

# Activación alcalina de residuos de minería aurífera de veta para la fabricación de morteros.



Revista EIA  
ISSN 1794-1237  
e-ISSN 2463-0950  
Año XVIII/ Volumen 18/ Edición N.36  
Junio-Diciembre de 2021  
Reia36009 pp. 1-17

Publicación científica semestral  
Universidad EIA, Envigado, Colombia

## PARA CITAR ESTE ARTÍCULO / TO REFERENCE THIS ARTICLE /

Pardo Álvarez, N. S.; Penagos García, G. L.; Correa Ochoa, M. A.; López Gómez, M. E. (2021). Activación alcalina de residuos de minería aurífera de veta para la fabricación de morteros. Revista EIA, 18(36), Reia36009. pp. 1-17. <https://doi.org/10.24050/reia.v18i36.1476>

## ✉ Autor de correspondencia:

Pardo Álvarez, N. S. (Nicolás):  
Ingeniero de Materiales y Magister  
en Ingeniería de Materiales / Docente  
Institución Universitaria Colegio  
Mayor de Antioquia.  
Correo electrónico:  
[nicolas.pardo.alvarez@gmail.com](mailto:nicolas.pardo.alvarez@gmail.com)

**Recibido:** 03-10-2020

**Aceptado:** 27-04-2021

**Disponible online:** 01-06-2021

✉ NICOLÁS STEVEN PARDO ÁLVAREZ<sup>1</sup>  
GUILLERMO LEÓN PENAGOS GARCÍA<sup>2</sup>  
MAURICIO ANDRÉS CORREA OCHOA<sup>3</sup>  
MARÍA ESPERANZA LÓPEZ GÓMEZ<sup>3</sup>

1. Institución Universitaria Colegio Mayor de Antioquia.
2. Universidad Politécnica de Cataluña, España.
3. Universidad de Antioquia.

## Resumen

Los residuos mineros (RM) generan grandes problemas ambientales debido a la alta y progresiva explotación de minerales y su consecuente disposición. La activación alcalina es un método ampliamente utilizado para la fabricación de materiales de construcción, usando los residuos como materiales cementantes suplementarios. En esta investigación se generaron morteros a partir de RM activados alcalinamente. Se estudiaron residuos de la explotación de minería aurífera de veta, activadas mediante una mezcla de solución NaOH y  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Se fabricaron dos tipos de morteros, uno utilizando el residuo con granulometría original y el otro con el residuo molido, para evaluar la influencia del tamaño de partícula. Además, cada tipo de mortero fue fraguado a 24 y 80 °C. El análisis de las fases presentes en los morteros se llevó a cabo mediante difracción de rayos X (DRX) y el análisis de la morfología de las superficies de fractura después del ensayo de compresión se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Los resultados mostraron que la resistencia a la compresión es superior en los morteros preparados con los residuos molidos, frente a los morteros con los residuos de granulometría original. En adición, el incremento de la temperatura de fraguado no presentó influencia en la propiedad evaluada.

**Palabras Claves:** Residuos mineros, Colas de flotación, Activación alcalina, Morteros.

# Alkali activation of vein gold tailing wastes for manufacturing mortars.

## Abstract

The mine tailings cause several environmental impacts, due to high and progressive mineral exploitation and waste management. Alkaline activation to manufacture building materials using waste as supplementary cementitious materials has been a widely used method. In this article, mortars with alkali-activated mine tailings has been studied. Vein gold tailing wastes, were activated by a mixture of NaOH and Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> solution. Two types of mortars were analyzed to assess influence of particle size were manufactured, the first by using original granulometry tailing and the second with milled residue. In addition, each type of mortar was set at 24 and 80 °C. Crystalline phases in mortars were identified by X-ray diffraction (XRD), and the morphology of the fracture surfaces after the compression test was analyzed with scanning electron microscopy (SEM). The results show that the compressive strength of the specimens produced from milled residue was higher value in comparison with original granulometry specimens. In addition, setting temperature increase did not have an influence on the property evaluated.

**Key Words:** *Mine tailings, Flotation tails, Alkaline activation, Mortars.*

## 1. Introducción

Los residuos mineros (RM) son un problema ambiental importante que se está volviendo cada vez más serio con el incremento paulatino en la explotación de minerales y su consecuente disposición. Los principales efectos sobre el medio ambiente de los RM son: la contaminación del agua y el almacenamiento en escombreras Wills y Finch. (2016). Con el propósito de reducir el impacto en el medio ambiente de los procesos de explotación minera y reciclar estos residuos, el sector constructor es crítico, ya que se pueden desarrollar nuevos materiales de construcción, utilizando los RM como materia prima. En general los RM pueden categorizarse como aluminosilicatos, y esta composición química los hace atractivos para la fabricación de materiales activados alcalinamente.

El término de activación alcalina se refiere a la reacción de un aluminosilicato sólido (denominado "precursor") bajo condiciones alcalinas (inducido por el "activador alcalino"), para producir un aglomerante endurecido que se basa en una combinación de álcali-aluminosilicato hidratado. La pasta resultante puede fraguar y endurecerse como un cemento Pórtland; en este caso, puede emplearse para la formación de morteros y concretos activados alcalinamente Pacheco-Torgal, et al. (2013); Provis. (2017). Así como para el cemento, en donde el principal gel cementante responsable de la resistencia a la compresión es el silicato de calcio hidratado (C-S-H), en los materiales activados alcalinamente se forman un aluminosilicatos de calcio hidratado (C-A-S-H) o aluminosilicatos de sodio (N-A-S-H) o de potasio (K-A-S-H) hidratados, según el tipo de precursor (escorias de fundición o cenizas volantes) y activador Provis y Van Deventer. (2009). Tanto en las escorias de fundición como en las cenizas volantes y el metacaolín, las altas resistencias a la compresión reportadas se atribuyen no sólo a la composición química sino también a la cantidad de fase amorfa presente, asociada a sílice amorfa Al-Shathr, et al. (2018); Nazari y Sanjayan. (2017).

