigo con aumentos de $\times 10,000$, b) mezcla MN 1:3 $\times 10,000$, c) mezcla MN 1:2 $\times 10,000$ aumentos. Geometrías observadas: C-S-H (gel de tobermorita), portlandita (po) y mucílago (mu).

6.2.3. SEM a muestras de morteros a una edad de 45 días

En el caso de los morteros con edad de 45 días, es posible observar las geometrías características de los productos de hidratación del CP con mayor variedad como se observa en la Figura 19. Uno de los aspectos más notable en las micrografías a esta edad es que los cristales ya han formado depósitos más consolidados que los observados con anterioridad a edades de elaboración más recientes, esto se puede

ver reflejado en la resistencia mecánica de los especímenes, así como en la durabilidad, ya que un mortero/concreto más consolidado tiene mayor oposición a la entrada de agentes agresivos externos.

En las micrografías que se obtuvieron a esta edad se pueden observar depósitos de portlandita, los cuales se distinguen por tener una superficie más compacta, así como gel de tobermorita, el cual se observa en sitios intersticiales entre las fases presentes. A esta edad también es posible encontrar geometrías atribuidas a etringita (et), las cuales son cristales alargados, en forma de varillas [58], estos cristales se pueden desarrollar en fisuras o grietas y se desarrollan a edades mayores a 28 días.

Las micrografías de las muestras con adiciones de mucílago de nopal no muestran cambios en la presencia o formación de geometrías características de morteros/concretos a esta edad, comparado con la muestra testigo, esto nos da como referencia que las estructuras básicas que dan la resistencia y durabilidad al concreto no han sufrido un cambio negativo.

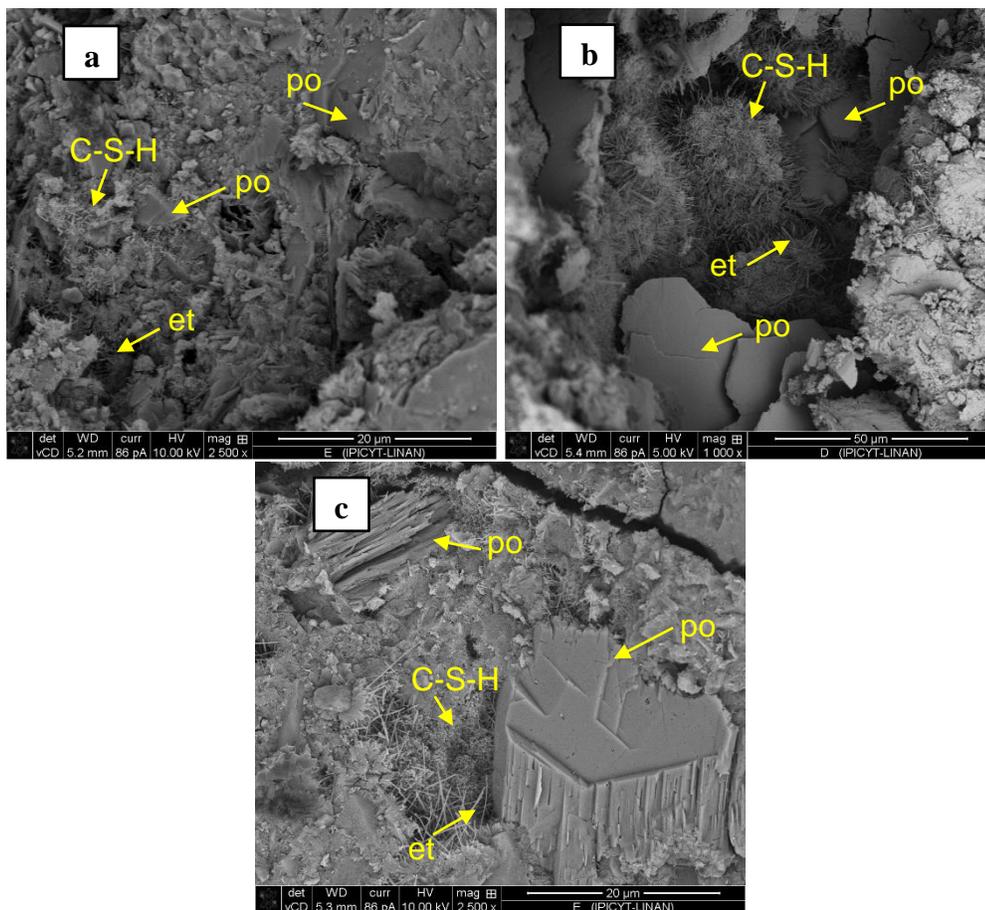


Figura 19. Micrografías de morteros de estudio a edad de 45 días utilizando detector de electrones retrodispersados de a) Mezcla testigo con aumentos de x2,500, b) mezcla MN 1:3 x1,000, c) mezcla MN 1:2 x2,500 aumentos. Geometrías observadas: C-S-H (gel de tobermorita), etringita (et), portlandita (po) y mucílago (mu).

6.2.4. SEM a muestras de morteros a una edad de 6 años

Las micrografías a esta edad presentan las geometrías características del mortero/concreto endurecido como ya se ha explicado en las edades pasadas, presentándose los cristales de un tamaño más desarrollado, más compactas entre sí y más estables; en la Figura 20a es posible observar al compuesto C-S-H, donde su estructura de “panal de abeja” [57] se ve más consolidada a comparación de las edades a anteriores.

A esta edad es posible encontrar una mayor presencia de otro compuesto, calcita. Las geometrías de la calcita pueden observarse con una gran variedad de morfologías [63] como pueden ser cristales prismáticos, romboédricos y escalenoédricos, o la combinación de ellos; en la Figura 20b es posible observar una micrografía de este tipo de compuesto. La importancia de la presencia y cantidad de este compuesto en concreto endurecido toma un papel importante en temas de durabilidad, ya que indica un proceso de carbonatación este, lo que indica una caída en el valor del PH (cayendo de 8.5 a 9), algo que puede estimular la corrosión de acero de refuerzo [63]. Sin embargo, este proceso también ha ganado popularidad en los últimos años, derivado a que al llevarse a cabo la carbonatación de productos de CP hay captación de CO₂ atmosférico [64].

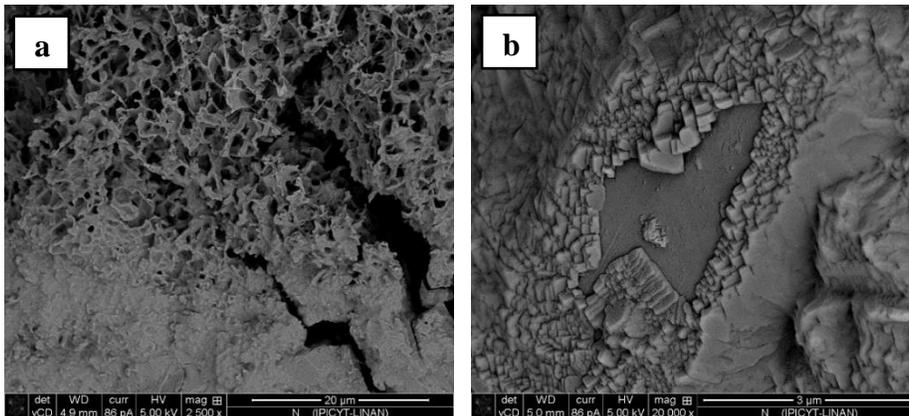


Figura 20. Micrografías de morteros testigo con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados. a) Estructura de “panal de abeja” formada por cristales de C-S-H, aumentos de x2,500. b) Geometrías prismáticas, escalenoédricas atribuidas a calcita, aumentos x20,000.

Referente a la muestra MN 1:3 y MN 1:2 también es posible observar estas geometrías características del concreto endurecido (Figura 21), como lo es portlandita, gel de tobermorita y calcita, lo que nos ayuda a conocer que estas no han sufrido alteraciones por la adición de mucílago de nopal.

Las micrografías que se muestran en la Figura 22 muestran como a esta misma edad en la muestra de mortero MN 1:2 fue posible encontrar mucílago de nopal entre los intersticios de las fases del mortero. En la Figura 22b se aprecia como el mucílago de nopal está en la superficie de la fase de portlandita, lo que apoya la hipótesis de que el mucílago de nopal OFI puede tener interacciones con las fases del mortero, obstaculizando la entrada de agentes agresivos externos.

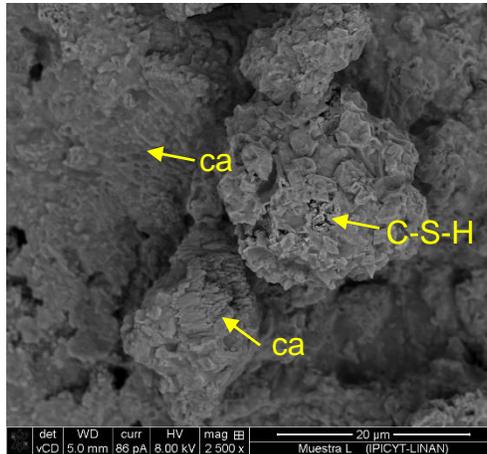


Figura 21. Micrografía de mortero MN 1:3 con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados con aumento de x2,500. En la imagen es posible observar geometrías de C-S-H y calcita (ca).

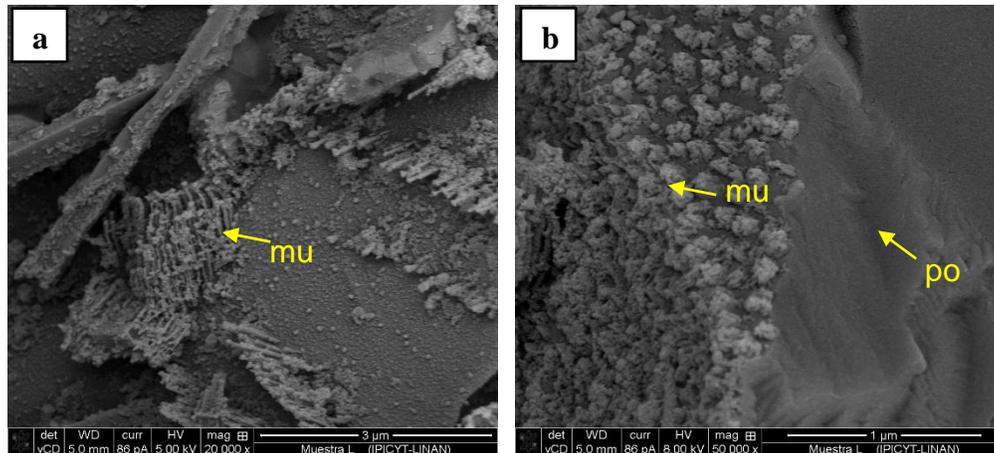


Figura 22. Micrografías de mortero MN 1:2 con edad de 6 años utilizando detector de electrones retrodispersados donde se aprecia la presencia de mucílago seco (mu). a) Aumentos de x20,000 y b) aumentos de x50,000.

6.3. Fluorescencia de rayos X (XRF)

La fluorescencia de rayos X es ampliamente utilizada en la caracterización y verificación de calidad del cemento y sus derivados, ya que con esta se puede verificar que cumpla con los requerimientos de composición química necesarios para su buen desempeño. Para este estudio se realizaron análisis a dos diferentes edades para comparar su composición respecto a la muestra testigo, de tal manera que sea posible conocer si existe variabilidad en cuanto a los óxidos presentes; por otro lado, la información obtenida será de gran ayuda para la identificación de fases en la caracterización por XRD.

6.3.1. XRF a muestras de mortero a una edad de 45 días

El análisis XRF que se realizó a los morteros de estudio a una edad de 45 días se puede observar en la Tabla 2. Con esta información podemos apreciar que el compuesto que se encuentra en mayor cantidad en los tres casos es el SiO₂, seguido por el CaO, Al₂O₃ y el Fe₂O₃, estos óxidos representan más del 90% en

masa de los compuestos en óxido presentes. Además, es importante observar que no existe una variabilidad significativa de las muestras que tienen mucílago de nopal respecto de la muestra testigo.

Tabla 2. Composición química de las muestras de estudio a una edad de 45 días.

Óxido (mass %)	Testigo	MN 1:3	MN 1:2
SiO ₂	36.4	34.1	35.8
CaO	33.2	34.9	34.3
Al ₂ O ₃	12.6	12.0	12.5
Fe ₂ O ₃	8.3	9.7	8.3
SO ₃	2.3	2.1	2.6
Na ₂ O	1.8	1.9	1.7
MgO	1.6	1.5	1.7
K ₂ O	1.8	1.9	1.6
TiO ₂	1.1	1.1	0.9

6.3.2. XRF a muestras de mortero a una edad de 6 años

Los resultados del análisis de fluorescencia de rayos X a una edad de 6 años en las muestras de estudio se presentan en la Tabla 3. El óxido que se encuentra en mayor cantidad es el SiO₂ lo cual se atribuye a los silicatos presentes en el agregado pétreo, seguidos por el CaO, Al₂O₃ y FeO₃, los cuales están relacionados con los tipos de agregados pétreos y con la pasta de concreto, estos compuestos representan más del 90% en masa de los óxidos presentes en la muestra. Comparando los resultados de las muestras MN 1:3 y MN 1:2 no existe una variación significativa respecto a la muestra testigo, lo que indica que no se han llevado procesos de oxidación por la adición de mucílago de nopal, alterando la composición química que da la resistencia al concreto/mortero.

Tabla 3. Composición química de las muestras de estudio a una edad de 6 años.

Óxido (mass %)	Testigo	MN 1:3	MN 1:2
SiO ₂	34.9	37.5	37.3
CaO	33.9	31.6	32.2
Al ₂ O ₃	12.4	12.9	12.7
Fe ₂ O ₃	9.7	8.9	8.9
SO ₃	1.4	2.1	2.0
Na ₂ O	2.3	1.8	1.7
MgO	1.6	1.7	1.8
K ₂ O	1.4	1.7	1.6
TiO ₂	1.6	0.9	1.1

6.4. Difracción de Rayos X (XRD)

6.4.1. Identificación de fases

La identificación de fases cristalinas por medio de difractogramas experimentales y bases de datos fue de gran importancia para el presente estudio, ya que además de que se puede relacionar de manera más eficiente las estructuras cristalinas que fueron observadas en el microscopio electrónico de barrido, se puede obtener información adicional sobre el porcentaje en que se encuentran dichas fases. En la Figura 23 se muestran las fases encontradas para las muestras estudiadas a la edad de 7 días. A esta edad es posible encontrar las fases de alita, portlandita y tobermorita atribuidas al CP y a la pasta de mortero y la fase labradorita la cual es un aluminosilicato de calcio y sodio, perteneciente al grupo de los feldespatos específicamente a las plagioclasas, la denominación del mineral depende de su porcentaje de albita o anortita y su presencia se debe al tipo de agregado pétreo.

