



49
25
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

ESTUDIO DE LA MODIFICACION DE MINERALES
ARCILLOSOS PARA EL CONTROL DE
HIGROSCOPICIDAD

T E S I S
PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERA QUIMICA
P R E S E N T A
EDITH LUZ VERONICA HERNANDEZ MARTINEZ



MEXICO, D. F.,

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

1994



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUÍMICA

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE : PROF. CIRA PIÑA PÉREZ
VOCAL : PROF. PATRICIA QUINTANA OWEN
SECRETARIO : PROF. VÍCTOR MANUEL CASTAÑO MENESES
1 er. SUPLENTE : PROF. OCTAVIO MANERO BRITO
2 do. SUPLENTE : PROF. LAURO BUCIO GALINDO

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA : INSTITUTO DE FÍSICA

ASESOR DEL TEMA :

VÍCTOR MANUEL CASTAÑO MENESES

SUPERVISOR TÉCNICO :

VENTURA RODRÍGUEZ LUGO

SUSTENTANTE :

EDITH LUZ VERÓNICA HERNÁNDEZ MARTÍNEZ

A mi madre,

agradezco y dedico este trabajo de manera especial a la mujer que a dedicado gran parte de su vida, apoyándome, brindándome su amor y sobre todo por ser un modelo de inteligencia e integridad plena, por haber inculcado la armonía, el cariño y el deseo de superación.

A mi padre,

por su continuo apoyo a lo largo de la vida, por su confianza y años de dedicación a mi formación, por sus palabras y sobre todo por sus hechos que me enseñaron a ser perseverante.

A ustedes padres míos, " Lo logramos "

A mis hermanos,

***Jorge,
Benjamin y
Ricardo***

A Dios,

por permitirme lograr una de mis metas más en la vida, por haber llegado a este momento que significa una nueva etapa en mi vida, por escucharme, por su infinito amor y misericordia.

*A la memoria de mi abuelo Carlos Hernández Villaroel,
con quien hubiera querido compartir esta etapa de mi vida.*

*A mi abuela Irene Serna García,
por su cariño y gran afecto brindado durante toda la vida.*

*A mis abuelos Antonia Roman Domínguez y Raúl Martínez García,
por su entusiasmo ya que con su alegría y amor a la vida me han
brindado un ejemplo a seguir.*

*A todos mis tíos, primos y padrinos,
por sus consejos durante toda la vida.
En especial a María Rita Martínez Roman, por ser más que una gran tía
una segunda madre.
A Lourdes Martínez Roman, por ser una gran mujer de lucha constante y
sobre todo por brindarme su apoyo cuando mas lo necesite.*

*A mis amigos,
por su gran amistad brindada de manera desinteresada.*

Al Ingeniero Químico José Pablo Chavez Zuñiga,

a tí mi amor que me has brindado un apoyo especial, por tú ayuda prestada en el transcurso de la carrera, así como el manejo de programas de computo para la presentación de esta tesis, y sobre todo por tú cariño y valiosa amistad.

Mi agradecimiento y reconocimiento muy en especial al,

Dr. Víctor Manuel Castaño Meneses

Por su apoyo, confianza y gran ayuda que me brindo para la realización de esta tesis y lo más valioso su gran amistad.

Al físico Ventura Rodríguez Lugo,

por que sin conocerme me brindo su confianza, comprensión, tiempo, ayuda e interés desde el inicio hasta la culminación de está tesis.

Al Dr. José M. Sanijer Blesa,

por la facilidades que me brindo en el uso del los equipos de análisis térmico diferencial y análisis termogravimétrico, así como en la interpretación de los resultados obtenidos de esté análisis.

A la física María Esther Mata Samora,

por su ayuda en el manejo del los equipos de análisis térmico diferencial y análisis termogravimétrico así como por su gran amistad brindada.

A María Antonieta Mondragon Sosa,

por su ayuda en el manejo del equipo de espectroscopía infrarroja, así como por sus aportaciones en la presentación de los resultados obtenidos de esté estudio.

A la M. en C. Jaqueline Cañetas,

por su amistad y sobre todo por el manejo del microscopio electrónico de barrido.

Al Sr. Edilberto Hernández,

por su ayuda prestada en el manejo del equipo de difracción de rayos X.

Al Sr. Pedro Mexia,

por ser más que una ayuda técnica en el laboratorio de fotografía, un amigo sincero.

*Al Sr. Alfredo Sánchez,
por su ayuda en la obtención de un buen enfoque, de las fotografías
mostradas en la hidratación.*

*Al físico Salvador Víquez Cano,
por sus valiosas aportaciones en la parte experimental, por su ayuda
prestada en las gráficas mostradas en ésta tesis y sobre todo por su gran amistad.*

*A Silvia Gonzales Pérez Sandi,
por sus sugerencias y comentarios a ésta tesis.*

*A Sr. Edgar Mendoza,
por sus amabilidades y atenciones que me brindo, en el transcurso de ésta
tesis.*

*Al laboratorista Margarito García Saavedra,
por las facilidades brindadas en el uso de equipo para la parte
experimental, así como por su amistad brindada a lo largo de la carrera.*

*A la Dra. Cira Piña Pérez y a la Dra. Patricia Quintana Owen,
por sus correcciones, sugerencias y paciencia en la lectura de está tesis.*

*Al Dr. Fernando Alba,
Por su ayuda otorgada en la impresión de ésta tesis.*

ÍNDICE

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I	
Técnicas de Caracterización de Minerales	
1.1 Análisis térmico: DTA y TGA	3
1.2 Espectroscopía infrarroja	6
1.3 Difracción de rayos X	9
1.4 Microscopía electrónica de barrido	11
CAPÍTULO II	
Desarrollo Experimental	
2.1 Modificación de minerales	13
2.1.1 Presentación de datos obtenidos de la hidratación de las arcillas	21
CAPÍTULO III	
Resultados y Discusiones	
3.1 Análisis térmico	
3.1.1 Análisis termogravimétrico	22
3.1.2 Análisis térmico diferencial	24
3.2 Espectroscopía infrarroja	27
3.3 Difracción de rayos X	32
3.4 Microscopía electrónica de barrido	47
3.5 Presentación gráfica de la hidratación de las arcillas	92
CAPÍTULO IV	
Conclusiones y Aportaciones	
Referentes al análisis térmico: DTA y TGA (comportamiento térmico), espectroscopía infrarroja, difracción de rayos X (grupos característicos, composición), microscopía electrónica de barrido (morfología, estructura y tamaño) y modificación de las arcillas.	104
GLOSARIO	107
APÉNDICE	109
REFERENCIAS	113

INTRODUCCIÓN

El estudio de las características (cristaloquímicas) de los materiales nos permite, modificarlos para darles aplicaciones específicas.

En el presente trabajo se realiza la modificación de 2 arcillas procedentes de los estados de Guerrero y Guanajuato (Queréndaro), con el propósito de usar materiales que sean de bajo costo, ya que es un de los objetivos fundamentales de la ciencia de los materiales, por lo que en el presente trabajo se llevó a cabo la modificación de 2 arcillas, con el propósito de controlar sus características higroscópicas, de esta manera evitando la expansión o contracción de este tipo de minerales; para lo que se emplean cemento Portland y un copolímero en emulsión acrilato de etilo- metilo con una composición de (50 % sólidos / 50 % agua). Lo que en aplicaciones tales como la construcción de carreteras suelen presentarse en forma constante o variar de acuerdo a las estaciones del año.

Como una consecuencia de que estos sólidos están constituidos por minerales arcillosos, los cuales están formados por estructuras en forma de hojas cuyos enlaces entre éstas son débiles, permitiendo así la entrada de agua entre las hojas originando la expansión, que en el caso de las carreteras logran levantar el pavimento, resultando un problema, ya que es necesario repararlas con mayor frecuencia, aumentando así los costos.

Las muestras que son modificadas en el presente trabajo, fueron caracterizadas en un estudio anterior⁽¹⁾ por las siguientes técnicas:

Microscopía Óptica

Microscopía Electrónica de Barrido

Difracción de rayos X

PIXE (Particle Induced X-Ray Emission)

Complementando las técnicas anteriores con estudios de espectroscopía infrarroja y estudios de análisis térmico. Después de ser modificadas las 2 arcillas por cemento Portland y copolímero acrilato de etilo- metilo son caracterizadas por las técnicas de:

Microscopía Electrónica de Barrido

Difracción de rayos X

En el capítulo I - Se estudiarán las muestras de acuerdo a estudios termogravimétricos debido a la capacidad que presentan las arcillas de absorber agua. De acuerdo al análisis de grupos mineralógicos y de las fases cristalinas existentes en las muestras mediante la difracción de los rayos X. Basándonos en atlas mineralógicos y bandas de absorción empleamos la técnica de espectroscopía infrarroja. Y analizando la morfología y tamaño empleamos Microscopía Electrónica de Barrido.

En el **capítulo II** - Se emplearon 2 materiales para su modificación controlando así la higroscopicidad como son el cemento Portland y copolímero acrilato de etilo- metilo en emulsión (50 % sólidos - 50 % líquidos).

Se eligieron 10,20,30,40 % de cemento Portland, en cuanto al copolímero se emplearon porcentajes de 100 % hasta 5 % dependiendo de que tanta fuera la expansión de las arcillas. Así como un curado de una semana para las diferentes combinaciones. Posteriormente se realizó un análisis para ver la capacidad de absorción de agua y después ser caracterizadas por algunas de las técnicas ya mencionadas en el capítulo I.

En el **capítulo III** - Se muestran los resultados obtenidos de las técnicas como: análisis térmico, rayos X y microscopía electrónica de barrido de las muestras ya modificadas.

Finalmente en el **capítulo IV** - Se enuncian las conclusiones basadas en los resultados obtenidos; en cuanto al análisis térmico (Comportamiento térmico); espectroscopia infrarroja, difracción de rayos X (Grupos característicos, composición) y microscopía electrónica de barrido (Morfología, estructura y tamaño).

CAPÍTULO I

TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE MINERALES

1.1 ANÁLISIS TÉRMICO: DTA Y TGA

Llamamos análisis térmico al grupo de técnicas ⁽²⁾ con las cuales se determinan las propiedades físicas o químicas de una muestra en función de la temperatura. En la figura 1.1 se muestra un diagrama de bloques de un sistema de análisis térmico. La muestra es colocada en un ambiente cuya temperatura es regulada por algún tipo de programador de temperatura. Los cambios de la muestra son monitoreados por un transductor apropiado que produce una señal eléctrica equivalente a los cambios físicos y químicos que tenga la muestra. Esta señal es amplificada electrónicamente y es llevada a un instrumento de lectura.

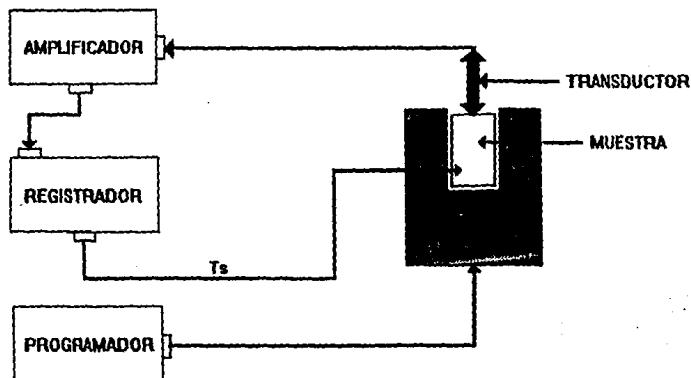


Figura 1.1 Diagrama de bloque de un sistema de Análisis Térmico.

El programador de temperatura debe ser capaz de mantener el espacio circundante de la muestra a una temperatura constante, sea por debajo, en o sobre la temperatura ambiente; así como es responsable de modificar la temperatura en función del tiempo.

1.1.1 El Análisis Térmico Diferencial (DTA):

Este tipo de análisis determina la diferencia de temperatura entre una sustancia y una materia de referencia (inerte) es medida en función del cambio de temperatura, esta diferencia ΔT es igual a cero a menos que la muestra tenga cambio térmico. En la figura 1.2 se muestra un esquema de un DTA.

Los picos pueden ser exotérmicos o endotérmicos: Si $(T_m - T_r)$ es negativo, el calentamiento se detiene y el evento es endotérmico (fusión, ebullición, sublimación, evaporación, cambios de fase cristalinos). Si $(T_m - T_r)$ es positivo la muestra se sobrecalienta y tiene un evento exotérmico (oxidación, combustión, polimerización). O bien si la temperatura de la muestra comienza a elevarse más rápido que la de referencia debido a un cambio exotérmico o más lentamente debido a un cambio endotérmico. Siendo T_m (la temperatura de la muestra) y T_r (la temperatura de referencia).

El intervalo de temperatura cubierto por el DTA es bastante extenso desde los -190°C hasta los 1600°C y el tamaño de la muestra es desde 0.1 hasta los 1600 mg.

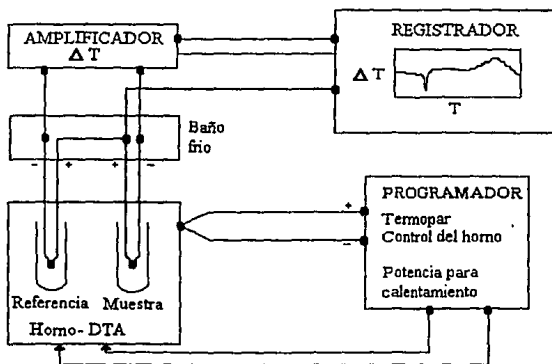


Figura 1.2 Diagrama de bloques del equipo para realizar un análisis de DTA.

El termopar de la muestra tiene un doble propósito: por un lado funciona como parte del par diferencial y a la vez proporciona la temperatura de la muestra en el eje X del registrador. Siendo que el termopar se acopla directamente en la muestra. La técnica del DTA proporciona la más alta precisión termométrica de todos los métodos termoanalíticos.

En el análisis del DTA se presentan las siguientes variables:

- 1) La atmósfera puede ser: aire seco, óxido de aluminio, oxalato de calcio.
- 2) Velocidad de calentamiento: Las posiciones de los picos dependen de la velocidad de calentamiento, por lo que es recomendable medir haciendo varias comparaciones entre diferentes materiales usando la misma velocidad de calentamiento y atmósfera.
- 3) Propiedades de la mezcla :
 - a) Masa: Entre mayor sea ésta se tendrán mayores problemas de gradiente térmico, grosor del pico.
 - b) Tamaño de la partícula: Las cinéticas de descomposición de los sólidos depende muchas veces del tamaño de partícula entre más chicos sean los cristales tienen una área de superficie más grande y por tanto reaccionan más rápido que un mismo peso de cristales más grandes.

Para la interpretación de resultados se tiene que observar:

- 1) Tipo de reacción: Reversible (fusión, ebullición, sublimación, evaporación) o irreversible (transición cristalina, oxidación, descomposición) y endotérmica o exotérmica.
- 2) Comparar el DTA con otras técnicas como son: rayos X, Infrarrojo, entre otras.

1.1.2 Análisis Termogravimétrico (TGA).

Esta técnica determina los cambios de masa de una sustancia en función de la temperatura donde dicha sustancia está sujeta a un programa de control de temperatura. En la figura 1.3 se muestra un diagrama de un equipo termogravimétrico. Los intervalos cubiertos por el TGA, en el caso del peso de la muestra (usualmente desde 1 a 300 mg.), con intervalos de temperatura (ambiente hasta los 1500 °C) y calentada a una velocidad constante con intervalos de (1-20 °C/min.) teniendo una masa constante (M_i) la cual se empieza a descomponer en una temperatura (T_i). Y se obtiene un segundo peso constante que corresponde al peso residual M_f y una temperatura T_f . Los pesos (M_i , M_f y ΔM) son propiedades fundamentales de la muestra en contraste con las temperaturas (T_i y T_f) las cuales dependen de variables así como las de velocidad de calentamiento, naturaleza de la muestra (forma cristalina, tamaño de cristal).

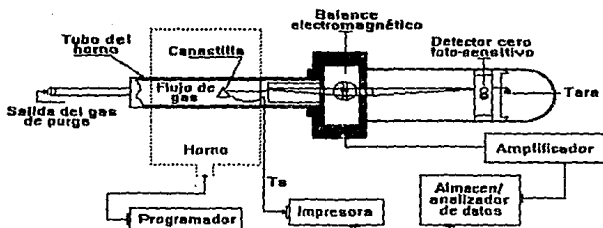


Figura 1.3 Partes que forman el equipo para realizar un análisis termogravimétrico

El transductor en este caso es un detector fotosensible colocado en uno de los extremos de la balanza. Consta de una lámpara, de ranura a manera de bandera conectada con el brazo y un par de diodos fotosensibles. Los fotodiodos están conectados en series opuestas. La posición normal de las banderas es tal que la ranura permite igual cantidad de luz dirigida a cada diodo produciendo un efecto neto igual a cero. El punto de pivote de la balanza es un galvanómetro. El otro extremo sostiene una varilla de cuarzo en la cual se sostiene la canastilla donde se deposita la muestra, esta parte es la que se introduce en el horno.