Las investigaciones han señalado que los materiales activados alcalinamente ofrecen propiedades mecánicas superiores, desarrollo de resistencia rápida en comparación con el cemento Portland (OPC), resistencia al ataque de agentes corrosivos e inmovilización eficiente de contaminantes de residuos mineros (RM). Además, la unión de contaminantes reduce el riesgo de lixiviación y los impactos negativos subsiguientes sobre el medio ambiente y hace que la utilización del material sea ambientalmente segura Gitari, et al. (2018); Kinnunen, et al. (2018). En función de la reactividad, los RM actúan como material precursor y/o como agregado. Debido a lo anterior, los RM pueden servir como precursores o pueden necesitar materiales que funcionen como co-aglutinantes para la activación alcalina (por ejemplo, cenizas volantes o escorias de fundición de alto horno), por lo cual se han llevado a cabo diversos estudios para la fabricación de materiales activados alcalinamente (MAA) a partir de RM Gitari, et al. (2018); Kinnunen, et al. (2018)

En general, la literatura reconoce que los MAA presentan contenidos porcentuales en el (los) precursor (es) de sílice superiores al 50% en peso y 15% en peso en alúmina Lahoti, et al. (2018); Pandurangan, et al. (2018), sin embargo, algunos autores han fabricado materiales activados alcalinamente a partir de RM con contenidos de sílice en el precursor superiores al 60% en peso de sílice y con 5% en peso de alúmina Consoli, et al. (2018); Gitari, et al. (2018); Solismaa, et al. (2018). Estos autores utilizaron otros materiales diferentes a los RM como co-precursores de la activación alcalina, como las cenizas volantes o las escorias de fundición de alto horno. En este trabajo se desarrollaron morteros a partir de residuos sílico-aluminosos del sector minero, utilizando los residuos como material cementante y una mezcla de silicato de sodio e hidróxido de sodio como solución activadora. El objetivo de este trabajo fue evaluar la activación de los residuos mineros sin utilizar otro tipo de material cementante como co-aglutinante y determinar si la resistencia a la compresión permite su uso en aplicaciones estructurales.

## 2. Materiales y métodos

### 2.1 Materiales

Los residuos analizados se tomaron en el Bagre, Antioquia y corresponden a colas de flotación (CF), residuos de la explotación de minería aurífera de veta. Los materiales adicionales corresponden a agregados finos disponibles comercialmente (Easy Cencosud). Como solución activante se utilizó una mezcla de solución 10 molar de hidróxido de sodio (Químicos JM S.A) y silicato de sodio alcalino comercial Flocsil (Spin S.A).

### 2.2 Caracterización química y mineralógica de la materia prima

El análisis cuantitativo de óxidos generales en los residuos mineros se llevó a cabo mediante la técnica de espectrometría de fluorescencia de rayos X (FRX), por longitud de onda dispersiva, en un espectrómetro de rayos X Thermo Scientific modelo ARL 9900 X-Ray WorkStation. En adición, se utilizó la técnica de espectroscopía de energía dispersiva (EED) para complementar el análisis elemental de las muestras, con la ayuda de un equipo JEOL JSM, 6490 LV. Por otra parte, se utilizó la técnica de difracción de rayos X (DRX) con el objetivo de identificar las fases cristalinas asociadas a las muestras. Para esto, se empleó un equipo PANalytical, de referencia EMPYREAN, con barrido angular ( $2\theta$ ) desde  $6^\circ$  hasta  $60^\circ$  a una velocidad de barrido de  $0,050^\circ/\text{min}$ . De manera complementaria, se llevó a cabo un análisis semicuantitativo de las fases identificadas, mediante el software MAUD (Materials Analysis Using Diffraction), en el cual se emplea el método de refinamiento tipo Rietveld y verificando que el  $R_{wp} < 10\%$ . Se usó un polinomio de séptimo grado para modelar el ruido de fondo de los

difractogramas, mientras que el factor de escala, la estructura del cristal y los parámetros de textura, entre otros parámetros, se refinaron utilizando 7 iteraciones para cada uno. El contenido de la fase amorfa también se calculó mediante la aproximación de Le Bail para la sílice vítrea, en donde el método de Rietveld aproxima la fase amorfa a un sólido nanocristalino.

### *2.3 Caracterización física y morfológica de la materia prima*

El análisis granulométrico de las partículas en el residuo minero se llevó a cabo mediante tamizado con la serie Tyler y difracción láser. Inicialmente, se realizó un tamizado en húmedo en malla Tyler 200, con el fin de separar los finos de los gruesos. El material pasante se dejó sedimentar y se secó en una estufa a 200 °C, para su posterior análisis granulométrico mediante difracción láser en un equipo Mastersizer 2000. Por otro lado, el material retenido, al igual que la arena, se clasificó mediante análisis granulométrico por tamizado bajo la norma ASTM D422-63 ASTM D422-63. (2007). El análisis morfológico de las partículas de los residuos mineros se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) con un equipo JEOL JSM, 6490 LV.

### *2.4 Fabricación y caracterización de los morteros con residuos mineros activados alcalinamente*

Para verificar la influencia del tamaño de partícula, se llevó a cabo una comparación de la resistencia a la compresión entre los morteros fabricados con los residuos con un proceso de molienda y los residuos con granulometría original (en estado de entrega). El proceso de molienda se realizó en un molino centrífugo de bolas S-1000 RETCH con recipiente de óxido de circonio, a 3.600 rpm en intervalos de tiempo de 15 minutos con una cantidad de material de 50 g. El análisis granulométrico de los residuos mineros molidos (CFm) se llevó a cabo mediante difracción láser en un equipo Mastersizer 2000.

Para la fabricación de los morteros, se utilizó el procedimiento descrito por Rivera Rivera. (2013) a fin de establecer las condiciones del mortero dosificado con cemento. Para la activación alcalina se utilizó una mezcla de solución de hidróxido de sodio 10 M y silicato de sodio alcalino. El módulo de solución ( $M_s$ ) del silicato corresponde a 1,65 Spin S.A. (2018). Diversos autores han utilizado una mezcla de silicato de sodio con hidróxido de sodio para lograr  $M_s$  que varían entre 1,0 y 3,5. Además, el hidróxido de sodio funciona como material que aporta óxido de sodio, por lo cual, algunos de los autores también han variado el porcentaje de óxido de sodio entre 3 y 8%, prestando especial atención a la posible aparición de eflorescencia en las muestras con altos contenidos de óxido de sodio Mermerdaş, et al. (2017); Palomo, et al. (2018). Se utilizaron las combinaciones entre  $M_s$  y % $Na_2O$ , con  $M_s=0,5$ ,  $M_s=1,5$ , % $Na_2O=6$  y % $Na_2O=12$ . Inicialmente, se preparó una muestra de cada material y se observó el endurecimiento y la eflorescencia presentada por las muestras. Una vez determinada la mejor condición, se fabricaron 3 muestras para cada diseño de mezcla. Asimismo, se calcularon las relaciones molares correspondientes a cada diseño de mortero. La relación  $SiO_2/Al_2O_3$  depende principalmente de la cantidad de silicato de sodio. La relación  $Na_2O/SiO_2$  se ajustó con la cantidad de hidróxido de sodio. La relación  $H_2O/Na_2O$  se ajustó mediante la adición de agua. Para los cálculos, también se tuvo en cuenta la composición química de la arena, ya que esta presentaba un alto contenido de  $Na_2O$ .