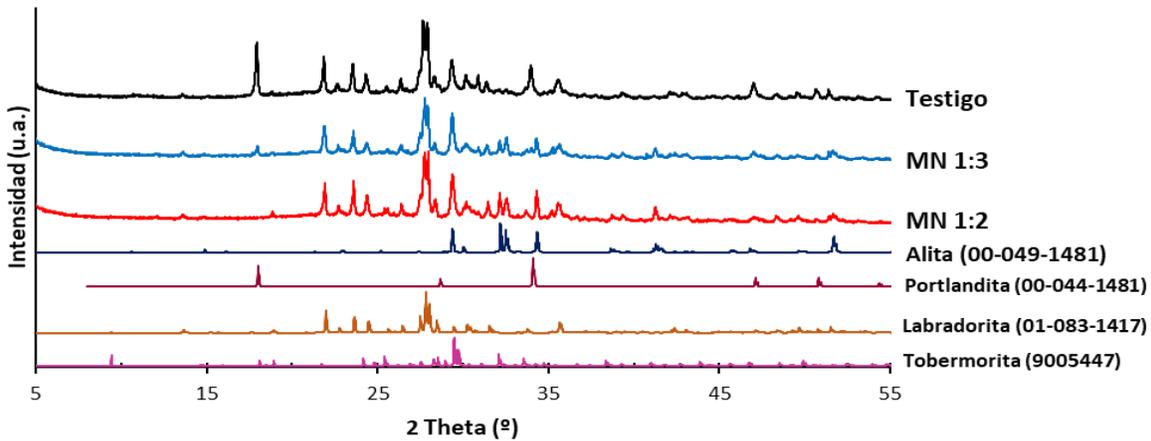


Figura 23. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 7 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de alita (línea amarilla), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) y tobermorita (línea magenta).

En las muestras con edades de 28 días es posible identificar las fases de labradorita, calcita, hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (que es uno de los productos de hidratación del CP) y portlandita (Figura 24); en el caso de la portlandita se puede observar que para las muestras con adiciones de mucílago de nopal existe un aumento notable en la intensidad del pico que se encuentra alrededor de 18° en dos theta, siendo la muestra MN 1:3 la que presenta mayor intensidad, que puede indicar interacciones entre el mucílago y esta fase. Comparando las fases que se encuentran con una edad de 7 días y las de 28 es posible observar que no se encuentra la fase de alita, ya que esta todavía corresponde a cemento no hidratado; por otro lado, es posible encontrar la fase de calcita y una mayor presencia de portlandita, que nos indica que el endurecimiento de los morteros ha avanzado notablemente.

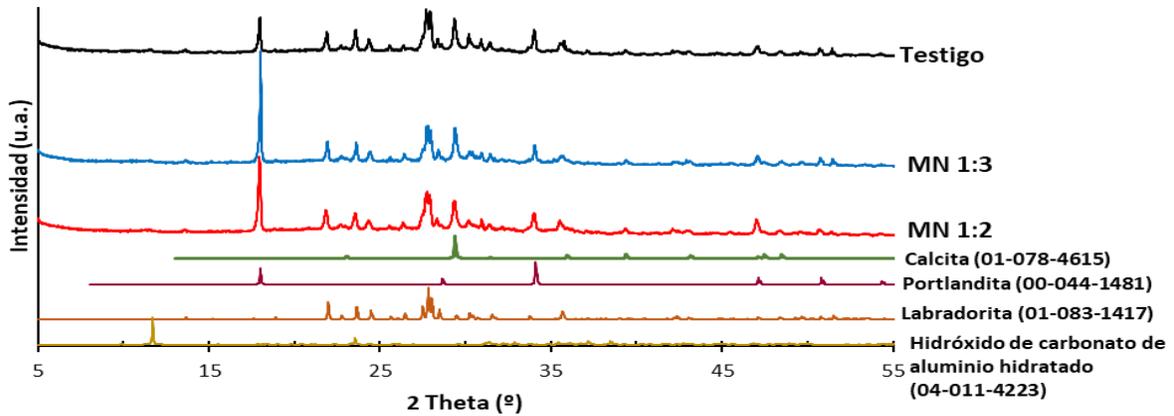


Figura 24. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 28 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla).

Los difractogramas experimentales de las muestras con edades de 45 días se muestran en la Figura 25. Además de identificar los compuestos de portlandita, calcita, hidróxido de carbonato de aluminio hidratado y labradorita, también se puede reconocer la presencia de ettringita, lo que también se observa en las imágenes de SEM (Figura 19). De igual manera a esta edad se aprecia que en el caso de las muestras con adiciones de mucílago de nopal la portlandita tiene un pico más intenso, siendo en este caso la muestra MN 1:2 la que lo presenta con mayor intensidad.

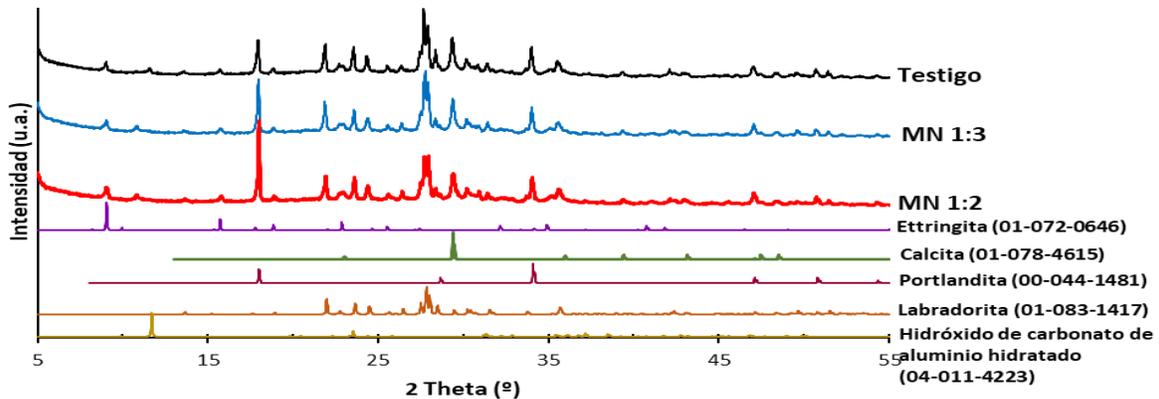


Figura 25. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de 45 días, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de ettringita (línea morada), calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla).

Finalmente, para el caso de los difractogramas de las muestras con edad de seis años (Figura 26), no se observa una diferencia significativa en cuando la intensidad de los picos y la presencia de fases. Por lo que se puede suponer que la presencia de mucílago de nopal no afecta las fases a largo plazo, particularmente hablando de la portlandita.

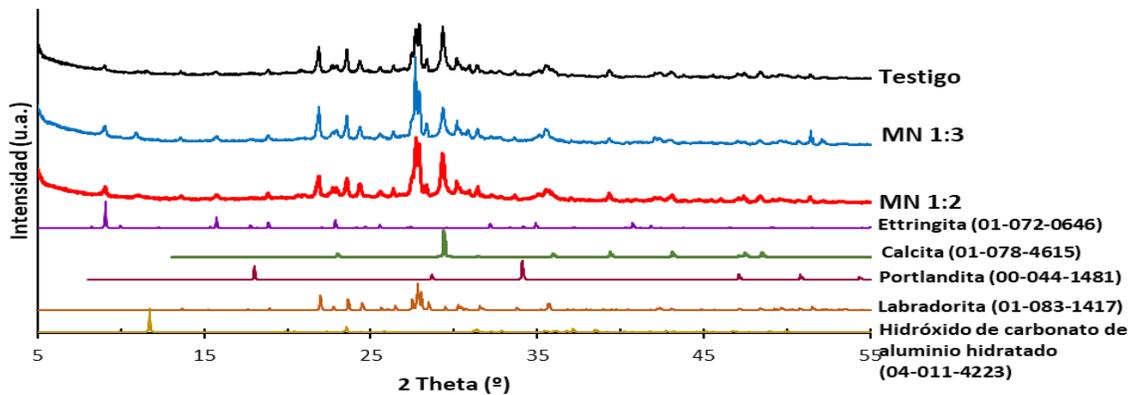


Figura 26. Difractogramas experimentales de mezcla testigo (línea negra), mezcla MN 1:3 (línea azul) y mezcla MN 1:2 (línea roja) a una edad de seis años, así como patrones obtenidos de bases de datos cristalográficas de las fases de ettringita (línea morada), calcita (línea verde), portlandita (línea guinda), labradorita (línea naranja) e hidróxido de carbonato de aluminio hidratado (línea amarilla).

6.4.2. Cuantificación de fases presentes

La identificación de fases presentes en las muestras de estudio es solo una fracción de la información que se puede obtener de los difractogramas experimentales que se obtuvieron (en el Anexo 1. Refinamiento Rietveld, habla un poco más acerca de esto), en la Figura 27 es posible observar el avance a través del tiempo de las fases cristalinas identificadas.

La fase predominante en todos los casos es la labradorita (teniendo una presencia en porcentajes de entre 50% y 70%), la presencia de esta fase es constante y es debida a los agregados pétreos que se utilizaron para la elaboración de las muestras, por tal motivo no se profundizará más en la discusión de esta fase.

Como se ha mencionada anteriormente la alita es uno de los compuestos principales del CP, y podemos apreciar que esta solo aparece a los 7 días de edad de las muestras, en la que en la muestra testigo tiene tan solo un 1.2% de presencia, en la muestra MN 1:3 de 15% y en la muestra MN 1:2 de 19%. Estos porcentajes nos indican que en las muestras con adiciones de mucílago de nopal tienen un evidente retraso en la hidratación del CP, lo que puede afectar la resistencia en los primeros días, ya que como se había mencionado anteriormente es la hidratación de este compuesto el que provee la resistencia en los primeros días del mortero.

Por otro lado, las fases relacionadas directamente con la hidratación temprana del CP son la tobermorita, portlandita y el hidróxido de carbonato de aluminio hidratado. La tobermorita se puede identificar a los 7 días en donde la muestra testigo tiene una presencia de 24%, la muestra MN 1:3 de 18% y la muestra MN 1:2 de 11%, con lo que en primera instancia podemos deducir que el aumento en la adición de mucílago de nopal afecta directamente en el proceso de hidratación del CP y endurecimiento del mortero. Por otro lado, podemos identificar la presencia de hidróxido de carbonato de aluminio hidratado en los análisis llevados a cabo a los 28 días, 45 días y 6 años, con valores comprendidos entre 4.8% a 3.1% para 28

días, 2.7% a 2.4% para 45 días y 3% a 0.1% para 6 años, no habiendo una variación significativa desde su aparición.

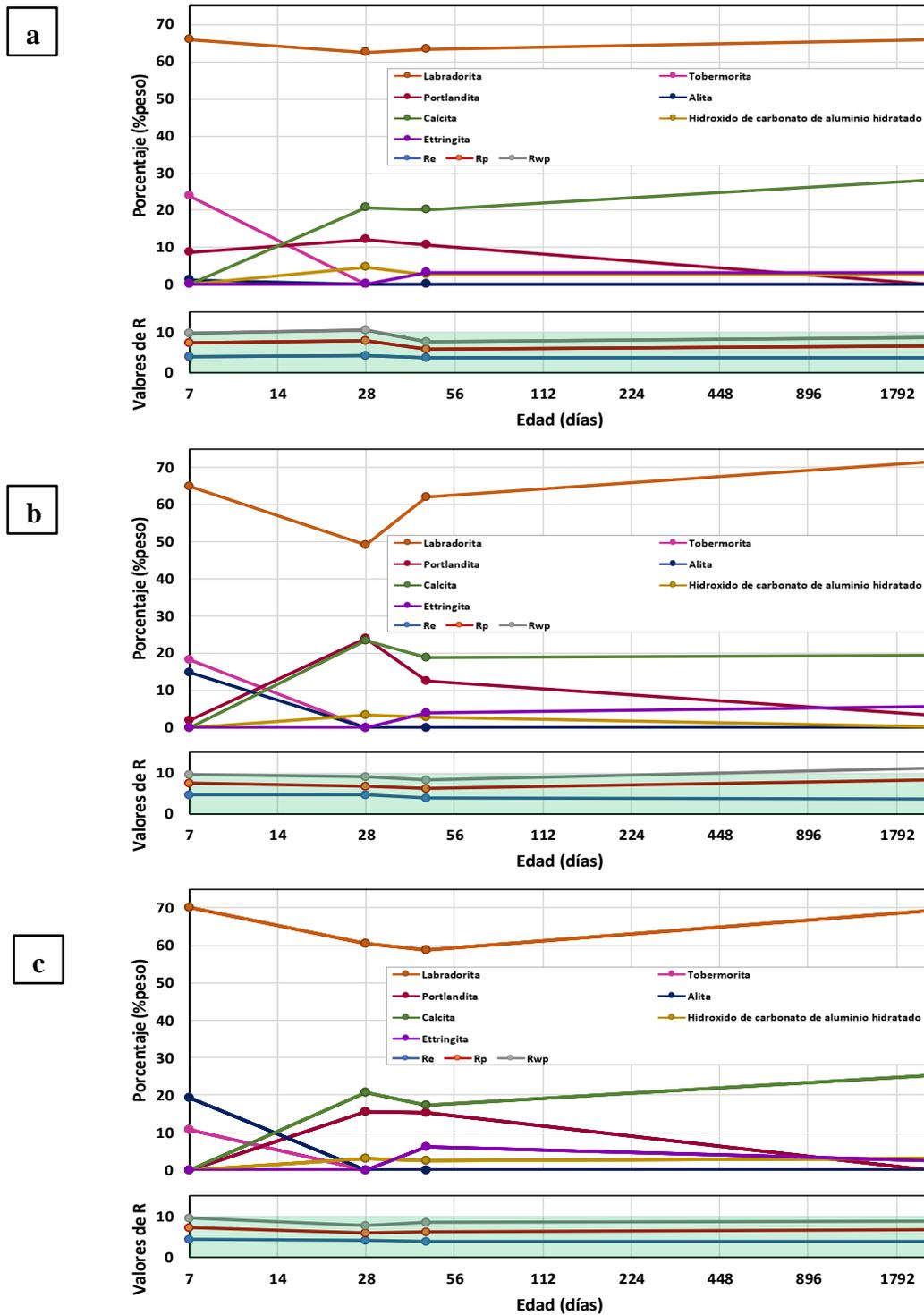


Figura 27. Evolución del porcentaje respecto al peso de la presencia de fases cristalógraficas en las muestras de estudio a) muestra testigo, b) muestra MN 1:3 y c) muestra MN 1:2. En la gráfica de valores de R la franja verde representa valores suficientemente buenos de R para refinamientos Rietveld.