1.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

La región infrarroja ⁽³⁾ abarca las regiones del espectro comprendidas entre las longitudes de onda de 0.78 a 1000 μm para aplicaciones de los instrumentos conviene subdividir la región infrarroja del espectro en tres porciones denominadas: Infrarrojo cercano, medio y lejano. Tabla 1.1:

REGIÓN	INTERVALOS DE LONGITUD DE ONDA (λ) (μm)	INTERVALOS DE NÚMEROS DE ONDA (π) (cm^{-1})
Cercana	0.78 a 2.5	12 800 a 4 000
Medio	2.5 a 50	4 000 a 200
Lejano	50 a 1000	200 a 10
Más usado	2.5 a 15	4 000 a 670

Para absorber radiación infrarroja una molécula debe experimentar un cambio neto en el momento dipolar como consecuencia de su movimiento rotatorio y vibratorio. En la figura 1.4 se muestran los tipos de vibraciones moleculares. Solo el haz infrarrojo con una frecuencia exactamente correspondiente a aquella que se requiere para aumentar el nivel de energía de un enlace será absorbido, es decir cuando la muestra es irradiada por un haz infrarrojo cuya frecuencia se cambia continuamente, la molécula absorberá ciertas frecuencias a medida que la energía es consumida en enlaces diferentes de deformación o flexión.

Las posiciones relativas de los átomos en una molécula no están exactamente fijas, sino que fluctúan continuamente como consecuencia de su movimiento vibratorio y rotatorio. En los estados sólidos y líquidos son más importantes las transiciones de vibración que de rotación debido a que la energía que se requiere para una transición rotatoria corresponde a una radiación de $100 \mu\text{m}$ en cambio la energía requerida para causar un cambio vibratorio es de 0.75 a $15 \mu\text{m}$ siendo estas accesibles al infrarrojo.

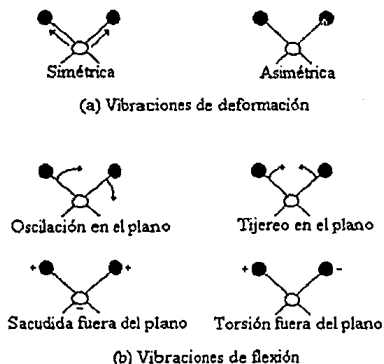
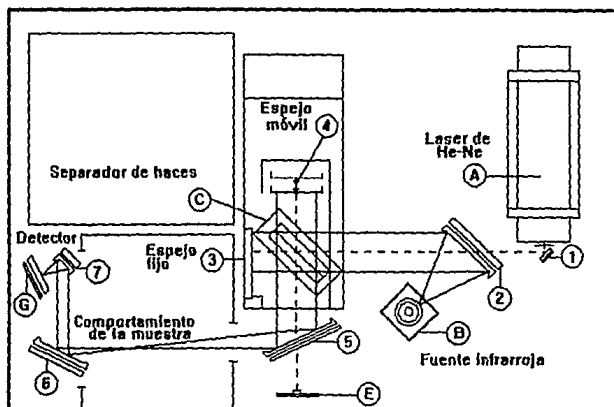


Figura 1.4 se muestran los dos tipos de vibraciones moleculares.
 (a) Vibraciones por deformación. (b) Vibraciones por flexión.

Por lo general el infrarrojo tiene mayor aplicación en sustancias orgánicas debido a que tienen espectros complejos y presentan muchos máximos y muchos mínimos. En este caso se utiliza para muestras de mezclas inorgánicas.

En la figura 1.5 se muestra las partes que compone un equipo infrarrojo por medio de la transformada de Fourier:



En vez de usar un monocromador la radiación infrarroja se puede analizar por medio de un interferómetro de Michelson de barrido que consta de un espejo móvil (4), un espejo fijo (3) y un divisor del haz (C). La radiación de la fuente de infrarrojo (B) es colimada por un espejo (2) y el rayo resultante se divide en el divisor del haz; la mitad del rayo pasa al espejo fijo (3) y la otra mitad se refleja sobre el espejo móvil. Después de reflejarse, los dos rayos se recombinan en el divisor del haz y para una longitud de onda dada, interfieren constructiva o destructivamente dependiendo de la diferencia de las trayectorias ópticas entre los dos brazos del interferómetro. En el caso de una fuente infrarroja de bandas anchas, el haz emergente es una mezcla compleja las cuales después de pasar por el comportamiento de la muestra se enfocan sobre el detector (G), esta señal es muestreada a intervalos muy precisos durante la exploración del espejo. Tanto la velocidad de muestreo como la velocidad de exploración, se controlan por medio de una señal de referencia del detector (E), producida por modulación del haz de laser (A). La señal resultante en el detector (G) se conoce como interferograma y contiene toda la información requerida para construir el espectro por medio de un procedimiento matemático conocido como la transformada de Fourier.

1.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Los rayos X son ⁽⁴⁾ ondas electromagnéticas cuya longitud de onda es aproximadamente entre 10^{-9} m hasta al rededor de 6×10^{-12} m. Una dispersión se provoca cuando existe una interacción entre el vector electrónico de radiación X y los electrones de la materia por la que pasa. Cuando un rayos X se dispersa en forma ordenada en un cristal hay interferencias (constructivas y destructivas) entre los rayos dispersos, porque las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación, obteniendo así la difracción de los rayos X.

Cuando un haz de rayos X incide en la superficie de un cristal a cierto ángulo θ una parte es dispersada por la capa de átomos de la superficie y la no dispersada del haz penetra en la segunda capa de átomos, donde de nuevo una nueva fracción es dispersada y el resto pasa a la tercera capa.

Los requisitos para la difracción son:

- 1) El espaciamiento entre las capas de los átomos debe ser aproximadamente igual a la longitud de onda de la radiación.
- 2) Los centros de dispersión deben estar distribuidos especialmente en una forma muy regular.

Bragg dió la primera interpretación matemática de las posiciones de los puntos en un patrón de difracción de un mineral por rayos X.

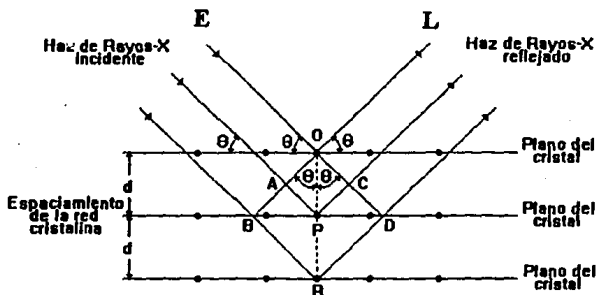


Figura 1.5 Esquema representativo de la difracción de los Rayos X.

Consideramos un haz de rayos X que incide sobre un mineral. Al mineral lo podemos representar en una familia de planos hkl de la red puntual cuya distancia interplanar es d , ver figura 1.5.

Un haz incide en la superficie del mineral con un ángulo θ ; hay dispersión como consecuencia de la interacción de la radiación con los átomos situados en O, P y R. Si la distancia:

$$AP + PC = n\lambda \quad \text{..... (1)}$$

En donde n es un número entero llamado orden de difracción y λ es la longitud de onda de los rayos X.

Puesto que el ángulo entre E, O, A es recto: $\theta + a = 90^\circ$ y de igual forma con L, O, C sucede lo mismo. Y el:

$$\text{Sen } \theta = \frac{AP}{OP} \quad \text{..... (2)}$$

Y puesto que $OP = d$, entonces:

$$\text{Sen } \theta = \frac{AP}{d} \quad \text{.....(3)}$$

O bien: $AP = d \text{ Sen } \theta$ y $PC = d \text{ Sen } \theta$ por lo tanto:

$$AP + PC = 2d \text{ Sen } \theta \quad \text{.....(4)}$$

Sustituyendo (1) en (4) tenemos:

$$n\lambda = 2d \text{ Sen } \theta \quad \text{.....(5)}$$

Esta expresión es conocida como la Ley de Bragg y nos permite conocer el ángulo de difracción θ en términos de la longitud de onda y de la distancia interplanar d , de la familia de planos hkl . El haz difractado de primer orden ocurrirá cuando se cumpla la Ley de Bragg a un ángulo θ para $n=1$ y de segundo orden $n=2$ etc.

1.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La microscopía electrónica (⁵) consiste en la interacción de un haz de electrones con la muestra que al chocar con ésta pueden ocurrir varios procesos como son:

- Electrones retrodispersos
- Electrones secundarios
- Electrones absorbidos
- Electrones transmitidos y difractados
- Rayos X característicos

Todos ellos nos proporcionan diferente información si se tienen los detectores adecuados para cada caso, originando las diversas técnicas en la microscopía electrónica en el caso de la aplicación de este análisis se trabajan con electrones retrodispersos y electrones secundarios.

Electrones retrodispersos (BE), son los electrones del haz incidente que se desvían hacia atrás debido a la dispersión elástica por los átomos de la red, por lo tanto su energía está muy cercana a la del haz incidente. Si barreos distintas zonas de la muestra tendremos variaciones en la intensidad de (BE) a un ángulo dado y el resultado será una fotografía de la topografía superficial de la muestra. La intensidad del haz retrodispersado aumenta cuando se incrementa el número atómico de los elementos que forman el sólido.

Electrones secundarios (SE), son originados en la muestra debido a que el haz incidente excita los electrones de la misma, siendo estos emitidos, se caracteriza por tener un espectro de energías <50 eV en relación al haz incidente. La imagen formada será muy similar a la que se formó por electrones retrodispersos. La emisión de (SE) dependerá de la topografía de la muestra.

Principios de la microscopía electrónica de barrido:

La microscopía electrónica de barrido SEM se usa en el estudio de la superficie de los sólidos a gran ampliación, obteniéndose así la morfología, el tamaño de partícula, y otras características de la muestra, comparado con la microscopía óptica, se presenta mayor resolución espacial y gran profundidad de campo. El microscopio electrónico de barrido presenta las siguientes características:

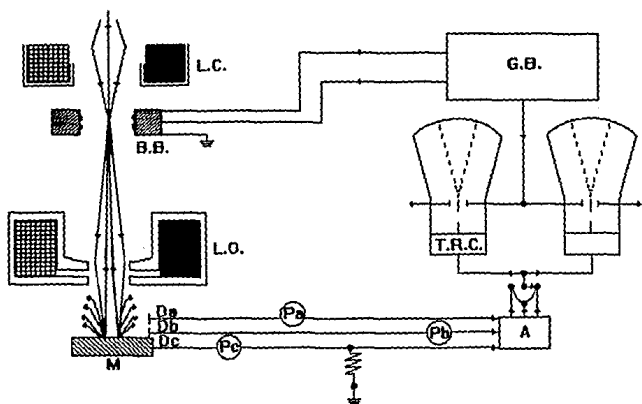


Figura 1.7 Microscopio Electrónico de Barrido. (LC) Lente condensadora, (LO) lente objetiva, (BB) bobina de barrido, (GB) generador de barrido, (DA) detector de electrones retrodispersados, (DB) detector de secundarios, (DC) detector de absorbidos, (P) los preamplificadores, (A) amplificador de video, (T, R, C) tubo de rayos catódicos, (M) muestra, (S) selector del modo de operación.

Sistema de formación del haz:

- 1.- Que sea lo más monocromático posible, para así tener una imagen libre de aberraciones cromáticas.
- 2.- Que sea muy energético de manera que se aumente el poder de resolución.
- 3.- El haz debe de ser lo suficientemente intenso para obtener buena iluminación.
- 4.- La sección transversal tiene que ser pequeña.

La resolución del SEM es bastante favorable, sin embargo esta limitada por varios factores, de los cuales los más importantes son:

- a) Aberraciones de los lentes.
- b) El tamaño del punto incidente sobre la muestra
- c) La razón señal- ruido.
- d) Campos extraños y vibraciones mecánicas.

CAPÍTULO I I DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 MODIFICACIÓN DE MINERALES.

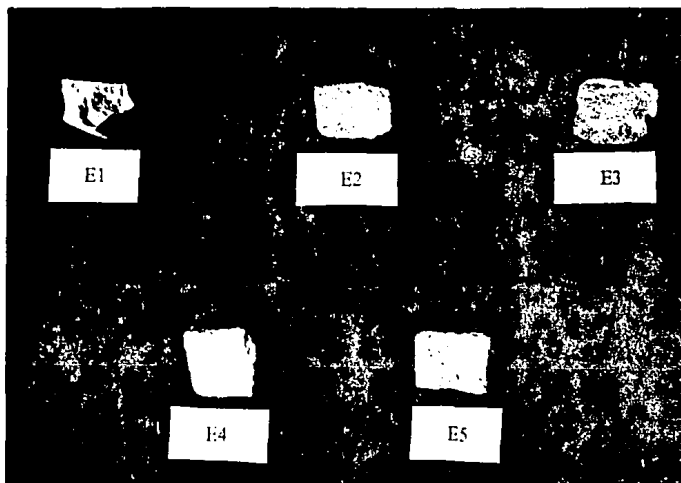
Para la modificación de las 2 arcillas se empleó cemento Portland al 10, 20, 30, 40 % y en cuanto al copolímero acrilato de etilo- metilo en emulsión (50 % de sólidos- 50 % de líquidos) (7) se emplearán porcentajes de 100 hasta 5 % dependiendo de que tanta fuera la expansión de las arcillas. Así como un curado de una semana para las diferentes combinaciones.

Para la modificación de los minerales (6) es conveniente realizarles un estudio de hidratación en el cual ocurren los siguientes pasos:

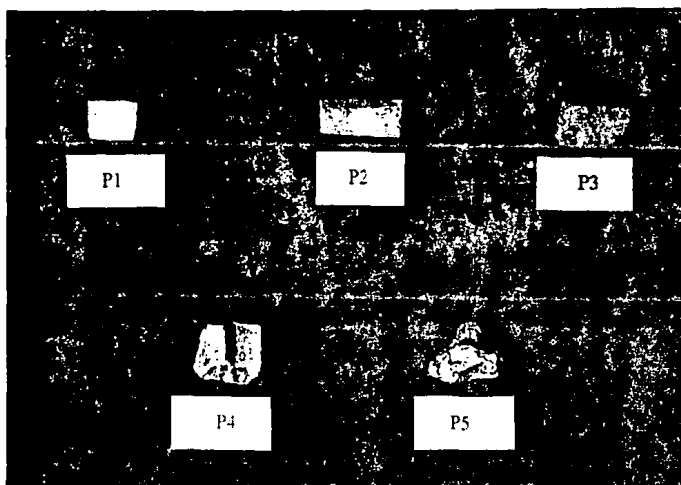
- 1) En principio la arcilla se encuentra en un estado deshidratado, con algunos iones de sodio, potasio y algunas veces calcio absorbidos en el espacio interlaminar.
- 2) Desde el punto de vista electrostático las cargas negativas en la arcilla se acumulan en las superficies planas de las laminillas, mientras que en los bordes se acumulan cargas positivas. Luego los iones de sodio tienden a concentrarse sobre las caras planas.
- 3) Al ponerse en contacto con la arcilla, las moléculas de agua son atraídas fuertemente hacia las superficies planas debido a la presencia de los iones sodio cargados positivamente.
- 4) En este estado las moléculas de agua se hacen más dipolares, atrayendo a otras de su especie.
- 5) La carga negativa de la superficie de las laminillas se incrementa conforme las moléculas de agua se enlazan unas a otras al aumentar su polarización. Llega un momento en que la carga superficial es tal que las láminas se repelen entre sí separándose unas de otras por lo que el espacio interlaminar se extiende originando el hinchamiento característico de las arcillas.
- 6) Las moléculas de agua continúan llenando el espacio interlaminar, neutralizando parcialmente las superficies expuestas y manteniendo las láminas apartadas unas de otras, hasta que el agua es eliminada mediante un proceso de secado, lo cual origina una contracción del volumen de la hojuela.
- 7) El equilibrio de la hidratación es alcanzado cuando termina la mezcla de la arcilla con el agua, dando como resultado una estructura interna hidratada que hace coincidir los bordes cargados positivamente con las caras planas cargadas negativamente, de modo que se forma una estructura, por lo que las moléculas de agua entran y salen libremente. Esta estructura puede derrumbarse mediante una agitación vigorosa de la suspensión pero tiende a formarse de nuevo si la agitación termina, este efecto se debe a que las hojas mantienen la fuerte carga electrostática que las atrae.