Se elaboraron cubos de 50 mm de lado en moldes normalizados. Para la preparación de las muestras se utilizó un recipiente polimérico e impermeable. La resistencia a la compresión se evaluó en un equipo Shimadzu Autograph con una celda de 300 kN,

clase 1 y resolución 1/500, con una velocidad empleada para el ensayo de aplicación de la carga de 900 N/s, según la norma ASTM C109/C109 – 16a ASTM C109/C109M - 16a. (2016). El mortero de referencia se elaboró con cemento Pórtland, arena y agua, y se corresponde con un mortero dosificado tipo S de R'm=12,5 MPa Comisión Asesora Permanente Para El Regimen De Construcciones Sismo Resistentes. (2010). Para la dosificación de los morteros con los residuos mineros con granulometría original, se utilizó la fracción pasante malla No. 200 como parte del material cementante y el retenido como parte del agregado fino. Con el fin de evaluar la influencia de la temperatura en la resistencia a la compresión, el proceso de fraguado se hizo a 24 y 80 °C en función de los días evaluados (7, 14 y 28 días), para lo cual las muestras fueron introducidas en una estufa marca Memmert.

En la Tabla 1 se presentan las proporciones en peso para todos los materiales que integran los diseños de mezcla para los morteros planteados. Los morteros fraguados a 24 °C corresponden a MCF para el mortero con el residuo con granulometría original y MCFm al mortero con el residuo molido. Los morteros fraguados a 80 °C corresponden a TMCF para el mortero con el residuo con granulometría original y TMCFm al mortero con el residuo molido. Posterior al ensayo de resistencia a la compresión, evaluada a los 28 días de fraguado de los morteros, se analizaron las superficies de fractura. El análisis morfológico y elemental puntual de los morteros, fabricados con los residuos mineros alcalinamente activados, se llevó a cabo con MEB y EED en un equipo JEOL JSM, 6490 LV. Se utilizó DRX con el objetivo de identificar las fases cristalinas asociadas a los morteros, con la ayuda del equipo PANalytical de referencia EMPYREAN. Se utilizaron las mismas condiciones y técnicas que las empleadas para la materia prima. Además, se utilizó la misma metodología que en la materia prima, para la cuantificación de fase amorfa mediante MAUD.

**Tabla 1.** Proporciones en peso para la materia prima de cada tipo de mortero.

Material	MC	MCF y TMCF	MCFm y TMCFm
Residuo en estado de entrega	0	1,0	0
Residuo molido o disgregado	0	0	1,0
Cemento	1	0	0
Arena	2,84	0,34	2,84
Silicato de sodio	0	0,364	0,196
Hidróxido de sodio	0	0,015	0,008
Agua	0,7	0	0,441

Adicional a la evaluación de la resistencia a la compresión, luego del proceso de fraguado, las muestras fueron sumergidas en agua durante 24 horas, con el fin de validar la formación de cadenas de aluminosilicatos Consoli, et al. (2018); Wei, et al. (2017).

### 3. Resultados y Discusión

#### 3.1 Caracterización química y mineralógica de la materia prima

En la Tabla 2 se muestran los resultados del análisis mediante FRX para el residuo minero, el agregado fino, el silicato de sodio y el hidróxido de sodio. CF presenta un contenido elevado de sílice (por encima del 60% en peso) y un contenido aceptable de alúmina (por encima del 5% en peso), lo cual lo hace buen candidato para las reacciones de activación alcalina. Llevando a cabo los cálculos respectivos, las relaciones molares  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  son 11,3 y 0,0172 respectivamente. Acorda a la literatura, el residuo presenta para la relación  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  un valor muy superior de los reportados para materiales susceptibles de activación alcalina, como las cenizas volantes y el metacaolín. Estos valores usualmente se encuentran en el rango de 2 a 4 para favorecer la formación del gel N-A-S-H Pacheco-Torgal. (2014a). Por su parte, el hidróxido de sodio presenta una pureza superior al 99%, con un pequeño porcentaje de sílice. Finalmente, el silicato de sodio con un contenido de sólidos del 45,2% según el fabricante, presenta porcentajes en peso de óxido de silicio y óxido de sodio 27,57 y 17,19 respectivamente. Estos valores son cercanos a los presentados en las especificaciones por parte del fabricante Spin S.A. (2018).

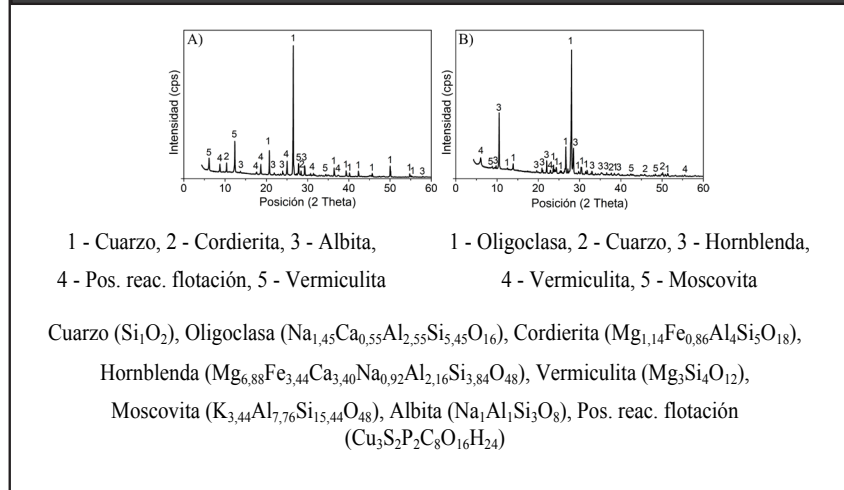
**Tabla 2.** Composición química (% en peso) de la materia prima.