Por lo que refiere a la portlandita, a una edad de 7 días se tienen los valores de 8.8% en la muestra testigo, 1.9% en MN 1:3 y no hay presencia detectable para MN 1:2, esto de nuevo debido a la ralentización del proceso de hidratación del CP al adicionar mucílago de OFI. Sin embargo, con 28 días la portlandita muestra un aumento para las muestras que tienen adición de mucílago de nopal OFI, en donde la muestra MN 1:3 tiene 24% y la muestra MN 1:2 tiene 16% de presencia, comparado con el 12% de la muestra testigo. Como lo vimos en la sección anterior, cuando se realizó la identificación de fases a esta edad, la fase portlandita presenta un pico con gran intensidad en la 18° en dos theta para las muestras con adición de OFI, por lo que al llevar a cabo el refinamiento Rietveld se optó por aplicar que se trataba de una orientación preferencial para este pico y de esta manera obtener valores suficientemente buenos de R, así como para minimizar la diferencia entre difractogramas experimentales y patrones de difracción obtenidos de las bases de datos, lo que afectó en el incremento de la presencia de este compuesto. De Matos y colaboradores [65], mencionan que es importante tener cuidado sobre tomar en cuenta orientaciones preferenciales para este tipo de compuesto, para no tener resultados equivocados o alterados, sin embargo, en este caso, las muestras fueron preparadas siguiendo el mismo procedimiento y tomando los análisis en el mismo equipo, bajo las mismas condiciones, por lo que podemos concluir que realmente existe una afectación por la adición de mucílago de nopal OFI. La portlandita es un compuesto que dentro del concreto/mortero provee protección a las estructuras de acero debido a su PH básico, por lo que su presencia y permanencia es deseable para aumentar la durabilidad de las estructuras elaboradas con estos materiales. Según los análisis llevados a cabo a 45 días su presencia es constante, sin embargo, en los refinamientos realizados a 6 años, la presencia de Portlandita decae, no teniendo presencia en los difractogramas de la muestra testigo y MN 1:2, y únicamente presentándose en con un porcentaje de 3.5% para la muestra MN 1:3.

La fase ettringita aparece a partir de los análisis llevados a cabo a los 45 días de edad de las muestras, esta fase no es deseable en el concreto por que puede expandirse y crear fisuras en el concreto endurecido, por lo que tener valores bajos es ideal; los valores de este compuesto varían entre 2.6% y 6.3% desde su aparición.

Finalmente, se identifica la fase calcita, la cual aparece desde el análisis llevado a cabo a los 28 días. Como se mencionó anteriormente, la formación de carbonatos comienza a una edad aproximada de cuatro años, debido a la reacción de la pasta del mortero con el CO_2 atmosférico, pero si observamos la evolución de la presencia de calcita (línea verde) en la Figura 27 en todas las muestras, es posible observar que en el caso de las muestras testigo y MN 1:2 existe un aumento al pasar el tiempo, y en el caso de MN 1:3 su presencia es constante en el tiempo, con un ligero aumento en la última medición llevada a cabo; por lo que, la adición de mucílago de nopal OFI a las mezclas de mortero puede ralentizar la formación de calcita, algo deseable en materiales base CP.

6.5. Pruebas mecánicas y de durabilidad

6.5.1. Resistencia a la compresión simple y resistividad eléctrica

La evolución histórica de las pruebas de compresión se presenta en la Figura 28 ; los datos de las edades de 7, 28, 45, 90, 120, 150, 180 y 300 días fueron obtenidos de la tesis de licenciatura “Evaluación de la durabilidad de matrices de Cemento Portland, con adición de mucílago de nopal” [21], así como los datos recientemente obtenidos a 2327 días. En la gráfica se aprecia que a edades tempranas la mezcla testigo presenta un mejor comportamiento que las muestras con adiciones de mucílago de nopal, lo que podemos atribuir al retraso en la formación de los compuestos que dan la resistencia a las mezclas base CP como se discutió en las secciones de SEM y XRD (páginas 29,38) sin embargo, a edades tardías de 180 y 300 días la mezcla MN 1:3 es la que presenta un mejor comportamiento a los esfuerzos de compresión. Con los datos recientemente obtenidos se aprecia que las mezclas testigo y MN 1:3 tienen un aumento en el valor de su resistencia, en cambio la mezcla MN 1:2 conserva la resistencia a la compresión obtenida a los 300 días; de acuerdo con la norma NMX-C-021-ONNCCE [66] las tres mezclas sobrepasan la resistencia mínima de 7.8 MPa, siendo las mezclas testigo y MN 1:3 las que tienen resultados más favorecedores a lo largo del tiempo de análisis.

La porosidad de un material base CP está directamente relacionada con la resistencia a la compresión [67], así como la durabilidad de este, por lo cual es importante revisar en conjunto estos parámetros. En este caso relacionaremos la resistencia a la compresión simple con la resistividad eléctrica. La resistividad eléctrica es parámetro de durabilidad que entre menor sea significa que permite fácilmente el movimiento de carga a través de este, lo que indirectamente nos da información sobre la tortuosidad dentro del material y desde una perspectiva de construcción nos dice que tan fácil es que puedan entrar agentes y causar corrosión. Con base en la norma NMX-C-514 [39] se establecen los siguientes parámetros: $\rho < 10 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ el concreto tiene una porosidad interconectada excesiva, permitiendo el transporte de agentes agresivos hacia el acero de refuerzo, sea extremadamente rápido; $10 < \rho < 50 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ el concreto tiene una porosidad interconectada de consideración; $50 < \rho < 100 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ el concreto tiene una porosidad interconectada baja y de $\rho > 100\text{-}200 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ el concreto es muy denso, por lo que su porosidad interconectada es extremadamente baja, al igual que el transporte de agentes agresivos hacia el acero de refuerzo [39].

Los datos recientemente obtenidos (2327 días) para esta prueba se encuentran en la Figura 28, los otros datos comparativos fueron recabados del estudio realizado por Bautista-León [21]. Existe un notable aumento en la resistividad del material a edades tardías, esto puede estar relacionado con la disminución de la porosidad del material debido a la evolución de los procesos de hidratación que se llevaron a cabo en el intervalo de tiempo entre análisis, seguido por la formación de calcita a partir de los dos años de elaboración de las muestras [52]. De las mezclas estudiadas, el mortero testigo es el que presentó mejor comportamiento, seguido del mortero MN

1:2; ambos obteniendo valores mayores a 100 kΩ·cm, lo que significa que son materiales con bajo riesgo de transporte de agentes agresivos. La mezcla MN 1:3 tiene una resistividad promedio de 91 kΩ·cm, lo que nos indica que su porosidad interconectada es baja y tiene riesgo moderado a la corrosión

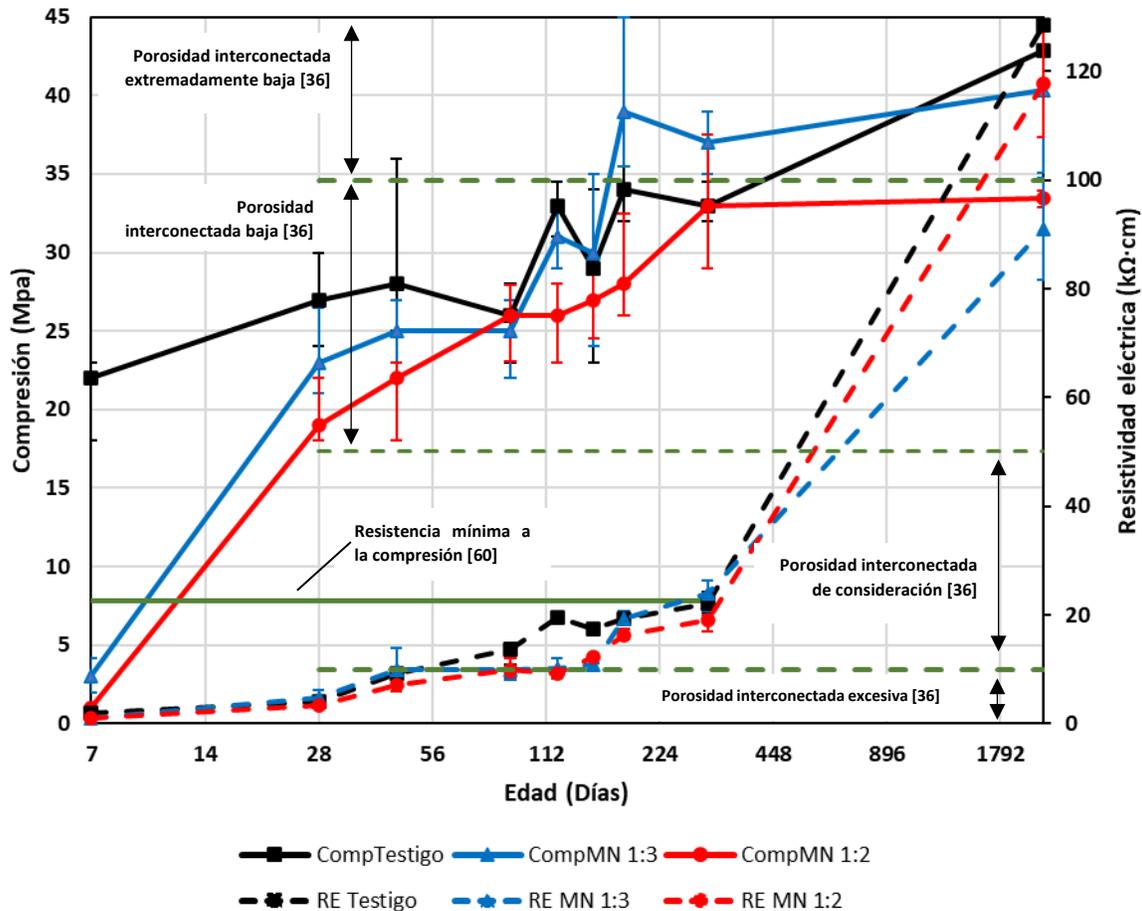


Figura 28. Correlación entre los resultados de compresión simple en cubos de mortero (líneas sólidas y resistividad eléctrica a través del tiempo. Las líneas verdes sirven como referencia de sus normas respectivas.

La resistividad puede estar afectada por la existencia de iones dentro de la porosidad del material, es por tal motivo que, si el material tiene otros iones como en el caso de adiciones botánicas que poseen minerales adicionales, la resistividad estará en función de tales iones [20]. Los criterios de la NMX-C-514 son para concretos convencionales por lo que los datos obtenidos para las mezclas MN 1:2 y MN 1:3 pueden estar afectados por la movilidad iónica.

En la Figura 28 también es posible comparar estos dos análisis y observar que a medida que aumentan los valores de resistividad eléctrica, también lo hacen lo de compresión simple.

6.5.2. Resistencia a la flexión, tensión directa e indirecta y módulo de elasticidad

De manera similar que, en resistencia a la compresión simple, se puede apreciar que los valores de resistencia a la flexión (Figura 29a) de las muestras que tienen adiciones de mucílago de nopal son menores para edades tempranas de 7, 28 y 45 días comparadas con la mezcla testigo y al pasar el tiempo la mezcla MN 1:3 es la que tiene un mejor comportamiento ante esfuerzos de flexión como lo reporta Bautista (a edades de 180 y 300 días). La información recientemente recabada (2306 días) expone una reducción en el promedio de los valores de flexión de las tres mezclas estudiadas, sin embargo, los datos se encuentran dentro del rango de valores que se obtuvieron en la prueba previa más cercana (llevada a cabo a 300 días); por otro lado, se distingue que los datos conservan la misma tendencia en donde la mezcla MN 1:3 presenta un mejor comportamiento, seguido por la mezcla testigo y la mezcla MN 1:2. De acuerdo con algunas especificaciones del concreto donde se menciona que los valores de flexión se encuentran entre el 0.7 al 0.8 de la raíz cuadrada de la resistencia a compresión, los cálculos nos indican que en todos los casos se obtienen valores de flexión superiores a este rango, lo cual significa que su grado de flexibilidad es mayor que el especificado.

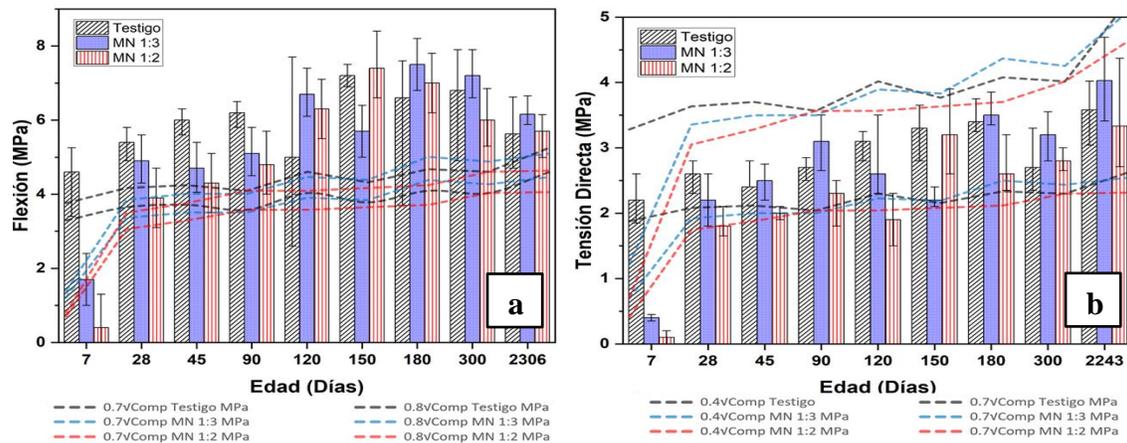


Figura 29. a) Resistencia a la flexión aplicada en prismas de mortero con medidas de 40x40x160 mm correspondientes a la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades. b) Resistencia a la tensión directa en briquetas de mortero con forma de maní correspondientes a la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades.

Respecto a la prueba de tensión directa los datos obtenidos se encuentran en el rango de 0.4 a 0.7 de la raíz cuadrada de la resistencia a la compresión, que es lo reportado para el concreto. Como se observa en la Figura 29b la mezcla MN 1:3 tiene mejor comportamiento que las otras dos mezclas, superando a la mezcla testigo por 0.45 MPa.

