

# Estudio comparativo de materiales cementantes a base de CaO/MgO-SiO<sub>2</sub>

Encarnación Ruiz-Agudo (1\*), Alejandro Cabello-González (1), Sarah Bonilla-Correa (1), Cristina Benavides-Reyes (2), Miguel Burgos-Ruiz (1)

(1) Departamento de Mineralogía y Petrología. Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, 18002, Granada (España)

(2) Departamento de Estomatología. Facultad de Odontología, Universidad de Granada, 18071, Granada (España)

\* corresponding author: [encaruiz@ugr.es](mailto:encaruiz@ugr.es)

**Palabras Clave:** M-S-H, Cemento, C-S-H, Aglutinante. **Key Words:** M-S-H, Cement, C-S-H, Binder.

## INTRODUCCIÓN

En la última década se han llevado a cabo numerosas investigaciones sobre la utilidad potencial del sistema MgO-SiO<sub>2</sub> en la preparación de cementos (p.ej. Zhang et al., 2011). En este sistema, los silicatos de magnesio hidratados (M-S-H) actúan como material aglutinante. Estos materiales son poco cristalinos, y están formados por la reacción entre el MgO y una fuente de sílice reactiva, presentando características aglutinantes similares a las del silicato de calcio hidratado (C-S-H), formado en la reacción puzolánica de materiales cementantes con hidróxido de calcio. El MgO necesario para un sistema aglutinante de este tipo suele obtenerse a partir de la calcinación de magnesita (MgCO<sub>3</sub>) en un rango de temperaturas de 700-1000 °C (Allan Nye et al., 2021). Si se quiere utilizar el aglutinante MgO-SiO<sub>2</sub> a gran escala y como posible sustituto del cemento Portland, es esencial buscar fuentes alternativas de óxido de magnesio. El uso de productos de desecho como aglutinantes en morteros puede contribuir a reducir la producción de cemento Portland y, por tanto, las emisiones de CO<sub>2</sub> asociadas a dicho proceso, además de resolver otro problema ambiental como es la acumulación de residuos industriales. En este estudio, se evalúa la eficacia de la periclasa obtenida como subproducto en la industria cerámica y de cenizas volantes de una planta hidrotermal para producir un sistema aglutinante MgO-SiO<sub>2</sub>, y se compara con las de un aglutinante CaO-SiO<sub>2</sub> preparado con las mismas cenizas y cal viva comercial. Se han determinado las principales características y propiedades mineralógicas y mecánicas de estos aglutinantes mediante una serie de técnicas que incluyen SEM, XRD, FTIR, TG-DSC y medidas de resistencia a la compresión y flexión.

## METODOLOGÍA

Se prepararon probetas de los aglutinantes estudiados utilizando tubos de polietileno de 2,5 mL con unas dimensiones de 31,5 mm de altura y 14 mm de diámetro. La relación óxido:ceniza empleada fue de 1:1 en peso, mientras que la relación agua-aglomerante se ajustó para conseguir una consistencia similar en ambas pastas (CaO vs MgO). Los materiales se dejaron endurecer durante 48 h y fueron desmoldados tras este período, dejándose a partir de entonces curar en una cámara de humedad y temperatura controlada (25 °C y 60 % HR). La mineralogía y textura de las muestras se determinó mediante difracción de rayos X (DRX), espectrometría de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM) y análisis termogravimétrico acoplado a calorimetría diferencial de barrido (TG-DSC). La resistencia a la tensión y compresión fue determinada con una prensa Instron 3345 (Instron Co., Canton, MA). Se utilizó una carga de 5000 N a una velocidad de 1 mm/min para las medidas de resistencia a la flexión, mientras que la resistencia a la compresión fue medida con una carga de 5000 N a una velocidad de 3 mm/min. Todos estos análisis se realizaron tras 1, 2, 3 y 4 semanas de preparación de las probetas. En este resumen se presentan únicamente los resultados de la primera semana de curado.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para conseguir una consistencia similar en los dos tipos de pastas estudiados, fue necesaria una mayor relación agua-aglomerante en el caso de las pastas preparadas con CaO (1 y 0,3 para el caso del CaO y el MgO, respectivamente). Los análisis mediante DRX mostraron que la composición inicial de las cenizas incluye cuarzo y aluminosilicatos fundamentalmente como fases cristalinas y, posiblemente, sílice amorfa, como muestran las imágenes de SEM y los análisis de EDX, con abundantes partículas esféricas con Si como elemento mayoritario. De hecho, análisis químicos de estas mismas cenizas realizados por otros investigadores (Saenz et al., 2019) indican que los principales