Óxido	CF	AF	NaOH	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	Óxido	CF	AF	NaOH	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>
SiO <sub>2</sub>	69,5	53,2	-	61,0	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,1	0,4	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,4	21,0	-	0,5	SO <sub>3</sub>	0,1	-	-	0,2
Na <sub>2</sub> O	1,2	6,8	99,7	38,0	SrO	<0,1	<0,1	-	-
CaO	5,5	7,2	-	<0,1	TiO <sub>2</sub>	0,5	0,8	-	0,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,0	5,4	<0,1	0,1	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0,1	<0,1	-	<0,1
MnO	0,1	0,1	-	-	ZnO	<0,1	<0,1	-	-
K <sub>2</sub> O	0,6	0,7	0,1	<0,1	ZrO <sub>2</sub>	0,1	0,1	-	<0,1
MgO	3,2	4,1	0,2	-	L.O.I	3,7	0,1	<0,1	0,1

En la Figura 1 se presentan los resultados de la identificación de las fases cristalinas en el espectro de difracción de rayos X para a) CF y b) AF. Para CF se puede observar la presencia de los tectosilicatos cuarzo y albita, el filosilicato vermiculita y el ciclosilicato cordierita. Además, se presenta una fase asociada a un posible reactivo de flotación, el cual se puede relacionar con el proceso de beneficio del material de partida del residuo. En relación al análisis semicuantitativo de las fases, mediante MAUD no fue posible establecer la presencia o cantidad de fase amorfa, ya que las cantidades arrojadas por el software se encontraban entre 0,2 y 0,3% en peso, con desviaciones entre 20 y 30% en peso. El refinamiento Rietveld para la cuantificación de fase amorfa en este residuo minero no dio los resultados esperados debido a su alta cristalinidad, lo cual se evidencia en las desviaciones. Además, en la Figura 1a no es posible identificar visualmente la presencia de fase amorfa. Sin embargo, a partir de los resultados de los contenidos de sílice y alúmina, se tiene como hipótesis que durante el pro-

ceso de activación alcalina se puede dar la formación de fase amorfa Consoli, et al. (2018); Duan, et al. (2016); Gitari, et al. (2018); Kinnunen, et al. (2018); Kiventerä, et al. (2016). Para AF, se puede observar la presencia de los tectosilicatos oligoclasa y cuarzo. La presencia del inosilicato hornblenda puede deberse a que este mineral suele presentarse en compañía del cuarzo y agregados muy finos usados en construcción. También, aparecen algunos picos de baja intensidad asociados a los filosilicatos vermiculita y moscovita.

**Figura 1.** Espectros de difracción para las muestras a) CF y b) AF. Fuente: Elaboración propia (2019).



### 3.2 Caracterización física y morfológica de la materia prima

En la Tabla 3 se presentan las superficies específicas y las distribuciones de tamaño de partícula realizada por tamizado para las muestras AF, CF, CFm. Para AF se puede observar que el  $d_{50}$  de 842,1  $\mu\text{m}$ . De acuerdo a la norma ASTM C33-18 ASTM C33/C33M-18. (2018), el módulo de finura de la arena corresponde al valor de 2,9. Esto permite inferir que es una arena ligeramente gruesa y su valor se encuentra en los límites permisibles para este tipo de material Rivera. (2013). Para CF, el  $d_{50}$  es inferior a 141,3  $\mu\text{m}$ . Aproximadamente el 21,4% de CF presenta un tamaño de partícula pasante malla  $N_0$  200 (inferior a 75  $\mu\text{m}$ ). Por esta razón, este ensayo fue complementado con los resultados de análisis granulométricos por difracción láser, realizado a las partículas más finas. El  $d_{50}$  para las partículas pasantes en malla  $N_0$  200 es 12,5  $\mu\text{m}$ . Para el residuo molido CFm, también mediante difracción láser se concluye que el  $d_{50}$  es 8,3  $\mu\text{m}$  y que el proceso de molienda redujo el tamaño de partícula. Se puede observar que la fracción fina (pasante malla 200 Tyler) del residuo y el residuo molido presentan tamaños de partícula similares y superficies específicas, incluso superiores, a las de los cementos convencionales Rend, et al. (2015). Ya que el proceso de activación del residuo ocurre desde la superficie hacia el interior, probablemente el residuo molido, al tener mayor área superficial expuesta, se activará más rápido que la fracción fina presente Pacheco-Torgal. (2014a).

En las Figuras 2a y 2b se muestran micrográficas MEB para CF. Se presentan algunas formas irregulares, asociadas probablemente a los tectosilicatos presentes (cuarzo y albita), y algunas formas laminares y planares atribuidas a la vermiculita. En las Figuras 2c y 2d se muestran las micrográficas MEB de CFm. Se observan morfo-

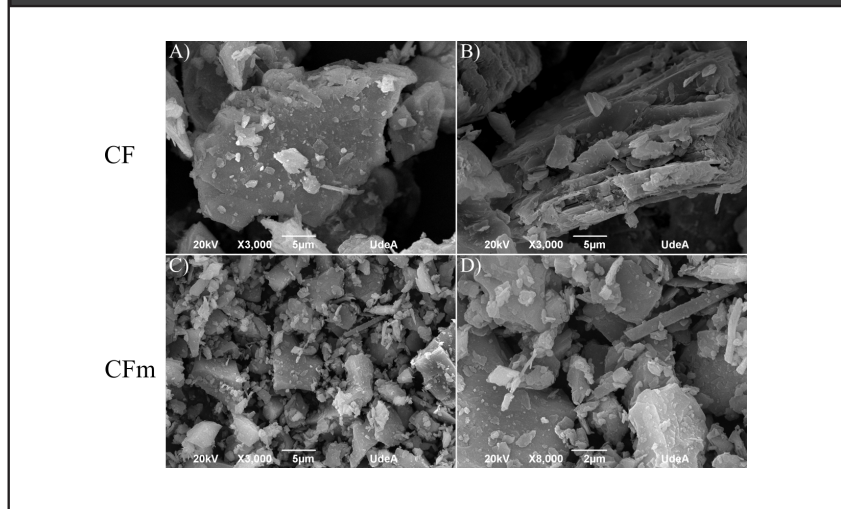


logías irregulares y angulares, evidencia del proceso de molienda, con una evidente disminución del tamaño de partícula respecto al residuo con granulometría original.

**Tabla 3.** Distribuciones de tamaño de partícula y superficie específica del residuo minero (fracción fina y molidos), agregado fino y rangos encontrados para cementos convencionales Rend, et al. (2015).