Por otro lado, los datos de la prueba de resistencia a la tensión indirecta se observan en la Figura 30a, los cuales se conforman de la información obtenida en la investigación “Evaluación de la durabilidad de matrices de Cemento Portland, con adición de mucílago de nopal”[21] y la recientemente obtenida a una edad de 2306 días, se puede apreciar que respecto a los datos preliminares existe un aumento de

la resistencia a la tensión indirecta (Figura 30a), en especial en la mezcla testigo, lo que concuerda con los resultados obtenidos en compresión y flexión. De igual manera existe un aumento en la resistencia a la tensión indirecta en las mezclas MN 1:3 y MN 1:2 respecto a los valores obtenidos a una edad de 300 días. Las resistencias de las tres mezclas están en el rango de 0.4 a 0.7 raíz cuadrada de la compresión, por lo tanto, está dentro de lo especificado para este tipo de esfuerzos.

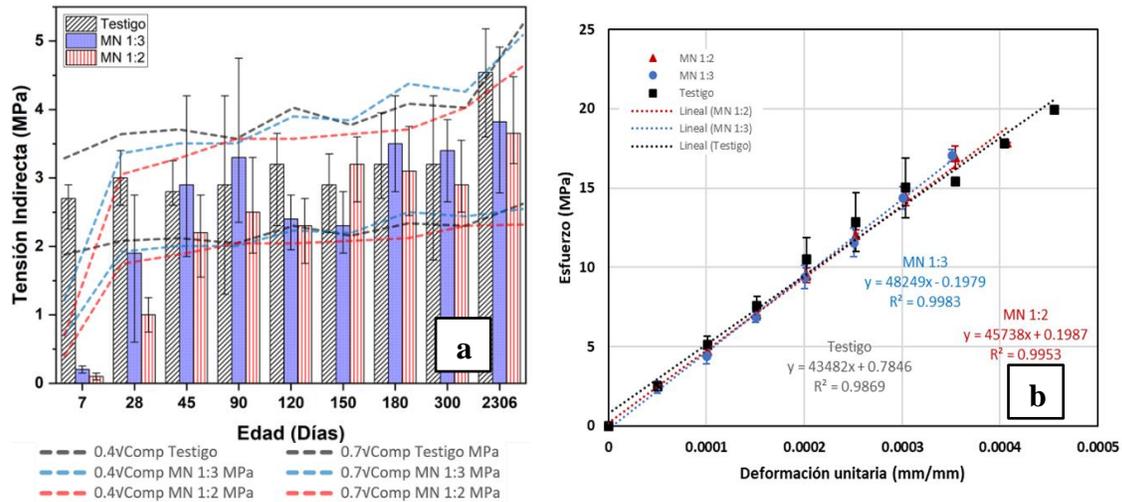


Figura 30. a) Resistencia a la tensión indirecta en cilindros de mortero con medidas de 50 mm de diámetro y 100 mm de longitud de la mezcla testigo, MN 1:3 y MN 1:2 a diferentes edades. b) Curvas esfuerzo-deformación unitaria de mezclas de estudio.

Finalmente, en la Figura 30b se presentan las curvas esfuerzo-deformación unitaria de las tres mezclas de estudio, con base en esta información se puede obtener el módulo de elasticidad. De acuerdo con los resultados obtenidos el material que tiene un módulo de elasticidad más alto es la mezcla MN 1:3 (48,249 MPa), seguida por la mezcla MN 1:2 (45,738 MPa) y finalmente se encuentra la mezcla testigo (43,482 MPa) esto nos puede dar indicios que la adición de mucílago de nopal (que como vimos anteriormente se puede encontrar en intersticios entre las fases del concreto) puede afectar la forma en que el concreto/mortero reacciona a la aplicación de cargas, lo que nos indica que las deformaciones son menores para las muestras con adiciones de mucílago de nopal, comparada con la muestra testigo.

6.5.3. Velocidad de Pulso Ultrasónico (VPU)

Los análisis de VPU nos aportan valores de la calidad del concreto como una evaluación no destructiva de este. La velocidad indica los vacíos de aire o grietas, sin embargo, una mayor velocidad indica una calidad del concreto [68]. De acuerdo con los criterios de evaluación de la red DURAR (Durabilidad de la Armadura) y la norma NMX-C-275-ONNCCE-2004, podemos considerar que un concreto tiene calidad deficiente cuando su velocidad de propagación es menor de 2000 m/s, tiene calidad normal cuando su velocidad se encuentra entre 2001 a 3000 m/s, calidad alta cuando sus valores están entre 3001 y 4000 m/s y es un concreto durable

cuando su velocidad propagación es mayor de 4000 m/s [38], [69]. Los resultados obtenidos se encuentran en la Figura 31.

A una edad temprana (7 días) los valores de VPU para las mezclas con adiciones de mucílago de nopal son menores que la mezcla testigo, encontrándose incluso en criterios de calidad deficiente o normal, lo que nos quiere decir que a estas edades aún existen gran cantidad de poros, esto debido al retraso de la hidratación de CP que provoca el mucílago. Sin embargo, al continuar el proceso de endurecimiento de este, las mezclas MN 1:3 y MN 1:2 logran igualar los valores de la muestra testigo, teniendo los tres valores superiores a 4200 m/s, siendo la mezcla MN 1:2 la que tiene el valor más alto.

Uno de los parámetros indirectos que nos proporciona esta prueba es la homogeneidad que existe en el concreto, lo que en este caso la distribución de la pasta de mortero y agregados se encuentra muy parecida, por lo que otras pruebas como carbonatación, absorción y ataque por sulfatos se pueden considerar en un medio regularmente distribuido.

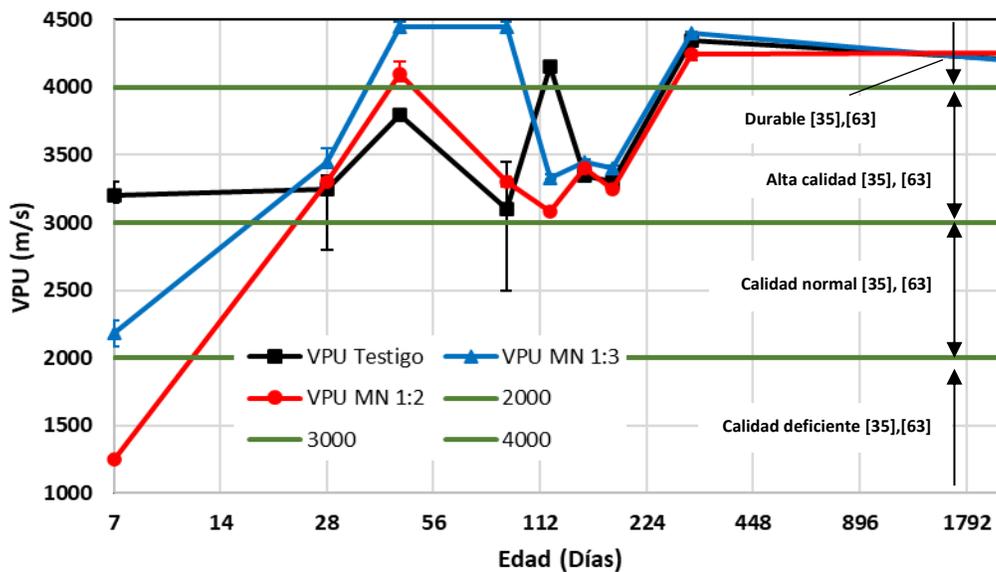


Figura 31. Evolución de la VPU de las muestras de estudio. Las líneas verdes representan los criterios de evaluación de acuerdo con la red DURAR [38].

6.5.4. Densidad y porosidad total

Entre la porosidad de un material y su densidad aparente existe una relación recíproca, ya que a medida en que disminuye el espacio poroso del medio, aumenta la densidad aparente. Por lo tanto, la discusión de estos dos parámetros con los que se puede dar información sobre la durabilidad del mortero se hará en conjunto. En la Figura 32 es posible observar la relación recíproca que existe entre estos dos parámetros que se mencionaba anteriormente, porque de la misma manera que aumenta el valor de la densidad, disminuye el porcentaje de porosidad total medido.

En primer lugar, se puede considerar que un mortero es de buena calidad si su densidad mínima es de 2.1 g/cm^3 , los valores obtenidos a edades de 2327 días son de 2.12 para la mezcla testigo, 2.18 para MN 1:3 y 2.09 para MN 1:2 (Figura 32), por lo tanto, se podría aseverar que la calidad de los morteros es buena, considerando este parámetro.

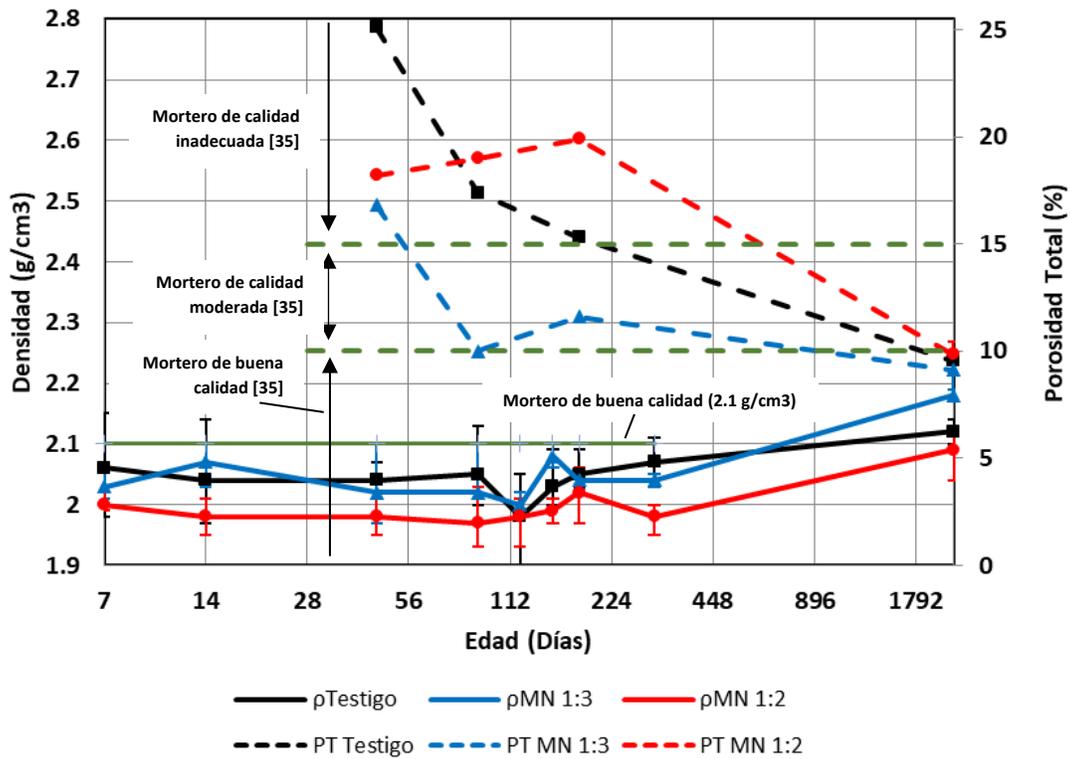


Figura 32. Gráfica de la correlación entre la densidad y la porosidad total de las muestras de estudio. En la gráfica las líneas punteadas representan los datos de porosidad total y las líneas sólidas los resultados de densidad. Las líneas verdes son de apoyo para comparar con lo que dice la literatura en ambos casos.

Con respecto al valor de la porosidad total, esta incluye los poros interconectados, conectados en el exterior, los espacios intersticiales de la pasta de cemento y los espacios producidos por las burbujas de aire que quedaron atrapadas durante la elaboración de los morteros. De acuerdo con la Red DURAR [38] los morteros de calidad inadecuada tienen porosidades por encima del 15%, los morteros de calidad moderada se encuentran entre 10% y 15% de porosidad total y los morteros de buena calidad y compacidad tienen porosidades menores del 10%. De acuerdo con los datos recientemente obtenidos los morteros tienen baja porosidad colocándose como morteros de buena calidad, según este criterio. Como se observa en la Figura 32 la porosidad de los morteros ha ido disminuyendo al pasar el tiempo, lo que nos indica que los poros se han ido obturando, en primer lugar por la formación de productos de hidratación del CP, la consolidación de estos, así como por la transformación de estas fases en otras correspondientes a edades más maduras del mortero, lo que hemos verificado con los análisis SEM y XRD a diferentes

edades; la mezcla MN 1:3 es la que menor porcentaje de porosidad presenta con un valor de 9.11% seguido por la mezcla testigo con una porosidad total de 9.55% y finalmente la mezcla MN 1:2 con 9.86%.

6.5.5. Absorción capilar

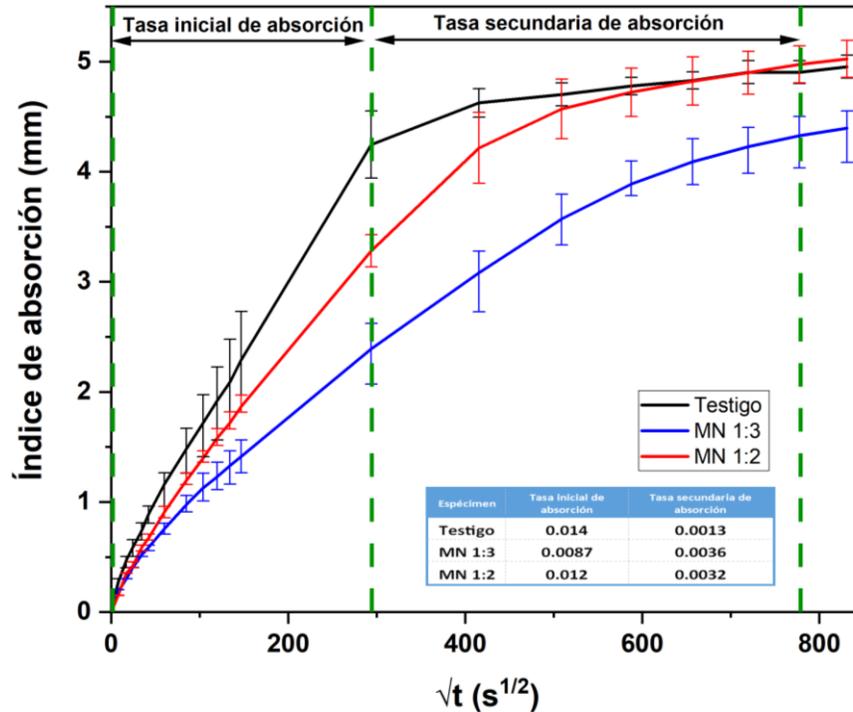


Figura 33. Gráficas de las tasas de absorción de las mezclas de estudio a una edad de seis años.