En base a la cantidad de agua adsorbida por las 2 muestras sin modificar de Guerrero y Guanajuato se observarán mejores resultados en base a su control higroscópico empleando porcentajes de 30 y 40 % en la aplicación de cemento Portland para ambas muestras y en la aplicación de copolímero acrilato de etilo- metilo para la muestra de Guanajuato porcentajes de 5 y 10 %, para la muestra de Guerrero se utilizó 90 y 100 % de copolímero acrilato de etilo- metilo. Obteniendo así 10 ejemplares de muestras distintas. Se presenta a continuación fotografías a 5 hrs. de la hidratación de las muestras, se colocarán trozos de dos gramos sumergidos en charolas con 25 ml de agua de la llave y para distinguirlas se etiquetarán de tal forma que las muestras de Guanajuato se distinguieran con la letra (E) y las de Guerrero con la letra (P) obteniéndose la siguiente tabla 2.1:

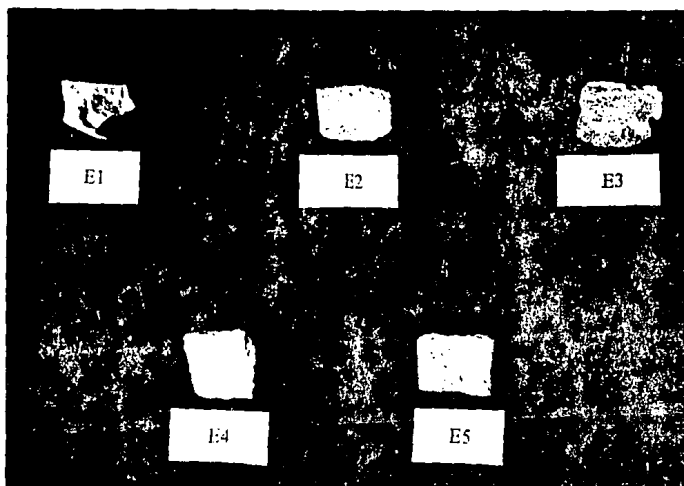
MUESTRA	ETIQUETA
Procedente del estado de Guanajuato sin modificar	E1
4 gr. de cemento + 6 gr. de arcilla + 10 ml de H ₂ O	E2
3 gr. de cemento + 7 gr. de arcilla + 10 ml de H ₂ O	E3
10 gr. de arcilla + 19 ml de copolímero diluido (10 ml de polímero + 95 ml de H ₂ O)	E4
10 gr. de arcilla + 19 ml de copolímero diluido (5 ml de copolímero + 90 ml de H ₂ O)	E5
Procedente del estado de Guerrero sin modificar	P1
3 gr. de cemento + 7 gr. de arcilla + 6 ml de H ₂ O	P2
4 gr. de cemento + 6 gr. de arcilla + 6 ml de H ₂ O	P3
10 gr. de arcilla + 12 ml de copolímero diluido (90 ml de copolímero + 10 ml de H ₂ O)	P4
10 gr. de arcilla + 10 ml de copolímero concentrado	P5



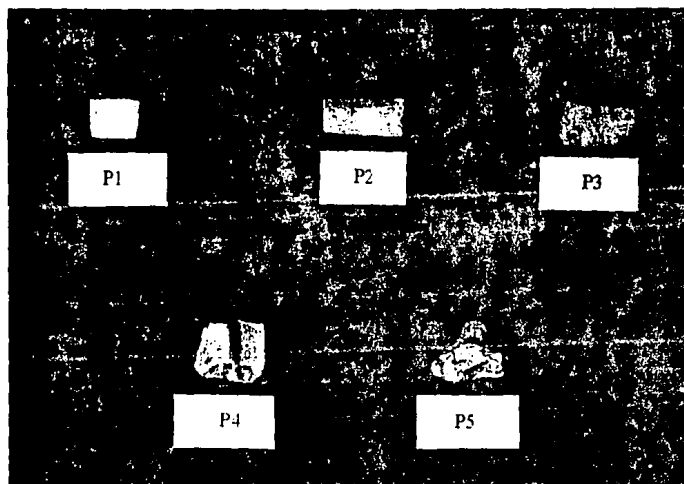
Fotografía 2 Se presentan las muestras del estado de Guanajuato antes de ser hidratadas



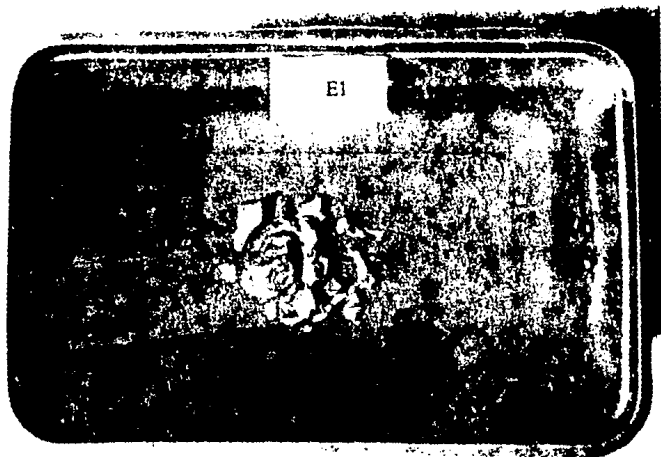
Fotografía 2 ! Se presentan las muestras del estado de Guerrero antes de ser hidratadas



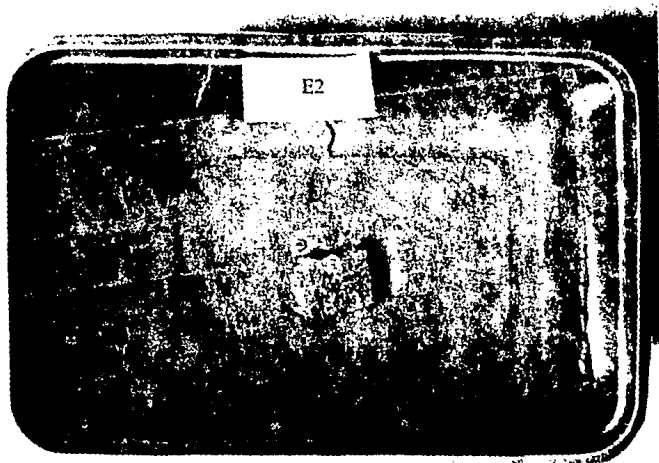
Fotografía 2. Se presentan las muestras del estado de Guanajuato antes de ser hidratadas.



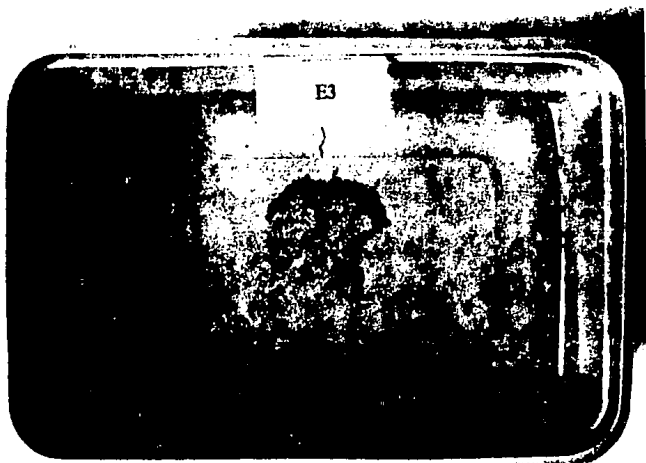
Fotografía 2 ! Se presentan las muestras del estado de Guerrero antes de ser hidratadas.



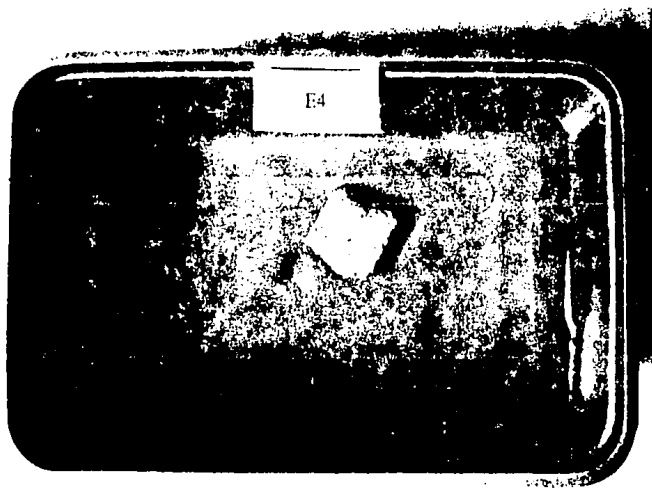
Fotografía 2.2 Se observa el agrietamiento de la muestra E1, al tener contacto con el agua por un tiempo de 5 Hrs.



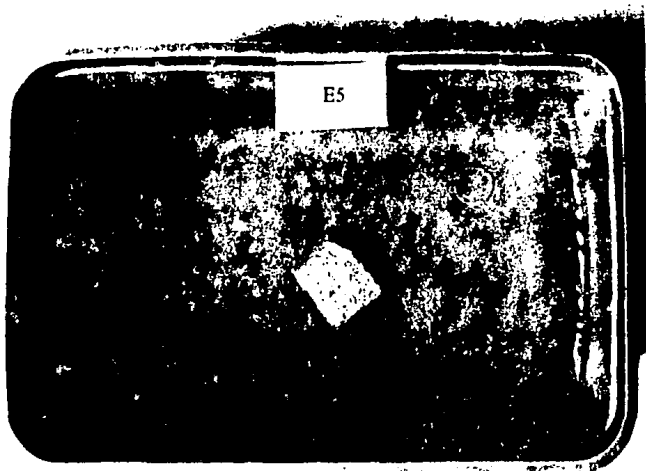
Fotografía 2.3 Se observa que es controlada la expansión de la muestra E2, para un tiempo de 5 Hrs.



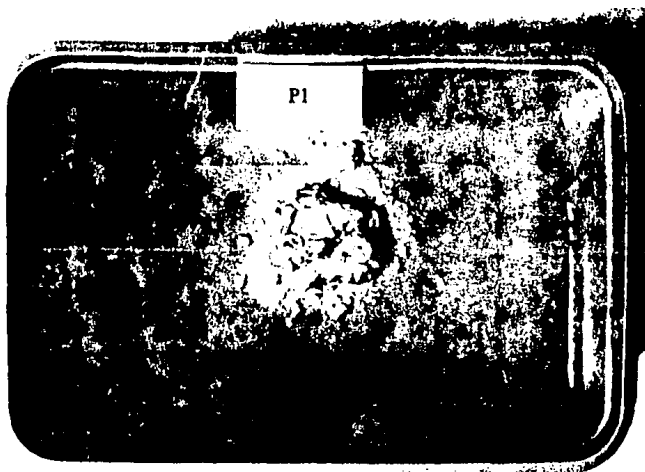
Fotografía 2.4 Se observa el desmoronamiento de la muestra E3, al tener contacto con el agua, para un tiempo de 5 Hrs.



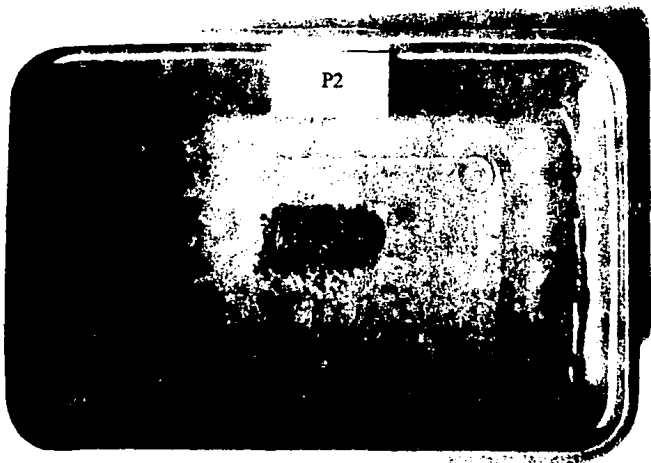
Fotografía 2.5 Se observa que es controlada la expansión total de la muestra E4, para un tiempo de 5 Hrs.



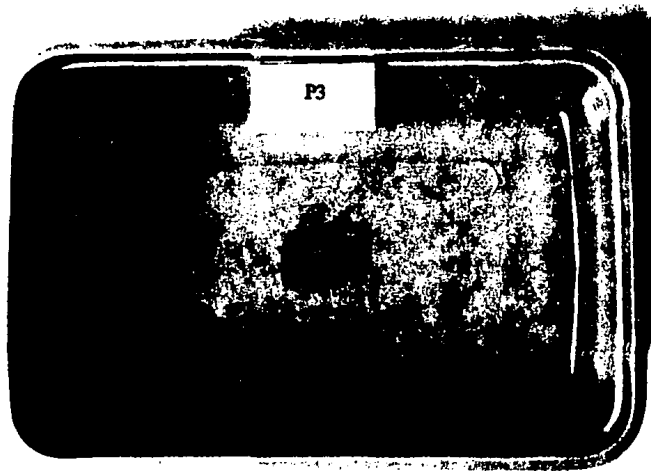
Fotografía 2.6 Se observa que la muestra E5 conserva su tamaño original, para un tiempo de 5 Hrs.



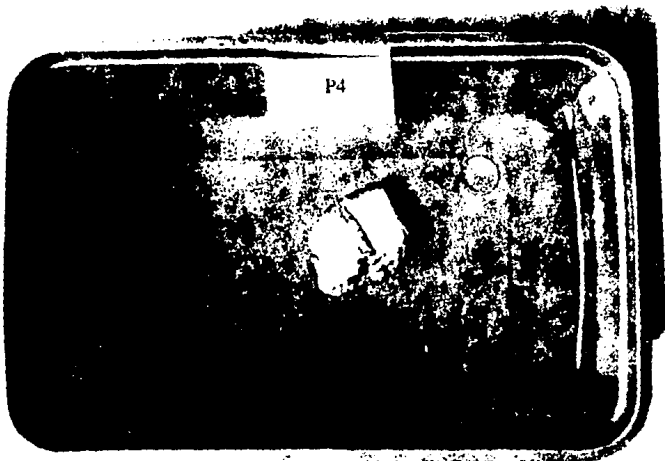
Fotografía 2.7 Se observa la expansión y el desmoronamiento de la muestra P1, a 5 Hrs.



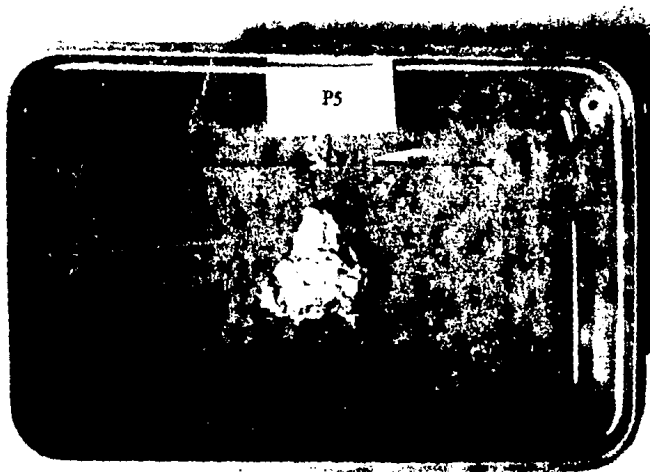
Fotografía 2.8 Se observa un desmoronamiento parcial de la muestra P2, disminuyendo la expansión a 5 Hrs.



Fotografía 2.9 Se observa el control de expansión de la muestra P3, para 5 Hrs. de su hidratación.



Fotografía 2.10 Se observa la expansión uniforme de la muestra P4, para 5 Hrs



Fotografía 2.11 Se observa la expansión constante de la muestra P5, para 5 Hrs

2.1.2 Presentación de los datos obtenidos de la hidratación de las arcillas basandonos de la Tabla 2.1 para etiquetar las muestras obteniendo así las siguientes Tablas.

TIEMPO (HRS)	ETIQUETA									
	E1	E2	E3	E4	E5	P1	P2	P3	P4	P5
1	3,959	3,279	3,488	3,441	3,706	4,3	2,585	2,587	2,931	2,823
1.5	4,009	3,282	3,493	3,448	3,726	5,251	2,587	2,589	3,09	2,906
2	4,081	3,286	3,497	3,453	3,746	6,131	2,589	2,591	3,272	2,968
2.5	4,15	3,291	3,506	3,456	3,766	7,168	2,591	2,593	3,4	3,062
3	4,231	3,2955	3,509	3,458	3,783	8,04	2,593	2,595	3,5	3,125
3.5	4,3	3,303	3,512	3,455	3,798	9,171	2,5965	2,597	3,7	3,22
4	4,369	3,308	3,513	3,459	3,81	10,5	2,6	2,599	3,9	3,32
5	4,369	3,31	3,514	3,461	3,811	11,65	2,603	2,599	4,09	3,437
6	4,369	3,31	3,515	3,461	3,812	12,91	2,605	2,599	4,36	3,593
7	4,369	3,31	3,515	3,461	3,812	13,89	2,606	2,599	4,631	3,75
8	4,369	3,31	3,515	3,461	3,812	14,95	2,606	2,599	4,904	3,875
9	4,369	3,31	3,515	3,461	3,812	15,29	2,606	2,599	5,18	3,979
10	4,369	3,31	3,515	3,461	3,812	15,37	2,606	2,599	5,472	4,039

Tabla 2.2 Correspondiente a los estados de Guanajuato y Guerrero en donde se muestran los valores obtenidos de la hidratación: de la masa con respecto al tiempo.