componentes de las cenizas son  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La periclusa de partida es prácticamente pura según los análisis de DRX, mientras que la cal utilizada contiene pequeñas cantidades de  $\text{CaCO}_3$  y  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Tras una semana de la preparación de las pastas, los cementos a base de  $\text{CaO}$  están compuestos por cuarzo, portlandita y calcita como fases mayoritarias. Además de los picos correspondientes a estas fases mayoritarias, se observaron pequeñas bandas pobremente definidas y de baja intensidad a  $\sim 49,7$ - $50,5$  °C y  $67$ - $68$  °C, que podrían corresponder al C-S-H. El análisis mediante FTIR confirmó la presencia de portlandita y calcita, con bandas a  $3650$   $\text{cm}^{-1}$  y  $1400$   $\text{cm}^{-1}$  y  $872$   $\text{cm}^{-1}$ . También se observó una amplia banda entre  $890$ - $1225$   $\text{cm}^{-1}$  que corresponde a las vibraciones de los enlaces Si-O, tanto del cuarzo y sílice amorfa presentes inicialmente en las cenizas como de las posibles fases de C-S-H neoformadas. El análisis mediante TG-DSC mostró un porcentaje de carbonatación del 36,8 %.

En el caso de los cementos a base de  $\text{MgO}$ , las fases mayoritarias determinadas mediante XRD fueron cuarzo y periclusa, así como trazas de  $\text{CaCO}_3$  (un 8 %, según el análisis mediante TG-DSC). El espectro de FTIR mostró una banda pequeña a  $\sim 3700$   $\text{cm}^{-1}$ , asociada con las vibraciones de los enlaces O-H, lo que indica la presencia de brucita (2,2 %, según el análisis mediante TG-DSC), no detectada mediante DRX debido posiblemente a su baja concentración en la muestra a estos tiempos cortos de curado. De nuevo, en el espectro de FTIR la banda intensa y poco definida en la región entre  $\sim 1250$  - $890$   $\text{cm}^{-1}$  está asociada a las vibraciones Si-O-Si, y la presencia de bandas a  $\sim 1400$   $\text{cm}^{-1}$  y  $870$   $\text{cm}^{-1}$  confirma la presencia de carbonato.

Las imágenes de FESEM mostraron evidentes signos de disolución en las partículas esféricas de sílice amorfa, tanto en el caso de los cementos a base de  $\text{CaO}$  como en los cementos a base de  $\text{MgO}$ . Asimismo, el caso de los cementos a base de  $\text{CaO}$  se observaron cristales hexagonales de tamaño micrométrico de portlandita junto con agregados de nanopartículas muy posiblemente también de portlandita y calcita. En el caso de los cementos a base de  $\text{MgO}$ , además de las partículas esféricas de cenizas anteriormente mencionadas, se observaron cristales de  $\text{MgO}$  de  $50$ - $100$   $\mu\text{m}$  de tamaño con signos de disolución, junto con agregados de nanopartículas que recubren estas partículas de mayor tamaño, correspondientes muy posiblemente a brucita.

Tras la primera semana de curado, los dos tipos de probetas alcanzaron valores similares de resistencia a la flexión ( $0,08 \pm 0,02$  y  $0,07 \pm 0,01$  MPa para los aglutinantes a base de  $\text{CaO}$  y  $\text{MgO}$ , respectivamente). La resistencia a la compresión fue, sin embargo, ligeramente superior (aunque comparable) en el caso de las probetas preparadas a partir de  $\text{CaO}$  ( $0,27 \pm 0,09$  y  $0,17 \pm 0,06$  MPa para los aglutinantes a base de  $\text{CaO}$  y  $\text{MgO}$ , respectivamente).

## CONCLUSIONES

Los resultados preliminares de este estudio demuestran la reactividad de los materiales estudiados (periclusa y cenizas volantes) y, por tanto, el potencial para su empleo como aglutinantes, consiguiendo propiedades y características similares a las obtenidas con una fuente de calcio en los primeros días de curado. Este estudio se está completando con el análisis de la evolución mineralógica y de las propiedades mecánicas hasta los 28 días para confirmar la presencia de silicatos hidratados de calcio y magnesio a tiempos más largos de reacción, así como con análisis de la textura y distribución del sistema poroso utilizando microtomografía computerizada de rayos X.

## REFERENCIAS

- Allan Nye, S., Vineet, S., Christopher, O., Barnaby, S. Chris, C. (2021): Use Of Olivine For The Production Of  $\text{MgOSiO}_2$  Binders. *Front. Built Environ.*, **7**, 640243. DOI: 10.3389/fbuil.2021.640243.
- Zhang, T., Cheeseman, C. R., Vandeperre, L. J. (2011): Development of Low pH Cement Systems Forming Magnesium Silicate Hydrate (M-S-H). *Cem. Concr. Res.*, **41**, 439–442. DOI: 10.1016/j.cemconres.2011.01.016.
- Saenz, N., Sebastian, E., Cultrone, G. (2019): Analysis of tempered bricks: from raw material and additives to fired bricks for use in construction and heritage conservation. *Eur. J. Mineral.*, **31**, 301–312. DOI: 10.1127/ejm/2019/0031-2832.