Las tasas de absorción se pueden observar en la Figura 33. Acorde con los resultados obtenidos se puede apreciar que la mezcla MN 1:3 tiene una tasa inicial de absorción menor comparada con las otras dos mezclas (MN 1:3 = 0.0087 mm/s^{1/2}, MN 1:2 = 0.012 mm/s^{1/2}, testigo = 0.014 mm/s^{1/2}; ordenadas de menor a mayor tasa inicial de absorción), lo que indica que tiene mayor resistencia inicial a la infiltración de agentes agresivos externos. La mezcla que tiene un mejor comportamiento de absorción secundaria es la mezcla testigo (testigo = 0.0013 mm/s^{1/2}, MN 1:2 = 0.0032 mm/s^{1/2}, MN 1:3 = 0.0036 mm/s^{1/2}; ordenadas de menor a mayor tasa secundaria de absorción), esta información sugiere que la mezcla testigo tiene mayor resistencia a que los agentes agresivos externos sigan penetrando hacia el núcleo de los elementos. De acuerdo con la red DURAR para espesores de 30 mm en ambientes severos se recomiendan concretos con absorción capilar de ≤ 0.05 mm/s^{1/2} y en medios menos severos puede ser de hasta 0.1 mm/s^{1/2}, además con la consideración de que, si el espesor del recubrimiento se incrementa, la absorción capilar puede modificarse proporcionalmente [38] Conforme con los resultados obtenidos en la prueba de absorción podemos verificar que las tres mezclas de mortero pueden ser usadas en ambientes severos, siendo la muestras con adiciones de mucílago de nopal las que presentan mayor

resistencia inicial a la entrada de agentes agresivos externos, esto puede relacionarse con los resultados obtenidos en los espectros FTIR, y se puede mencionar que la existencia interacciones secundarias entre las fases del mortero y el mucílago pueden crear cierta resistencia a la entrada de agentes externos.

6.5.6. Carbonatación

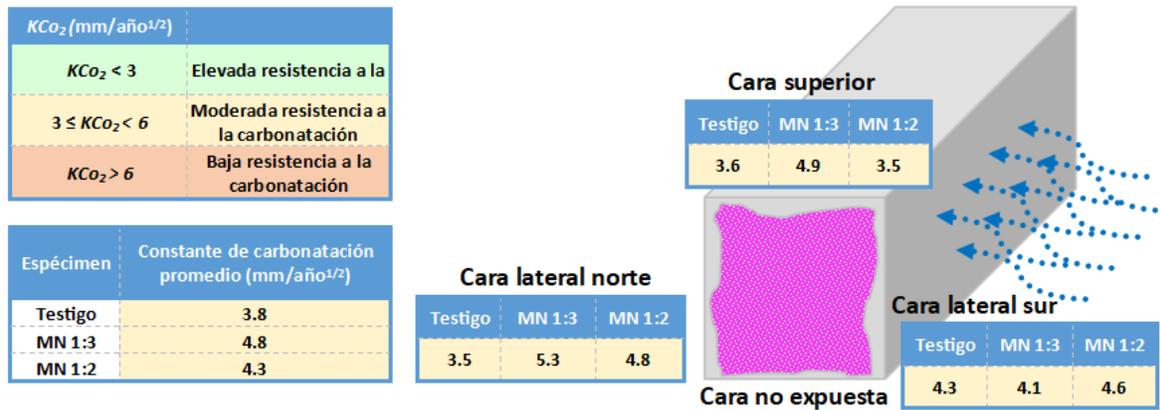


Figura 34. Esquema representativo de carbonatación en prisma con medidas de 40mmx40mm y largo variable a una edad de seis años, donde se indican las constantes de carbonatación de las mezclas testigo, MN 1:3 y MN 1:2.

La carbonatación es un fenómeno que produce cambios microestructurales en los morteros, produciendo carbonato de calcio cuando el mortero se encuentra en contacto con el CO₂ ambiental. En estructuras de concreto armado resulta ser un fenómeno que puede afectar el acero de refuerzo del elemento; para este caso también se debe de tomar en cuenta la porosidad y la humedad ambiental [38] Según lo menciona la norma NMX-C-515-ONNCCE-206 valores de $K_{CO_2} < 3 \text{ mm/año}^{1/2}$, pueden ser considerados como indicativos de elevada resistencia a la carbonatación, valores de $3 \leq K_{CO_2} < 6 \text{ mm/año}^{1/2}$, indican que el concreto es de calidad media y marcan un inicio en la carbonatación, mientras que, valores de $K_{CO_2} > 6 \text{ mm/año}^{1/2}$, indican que el concreto es de muy baja resistencia a la carbonatación[43]. La Figura 34 muestra cuales fueron las constantes de carbonatación para cada una de las caras expuestas y las promedio, las tres mezclas se pueden considerar como mezcla de calidad media y que marcan un inicio en la carbonatación; la mezcla testigo tuvo el valor de constante de carbonatación más bajo, posteriormente se encuentra la mezcla MN 1:2 y por último la mezcla MN 1:3.

6.5.7. Ataque por sulfatos

El ataque por sulfatos puede causar graves daño a las estructuras de concreto, por lo cual la susceptibilidad a la entrada de agentes químicos es frecuentemente revisada; el tipo de daño que puede sufrir el concreto por este tipo de ataque puede ser químico o físico. El ataque físico químico está relacionado con la interacción que

existe entre las sales de sulfatos y los minerales del cemento, por otro lado, el ataque físico es causado por la cristalización y la transición de fases de las sales de los sulfatos que se introducen en los intersticios de la pasta del mortero o concreto [70].

En la Figura 35 se puede apreciar cómo ha sido la variación de los valores de la masa comparándola con la masa inicial de cada uno de los especímenes. La ganancia de masa (valores positivos) se puede atribuir a que al estar sumergidos los especímenes en la solución de sulfato de sodio este penetró en ellos. En el caso de la muestra testigo notamos que es el que menor aumento de masa tiene, manteniendo sus valores entre 1.2% y 1.9% del incremento de masa. Para la mezcla MN 1:3 hubo variaciones de aumento de masa de 1.9% al 2.5%. Y finalmente, la mezcla que más ganancia de masa tuvo fue la MN 1:2 con valores que oscilan entre 2.0% y 2.9%. A primera instancia parecería que sólo hubo ganancia de masa por el ingreso de sulfatos a las probetas, sin embargo, esta prueba también se complementa con una revisión visual.

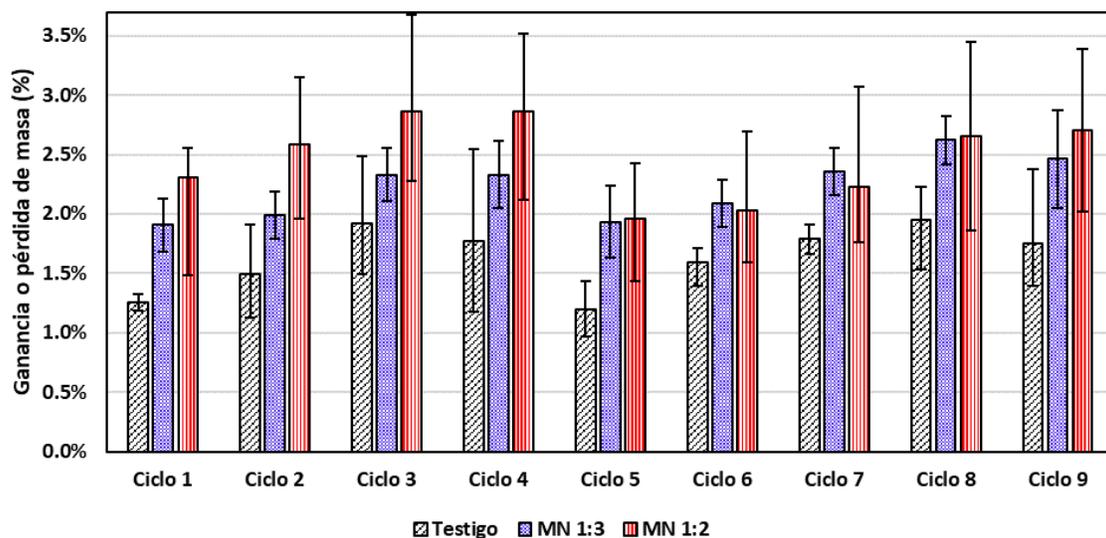


Figura 35. Pérdida o ganancia de masa de muestras de estudio en función del número de ciclos para la prueba de ataques por sulfatos. Edad de las muestras: seis años.

En la revisión visual (se muestra la evidencia fotográfica en el Anexo 2. Evidencia fotográfica de ciclos de ataques por sulfatos) que se llevó a lo largo de todos los ciclos es posible observar que los especímenes más afectados son los de las muestras MN 1:2, en los cuales se presentan daños en aristas, desprendimientos en las caras laterales, incluso pérdida de gran parte del recubrimiento. Las muestras de la mezcla testigo fueron las siguientes en términos de daños, en éstas se presentaron desprendimiento de material en aristas principalmente y también en otras partes de la superficie de las muestras. Finalmente, las mezclas con menos daños son las de la mezcla MN 1:3, en las cuales tuvieron desprendimientos

menores en las aristas y se presentaron disyunciones de la cobertura donde había poros superficiales, quizás debido a que la entrada de sulfatos era más fácil.

Analizando los resultados de ganancia de masa y revisión visual podemos concluir que la mezcla testigo, aunque tiene una ganancia de masa baja comparada con las mezclas con adiciones de mucílago de nopal, empieza a tener más afectaciones físicas por la cristalización de las sales de sulfatos. La mezcla MN 1:3 tiene una ganancia superior a la mezcla testigo, sin embargo, se mantiene con variaciones de 0.6% promedio, además de ser la mezcla con menores afectaciones. Y finalmente la mezcla MN 1:2 es la mezcla con más afectaciones en cuanto a ganancia de masa y desprendimientos de la superficie.

7. Conclusiones

La adición de mucílago de nopal retrasa los procesos de fraguado del CP, lo que se puede observar principalmente en los resultados de las pruebas mecánicas realizadas a siete días, donde existe una baja resistencia mecánica respecto a la mezcla testigo, así como también se puede apreciar este retraso en las micrografías y en los datos obtenidos mediante el refinamiento Rietveld a esta misma edad, en las que se encontró la fase alita, un compuesto que corresponde al CP sin fraguar y una disminución de (o ausencia) de los productos de hidratación del CP; sin embargo, cabe mencionar que gracias a que el mucílago de nopal puede retener grandes cantidades de agua y los tiempos de fraguado son más largos, puede ser de ayuda para que no se generen fisuras de hidratación en la microestructura y por ende existan menores cavidades y porosidad, lo que se puede traducir a mayor resistencia ante la penetración y propagación de agentes agresivos externos, además de que puede ayudar al curado de las mezclas que lo contienen, garantizando la hidratación adecuada del mortero. Por otro lado, al continuar el proceso de endurecimiento de los morteros de estudio se tiene como resultado que las mismas fases que se presentan en la mezcla testigo se encuentran en las mezclas MN 1:3 y MN 1:2, con la diferencia de que en éstas últimas se pudo observar mucílago de nopal seco en los intersticios.

Con base en los resultados obtenidos en FTIR, se puede aseverar que las propiedades ligantes que le dan la resistencia al concreto/ mortero no se ven notablemente afectadas por la adición de mucílago de nopal, sin embargo, existen algunos desplazamientos en las bandas de los espectros que nos indican que existen interacciones intermoleculares secundarias cuando se adiciona mucílago de nopal, estas pueden crear una resistencia ante la entrada de agentes agresivos externos, esta oposición de agentes externos puede observarse en dos de las pruebas de durabilidad: absorción y ataque por sulfatos. En primer lugar, en la prueba de absorción capilar se obtuvo que las tres mezclas pueden ser utilizadas en ambientes severos, siendo la mezcla MN 1:3 la que tiene menor tasa inicial de absorción, seguido por la mezcla MN 1:2, lo que nos indica que la adición moderada de mucílago de nopal puede inicialmente oponer más resistencia a la entrada de agua o agentes externos, por otro lado, una vez que esa resistencia se vence, los agentes externos pueden penetrar las fases de la mezcla. Por otro lado, en el caso de la prueba de ataque por sulfatos, existe una evidente diferencia entre la mezcla MN 1:3 y las otras dos mezclas de estudio, ya que las mezclas MN 1:2 y la testigo empiezan a presentar daños visibles de desprendimiento de cobertura a partir del tercer ciclo, en cambio, la mezcla MN 1:3 presenta daños más notables a partir del octavo ciclo, por lo que podemos concluir que existe interferencia en la entrada de sulfato de sodio hacia el interior de la pasta del concreto, lo que se puede atribuir a las interacciones secundarias que se observaron en FTIR.

Respecto a las pruebas mecánicas los valores obtenidos en las pruebas de compresión, flexión y tensión indirecta nos indican que las mezclas testigo y MN 1:3

tienen un aumento con respecto a la última medición llevada a cabo a los 300 días de su elaboración, en cambio la mezcla MN 1:2 no tuvo variaciones significativas en estos valores. Por otro lado, de acuerdo con los datos obtenidos para la prueba de módulo de elasticidad, la mezcla MN 1:3 es la que tiene un módulo elástico mayor, lo que podemos atribuirlo a la adición de una cantidad moderada de mucílago de nopal, este fenómeno lo podemos atribuir al mucílago seco que se encuentra en los intersticios de las fases producto de la hidratación del CP, los cuales pueden estar disipando los esfuerzos.

En el caso de la prueba de densidad podemos concluir que la adición de mucílago de nopal no aumenta o disminuye notablemente la densidad del mortero, lo cual no implica alguna consideración en ese aspecto.

En cuanto a la prueba de resistividad eléctrica se refiere, es importante mencionar que a seis años se tienen resistividades mayores de $100 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ para las mezclas testigo y MN 1:2, y de $90 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ para la mezcla MN 1:3 lo indica que las tres mezclas tienen riesgo muy bajo a la corrosión por la infiltración de agentes agresivos externos, de acuerdo con este parámetro. Como ya se había mencionado anteriormente el aumento significativo de la resistividad de las muestras puede estar relacionado con el progresivo proceso de hidratación que tienen los materiales base cemento Portland.

Respecto a la prueba de porosidad total, los datos nos indican que la porosidad de los especímenes ha decrecido a lo largo del tiempo, siendo la mezcla MN 1:3 la que presenta mejores resultados en todas las mediciones; recordemos que la porosidad nos indica que tan susceptible es el material de dejar permear agentes agresivos externos, en este caso todas las mezclas obtuvieron porosidades menores al 10% lo que nos indica que son morteros de buena calidad y compacidad.