Tamaño	CF		CFm	AF
	Retenido malla 200	Pasante malla 200		
	( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )
$d_{10}$	-	1,6	1,3	154,3
$d_{50}$	141,3	12,5	8,3	842,1
$d_{90}$	675,4	31,9	28,2	3.840,4
Unidad ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	-	5.200	7.900	-

**Figura 2.** Micrografías MEB a) y b) CF y c) y d) CFm. Fuente: Elaboración propia (2019).



### 3.3 Caracterización física de los morteros con residuos mineros activados alcalinamente

Tanto para el fraguado a 24 °C como a 80 °C, las combinaciones  $\text{Ms}=0,5\text{-}\% \text{Na}_2\text{O}=12$  y  $\text{Ms}=1,5\text{-}\% \text{Na}_2\text{O}=12$  presentaron eflorescencia y a los 28 días de fraguado no se encontraban en condiciones aptas para su estudio de resistencia a la compresión. La combinación  $\text{Ms}=0,5\text{-}\% \text{Na}_2\text{O}=6$  se desmoronó al momento del desmolde. Finalmente,



la combinación  $Ms=1,5\text{-}\%Na_2O=6$  fue la que presentó mejor consistencia al momento del desmolde, sin eflorescencia aparente a los 28 días de fraguado. Llevando a cabo los cálculos respectivos para la combinación  $Ms=1,5\text{-}\%Na_2O=6$ , para MCF (y TMCf) las relaciones molares  $SiO_2/Al_2O_3$ ,  $Na_2O/SiO_2$  y  $H_2O/Na_2O$  son 9,352, 0,102 y 0 respectivamente y para MCFm (y TMCfM) las relaciones molares  $SiO_2/Al_2O_3$ ,  $Na_2O/SiO_2$  y  $H_2O/Na_2O$  son 5,470, 0,104 y 7,284 respectivamente. Como se puede observar, la relación  $SiO_2/Al_2O_3$  para ambos tipos de morteros continúa por encima de los rangos de 2 a 4 para favorecer la formación del gel N-A-S-H Nazari y Sanjayan. (2017); Pacheco-Torgal. (2014a). Sin embargo, la relación molar para MCFm (y TMCfM) es muy inferior a la presentada por MCF (y TMCf), lo cual puede permitir la aparición de un gel más denso y probablemente mejorar la resistencia a la compresión.

En la Tabla 4 se presentan los resultados de la resistencia a la compresión a los 7, 14 y 28 días de fraguado, tanto para 24 como para 80 °C. Se observa que ninguno de los morteros con residuos activados logró alcanzar el valor establecido en las especificaciones, mientras que el mortero con cemento si alcanzó la resistencia de diseño. Es importante resaltar que, a pesar que la temperatura no generó influencia sobre la resistencia a la compresión a los 28 días, a edades tempranas si mejoró la resistencia en ambos tipos de morteros, probablemente actuando como catalizador de la activación alcalina Nazari y Sanjayan. (2017); Ramujee y Potharaju. (2017).

**Tabla 4.** Resultados de la resistencia a la compresión de los morteros con residuos activados y el mortero con cemento como referencia.

Diseño	Resistencia a la compresión (MPa)		
	7 días	14 días	28 días
MC	11,0±0,1	12,4±0,1	12,8±0,2
MCF	2,1±0,2	2,3±0,2	2,7±0,2
MCFm	2,5±0,1	3,8±0,1	4,5±0,1
TMCf	2,2±0,2	2,5±0,2	2,6±0,2
TMCfM	3,1±0,1	4,0±0,1	4,4±0,1

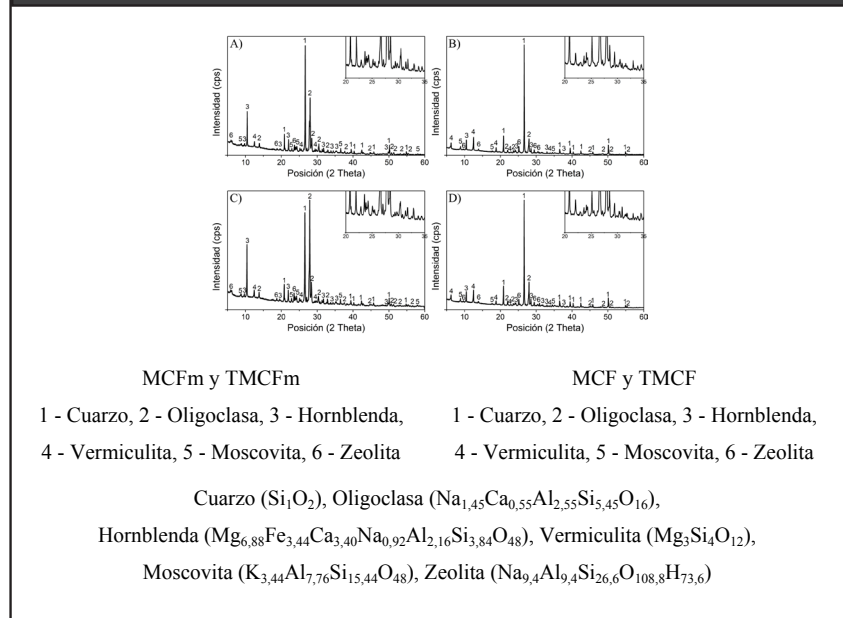
Los resultados de resistencia a la compresión muestran que el tamaño de partícula juega un papel importante. Es evidente que la resistencia a la compresión aumenta cuando disminuye el tamaño de partícula. A pesar que se mantuvieron las mismas proporciones entre finos y gruesos durante la elaboración de los morteros, el  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  y  $d_{90}$  eran inferiores en las muestras molidas (Tabla 3). Debido a que la activación de los residuos se da desde la superficie hasta el interior, tener material más fino acelera la activación alcalina, ya que el área superficial expuesta se incrementa. Como pudo observarse en la Tabla 3, el área superficial expuesta de los residuos molidos es incluso superior a los límites para cementos convencionales, lo cual probablemente incrementó la resistencia a la compresión del mortero con el residuo molido, res-

pecto al mortero con el residuo con granulometría original a ambas temperaturas de fraguado.