TIEMPO (HRS)	ETIQUETA									
	E1	E2	E3	E4	E5	P1	P2	P3	P4	P5
1	3	1	1,2	1	1,2	5	1,2	0,9	1,2	1,5
1.5	3,2	1,1	1,4	1,1	1,3	7,5	1,3	1	1,7	1,9
2	3,4	1,2	1,5	1,2	1,5	9,5	1,4	1,1	2,2	2,2
2.5	3,6	1,4	1,6	1,3	1,6	12	1,5	1,2	2,6	2,5
3	3,8	1,5	1,8	1,4	1,8	14,5	1,6	1,3	3,1	2,7
3.5	3,9	1,7	2	1,5	1,9	16,5	1,7	1,4	3,6	3,1
4	4	1,9	2,2	1,7	2,1	19	1,8	1,5	4,2	3,6
5	4	2	2,4	1,8	2,3	21,5	1,9	1,5	5	4,2
6	4	2	2,5	1,8	2,4	23,5	2	1,5	5,8	4,9
7	4	2	2,5	1,8	2,4	26,2	2,1	1,5	6,7	5,5
8	4	2	2,5	1,8	2,4	29	2,1	1,5	7,7	6,5
9	4	2	2,5	1,8	2,4	31	2,1	1,5	8,6	7,2
10	4	2	2,5	1,8	2,4	31,5	2,1	1,5	9,5	7,5

Tabla 2.3 Correspondiente a los estados de Guanajuato y Guerrero en donde se muestran los valores obtenidos de la hidratación: del volumen con respecto al tiempo.

Sample: GUERRERO
 Size: 22.3200 mg
 Method: CALENTAMIENTO
 Comment: AIRE SECO 10 ML/MIN RAMPA DE CALENTAMIENTO 10 C/MIN

TGA

File: A: GUERRERO.001
 Operator: ELV
 Run Date: 1-Mar-94 14:53

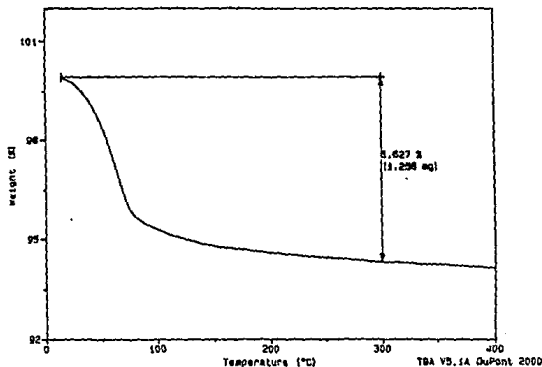


Figura 3.1 Termograma correspondiente al estado de Guerrero en el que observamos una gran pérdida de peso hasta los 100 °C y disminuyendo hasta los 300 °C. La cantidad de agua contenida en esta muestra es de 1.256 mg. equivalente a un 5.627 % de la muestra total y es desprendida hasta los 300 °C.

Sample: GUANAJUATO II
 Size: 20.1130 mg
 Method: CALENTAMIENTO
 Comment: AIRE SECO 10 ML/MIN RAMPA DE CALENTAMIENTO 10 C/MIN

TGA

File: A: GUANAJUATO II.001
 Operator: ELV
 Run Date: 1-Mar-94 10:45

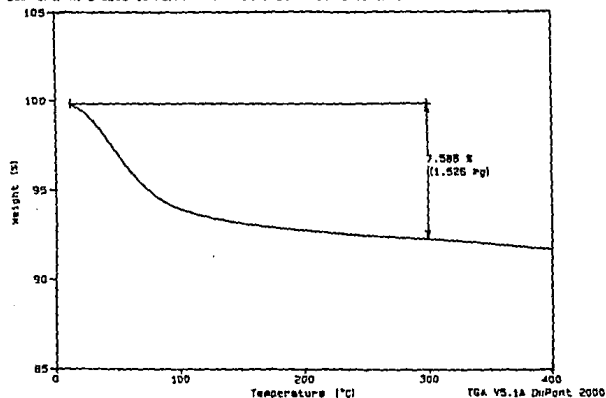


Figura 3.2 Termograma procedente del estado de Guanajuato en el que se observa una gran pérdida de peso hasta los 100 °C y disminuyendo hasta los 300 °C. La cantidad de agua contenida en esta muestra es de 1.526 mg. equivalente a un 7.586 % de la muestra total y como se observa es desprendida hasta los 300 °C.

CAPÍTULO III RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1 ANÁLISIS TÉRMICO: DTA Y TGA.

El análisis térmico se realizó a las muestras procedentes de Guerrero y Guanajuato.

3.1.1 Análisis Termogravimétrico (TGA):

Técnica empleada en este análisis:

- 1) Una vez prendido el equipo para su estabilización se esperó aproximadamente 30 min.
- 2) Se pulverizó la muestra hasta obtener un polvo muy fino.
- 3) Se calibró el equipo a cero, para posteriormente introducir la muestra sobre la canastilla ya suspendida en la varilla de cuarzo. Se introdujo al horno esta parte y se atornilló.
- 4) Se seleccionó el tipo de gas de arrastre y se mide su flujo con un flujómetro, nivelando así la abertura del tanque del gas.
- 5) Y finalmente se introduce la siguiente información:
 - a) Los parámetros de calibración que se obtuvieron usando el oxalato de calcio y como muestra de referencia el óxido de aluminio inerte, de aquí se obtiene el valor observado y el teórico de tablas.
 - b) El programa de calentamiento: Rampa de calentamiento de 10 °C/min. con intervalos desde la temperatura ambiente hasta a 400 °C.
 - c) Condiciones experimentales: El peso de la muestra es de aproximadamente 20 mg., el tipo de gas empleado fue aire seco y la velocidad de flujo del gas de arrastre de 10 ml/min.

El equipo empleado para el análisis de esta técnica pertenece al Centro de Instrumentos, modelo DCS 910S Differential Scanning Calorimeter. TA Instruments.

Resultados obtenidos de este análisis:

Sample: GUERRERO
 Size: 22.3200 mg
 Method: CALENTAMIENTO
 Comment: AIRE SECO 10 ML/MIN RAMPA DE CALENTAMIENTO 10 C/MIN

TGA

File: A: GUERRERO.001
 Operator: ELV
 Run Date: 1-Mar-94 14:53

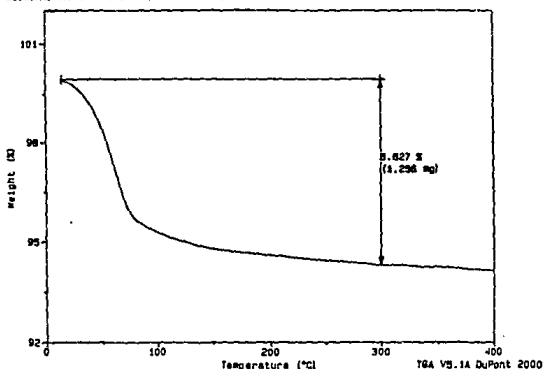


Figura 3.1 Termograma correspondiente al estado de Guerrero en el que observamos una gran pérdida de peso hasta los 100 °C y disminuyendo hasta los 300 °C. La cantidad de agua contenida en esta muestra es de 1.256 mg. equivalente a un 5.627 % de la muestra total y es desprendida hasta los 300 °C.

Sample: GUANAJUATO II
 Size: 20.1130 mg
 Method: CALENTAMIENTO
 Comment: AIRE SECO 10 ML/MIN RAMPA DE CALENTAMIENTO 10 C/MIN

TGA

File: A: GUANAJUATO.001
 Operator: ELV
 Run Date: 1-Mar-94 10:45

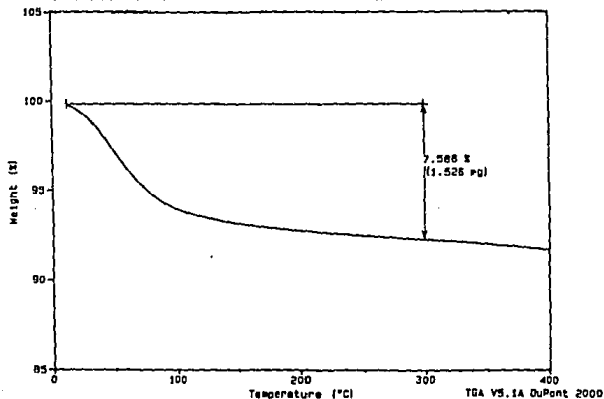


Figura 3.2 Termograma procedente del estado de Guanajuato en el que se observa una gran pérdida de peso hasta los 100 °C y disminuyendo hasta los 300 °C. La cantidad de agua contenida en esta muestra es de 1.526 mg. equivalente a un 7.586 % de la muestra total y como se observa es desprendida hasta los 300 °C.

3.1.2 Análisis térmico diferencial (DTA):

Técnica experimental empleada para este análisis:

- 1) Una vez prendido el equipo se esperó aproximadamente 30 min. para su estabilización.
- 2) Se pulverizó la muestra hasta obtener un polvo bastante fino.
- 3) Se pesó la muestra y se colocó dentro de una copa de platino, posteriormente esta se colocó sobre su respectivo soporte. Colocando en forma similar la muestra de referencia, quedando ambas muestras verticales.
- 4) Se colocó el tubo de alumina del horno procurando que este quedara centrado.
- 5) Se colocó el horno y se atornilló procurando que este quedara centrado con respecto al tubo de alumina. Posteriormente se colocó la tapa del horno.
- 6) Se mide el flujo del gas de arrastre con un flujómetro en donde se nivela la abertura del tanque del gas a emplear.
- 7) Y finalmente se le da la siguiente información:
 - a) Los parámetros de calibración que se obtuvieron usando el oxalato de calcio y la muestra de referencia (óxido de aluminio inerte) de aquí se obtiene el parámetro observado y el teórico de literatura.
 - b) Programa de calentamiento: Rampa de calentamiento de 10 °C/ min. con intervalos de temperatura ambiente hasta los 400 °C.
 - c) Condiciones experimentales: Peso de la muestra 30 a 40 mg. aproximadamente, el tipo de gas utilizado para las muestras fué aire seco y la velocidad de flujo del gas de arrastre fué 50 ml/min.

El equipo utilizado en esta técnica pertenece al Centro de Instrumentos, siendo su modelo DSC 910S Differential Scanning Calorimeter. TA Instruments. DTA 1600.

Resultados experimentales obtenidos de este análisis:

Sample: ARCILLA GUERRERO
Size: 43.7800 mg
Method: ARCILLAS
Comment: AIRE SECO 50 μ L/MIN RANPA 10 C/MIN

DTA

File: A: GUERRERO
Operator: MEMZ
Run Date: 10-Nov-93 12:36

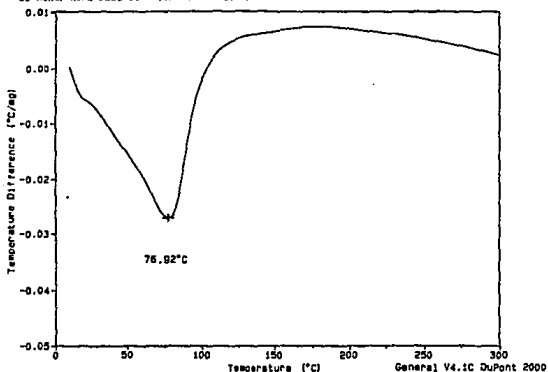


Figura 3.3 Muestra del estado de Guerrero, presenta una pérdida de agua a una temperatura de 76.92 °C y debido a que el ΔT es negativo se presenta un evento endotérmico.

Sample: ARCILLA GUANAJUATO II
Size: 30.1000 mg
Method: ARCILLAS
Comment: AIRE SECO 50 μ L/MIN RANPA 10 C/MIN

DTA

File: A: GUANAJUATO II
Operator: MASF
Run Date: 19-Nov-93 14:22

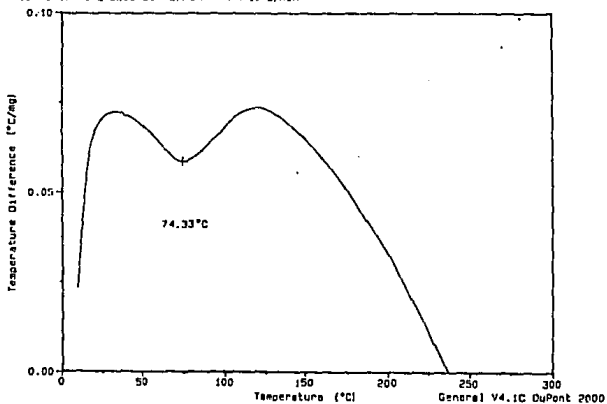


Figura 3.4 Muestra de Guanajuato, presenta una pérdida de agua a una temperatura de 74.33 °C y debido a que el ΔT negativo se presenta un evento endotérmico.

El estudio previo⁽¹⁾ de estas muestras nos dio información preliminar para posteriormente realizarles un estudio de análisis térmico en el que obtuvimos para la muestra procedente de Guerrero en la aplicación de la técnica de análisis termogravimétrico (TGA) se observó que la cantidad de agua pérdida fué de 1.256 mg. equivalente a un 5.627 % de la muestra total y en la muestra procedente de Guanajuato se observó una pérdida de agua de 1.526 mg. equivalente a un 7.586 % del total de la muestra.

Conjuntando esta información obtenida con el análisis térmico diferencial tenemos que la muestra de Guerrero pierde el agua a una temperatura de 76.92 °C y la muestra de Guanajuato la pierde el agua a una temperatura de 74.33 °C, en ambas muestras se presentan ΔT negativos lo que nos indica que es un evento endotérmico por lo tanto se está absorbiendo energía y se trata de un fenómeno físico; debido a que se presenta una evaporación en el calentamiento de las muestras podemos decir que se trata de una reacción reversible, con lo anterior se construye la tabla 3 :

MUESTRA	% DE AGUA CONTENIDA	TEM. (°C) A LA QUE SE DESPRENDE EL AGUA	TIPO DE EVENTO	TIPO DE REACCIÓN
Guerrero	5.627	76.92	Endotérmico	Reversible
Guanajuato	7.586	74.33	Endotérmico	Reversible

El DTA y el TGA son técnicas complementarias una de otra, siendo al DTA una técnica que nos proporciona la más alta precisión termométrica de todos los métodos termoanalíticos.

3.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Técnica empleada en el estudio de este análisis:

Una condición esencial para la adquisición de espectros satisfactorios es que el tamaño de partícula del sólido suspendido sea menor que la longitud de onda de radiación de no ser así se pierde por dispersión una parte importante de la radiación.

Preparación de las muestras: Para la aplicación de la técnica de espectroscopía infrarroja las dos muestras se prepararon de la siguiente forma:

1. Se pulverizó cada una de las muestras hasta obtener un polvo bastante fino.
2. Se mezcló cada una de ellas con KBr, en proporción 1/10 de muestra por KBr.
3. Se verificó que el portamuestras estuviera limpio, antes de ser caracterizada para la próxima muestra.
4. Se colocó la mezcla en la cavidad del portamuestras de tal forma que la superficie quedara completamente plana.
5. Se colocó el portamuestras en el espectrofotómetro para el analizar la muestra.

En el caso de este estudio se empleó el Nicolet 910, el cual utiliza la región de infrarrojo medio (4000-200 cm.^{-1}) propiedad del instituto de Física de la UNAM.

Resultados experimentales obtenidos en el análisis de esta técnica:

Los resultados obtenidos en la caracterización por medio de espectroscopía infrarroja consiste en el espectro de la muestra, en el que se muestran las bandas de absorción asociadas a los minerales que constituyen a las muestras, estas bandas se comparan con las encontradas en la literatura. Para poder facilitar el trabajo de identificación de compuestos en los espectros se emplearan letras para nombrar a cada material:

COMPONENTES	LETRA
Feldespatos	F
Mica	MS
Silica	MM
Agua	H
Carbonatos	CA
Smectitas	S
Zeolitas	Z
Bióxido de carbono	CO
Pico no identificado	B

Tabla 3.1 Representación de los compuestos que forman los espectros.