Finalmente, en el caso de la carbonatación los resultados obtenidos exponen que la mezcla testigo es la que tiene un mejor comportamiento ante la exposición del material ante el CO_2 ambiental, y la mezcla MN 1:3 la que tiene un comportamiento más deficiente, lo cual deberá de tomarse en consideración si se quiere utilizar como recubrimiento de elementos de acero de refuerzo. Sin embargo, las tres mezclas se encuentran dentro del rango de calidad media.

Después de haber llevado a cabo los análisis y pruebas, se puede concluir que la adición de mucílago de nopal crea una resistencia a la entrada de agentes agresivos externos, sin afectar el desempeño mecánico de las mezclas en cuestión. De las dos mezclas que se les agregó mucílago de nopal OFI la mezcla MN 1:3 es la que presenta mejor comportamiento en las pruebas mecánicas y la mayoría de las pruebas de durabilidad dos de las cuales están íntimamente relacionadas con la entrada de agua o algún agente externo agresivo (absorción y ataques por sulfatos).

8. Referencias

- [1] Organización de las Naciones Unidas, “Objetivos de Desarrollo Sostenible”. undp.org. <https://www.undp.org/es/sustainable-development-goals> (consultado el 23 de agosto de 2022).
- [2] Organización de las Naciones Unidas, “Objetivos y metas de desarrollo sostenible”. undp.org. <https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/objetivos-de-desarrollo-sostenible/> (consultado el 29 de agosto de 2022).
- [3] H. Zabihi, F. Habib, y L. Mirsaedie, “Sustainability in Building and Construction: Revising Definitions and Concepts”, *International Journal of Emerging Sciences*, vol. 2, núm. 4, pp. 570–578, dic. 2012.
- [4] A. M. Neville, *Tecnología del concreto*. Instituto Mexicano del Cemento y Concreto. (Trabajo original publicado en 1995), 2013.
- [5] E. Benhelal, E. Shamsaei, y M. I. Rashid, “Challenges against CO2 abatement strategies in cement industry: A review”, *Journal of Environmental Sciences (China)*, vol. 104. 2021. doi: 10.1016/j.jes.2020.11.020.
- [6] S. H. Kosmatka, B. Kerkhoff, W. C. Panarese, y J. Tanesi, *Diseño y control de mezclas de Concreto*. Portland Cement Association, 2004.
- [7] H. M. Ludwig y W. Zhang, “Research review of cement clinker chemistry”, *Cem Concr Res*, vol. 78, núm. A, pp. 24–37, dic. 2015, doi: 10.1016/j.cemconres.2015.05.018.
- [8] H. F. W. Taylor, “Portland cement and its major constituent phases”, en *Cement Chemistry*, Academic Press, 1990, pp. 1–32.
- [9] D. W. S. Ho, “Durability of Concrete”, en *The civil engineering handbook*, W. F. Chen y J. Y. Richard Liew, Eds., 2nd ed. CRC Press, 2003. doi: 10.5860/choice.40-4627.
- [10] C. Sáenz, E. Sepúlveda, y B. Matsuhiro, “Opuntia spp mucilage’s: a functional component with industrial perspectives”, *J Arid Environ*, vol. 57, núm. 3, pp. 275–290, may 2004, doi: 10.1016/S0140-1963(03)00106-X.
- [11] L. Vargas Rodríguez, G. Arroyo Figueroa, C. H. Herrera Méndez, A. Pérez Nieto, M. I. García Vieyra, y J. R. Rodríguez Núñez, “Propiedades Físicas del mucílago de Nopal”, *Acta Univ*, vol. 26, núm. 1, pp. 8–11, feb. 2016, doi: 10.15174/au.2016.839.

- [12] F. C. Stintzing y R. Carle, “Cactus stems (*Opuntia* spp.): A review on their chemistry, technology, and uses”, *Mol Nutr Food Res*, vol. 49, núm. 2, pp. 175–194, feb. 2005, doi: 10.1002/mnfr.200400071.
- [13] A. Cárdenas, I. Higuera-Ciapara, y F. M. Goycoolea, “Rheology and Aggregation of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) Mucilage in Solution”, *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, vol. 2, pp. 152–159, 1997.
- [14] S. Trachtenberg y A. M. Mayer, “Composition and properties of *Opuntia ficus-indica* mucilage”, *Phytochemistry*, vol. 20, núm. 12, pp. 2665–2668, 1981, doi: 10.1016/0031-9422(81)85263-6.
- [15] L. Medina-Torres, E. Brito-De La Fuente, B. Torrestiana-Sanchez, y R. Kattthain, “Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*)”, *Food Hydrocoll*, vol. 14, núm. 5, pp. 417–424, sep. 2000, doi: 10.1016/S0268-005X(00)00015-1.
- [16] N. Gebresamuel y T. Gebre-Mariam, “Comparative Physico-Chemical Characterization of the Mucilages of Two Cactus Pears (*Opuntia* Spp.) Obtained from Mekelle, Northern Ethiopia”, *J Biomater Nanobiotechnol*, vol. 03, núm. 1, pp. 79–86, ene. 2012, doi: 10.4236/jbnb.2012.31010.
- [17] A. Cardenas, W. M. Arguelles, y F. M. Goycoolea, “On the possible role of *Opuntia ficus-indica* mucilage in lime mortar performance in the protection of historical buildings”, *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, vol. 3, 1998.
- [18] L. Rampazzi *et al.*, “Technology of Medieval Mortars: An Investigation into the Use of Organic Additives”, *Archaeometry*, vol. 58, núm. 1, 2016, doi: 10.1111/arcm.12155.
- [19] S. Ramírez-Arellanes, P. F. J. Cano-Barrita, F. Julián-Caballero, y C. Gómez-Yáñez, “Propiedades de durabilidad en hormigón y análisis microestructural en pastas de cemento con adición de mucílago de nopal como aditivo natural”, *Materiales de Construcción*, vol. 62, núm. 307, pp. 327–341, 2012, doi: 10.3989/mc.2012.00211.
- [20] A. A. Torres Acosta, C. E. Celis Martínez, W. Martínez Molina, y M. G. Lomeli González, “Mejora en la durabilidad de materiales base cemento, utilizando adiciones deshidratadas de dos cactáceas”, 2009. Consultado: el 31 de agosto de 2022. [En línea]. Disponible en: <http://www.imt.mx/archivos/Publicaciones/PublicacionTecnica/pt326.pdf>
- [21] Fidel. Bautista-León, *Evaluación de la durabilidad de matrices de Cemento Portland, con adición de Mucílago de Nopal (tesis de licenciatura)*. Morelia: Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, 2017.

- [22] Y. Vargas, A. E. Obaya Valdivia, G. I. Vargas, V. Gómez-Vidales, J. Chávez, y A. García, "Introducción a la caracterización de materiales, nanomateriales y catalizadores", *Revista Digital Universitaria*, vol. 14, núm. 5, 2013, [En línea]. Disponible en: <https://www.revista.unam.mx/vol.14/num5/art07/index.html>
- [23] S. A. Khan, S. B. Khan, L. U. Khan, A. Farooq, K. Akhtar, y A. M. Asiri, "Fourier transform infrared spectroscopy: Fundamentals and application in functional groups and nanomaterials characterization", en *Handbook of Materials Characterization*, S. K. Sharma, Ed., Springer Cham, 2018, pp. 317–344. doi: 10.1007/978-3-319-92955-2_9.
- [24] N. Jespersen, "General principles of spectroscopy and spectroscopic analysis", en *Comprehensive Analytical Chemistry*, 2006, pp. 111–155. doi: 10.1016/S0166-526X(06)47005-7.
- [25] N. B. Colthup, "Spectra-Structure Correlations in the Infra-Red Region", *J Opt Soc Am*, vol. 40, núm. 6, 1950, doi: 10.1364/josa.40.000397.
- [26] A. Hynes, D. A. Scott, A. Man, D. L. Singer, M. G. Sowa, y K. Z. Liu, "Molecular mapping of periodontal tissues using infrared microspectroscopy", *BMC Med Imaging*, vol. 5, 2005, doi: 10.1186/1471-2342-5-2.
- [27] W. Zhou, R. Apkarian, Z. L. Wang, y D. Joy, "Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM)", en *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, Springer, 2007, pp. 1–40. doi: 10.1007/978-0-387-39620-0_1.
- [28] JEOL Resources, *Scanning Electron Microscope A To Z: Basic Knowledge For Using The SEM*. 2020. doi: 10.1017/S1431927605507797.
- [29] G. J. Havrilla, "X-Ray Fluorescence Spectroscopy", en *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*, F. A. Settle, Ed., 1998, pp. 459–479. doi: 10.5860/choice.35-3308.
- [30] A. Chauhan y P. Chauhan, "Powder XRD Technique and its Applications in Science and Technology", *Journal of Analytical & Bioanalytical Technique*, vol. 5, núm. 5, pp. 1–5, 2014, doi: 10.4172/2155-9872.1000212.
- [31] A. A. Bunaciu, E. gabriela Udriștioiu, y H. Y. Aboul-Enein, "X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications", *Crit Rev Anal Chem*, vol. 45, núm. 4, pp. 289–299, 2015, doi: 10.1080/10408347.2014.949616.
- [32] L. B. Mccusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër, y P. Scardi, "Rietveld refinement guidelines", *J Appl Crystallogr*, vol. 32, núm. 1, pp. 36–50, 1999, doi: 10.1107/S0021889898009856.
- [33] B. H. Toby, "R factors in Rietveld analysis: How good is good enough?", *Powder Diffr*, vol. 21, núm. 1, pp. 67–70, 2006, doi: 10.1154/1.2179804.

- [34] ASTM C109 / C109M-16a, “Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50 mm] Cube Specimens)”, 2016
- [35] ASTM C496 / C496M-17, “Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens”, 2017
- [36] A. Pauw, “Static Modulus of Elasticity of Concrete as Affected by Density”, *ACI Journal Proceedings*, vol. 57, núm. 12, pp. 679–688, 1960, doi: 10.14359/8040.
- [37] NMX-C-128-ONNCCE-2013, “Industria de la Construcción – Concreto Sometido a Compresión – Determinación del Módulo de Elasticidad Estático y Relación de Poisson”, 2013
- [38] O. Trocónis, *Manual de inspección, evaluación y diagnóstico de corrosión en estructuras de hormigón armado*. CYTED, 1998.
- [39] NMX-C-514-ONNCCE-2016, “Industria de la construcción - Resistividad eléctrica del concreto hidráulico - Especificaciones y métodos de ensayos”, 2016
- [40] International Atomic Energy Agency, *Guidebook on non-destructive testing of concrete structures*, vol. 17. Viena, Austria: IAEA, 2002.
- [41] V. M. Malhotra y N. J. Carino, *Handbook on nondestructive testing of concrete*, 2nd ed. CRC Press, 2003.
- [42] NMX-C-504-ONNCCE-2015, “Industria de la Construcción - Determinación de la Absorción Capilar en Concreto Hidráulico - Métodos de Ensayo”, 2015
- [43] NMX-C-515-ONNCCE-2016, “Industria de la Construcción - Concreto Hidráulico - Durabilidad - Determinación de la profundidad de Carbonatación en concreto hidráulico - Especificaciones y Métodos de Ensayo”, 2016
- [44] Cement Concrete & Aggregates Australia, “Concrete Drying Shrinkage – Test Methods and Specifications in Australia”, *Cement Concrete & Aggregates Australia*, núm. July, 2002.
- [45] H. Vieyra, U. Figueroa-López, A. Guevara-Morales, B. Vergara-Porras, E. San Martín-Martínez, y M. Á. Aguilar-Mendez, “Optimized Monitoring of Production of Cellulose Nanowhiskers from *Opuntia ficus-indica* (Nopal Cactus)”, *Int J Polym Sci*, vol. 2015, pp. 1–8, 2015, doi: 10.1155/2015/871345.
- [46] A. Cárdenas, F. M. Goycoolea, y M. Rinaudo, “On the gelling behaviour of ‘nopal’ (*Opuntia ficus indica*) low methoxyl pectin”, *Carbohydr Polym*, vol. 73, núm. 2, pp. 212–222, 2008, doi: 10.1016/j.carbpol.2007.11.017.
- [47] C. M. P. Souza *et al.*, “Characterization of atomized extract of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. and assessment of its pharmaceutical potential”, *Revista de*

Ciencias Farmacéuticas Básica e Aplicada, vol. 35, núm. 2, pp. 195–203, abr. 2014.

- [48] C. G. Hernández Carrillo, J. A. Gómez-Cuaspué, y C. E. Martínez Suarez, “Compositional, thermal and microstructural characterization of the Nopal (*Opuntia ficus indica*), for addition in commercial cement mixtures”, en *Journal of Physics: Conference Series*, 2017. doi: 10.1088/1742-6596/935/1/012045.
- [49] T. Vázquez-Moreno y M. T. Blanco-Varela, “Tabla de frecuencias y espectros de absorción infrarroja de compuestos relacionados con la química del cemento”, *Materiales de Construcción*, vol. 31, núm. 182, pp. 31–48, 1981, doi: 10.3989/mc.1981.v31.i182.1007.
- [50] D. Shanmugavel, T. Selvaraj, R. Ramadoss, y S. Raneri, “Interaction of a viscous biopolymer from cactus extract with cement paste to produce sustainable concrete”, *Constr Build Mater*, vol. 257, núm. 8, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.119585.
- [51] M. Khachani, A. El Hamidi, M. Halim, y S. Arsalane, “Non-isothermal kinetic and thermodynamic studies of the dehydroxylation process of synthetic calcium hydroxide $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ”, *Journal of Materials and Environmental Science*, vol. 5, núm. 2, pp. 615–624, 2014.
- [52] T. Vázquez y A. Ruiz de Gauna, “Contribución al estudio de las reacciones de hidratación del cemento portland por espectroscopia infrarroja. V. Estudio de la hidratación acelerada del cemento portland”, *Materiales de Construcción*, vol. 27, núm. 165, pp. 55–68, 1977, doi: 10.3989/mc.1977.v27.i165.1198.
- [53] F. J. Jiménez-Alvarez y Téllez-Jurado Lucía, “Efecto de un aditivo plastificante comercial sobre la estructura cristalina de la plagioclasa utilizada en la fabricación de blocks ligeros de concreto”, *Superficies y vacío*, vol. 23, pp. 104–108, ago. 2010.
- [54] M. Palacios y F. Puertas, “Effect of shrinkage-reducing admixtures on the properties of alkali-activated slag mortars and pastes”, *Cem Concr Res*, vol. 37, núm. 5, pp. 691–702, 2007, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.11.021.
- [55] R. S. Lin, X. Y. Wang, H. S. Lee, y H. K. Cho, “Hydration and microstructure of cement pastes with calcined Hwangtoh Clay”, *Materials*, vol. 12, núm. 3, 2019, doi: 10.3390/ma12030458.
- [56] N. García Nauto, “Optimización de la extracción acuosa y secado del biopolímero de nopal (*Opuntia ficus-indica*) (tesis de maestría)”, 2017.
- [57] W. Franus, R. Panek, y M. Wdowin, “SEM investigation of microstructures in hydration products of Portland cement”, en *2nd International Multidisciplinary Microscopy and Microanalysis Congress*, Springer Proceedings in Physics, Ed., Springer, 2015, pp. 105–112. doi: 10.1007/978-3-319-16919-4_14.