### ***3.4 Caracterización mineralógica, morfológica y química de los morteros con residuos mineros activados alcalinamente***

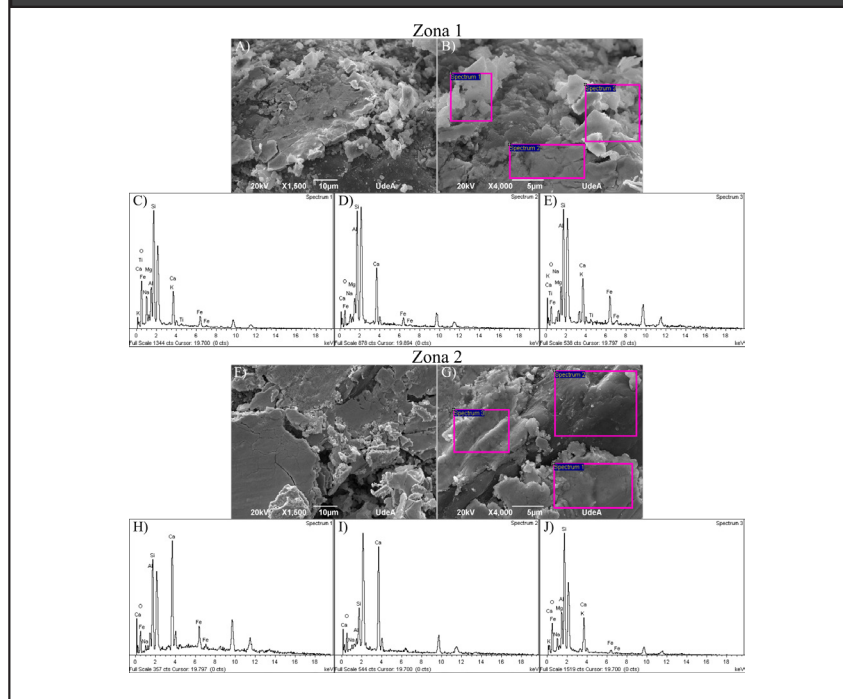
Desde la influencia de las fases presentes en los morteros, estos resultados pueden atribuirse a dos aspectos principalmente. El primero se relaciona a la poca o nula fase amorfa. Los análisis mediante MAUD para la cuantificación de fase amorfa, al igual que para la materia prima, arrojaron bajos porcentajes con desviaciones muy altas, lo cual demuestra que se conserva una alta cristalinidad de los residuos. Además, en ninguno de los diseños evaluados (espectros de difracción de la Figura 3) se observa una modificación en el halo situado entre los ángulos  $20-35^{\circ}$ , los cuales durante la activación de diferentes precursores, como las cenizas volantes o las escorias de fundición presentan un aumento respecto a la línea base y sugieren la presencia del gel (N,C)-A-S-H en la fase vítrea Al-Shathr, et al. (2018); Nazari y Sanjayan. (2017); Pacheco-Torgal. (2014a). En los espectros de la Figura 3 no es posible identificar visualmente la presencia de fase amorfa, la cual es la responsable de las elevadas resistencias a la compresión en los materiales activados alcalinamente Al-Shathr, et al. (2018); Nazari y Sanjayan. (2017); Pacheco-Torgal. (2014a). La mayoría de picos se asocian principalmente a la oligoclasa y hornblenda de la arena y al cuarzo presente tanto en la arena como el residuo. La hipótesis inicial se refuta, y mediante vía química no es posible amorfizar este tipo de residuo minero, a pesar de sus altos contenidos de sílice y alúmina. El segundo aspecto se relaciona a la aparición de zeolitas en los espectros. Pacheco et al Pacheco-Torgal. (2014b) mencionan que el principal producto generado en la activación alcalina de materiales sílico-aluminosos es el gel amorfo (N,C)-A-S-H. Sin embargo, también se da la aparición de productos zeolíticos secundarios, tales como la zeolita P o la zeolita Y. Estos productos no disminuyen las propiedades mecánicas si se forman después de la formación del gel amorfo, luego de mucho tiempo de reacción (más de 180 días). Pero, cuando se da la cristalización de zeolitas a edades tempranas y compite con la formación del gel (se forma menor cantidad de gel), genera una disminución en las propiedades mecánicas Provis y Van Deventer. (2009). También es importante notar que no se presentan diferencias significativas entre los morteros fraguados a diferentes temperaturas. Algunos picos cambiaron de intensidad, pero las fases encontradas son las mismas, tanto a  $24^{\circ}\text{C}$  como a  $80^{\circ}\text{C}$ .

**Figura 3.** Espectros de difracción para las condiciones evaluadas a los 28 días de fraguado. a) MCFm, b) MCF, c) TMCfM y d) TMCF. Fuente: Elaboración propia (2019).