Muestra procedente del estado de Guerrero

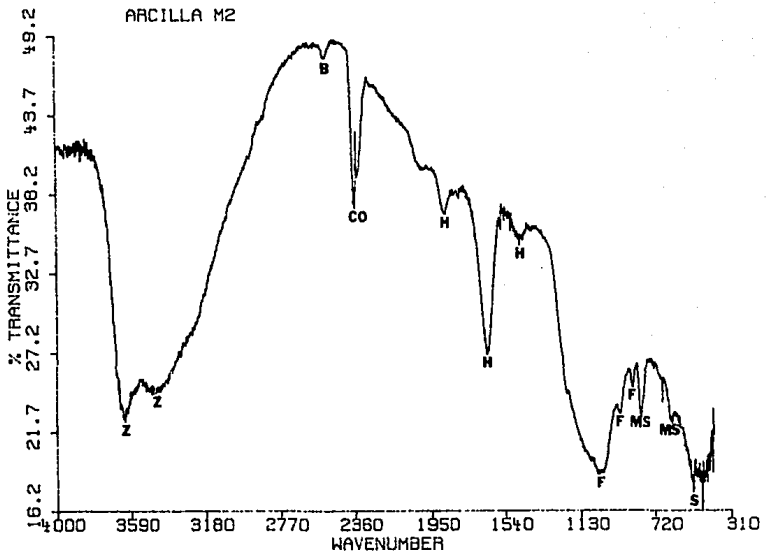


Figura 3.5 Espectro donde se observan las bandas de absorción, correspondientes a la presencia de heulandita (Z), bióxido de carbono (CO), agua (H), cristobalita y cuarzo (MS), anortita y sanidina (F), montmorillonita (S).

Tabla 3.2 Datos correspondientes al espectro presentado en la figura 3.5 de la muestra de Guerrero:

COMPUESTO	POSICIONES DE LAS BANDAS (cm^{-1})	
	EN ESTE TRABAJO	EN LA REFERENCIA (7)
Heulandita	3606, 3435, 3220	3608, 3430, 3220
Bióxido de carbono *	2360	2367, 2336
Agua	1884, 1638, 1458	1921, 1870, 1635
Cristobalita	623	623
Cuarzo	794	798
Anortita	1015, 915	1018, 932
Sanidina	843	850
Montmorillonita	522, 473, 468	522, 473, 468

Muestra procedente del estado de Guanajuato

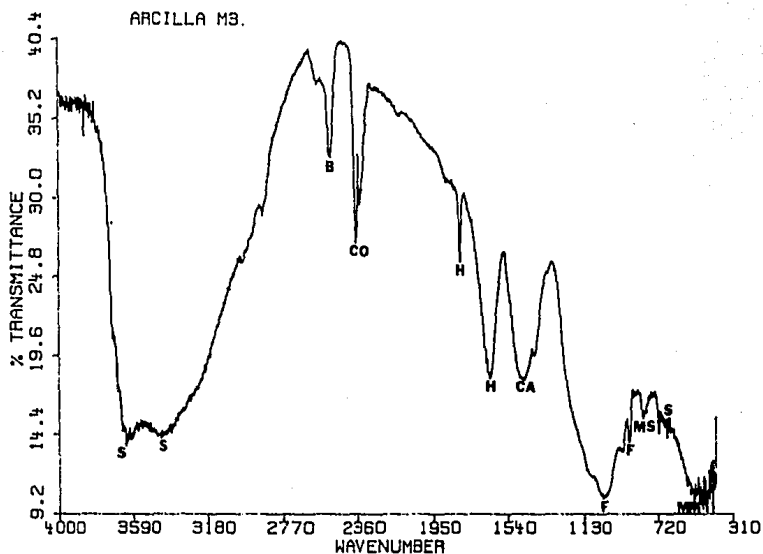


Figura 3.6 Espectro donde se observan las bandas de absorción en el cual se encuentra la presencia de saponita (S), bióxido de carbono (CO), agua (H), dolomita (CA), anortita y sanidina (F), cuarzo (MS), illita (MM).

Tabla 3.3 Datos correspondientes al espectro presentado en la figura 3.6 de la muestra de Guanajuato:

COMPONENTES	POSICIONES DE LAS BANDAS (cm^{-1})	
	EN ESTE TRABAJO	EN LA REFERENCIA (7)
Bióxido de carbono *	2360	2367, 2330
Agua	1802, 1638	1794, 1830, 1635
Cuarzo	797	797
Anortita	1015	1018
Sanidina	875	875
Dolomita	1433	1434, 1430
Illita	528, 521, 471, 461, 436	528, 522, 471, 461
Saponita	3632, 3580, 3570, 3429, 695, 689, 667	3632, 3580, 3570, 3430, 695, 689, 670

Comparando los números de onda experimentales con los teóricos son similares y algunos poco diferentes. Para ambas muestra se encuentra la existencia de una banda no identificada, lo cual posiblemente se debe a la no existencia de una atmósfera inerte en el interferómetro, la presencia de impurezas o algún contaminante, o bien a las condiciones del clima en el cual se aplicó la técnica.

Es conveniente realizar una tabla que nos represente la clasificación de las muestras en base al contenido mineralógico.

GRUPO	MUESTRA	
	Guerrero	Guanajuato
Smectita	Montmorillonita	Saponita
Feldespatos	Anortita, sanidina	Anortita, sanidina
Minerales de mica		Illita
Minerales de sílice	Cuarzo, cristobalita	Cuarzo
Zeolitas	Heulandita	
Carbonatos		Dolomita

Tabla 3.4 se muestra la clasificación de las muestras en base a su contenido mineralógico.

* La presencia de la banda de absorción correspondiente a bioxido de carbono corresponde al medio ambiente y no a la muestra.

3.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Técnica experimental empleada en el estudio de este análisis:

- 1) Se pulverizó la muestra hasta obtener un polvo bastante fino.
- 2) Se colocaron en la cavidad del portamuestras de tal forma que la superficie de la muestra quedara completamente plana con respecto al resto de la superficie del portamuestra.
- 3) Se colocaron en el difractor para su análisis.

Resultados obtenidos en el análisis de esta técnica:

Se tienen resultados previos ⁽¹⁾ de este análisis de las muestras de Guerrero y Guanajuato sin modificar obteniéndose los siguientes espectros:

Muestra procedente del estado de Guerrero

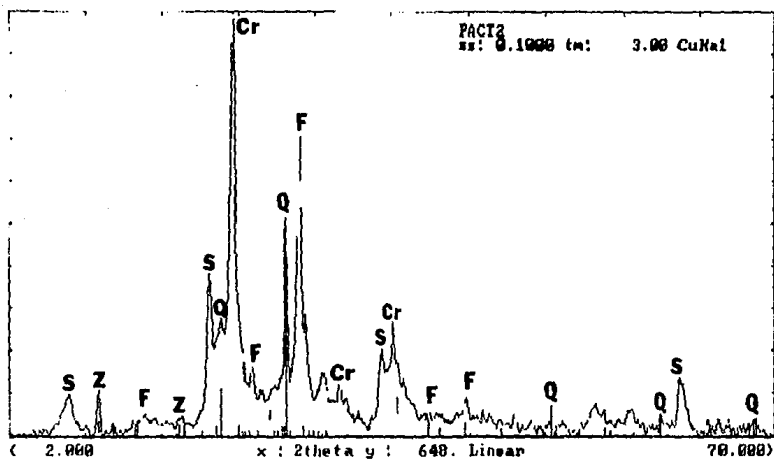


Figura 3.7 Difractograma de rayos X donde se observan los minerales característicos de esta muestra, como es la montmorillonita (S), cristobalita (Cr), cuarzo (Q), heulandita (Z), anortita (F).

Muestra procedente del estado de Guanajuato

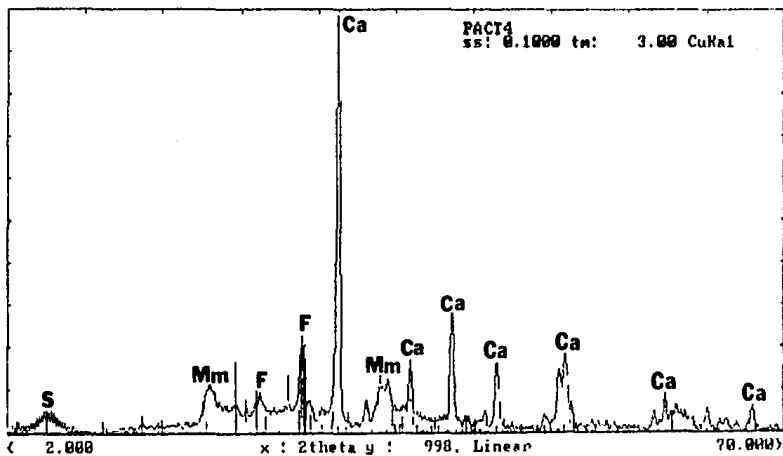


Figura 3.8 Difractograma de rayos X donde se observan los grupos característicos de esta muestra, como es dolomita (Ca), illita (Mm), anortita (F), saponita (S).

A continuación se muestra una tabla en donde se clasifican las muestras del estado de Guerrero y Guanajuato sin modificar en base a su contenido mineralógico:

G R U P O	MUESTRA	
	Guerrero	Guanajuato
Smectita	Montmorillonita	Saponita
Feldspatos	Anortita	Anortita
Minerales de mica		Illita
Minerales de sílice	Cuarzo y cristobalita	
Zeolitas	Heulandita	
Carbonatos		Dolomita

Tabla 3.5 Se muestra la clasificación de las muestras en base la información obtenida en la difracción de los rayos X.

Difracción de rayos X de las muestras modificadas

Muestra de cemento Portland.

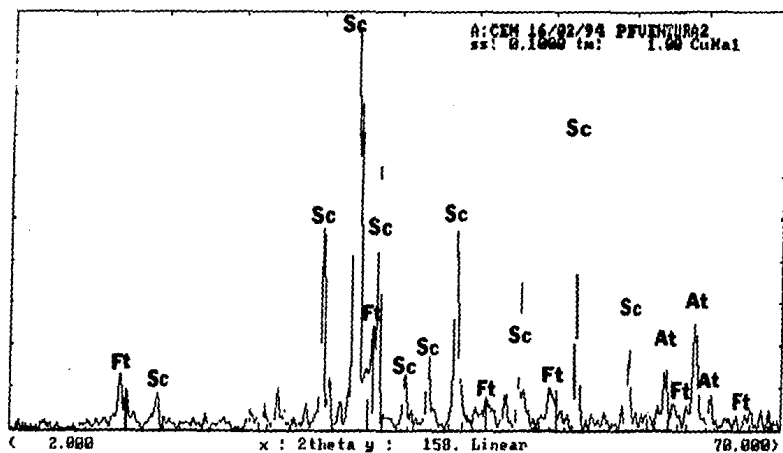


Figura 3.9 Difractograma de rayos X donde se observan los compuestos del cemento como es silicato tricálcico (Sc); silicato dicálcico y aluminato tricálcico (At) y ferroaluminato tetracálcico (Ft).

Muestras del estado de Guerrero

Composición: 3 % de cemento + 7 % de arcilla

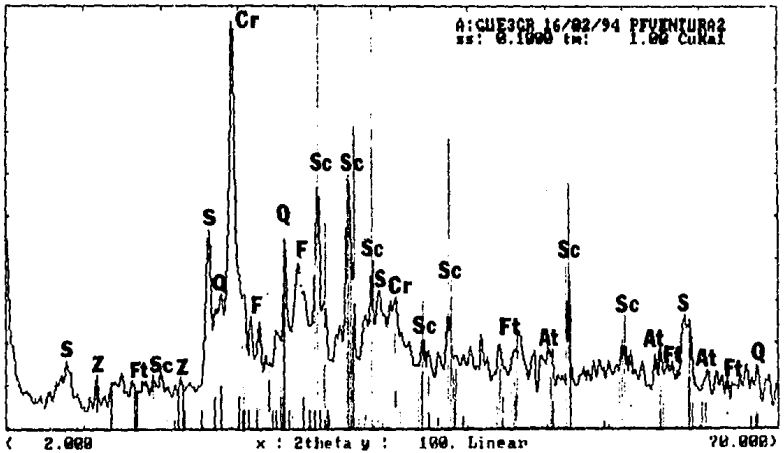


Figura 3.10 Difractograma de rayos X donde se observa los compuestos como montmorillonita (S); cristobalita (Cr); cuarzo (Q); heulandita (H); anortita (F); silicato tricálcico (Sc); silicato dicálcico y aluminato tricálcico (At) y ferroaluminato tetracálcico (Ft)

Muestra procedente del estado de Guerrero composición: 10 gr. de arcilla + 10 ml de copolímero concentrado

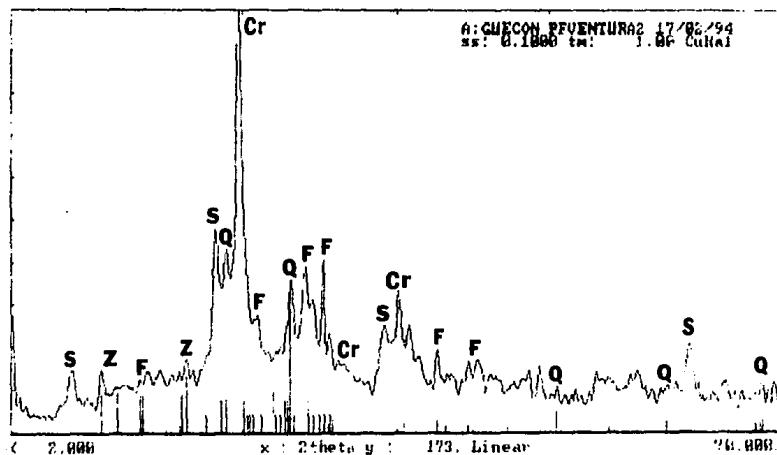


Figura 3.12 Difractograma de rayos X donde se observan los componentes característicos de esta muestra como es mogtiorillonita (S), cristobalita (Cr), cuarzo (Q), heulandita (Z) y anortita (F).

Muestra procedente del estado de Guerrero composición: 10 gr. de arcilla + 12 ml de copolímero diluido (90 ml de copolímero + 10 ml de H₂O)

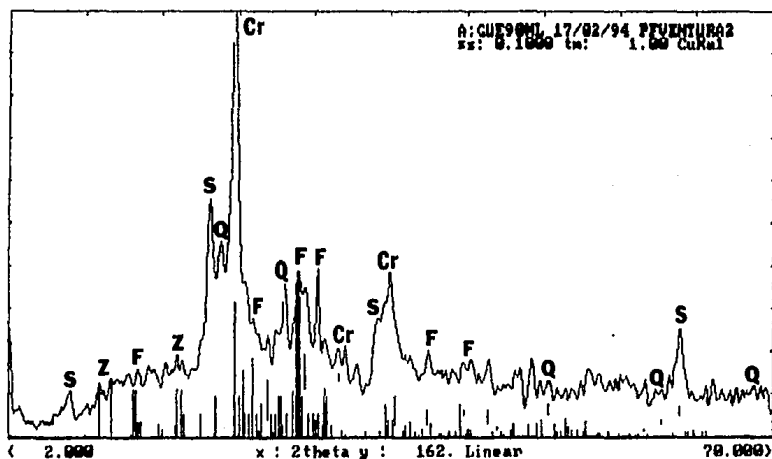


Figura 3.13 Difractograma de rayos X donde se observa los componentes característicos de la muestra como es cristobalita (Cr), cuarzo (Q), heulandita (Z), anortita (F) y montmorillonita (S).

Muestras procedentes del estado de Guanajuato

Composición: 3 % de cemento + 7 % de arcilla

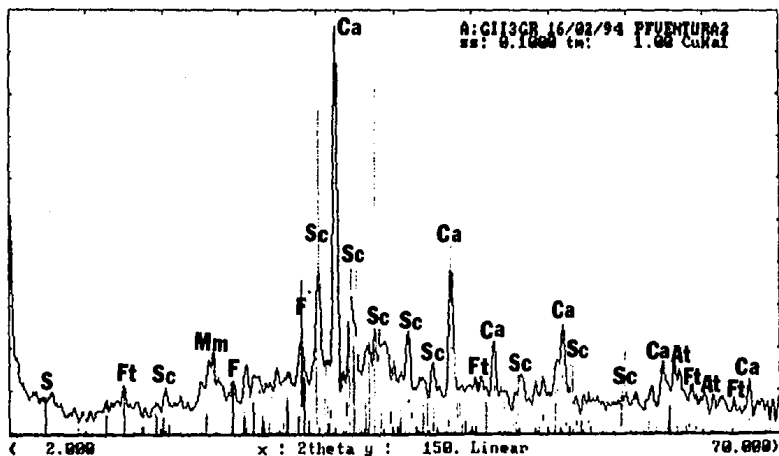


Figura 3.14 Difractograma de rayos X donde se observan los grupos característicos de la muestra como son dolomita (Ca); illita (Mm); anortita (F); saponita (S); silicato tricálcico (Sc); silicato dicálcico y aluminato tricálcico (At) y ferroaluminato tetracálcico (Ft).