- [58] M. A. Giraldo M y J. I. Tobón, “Evolución mineralógica del cemento Portland durante el proceso de hidratación”, *Dyna (Medellin)*, vol. 73, núm. 148, pp. 69–81, 2006.
- [59] L. M. K. Saag, G. R. Sanderson, P. Moyna, y G. Ramos, “Cactaceae mucilage composition”, *J Sci Food Agric*, vol. 26, núm. 7, pp. 993–1000, 1975, doi: 10.1002/jsfa.2740260716.
- [60] H. Majdoub, L. Picton, D. Le Cerf, y S. Roudesli, “Water Retention Capacity of Polysaccharides from Prickly Pear Nopals of *Opuntia Ficus Indica* and *Opuntia Litoralis*: Physical-Chemical Approach”, *J Polym Environ*, vol. 18, núm. 4, pp. 451–458, 2010, doi: 10.1007/s10924-010-0159-2.
- [61] F. M. León-Martínez, L. L. Méndez-Lagunas, y J. Rodríguez-Ramírez, “Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization”, *Carbohydr Polym*, vol. 81, núm. 4, pp. 864–870, 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2010.03.061.
- [62] M. Quintero-García *et al.*, “Comparative analysis of the chemical composition and physicochemical properties of the mucilage extracted from fresh and dehydrated *opuntia ficus indica* cladodes”, *Foods*, vol. 10, núm. 9, 2021, doi: 10.3390/foods10092137.
- [63] J. Jiang *et al.*, “Calcite crystallization in the cement system: Morphological diversity, growth mechanism and shape evolution”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 20, núm. 20, pp. 14174–14181, 2018, doi: 10.1039/c8cp01979g.
- [64] K. H. Yang, E. A. Seo, y S. H. Tae, “Carbonation and CO₂ uptake of concrete”, *Environmental Impact Assessment Review*43, vol. 46, pp. 43–52, 2014, doi: 10.1016/j.eiar.2014.01.004.
- [65] P. R. De Matos, J. S. Andrade Neto, y C. E. M. Campos, “Is the R index accurate to assess the preferred orientation of portlandite in cement pastes?”, *Constr Build Mater*, vol. 292, 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.123471.
- [66] NMX-C-021-ONNCCE-2015, “Industria de la Construcción - Cemento para Albañilería (mortero) - Especificaciones y Métodos de Ensayo”, 2015
- [67] L. A. Quintero Ortiz, J. Herrera, L. Corzo, y J. García, “Relación entre la resistencia a la compresión y la porosidad del concreto evaluada a partir de parámetros ultrasónicos”, *Revista ION*, vol. 24, núm. 1, pp. 69–76, 2011.
- [68] Z. Abdollahnejad, M. Mastali, F. Rahim, T. Luukkonen, P. Kinnunen, y M. Illikainen, “Influence of cobinders on durability and mechanical properties of alkali-activated magnesium aluminosilicate binders from soapstone”, en *New Materials in Civil Engineering*, 2020, pp. 877–895. doi: 10.1016/B978-0-12-818961-0.00029-6.

- [69] NMX-C-275-ONNCCE-2004, “Industria de la construcción - Concreto hidráulico - Determinación de la velocidad de pulso ultrasónico a través del concreto - Método de ensayo”, 2004
- [70] S. Zhutovsky y R. Douglas Hooton, “Accelerated testing of cementitious materials for resistance to physical sulfate attack”, *Constr Build Mater*, vol. 145, pp. 98–106, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.03.239.

9. Anexos

Anexo 1. Refinamiento Rietveld

Para la presente investigación se utilizó el software X'Pert HighScore Plus, en el cual se lograron identificar las fases en los resultados de XRD y también realizar los refinamientos Rietveld.

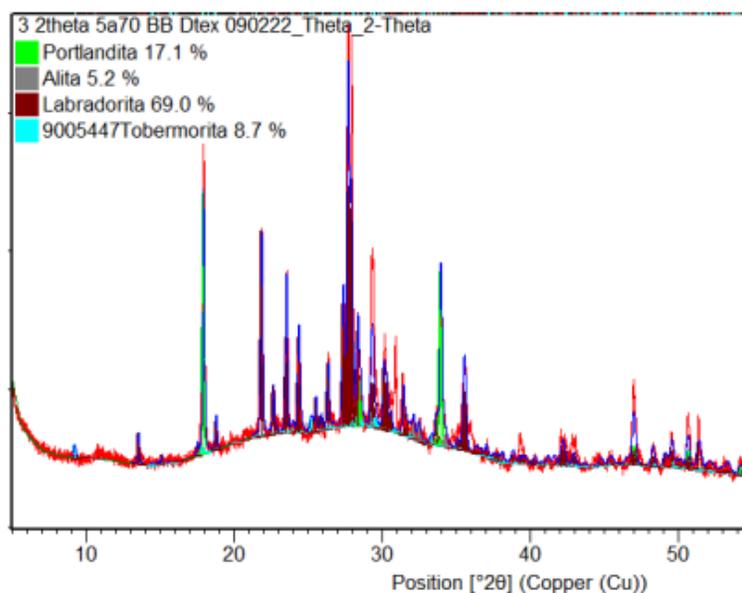
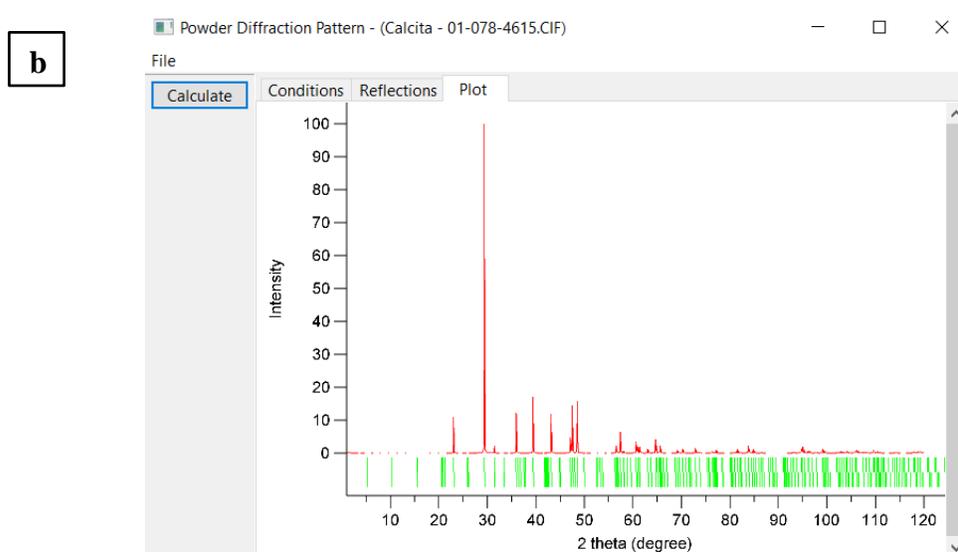
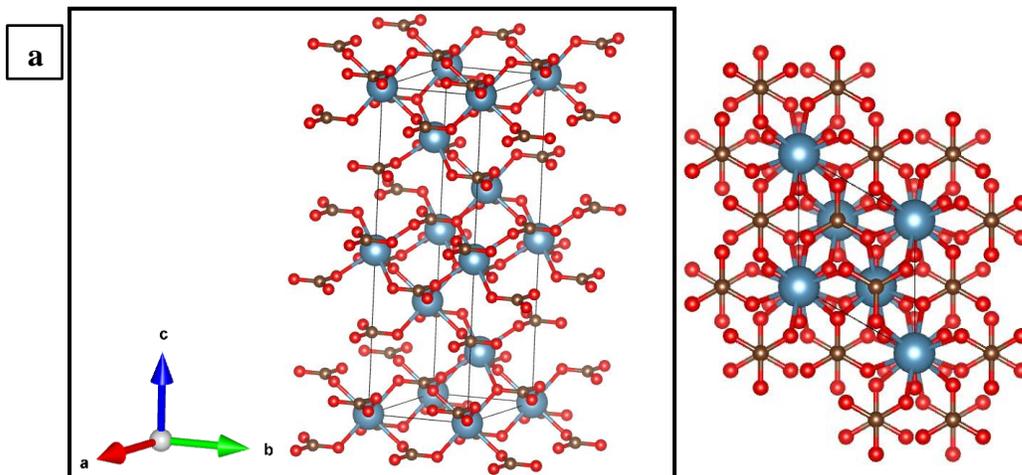


Figura 36. Diffractograma de la mezcla testigo obtenido a la edad de siete días, en este caso se encontraron cuatro fases presentes. Los porcentajes que se observan en la imagen no corresponden a los calculados en el estudio, son los porcentajes preliminares al ingresar las fases, pero sin tener un tratamiento de refinamiento.

Para la identificación de fases se trabajó con las bases de datos ICDD (International Centre for Diffraction Data) y COD (Crystallography Open Database); los factores a considerar para encontrar las cartas cristalográficas que podían ser útiles en la investigación fueron, ubicación de los picos, uniformidad en la intensidad de los picos, compuestos químicos consistentes con la investigación y con los datos obtenidos en XRF, condiciones de análisis del compuesto y calidad de la carta. Después de haber encontrado las fases presentes en cada uno de los difractogramas se procedió a trasladar la información de las bases de datos al programa de X'Pert HighScore Plus, lamentablemente por la gran cantidad de datos que contenían los archivos este paso se tuvo que realizar en dos partes. El primer paso fue ingresar los datos manualmente en el software lo que incluía la introducción de los parámetros de red y el ingreso de todas las posiciones atómicas para después revisar que todos los datos estuvieran correctos auxiliándonos del software VESTA, en este software se revisó la estructura cristalina, la ubicación de los picos e intensidad, entre otras cosas con las cuales se podía garantizar que la información ingresada manualmente correspondiera con la información de la carta cristalográfica. En la Figura 37 se puede apreciar un ejemplo de cómo se encontraba la información en el software VESTA, en la imagen tenemos el caso de la Calcita.



c

Lattice type P
 Space group name P 1
 Space group number 1
 Setting number 1

Lattice parameters

a	b	c	alpha	beta	gamma
4.98900	4.98900	17.06200	90.0000	90.0000	120.0000

Unit-cell volume = 367.779533 Å³

Structure parameters

		x	y	z	Occ.	U	Site	Sym.	
1	Ca	Ca1	0.00000	0.00000	0.00000	1.000	0.006	1a	1
2	Ca	Ca1	0.00000	0.00000	0.50000	1.000	0.006	1a	1
3	Ca	Ca1	0.66667	0.33333	0.33333	1.000	0.006	1a	1
4	Ca	Ca1	0.66667	0.33333	0.83333	1.000	0.006	1a	1
5	Ca	Ca1	0.33333	0.66667	0.66667	1.000	0.006	1a	1
6	Ca	Ca1	0.33333	0.66667	0.16667	1.000	0.006	1a	1
7	C	C2	0.00000	0.00000	-0.25000	1.000	0.006	1a	1
8	C	C2	0.00000	0.00000	0.25000	1.000	0.006	1a	1
9	C	C2	0.66667	0.33333	0.58333	1.000	0.006	1a	1
10	C	C2	0.66667	0.33333	0.08333	1.000	0.006	1a	1
11	C	C2	0.33333	0.66667	0.91667	1.000	0.006	1a	1
12	C	C2	0.33333	0.66667	0.41667	1.000	0.006	1a	1

Figura 37. a) Imagen de la estructura cristalina de la calcita (ICDD 01-078-4615) obtenida del programa VESTA visto de forma isométrica y a lo largo del eje c. b) Difractograma calculado de la carta ICDD 01-078-4615, está herramienta de VESTA se utilizó para revisar la intensidad y ubicación de los picos. c) Datos de parámetros de red y algunas de sus posiciones atómicas, está parte sirvió para corregir alguna omisión en duplicado en las posiciones atómicas.

Posteriormente, se procede a realizar el refinamiento Rietveld con la ayuda del software X'Pert HighScore, esto significa que lo que buscamos es tener el mejor ajuste que podamos entre el difractograma experimental y las fases que encontramos en las diferentes bases de datos, de tal manera que la diferencia entre ellas sea lo menor posible, lo que podemos observar visualmente en la gráfica de diferencia, y de manera numérica con los valores de R_e , R_p y R_{wp} . Es importante entender que para este método no existe una serie de pasos de cómo debe llevarse a cabo, los pasos a seguir dependen de cada uno de los casos, sin embargo, no se debe de pasar en alto que los valores que vayamos proponiendo en el software para tener un mejor ajuste entre el difratograma experimental y las fases calculadas obtenidas de las cartas debe ser consistente con los principios básicos de la cristalografía, en varios casos se tienen rangos para los parámetros que se están cambiando, lo que ayuda significativamente, pero en muchas ocasiones se debe de tomar decisiones de cambiar datos como forma de pico, aumento o disminución de la longitud de los parámetros de red, orientaciones preferenciales, entre otros, lo que puede determinar el éxito de los resultados en los refinamientos Rietveld. En la Figura 38 se presenta un ejemplo de cómo se presentan los datos en el software X'Pert HighScore. Es importante mencionar que en los refinamientos no sólo se busca que nuestros valores de error (R_e , R_p y R_{wp}) sean bajos, sino también que la gráfica de diferencia tenga la menor cantidad de desigualdades posibles.