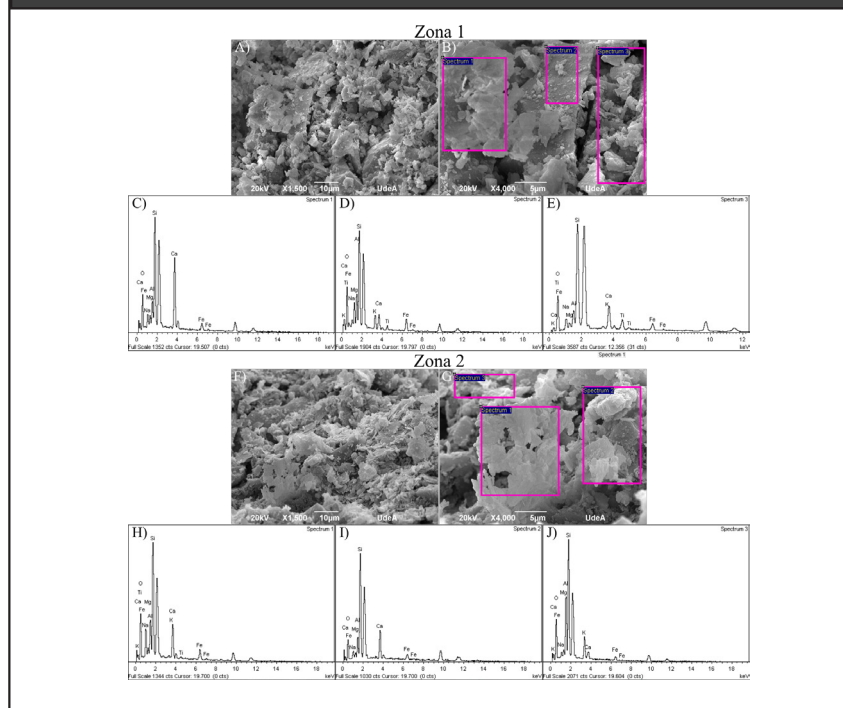


De acuerdo a los resultados de resistencia a la compresión, el análisis morfológico solo se centra en MCFm y TMCfM. En las Figuras 4 y 5 se observan las morfologías de las superficies de fractura después del ensayo de compresión, realizados a los 28 días de fraguado a 24 °C (MCFm) y 80 °C (TMCfM) y se indican los lugares donde se realizaron los análisis EED. En general se observa que los morteros MCFm y TMCfM presentan estructuras similares al gel N-A-S-H, sin embargo, sus densidades y compacidades varían considerablemente entre zonas del mismo mortero. A altos aumentos es posible observar que se presentan zonas de segregación y los materiales cementantes no recubren de manera uniforme todos los agregados finos. En las Figuras 4a y 4f (MCFm) y 5a y 5f (TMCfM) se presentan estructuras que evidencian la formación de gel recubriendo porciones del agregado fino. A altos aumentos, los espectros 2 de la Figura 4b, 1, 2 y 3 de la Figura 4f, 1 de la Figura 5b y 1 de la Figura 5g sugieren la presencia de gel N-A-S-H, debido a los contenidos de Na y los tipos de activadores utilizados. No obstante, la presencia de geles poco compactos, como los observados en las zonas delimitadas por los espectros 1 y 3 de la Figura 4b, 3 de la Figura 5b y 2 de la Figura 5g, no permiten un buen desarrollo de las propiedades mecánicas. A estos aumentos no es posible asegurar la existencia de unidades zeolíticas bien definidas, sin embargo, las zonas delimitadas por los espectros mencionados en geles de baja compacidad, muestran ligeras similitudes con las zeolitas sintetizadas a partir de la activación de cenizas volantes De Rossi, et al. (2019); Król y Mozgawa. (2019). Esto también puede influir en la resistencia a la compresión, ya que esta cristalización no es deseada.

**Figura 4.** Morfología de la superficie de fractura después del ensayo de compresión y espectros EED del mortero MCFm para dos zonas con sus acercamientos. a), b), c), d) y e) Zona 1. f), g), h), i) y j) Zona 2. Fuente: Elaboración propia (2019).



**Figura 5.** Morfología de la superficie de fractura después del ensayo de compresión y espectros EED del mortero MCFm para dos zonas con sus acercamientos. a), b), c), d) y e) Zona 1. f), g), h), i) y j) Zona 2. Fuente: Elaboración propia (2019).



Luego de las pruebas de estabilidad en agua, se evidenció que los morteros MCFm y TMCFm mantuvieron su consistencia, mientras que los morteros MCF y TMCF se deshicieron en el agua. Esto puede explicarse desde la relación molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Generalmente cuando esta relación es cercana o mayor que 1, existe un exceso de  $\text{Na}^+$  en el sistema que no permite que se formen las cadenas de aluminosilicatos Consoli, et al. (2018); Wei, et al. (2017). Según los cálculos, para los morteros con residuos molidos el valor es de 0,568 y para los morteros con granulometría original 0,953, lo cual permite inferir que en los morteros MCF y TMCF hubo atracción electrostática, mientras que en los morteros MCFm y TMCFm hubo una formación de geles poco densos y poco compactos.

#### 4. Conclusión

Las resistencias a la compresión fueron bajas para los morteros con residuos activados alcalinamente. A pesar que el residuo minero analizado cumplió con los rangos composicionales establecidos para la sílice y la alúmina, los análisis sugirieron la presencia de poca cantidad o la ausencia de fase amorfa. Esto se convierte en el problema más importante que deben superar estos residuos para su activación mediante medios alcalinos y ser utilizados como material cementante.

La resistencia a la compresión de los morteros fue inferior para las mezclas preparadas con residuos en estado de entrega, en comparación con las mezclas preparadas con residuo molido. El tamaño de partícula juega un papel importante en la activación, ya que a menor tamaño de partícula incrementa el área superficial expuesta y por ende la reactividad entre la sílice, la alúmina y los activadores, para formar las redes características de este tipo de materiales.

Los análisis de los morteros sugirieron la presencia de poca o nula cantidad de fase amorfa, la cual es la responsable de las elevadas resistencias a la compresión en los materiales activados alcalinamente. Esta fase se vio reflejada en algunas zonas con estructuras similares al gel N-A-S-H; sin embargo, sus densidades y compacidades variaron considerablemente entre zonas del mismo mortero y entre morteros. Algunos geles densos y compactos se encontraron recubriendo los agregados. No obstante, los geles poco densos se asociaron a la presencia de zeolitas, de estructuras similares a las zeolitas sintetizadas a partir de cenizas volantes, las cuales debido a su cristalización generaron probablemente una disminución en la resistencia a la compresión.

Se recomienda evaluar sustituciones parciales de cemento u otro material cementante por el residuo minero y/o incrementar la cantidad de activadores para mejorar la resistencia a la compresión. Además, se deben evaluar todas las propiedades mecánicas y de durabilidad necesarias para validar los morteros y concretos activados alcalinamente, en especial la lixiviación, debido a la naturaleza del residuo.

También se recomienda evaluar la modificación de las fases cristalinas presentes en los residuos mediante alguna vía, ya sea térmica, mecánica, química, etc., antes de la activación alcalina. Como pudo observarse, no sólo altos contenidos de sílice y alúmina son necesarios; la alta cristalinidad de los residuos impide una buena activación. La formación de una buena cantidad de fase amorfa puede mejorar las propiedades mecánicas y de durabilidad de este tipo de materiales de activación alcalina, como sucede con las cenizas volantes o las escorias de fundición de alto horno.

## 5. Agradecimientos

Los autores agradecen a los grupos de investigación GIPIMME, GIMACYR y GIGA de la Universidad de Antioquia y también al CESET de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Antioquia, por el apoyo durante la ejecución del proyecto.