Muestra procedente del estado de Guanajuato composición: 4 % de cemento + 6 % de arcilla

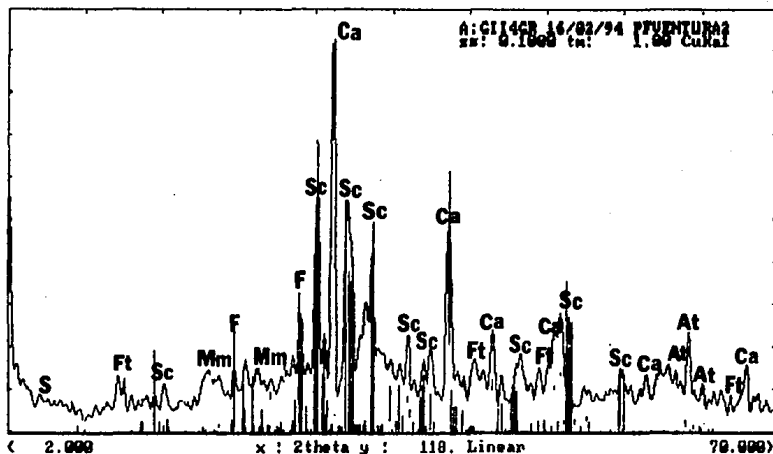


Figura 3.15 Difractograma de rayos X donde se observan los grupos característicos de esta muestra como es montmorillonita (S); cristobalita (Cr); cuarzo (Q); heulandita (Z); anortita (F); silicato dicálcico (Sc); silicato dicálcico y aluminato tricálcico (At) y ferroaluminato tetracálcico (Ft).

Muestra procedente del estado de Guanajuato composición: 10 gr. de arcilla + 19 ml copolimero diluido (10 ml de copolimero + 90 ml de H₂O)

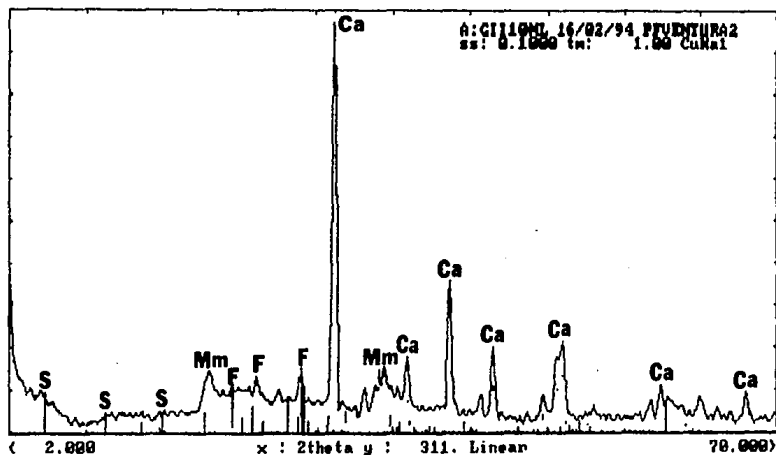


Figura 3.16 Difractograma de rayos X donde se observan los grupos característicos de esta muestra como es dolomita (Ca), illita (Mm), anortita (F) y saponita (S).

Muestra procedente del estado de Guanajuato composición: 10 gr. de arcilla + 17 ml copolímero diluido (5 ml de copolímero + 95 de H₂O).

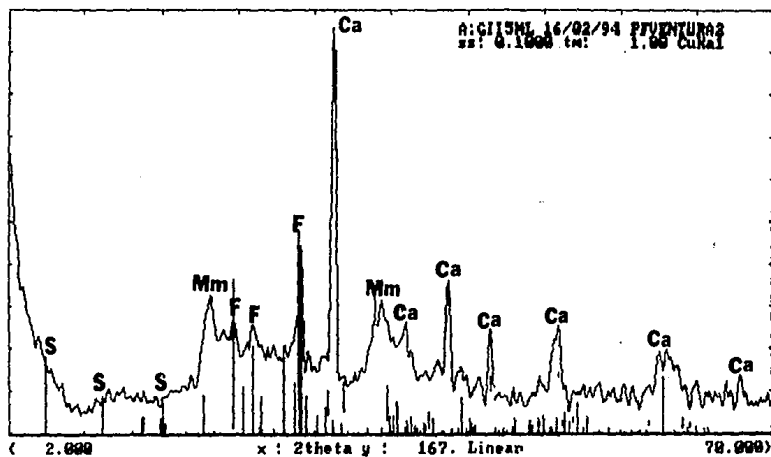


Figura 3.17 Difractograma de rayos X donde se observan los componentes característicos de la muestra como es dolomita (Ca), illita (Mm), anortita (F) y saponita (S).

Se presenta una tabla en el cual se muestran los grupos característicos de cada una de las 8 muestras modificadas:

MUESTRA	COMBINADA CON	CONTENIDO
G U A N A J U A T O	CEMENTO	saponita, anortita, dolomita, illita, silicato dicálcico y aluminato tricálcico, silicato tricálcico, ferroaluminato tetracálcico.
	COPOLÍMERO	saponita, anortita, dolomita e illita.
G U E R R E R O	CEMENTO	montmorillonita, cristobalita, cuarzo, heulandita, anortita, silicato dicálcico y aluminato tricálcico, silicato tricálcico, ferroaluminato tetracálcico.
	COPOLÍMERO	montmorillonita, cristobalita, cuarzo, heulandita, anortita.

Tabla 3.6 se muestra el contenido mineralógico de las muestras modificadas.

En la difracción de los rayos X técnica⁽¹⁾ que nos dió la información de los minerales cristalinos característicos de las muestras, como es en el caso de Guerrero: montmorillonita, anortita, heulandita, cristobalita y cuarzo. Y para la muestra de Guanajuato se encontró: saponita, anortita, illita y dolomita. La espectroscopía infrarroja es una técnica complementaria al estudio realizado por los rayos X debido a que se encontró en los espectros de infrarrojo minerales no identificados en los difractogramas de los rayos X como es, en la muestra de Guerrero se encontró sanidina correspondiente al grupo de los feldspatos y en la muestra de Guanajuato se encontró cuarzo perteneciente al grupo de las sílice y sanidina perteneciente al grupo de los feldspatos. Obteniendo las tablas 3.7 a) y 3.7 b):

GRUPO	INFRARROJO	RAYOS X
SMECTITA	Montmorillonita	Montmorillonita
FELDESPATOS	Anortita, sanidina	Anortita
SILICE	Cuarzo, cristobalita	Cuarzo, cristobalita
ZEOLITA	Heulandita	Heulandita

Tabla 3.7 a) Grupos característicos respecto a la muestra de Guerrero

GRUPO	INFRARROJO	RAYOS X
SMECTITA	Saponita	Saponita
FELDESPATOS	Anortita, sanidina	Anortita
MICA	Illita	Illita
SILICE	Cuarzo	
CARBONTOS	Dolomita	Dolomita

Tabla 3.7 b) Grupos característicos respecto a la muestra de Guanajuato

En base a la espectroscopía infrarroja y a la difracción de los rayos X decimos que la muestra del estado de Guerrero pertenece a una bentonita sódica y la muestra del estado de Guanajuato pertenece a una bentonita cálcica. A continuación se muestra la tabla 3.8 que representa los grupos característicos encontrados en ambas técnicas para las dos muestras:

MUESTRA	GRUPO MINERALOGICO	TIPO DE ARCILLA
Guerrero	Smectita: Montmorillonita Feldespato: Anortita y sanidina Zeolita: Heulandita Sílice: Cuarzo y cristobalita	Bentonita Sódica
Guanajuato	Smectita: Saponita Feldespato: Anortita y sanidina Sílice: Cuarzo Mica: Illita Carbonatos: Dolomita	Bentonita Cálcica

3.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Técnica experimental para este análisis:

La metodología de preparación de las muestras para la caracterización en el SEM es importante, ya que de aquí dependen la obtención de buenos resultados. El procedimiento que se siguió en la preparación de la muestra fué el siguiente:

- 1.- Se tomaron pequeños trozos de la muestra.
- 2.- La muestra se colocó sobre barras cilíndricas de latón, adheriéndose por medio de una película delgada de pintura de plata.
- 3.- La muestra se recubrió con una película delgada de oro por el método de Sputtering.
- 4.- Las muestras se colocaron en una caja petri hasta su observación en el SEM.

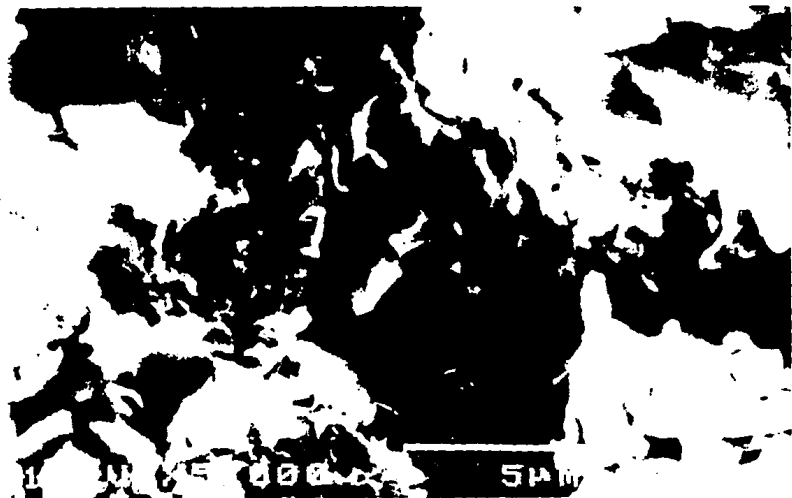
En el presente trabajo se utilizó un microscopio JSM-5300 del IFUNAM en el cual se emplearon voltajes de aceleración de 15, 20 y 25 kv.

Resultados obtenidos a la aplicación de esta técnica:

La caracterización de las muestras observadas através del SEM consistió en la descripción de la morfología y tamaño de las estructuras tomadas en la superficie de las muestras.

Información previa (1) del estudio de las muestras sin modificar que presentarán expansión por Microscopía Electrónica de Barrido:

Muestra procedente de Guerrero



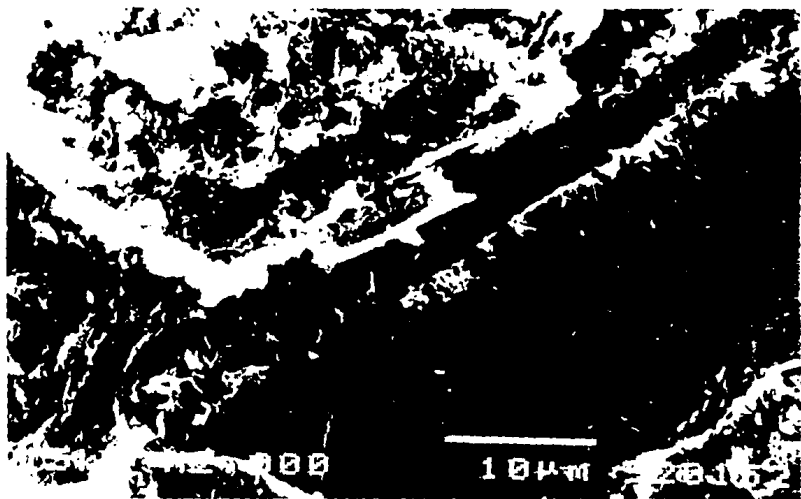
Fotografía 3.1 Se presenta una estructura de forma no definida a 5 000x, con mucha rugosidad y porosidad.



Fotografía 3.2 Enfoque de otra zona de la muestra procedente de Guerrero observando estructuras en forma de capas a 5 000x. Presenta linealidad entre capas en el extremo izquierdo. La perpendicularidad de la estructura cristalina corresponde con la porción cristalina derecha (región clara).

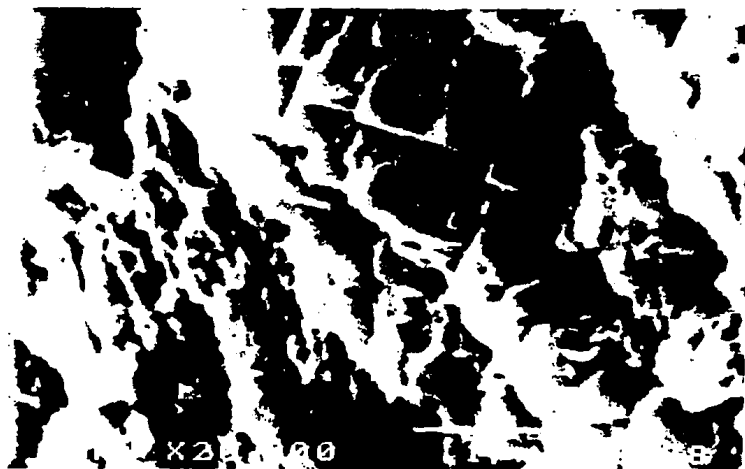


Fotografía 3.3 Enfocando otra zona observando estructura en forma de capas a 10 000x.



Fotografía 3.4 Otro enfoque de la muestra de Guerrero, observando estructura en forma de hojas incrustadas de la fase aparentemente amorfa a 2 000x.

Muestra procedente de Gunnajuato



Fotografía 3.5 En esta fotografía se aparece en el centro la linealidad de los cristales bien definidos, emergiendo de una mesostasis granular que se observa a ambos lados de los cristales a 20 000x.

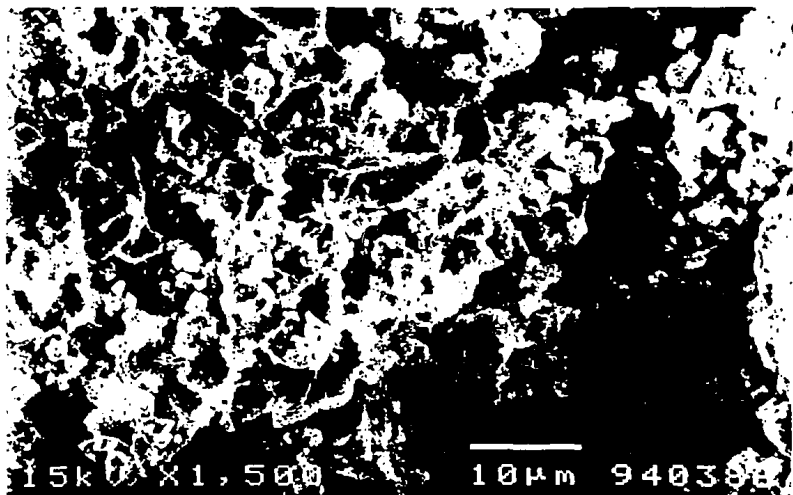


Fotografía 3.6 Acercamiento de otra zona perteneciente a la misma muestra en el que se presentan formas cristalinas bien definidas, sobre todo en el centro de la fotografía. Los minerales sin forma de menor tamaño están incrustados sobre las caras de los cristales bien definidos a 20 000x.

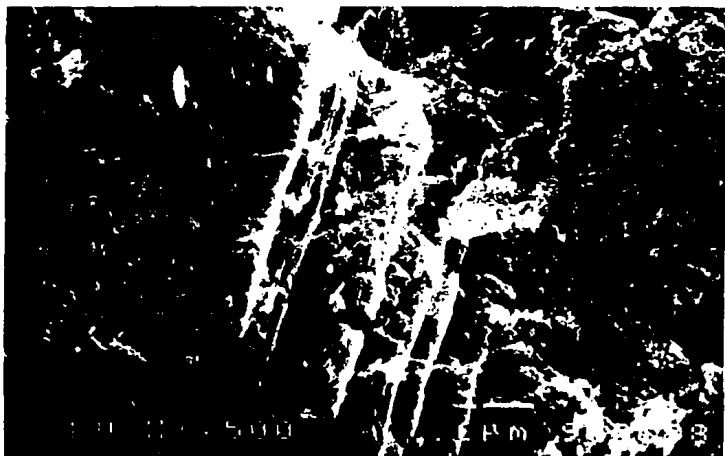


Fotografía 3.7 Detalle de la fotografía anterior. Se observan en el centro los cristales en forma rómbica en menor proporción con respecto a las estructuras en forma de hojuelas a 15 000x.