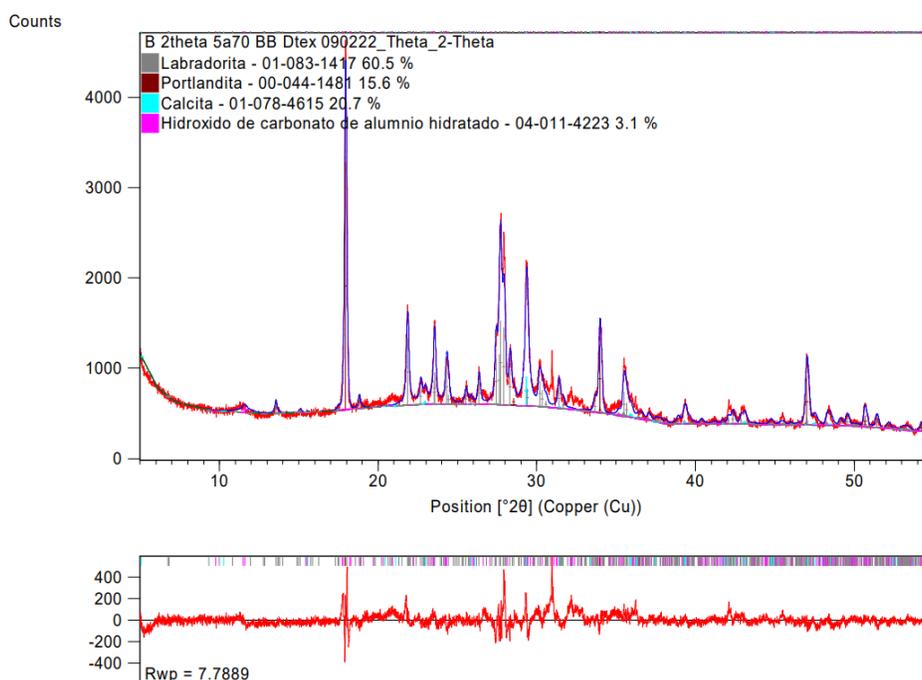


Figura 38. Refinamiento Rietveld del difractograma experimental de la muestra MN 1:3 a la edad de 28 días. En la imagen se puede observar que el difractograma experimental es el que se marca de color rojo, y las fases calculadas que se utilizaron para el refinamiento se representan con los colores gris, guinda, aqua y magenta. En la parte inferior de la imagen también se puede apreciar la gráfica de diferencia entre el difractograma experimental y el refinamiento, así como el valor de R_{wp} .

Anexo 2. Evidencia fotográfica de ciclos de ataques por sulfatos

Ciclo cero

Dentro del procedimiento para simular el ataque acelerado por sulfatos se le suele llamar ciclo cero al tratamiento donde se introducen las muestras sin exposición a los sulfatos, para obtener su masa inicial, así como tener realizar una revisión visual de las probetas. El estado de las probetas en el ciclo cero se muestran en la Fotografía 1.



Fotografía 1. Especímenes previos al ataque acelerado por sulfatos. Las probetas no presentan daños en su superficie, sólo algunas irregularidades debidas al proceso de colado.

Primer ciclo

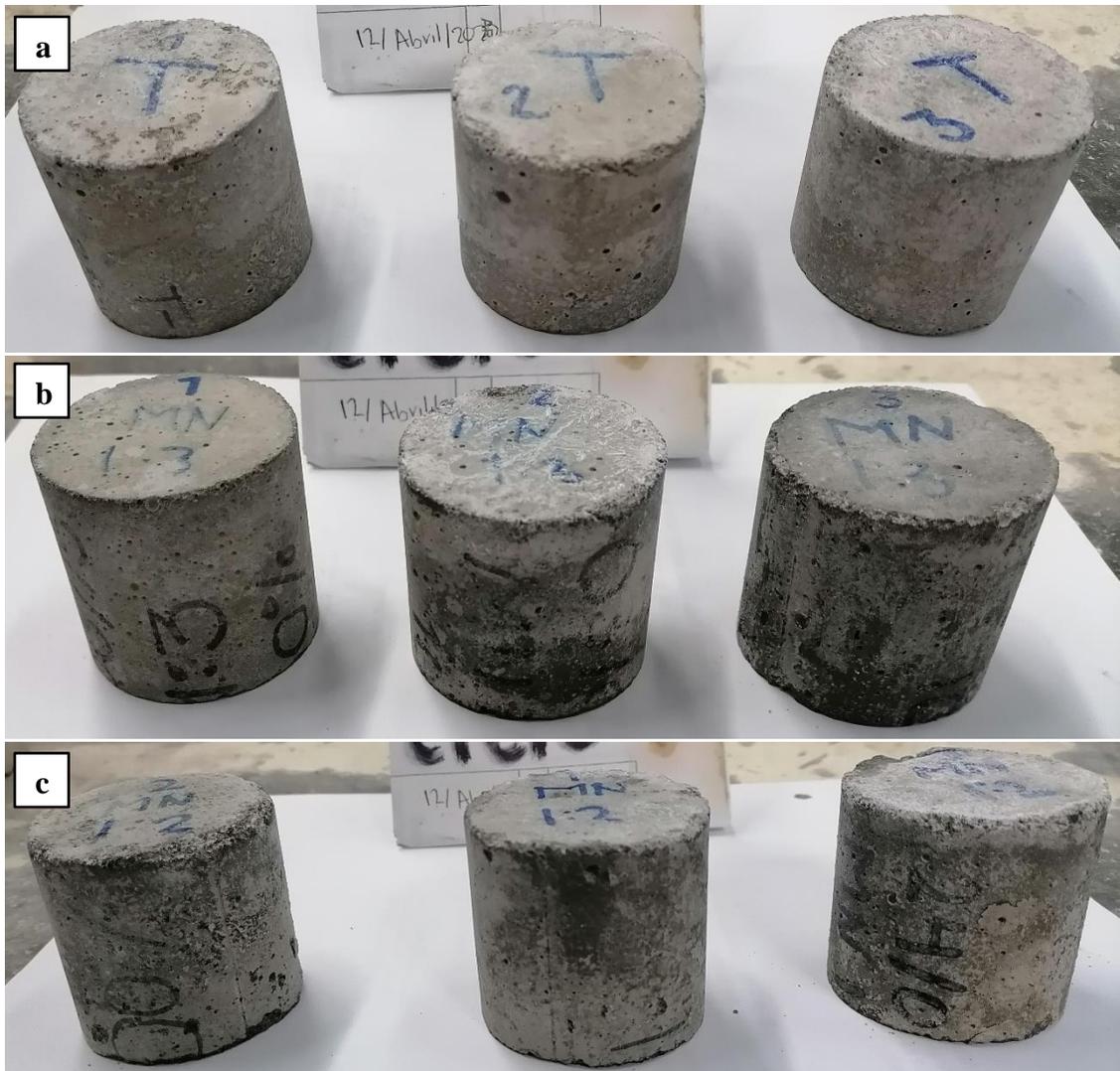
Durante la revisión visual del primer ciclo (Fotografía 2) no se perciben daños superficiales en las tres muestras, únicamente se aprecia que en las zonas irregulares de las aristas o poros superficiales hay formación de cristales, lo que indica que estas alteraciones en la superficie sirven de depósito de sustancias agresivas, así como una ruta de acceso rápida para la penetración de agentes externos.



Fotografía 2. Primer ciclo de ataques por sulfatos donde a) son las probetas de la mezcla testigo, b) son las probetas de la mezcla MN 1:3 y c) probetas de la mezcla MN 1:2.

Segundo ciclo

En el segundo ciclo no se aprecian daños a las probetas, sin embargo, como en el caso anterior se pueden percibir formación de cristales de sulfato de sodio en los intersticios superficiales. En la Fotografía 3 se muestran las fotografías de las probetas en el segundo ciclo.



Fotografía 3. Segundo ciclo de ataques por sulfatos donde a) son las probetas de la mezcla testigo, b) son las probetas de la mezcla MN 1:3 y c) probetas de la mezcla MN 1:2.

Tercer ciclo

Durante el tercer ciclo es posible observar que algunas de las probetas de las mezclas testigo y MN 1:3 presentan algunos desprendimientos menores en aristas, pero en la mayoría no hay daños perceptibles, lo que se puede observar en la Fotografía 4.



Fotografía 4. Tercer ciclo de ataques por sulfatos donde a) son las probetas de la mezcla testigo y b) son las probetas de la mezcla MN 1:3.

En el caso de la mezcla MN 1:2 se empiezan a observar desprendimientos más significativos de la cobertura, como se observa en la Fotografía 5.



Fotografía 5. en las fotografías se muestran probetas de la mezcla MN 1:2, así como tomas de los desprendimientos que se empiezan a percibir en este ciclo.

Cuarto ciclo

A partir del cuarto ciclo es posible observar más daños superficiales en las probetas. En la Fotografía 6 podemos apreciar algunos desprendimientos en la cobertura de algunas de las probetas de la mezcla testigo.



Fotografía 6. Probetas de la mezcla testigo en el cuarto ciclo. Es posible apreciar más daños superficiales en las probetas.



Fotografía 7. Probetas de la mezcla MN 1:3 en el cuarto ciclo. Se pueden observar daños en las caras laterales de dos de los especímenes.

Para el caso de la mezcla MN 1:3 se pueden apreciar algunos daños superficiales en las caras laterales de dos de los ensayos (Fotografía 7).

Finalmente, en la Fotografía 8 es posible observar a la mezcla MN 1:2 que hasta el momento es la que tienen más afectaciones. Las separaciones de la cobertura que iniciaron en el ciclo pasado empiezan a ser más notables, aumentando su tamaño y profundidad.



Fotografía 8. Muestras de la mezcla MN 1:2 en el cuarto ciclo. En esta etapa los desprendimientos empiezan a tornarse más visibles.

Quinto ciclo

Durante el quinto ciclo de ataque acelerado de sulfatos es posible observar más afectaciones en las probetas de estudio. En primer lugar, en la mezcla testigo ya se observan más desprendimientos de cobertura de las caras, así como desprendimientos de material en las aristas (Fotografía 9).

En el caso de la mezcla MN 1:3 se tienen algunos daños menores, casi imperceptibles en aristas (Fotografía 10).

Y finalmente, para la mezcla MN 1:2, se tienen pérdidas en aristas y caras del cilindro, siendo hasta el momento estas probetas las que mayores daños visuales presentan



Fotografía 9. Mezcla testigo en el quinto ciclo de ataque por sulfatos. En la imagen es posible observar daños por desprendimientos en las caras superiores y caras laterales de los especímenes.



Fotografía 10. Especímenes de la mezcla MN 1:3 en el quinto ciclo de ataques por sulfatos.



Fotografía 11. Probetas de la mezcla MN 1:2 en el quinto ciclo de ataques por sulfatos. En la revisión visual estás son las probetas que presentan más daños de desprendimientos de cobertura.

Sexto ciclo

En el sexto ciclo de ataques por sulfatos se tiene daños visuales más notables en las diferentes probetas. En la Fotografía 12 se pueden observar las muestras de la mezcla testigo, en las cuales podemos ver desprendimientos de la cobertura de las caras superiores y laterales.



Fotografía 12. Probetas de la mezcla testigo en el sexto ciclo.

Para las probetas de la mezcla MN 1:3 (Fotografía 13) no se observan más desprendimientos o pérdida de material comparada con el ciclo pasado.



Fotografía 13. Probetas de la mezcla MN 1:3 en el sexto ciclo de ataque por sulfatos.

En el caso de la mezcla MN 1:2 (Fotografía 14) se presentan más pérdidas de la cobertura de los especímenes, siendo muy perceptibles en la revisión visual.



Fotografía 14. Muestras de la mezcla MN 1:2 en el sexto ciclo de la prueba de ataques por sulfatos.

Séptimo ciclo

La evidencia fotográfica de los especímenes en el séptimo ciclo se puede observar a continuación. Como se ha mencionado en los ciclos anteriores, la mezcla que más daños visuales presenta es la MN 1:2 (Fotografía 17), en la cual se observan desprendimientos de gran parte de la cobertura, incluso la forma cilíndrica empieza a tornarse con aristas más redondeadas. Las muestras de la mezcla testigo son las segundas en presentar daños visuales visibles (Fotografía 15), lo que podemos apreciar en zonas de la cobertura, pero sobre todo en las aristas. Y, por último, las probetas que menos daños presentan son las de la mezcla MN 1:3 (Fotografía 16), las cuales presentan algunos daños en zonas de la superficie.



Fotografía 15. Mezcla testigo en séptimo ciclo de la prueba de ataques de sulfatos.



Fotografía 16. Probetas de la mezcla MN 1:3 en el séptimo ciclo de la prueba de ataques por sulfatos.



Fotografía 17. Probetas cilíndricas de la muestra MN 1:2 en el séptimo ciclo de la prueba de ataques por sulfatos.

Octavo ciclo

En el penúltimo ciclo de la prueba de ataques por sulfatos, los desprendimientos de la cobertura han ido avanzando. Para la mezcla testigo los desprendimientos siguen avanzando en las caras laterales y superiores, así como en aristas, donde la incidencia es mayor.



Fotografía 18. Octavo ciclo de prueba de ataques por sulfatos, en la imagen: probetas de la mezcla testigo.

En el este ciclo se empiezan a apreciar más desprendimientos en las probetas de la mezcla MN 1:3 (Fotografía 19), sobre todo podemos ver estas afectaciones en las aristas y en algunos desprendimientos menores en la superficie de las caras laterales.



Fotografía 19. Octavo ciclo de la prueba de ataques por sulfatos. en la imagen: mezcla MN 1:3.

Los daños en la mezcla MN 1:2 siguen siendo los más notables como ha sido a lo largo de la prueba, en este caso observamos que ha tenido gran pérdida del recubrimiento exterior, así como de la forma de sus aristas, las que ya se empiezan a tornar redondeadas.



Fotografía 20. Octavo ciclo de la prueba de ataques por sulfatos, en la imagen: mezcla MN 1:2.

Noveno ciclo

Durante el último ciclo de la muestra las afectaciones en los especímenes son notorias; en primer lugar, en la mezcla testigo (Fotografía 21), podemos ver desprendimientos severos en uno de los ensayos, y en los otros dos se aprecian desprendimientos en las aristas.



Fotografía 21. Mezcla testigo en el noveno ciclo de ataques por sulfatos.

Con respecto a la mezcla MN 1:3 (Fotografía 22), es en la que menos afectaciones se observaron comparado con las otras dos mezclas de estudio. En los especímenes se observan algunos desprendimientos menores en la cobertura lateral de los cilindros y el inicio de desprendimientos en las aristas.



Fotografía 22. Mezcla MN 1:3 en el noveno ciclo de ataques por sulfatos.

Por último, la mezcla con mayor afectación fue la mezcla MN 1:2, en la cual resulta evidente el desprendimiento de su cobertura en la mayoría de los ensayos, así como el redondeo de sus aristas gracias al desprendimiento de material.



Fotografía 23. Mezcla MN 1:2 en el noveno ciclo de la prueba de ataques por sulfatos.