## 6. Referencias

- Al-Shathr, B.; Shamsa, M.; Al-Attar, T. (2018). Relationship between amorphous silica in source materials and compressive strength of geopolymer concrete. *MATEC Web of Conferences*, 162, 02019. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201816202019>
- ASTM C109/C109M - 16a. (2016). Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens)1. <https://doi.org/10.1520/C0109>
- ASTM C33/C33M-18. (2018). Standard Specification for Concrete Aggregates. <https://doi.org/10.1520/C0033>
- ASTM D422-63. (2007). Standard test method for particle-size analysis of soils. <https://doi.org/10.1520/D0422-63R07E02.2>
- Comisión Asesora Permanente Para el Regimen de Construcciones Sismo Resistentes. (2010). NSR-10. Reglamento Colombiano de Construcción Sismo Resistente NSR-10, Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial.
- Consoli, N. C.; Da Silva, A. P.; Nierwinski, H. P.; Sosnoski, J. (2018). Durability, strength, and stiffness of compacted gold tailings – cement mixes. *Canadian Geotechnical Journal*, 55(4), 486–494. <https://doi.org/10.1139/cgj-2016-0391>
- De Rossi, A.; Simão, L.; Ribeiro, M. J.; Novais, R. M.; Labrincha, J. A.; Hotza, D.; Moreira, R. (2019). In-situ synthesis of zeolites by geopolymerization of biomass fly ash and metakaolin. *Materials Letters*, 236, 644–648. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.11.016>
- Duan, P.; Yan, C.; Zhou, W.; Ren, D. (2016). Fresh properties, compressive strength and microstructure of fly ash geopolymer paste blended with iron ore tailing under thermal cycle. *Construction and Building Materials*, 118, 76–88. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.059>
- Gitari, M. W.; Akinyemi, S. A.; Thobakgale, R.; Ngoejana, P. C.; Ramugondo, L.; Matidza, M.; Mhlongo, S. E.; Dacosta, F. A.; Nemapate, N. (2018). Physicochemical and mineralogical characterization of Musina mine copper and New Union gold mine tailings: Implications for fabrication of beneficial geopolymeric construction materials. *Journal of African Earth Sciences*, 137, 218–228. <https://doi.org/10.1016/j.jafrearsci.2017.10.016>
- Kinnunen, P.; Ismailov, A.; Solismaa, S.; Sreenivasan, H.; Räisänen, M. L.; Levänen, E.; Illikainen, M. (2018). Recycling mine tailings in chemically bonded ceramics – A review. *Journal of Cleaner Production*, 174, 634–649. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.280>
- Kiventerä, J.; Golek, L.; Yliniemi, J.; Ferreira, V.; Deja, J.; Illikainen, M. (2016). Utilization of sulphidic tailings from gold mine as a raw material in geopolymerization. *International Journal of Mineral Processing*, 149, 104–110. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2016.02.012>
- Król, M.; Mozgawa, W. (2019). Zeolite layer on metakaolin-based support. *Microporous and Mesoporous Materials*, 282 (February), 109–113. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2019.03.028>
- Lahoti, M.; Wong, K. K.; Yang, E. H.; Tan, K. H. (2018). Effects of Si/Al molar ratio on strength endurance and volume stability of metakaolin geopolymers subject to elevated temperature. *Ceramics International*, 44(5), 5726–5734. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.12.226>
- Mermerdaş, K.; Manguri, S.; Nassani, D. E.; Oleiwi, S. M. (2017). Effect of aggregate properties on the mechanical and absorption characteristics of geopolymer mortar. *Enginee-*



- ring Science and Technology an International Journal, 20(6), 1642–1652. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2017.11.009>
- Nazari, A., y Sanjayan, J. G. (2017). *Handbook of Low Carbon Concrete*. Oxford, Butterworth-Heinemann. <https://www.elsevier.com/books/handbook-of-low-carbon-concrete/nazari/978-0-12-804524-4>
- Pacheco-Torgal, F. (2014a). Eco-efficient construction and building materials research under the EU Framework Programme Horizon 2020. *Construction and Building Materials*, 51, 151–162. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.058>
- Pacheco-Torgal, F.; Labrincha, J. A.; Leonelli, C.; Palomo, A.; Chindaprasirt, P. (2014b). *Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes*. Cambridge, Woodhead Publishing. <https://www.elsevier.com/books/handbook-of-alkali-activated-cements-mortars-and-concretes/pacheco-torgal/978-1-78242-276-1>
- Pacheco-Torgal, F.; Jalali, S.; Labrincha, J. A.; John, V. M. (2013). *Eco-Efficient Concrete*. Cambridge. Woodhead Publishing Limited. <https://www.elsevier.com/books/eco-efficient-concrete/pacheco-torgal/978-0-85709-424-7>.
- Palomo, A., Krivenko, P., Kavalerova, E., y Maltseva, O. (2018). A review on alkaline activation: New analytical perspectives. *Materiales de Construcción*, 64 (315), 1–23.
- Pandurangan, K.; Thennavan, M.; Muthadhi, A. (2018). Studies on effect of source of flyash on the bond strength of geopolymer concrete. *Materials Today: Proceedings*, 5(5), 12725–12733. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.02.256>
- Provis, J. L. (2017). Alkali-activated materials. *Cement and Concrete Research*. 114 (2), 40–48. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.009>
- Provis, J. L.; Van Deventer, J. S. (2009). *Geopolymers: Structures, processing, properties and industrial applications*. Australia, Woodhead Publishing. <https://www.elsevier.com/books/geopolymers/provis/978-1-84569-449-4>.
- Ramujee, K.; Potharaju, M. (2017). Mechanical Properties of Geopolymer Concrete Composites. *Materials Today: Proceedings*, 4 (2), 2937–2945. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.02.175>
- Rend, M.; Fern, B. A.; Mart, M.; Andr, M.; José, T. A.; (2015). *Desarrollo de nuevos cementos: “Cementos alcalinos y cementos híbridos”*, México, Instituto Mexicano del Transporte, 73 p.
- Rivera, G. (2013). Dosificación de mezclas de concreto. *Concreto simple*. Colombia, pp. 169–197. Universidad del Cauca. [https://www.academia.edu/13569512/CONCRETO\\_SIMPLE](https://www.academia.edu/13569512/CONCRETO_SIMPLE)
- Solismaa, S.; Ismailov, A.; Karhu, M.; Sreenivasan, H.; Lehtonen, M.; Kinnunen, P.; Illikainen, M.; Räisänen, M. L. (2018). Valorization of Finnish mining tailings for use in the ceramics industry. *Bulletin of the Geological Society of Finland*, 90 (1), 33–54. <https://doi.org/10.17741/bgsf/90.1.002>
- Spin S.A. (2018). *Especificaciones y certificado de calidad Flocsil*, Colombia, Centro de investigación Spin S.A, 1 p.
- Wei, B., Zhang, Y., y Bao, S. (2017). Preparation of geopolymers from vanadium tailings by mechanical activation. *Construction and Building Materials*, 145, 236–242. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.234>
- Wills, B. A.; Finch, J. A. (2016). *Wills’ Mineral Processing Technology*. Oxford, Butterworth-Heinemann. <https://www.elsevier.com/books/wills-mineral-processing-technology/wills/978-0-08-097053-0>