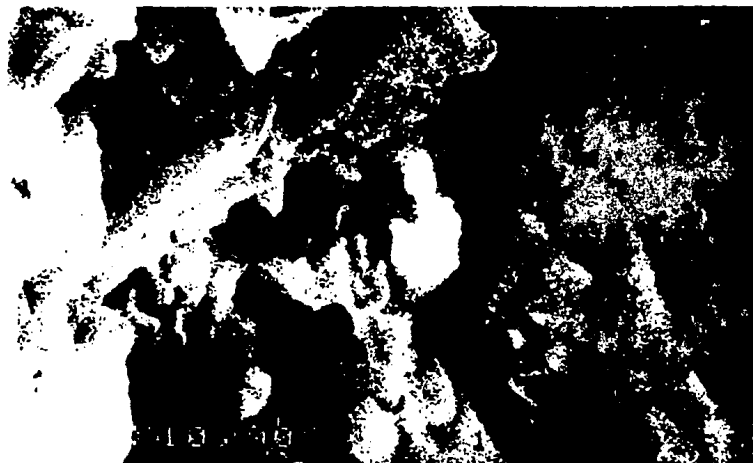
Muestra del cemento sólido sin hidratar



Fotografía 3.8 Un aspecto general observándose estructuras del orden de 10 µm. no presenta rasgos uniformes a 1 500x.



Fotografía 3.9 Otro aspecto del cemento Portland sin hidratar, donde se observa con mayor detalle una de las estructuras el cual presenta forma de hojas en un arreglo estratificado a 7 500x

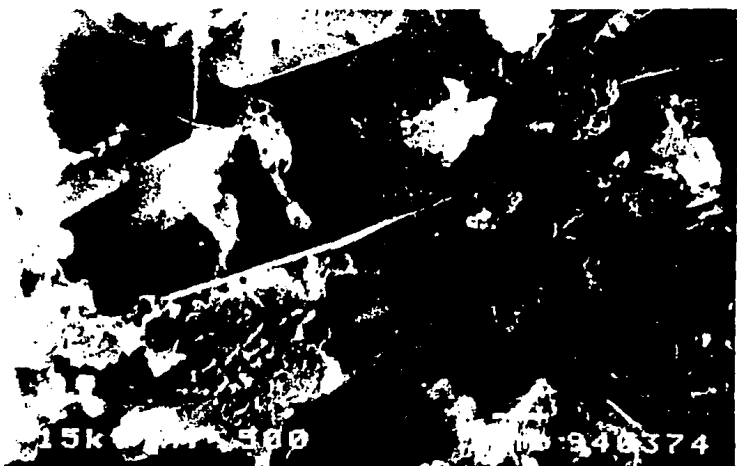


Fotografía 3.10 Otro aspecto encontrando estructuras a 10 000x de diferentes tamaños encimados unos con otros.

Muestra del cemento sólido hidratado



Fotografía 3.11 Un aspecto general a 2 000x observándose el crecimiento de los cristales con diámetros de 2 μm . hasta 1 μm .

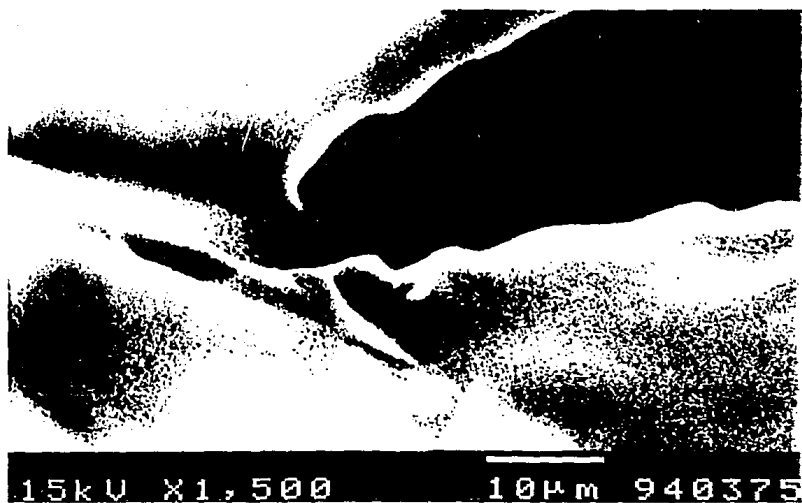


Fotografía 3.12 Se muestra una ampliación de la fotografía anterior a 7 500x observándose dos fases una de aglomerados y otra de filamentos que tienen diámetros de 0.2 hasta 1.8 μm .

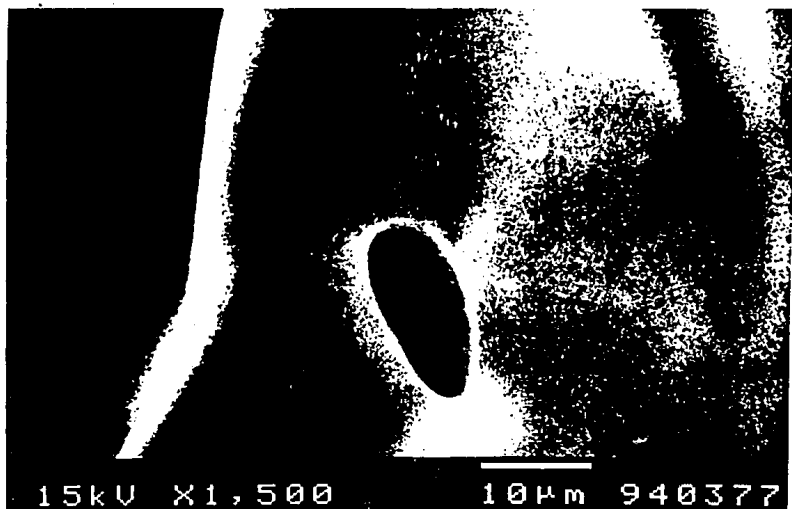


Fotografía 3.13 En enfoque de otra área a 35 000x del cemento Portland hidratado con la existencia de filamentos parte derecha con diámetros de 0.11 μm . hasta 1 μm ., observándose a la izquierda un aglomerado que no presenta forma.

Muestra del copolimero concentrado



Fotografía 3.14 Un aspecto general observándose superficies planas que en la parte inferior se nota una zona rugosa a l 500x.



Fotografía 3.15 Al acercarnos a una capa a 1 500x de la zona anterior, se observa que el copolímero muestra una superficie bastante plana con algunas irregularidades.

Muestras procedentes del estado de Guanajuato

Composición: 3 % de cemento + 7 % de la arcilla



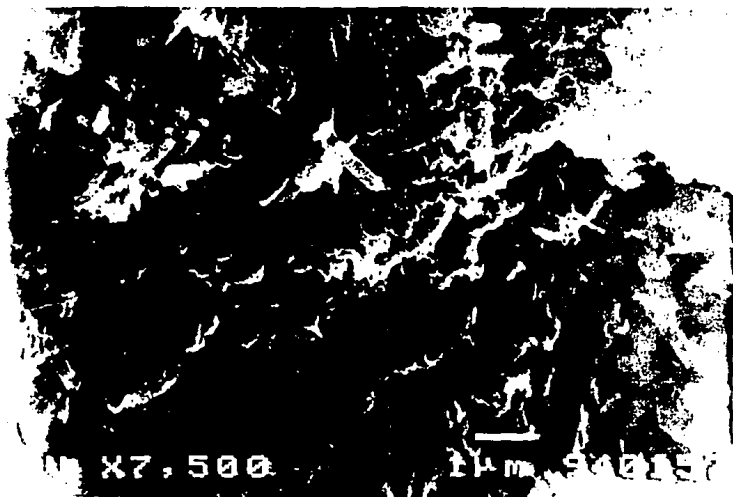
Fotografía 3.16 En este aspecto general. Se observan aglomerados de 2.6 μm . a 13.3 μm . y la existencia de porosidad desde 0.66 hasta 7.3 μm . en promedio a 2 000x.



Fotografía 3.17 Detalle de la fotografía anterior a 7 500x en la parte izquierda se observa la formación de filamentos. Y en la parte derecha aglomerados hasta de 6.6 μm .

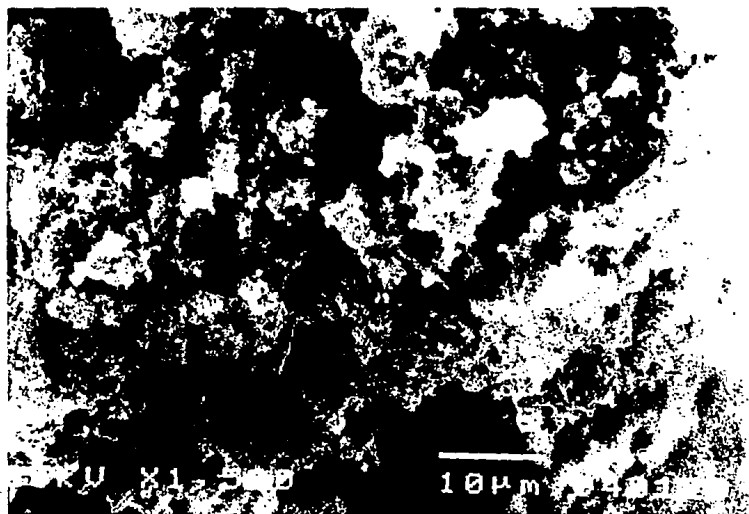


Fotografía 3.18 Detalle en el que se observan los filamentos tubulares formados en la modificación de la muestra de $0.15\ \mu\text{m}$. hasta $0.19\ \mu\text{m}$. a $35\ 000\times$.

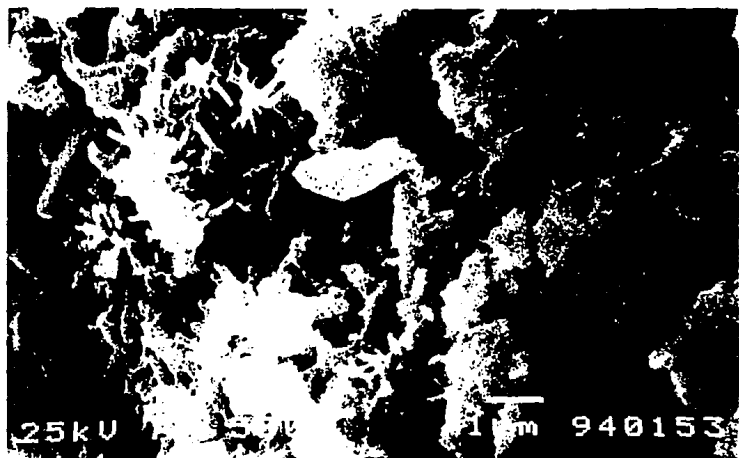


Fotografía 3.19 Enfoque de otra área en un acercamiento a 7 500x. En donde se observa que gran parte de los aglomerados presentes son filamentos tubulares que son de 0.33 μm . hasta 0.5 μm . originados por la modificación.

Muestra de Guanajuato composición: 4 % de cemento + 6 % de arcilla



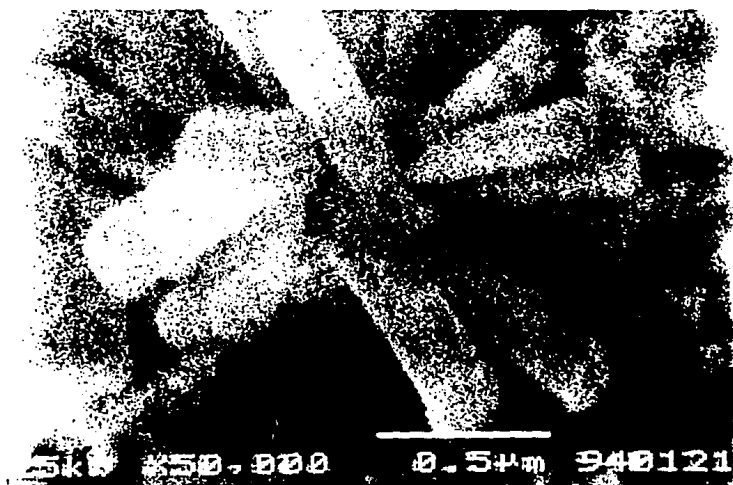
Fotografía 3.20 En este aspecto general se observa la abundancia de aglomerados de diversos tamaños de 1.66 hasta 11.66 μm , con porosidades alrededor de 0.83 hasta 8.33 μm a 1 500x.



Fotografía 3.21 En un acercamiento a 7 500x de otra area de la misma muestra, se distinguen los filamentos en la superficie de los aglomerados de 0.166 a 0.5 μm , y la existencia de porosidades de 0.33 hasta 2.5 μm .

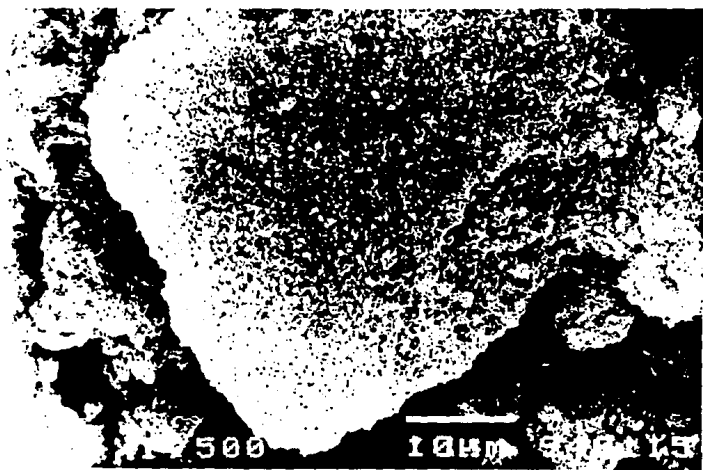


Fotografía 3 22 Un detalle de la fotografía anterior al acercarnos a los filamentos a 15 000x se observa que en su mayoría son tubulares y que se encuentran unidos en forma muy compacta y que tienen diámetros de 0.09 hasta 0.54 μm .

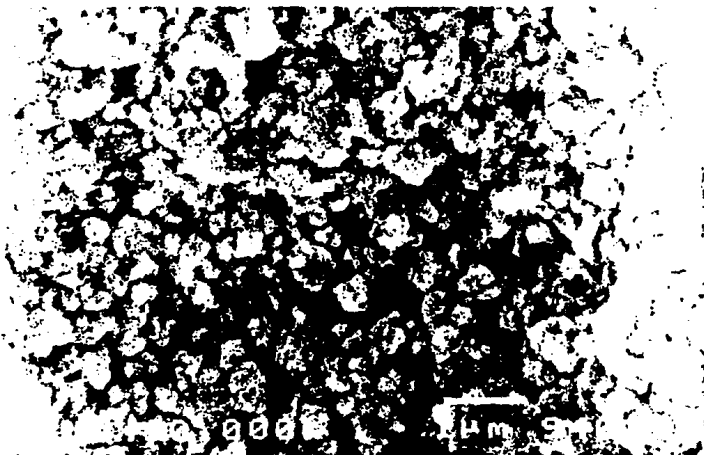


Fotografía 3.23 Al realizar un acercamiento a 50 000x de los filamentos se observa que están unidos en forma de estrella y presentan diámetros de 0.1 hasta 0.25 µm

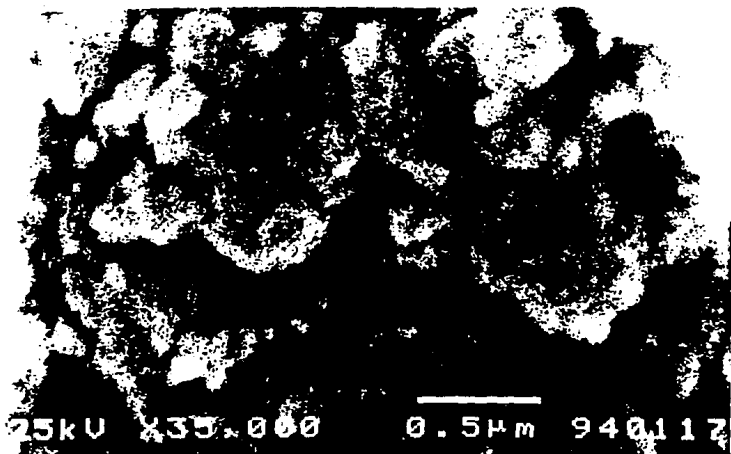
Muestra de Guanajuato composición: 5 % de copolímero + 95 % de agua + 10 gr. de arcilla



Fotografía 3.24 En este aspecto general se ve la existencia del agrupamiento de aglomerados de 1.66 μm . a 46.66 μm . a 1 500x.



Fotografía 3.25 Detalle de la fotografía anterior, acercándonos a 10 000x se observa la existencia de porosidad de 0.5 hasta 0.125 μm . y la compactación de los aglomerados existentes de 0.125 a 0.875 μm .



Fotografía 3.26 Detalle de la fotografía anterior, acercándonos a 35 000x en donde se observa la unión de los aglomerados obteniéndose tamaños de 0.11 a 1.53 μm formando uno mayor. Con existencia de porosidades alrededor de 0.038 a 0.384 μm .



Fotografía 3.27 Realizando otro enfoque de otra área a 7 500x de la misma muestra, se observa que la muestra original (los cristales) son cubiertos por el copolímero.

Muestra de Guanajuato composición: 10 % copolímero + 90 % agua + 10 gr. arcilla



Fotografía 3.28 En este aspecto general. Se presenta la unión de pequeños aglomerados de 0.66 hasta 5.33 μm . y la existencia de pequeños poros de 0.66 a 4 μm . a 2 000x



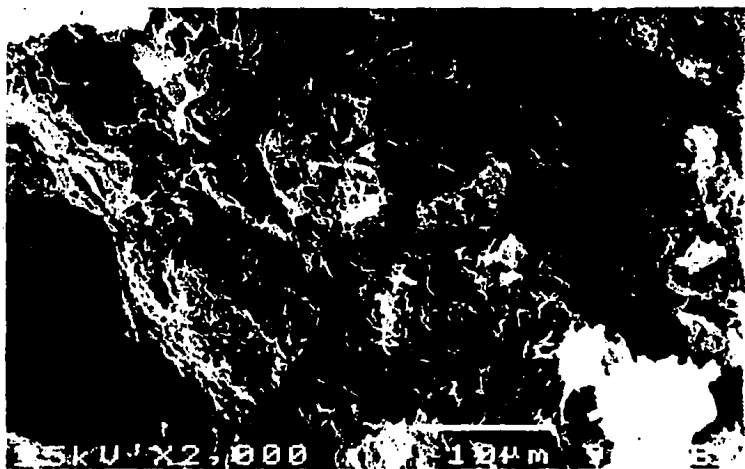
Fotografía 3.29 Realizando un acercamiento a la fotografía anterior observamos que la porosidad es cubierta por pequeños aglomerados a la izquierda. Teniendo los aglomerados tamaños hasta $4.20 \mu\text{m}$. a $10\ 000\times$.



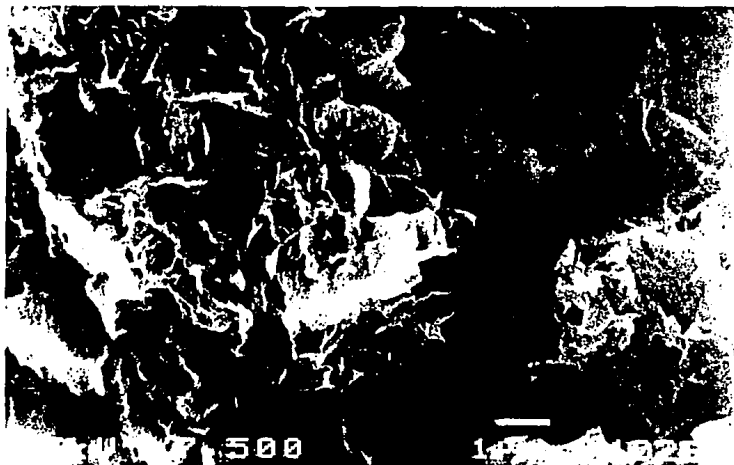
Fotografía 3.30 Detalle de la fotografía anterior en un acercamiento a 35 000x.
Se observa la acumulación de aglomerados.

Muestras procedentes del estado de Guerrero

Composición. 3 % cemento -- 7 % de muestra



Fotografía 3.31 Un aspecto general a 2 000x observándose la porosidad de 0.60 hasta 2.00 μm obteniéndose una estructura sin forma, con aglomerados de 0.60 a 8.60 μm



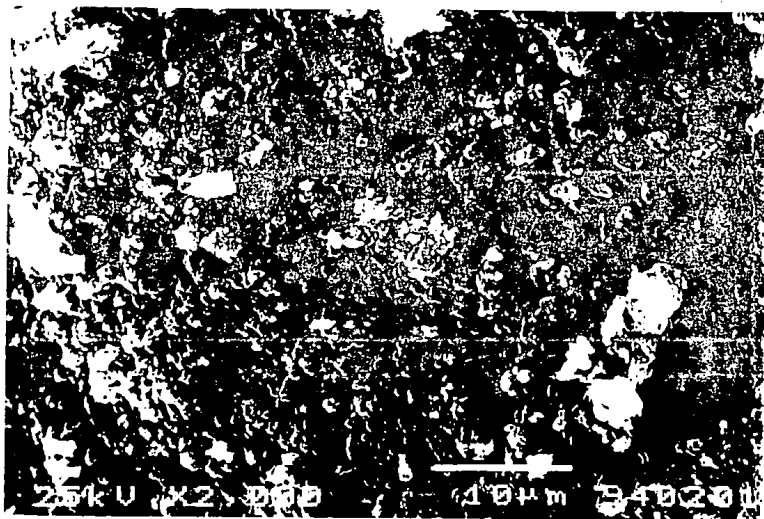
Fotografía 3.32 Detalle de la fotografía anterior a 7 500x la abundancia de porosidad y la formación de aglomerados hasta de 8.33 μ m en forma de hojas.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

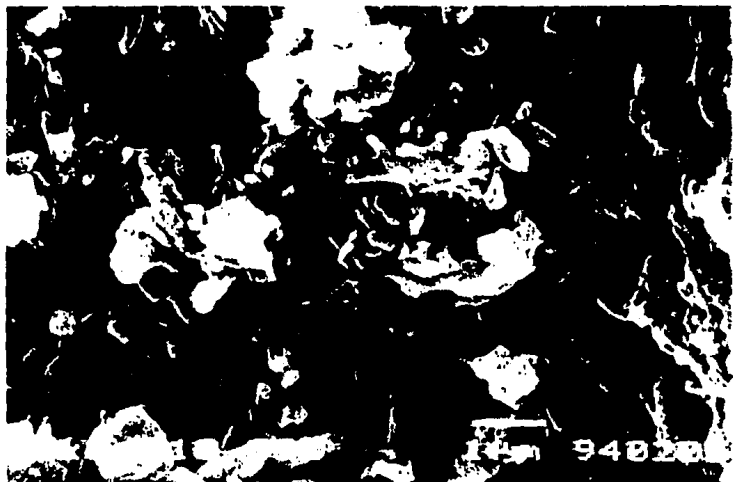


Fotografía 3.33 Al realizar un acercamiento a 20 000x en la fotografía anterior, se observa la unión de las hojas.

Muestra de Guerrero composición: 4 % cemento + 6 % de arcilla.



Fotografía 3.34 Un aspecto general a 2 000x observándose aglomerados de 0.66 a 5.33 μm . y porosidades a los alrededores de 0.66 a 2 μm .



Fotografía 3.35 Al realizar un acercamiento a 10 000x de otra area de la misma muestra se observa que los aglomerados están compuestos por uniones de filamentos. Estos aglomerados presentan tamaños de 2.14 a 0.14 μm . y porosidades de 0.14 a 1 μm . en promedio.

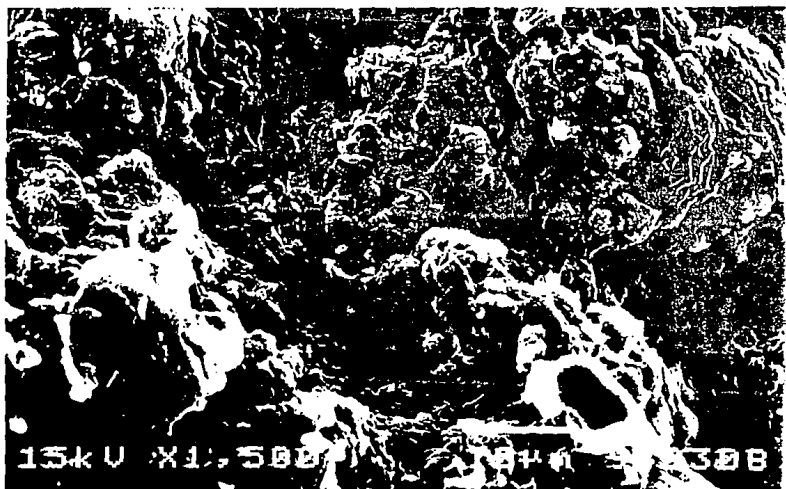


Fotografía 3.36 Detalle de la fotografía anterior, al realizar un acercamiento se observa la unión de los filamentos de 0.11 a 0.19 μm . a 35 000x.

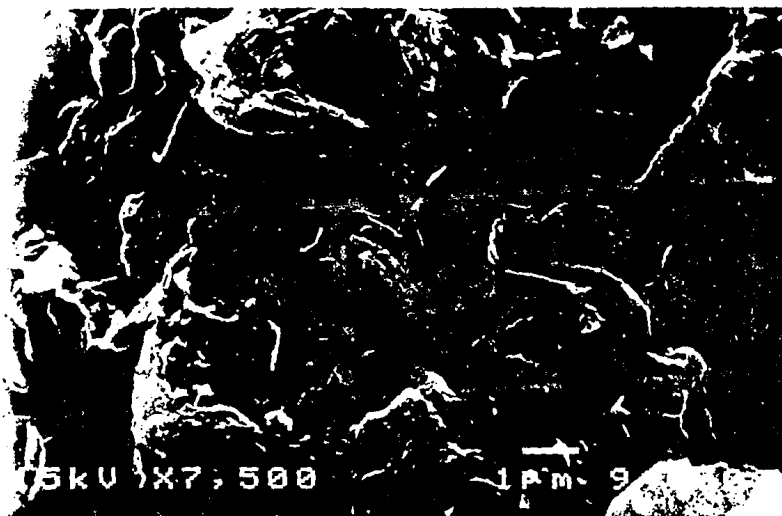


Fotografía 3.37 En un acercamiento de otra zona a 10 000x se observan aglomerados de 0.14 a 1.14 μm , con porosidades alrededor de 0.14 a 1 μm .

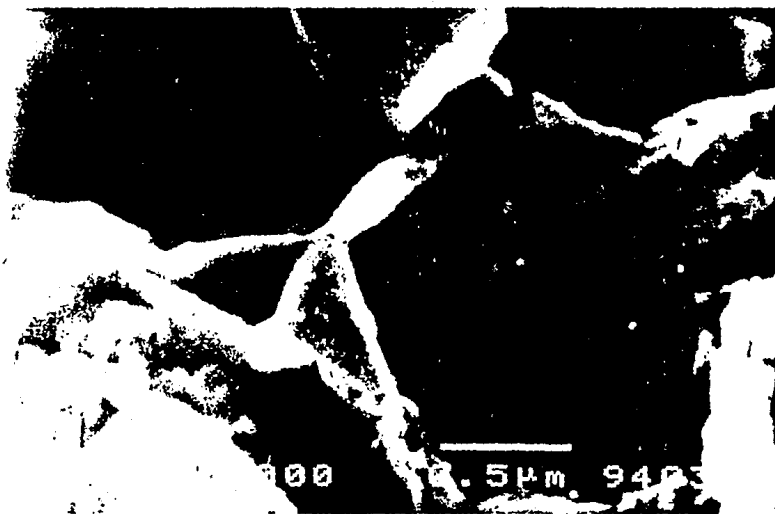
Muestra de Guerrero composición: 10 gr. arcilla + 12 ml copolímero (90 % copolímero + 10 % agua)



Fotografía 3.38 A 1 500x en un aspecto general se observa la unión de aglomerados pequeños hasta de 0.9 μm .

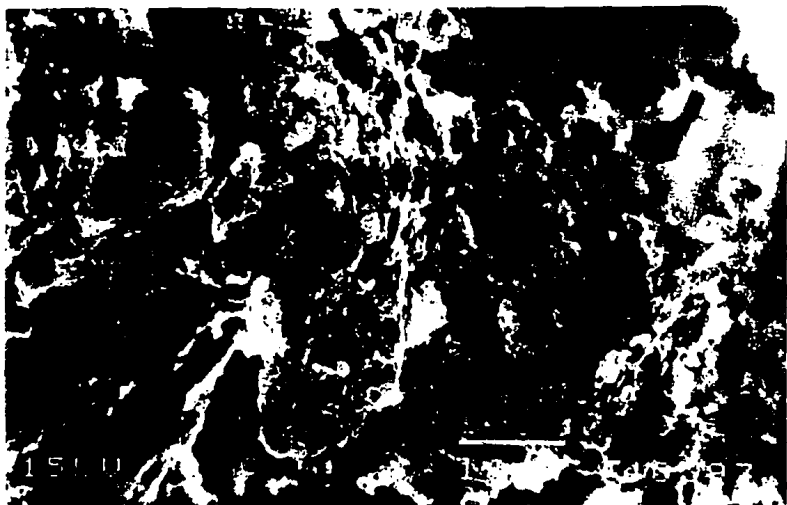


Fotografía 3.39 Detalle de la fotografía anterior, en un acercamiento a 7 500x en donde se observa la existencia de porosidad y gran rugosidad que corresponde al recubrimiento.

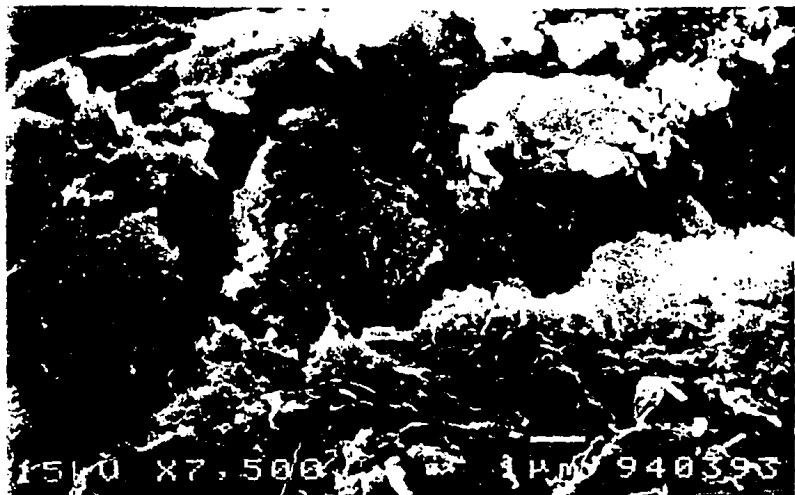


Fotografía 3.40 A 35 000x enfocando otra area de la misma muestra, se observan hojas encimadas mostrando formas ondulatorias.

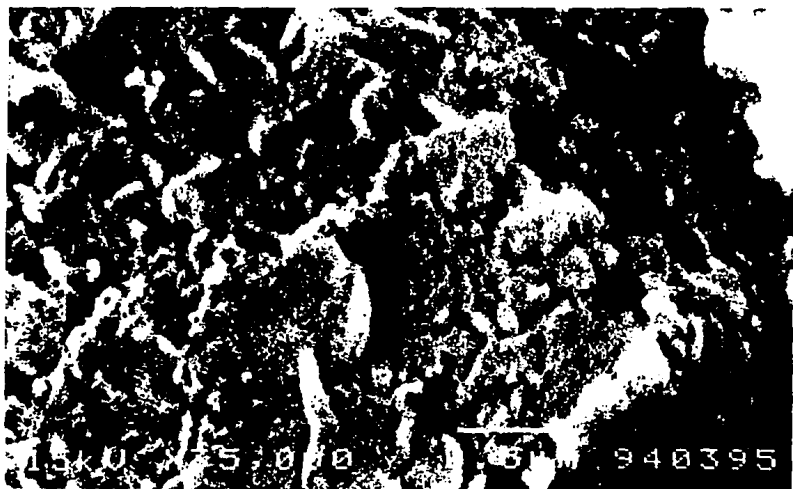
Muestra de Guerrero composición: 10 gr. arcilla + 10 ml de copolímero concentrado



Fotografía 3.41 Un aspecto general a l 500x observándose la porosidad alrededor de la muestra sin forma.



Fotografía 3.42 Se realizó un acercamiento a 7 500x, relacionado con la fotografía del aspecto general.



Fotografía 3.43 Al realizar un acercamiento a 35 000x se observa que dentro de los aglomerados hay existencia de porosidad.

En la Microscopía Electrónica de Barrido se observó el cemento Portland y el copolímero (acrilato de etilo- metilo), sin ser mezclados con las bentonitas, observando que para el cemento Portland se encontró estructuras sin forma del orden de 10 μm a 1 500x y acercándonos a 7 500x se observan hojas encimadas. Se colocó un trozo de cemento hidratado con un tiempo de curado de una semana observándose en el microscopio el crecimiento de los cristales a 2 000x, al realizar un acercamiento a 35 000x encontramos que los cristales tienen forma de filamentos que van de 0.11 μm . a 1 μm de diámetro.

En el caso del copolímero encontramos que esta compuesto por capas planas con rugosidades a 2 00x. En cuanto a las bentonitas sin modificar se encontró⁽¹⁾ para la muestra de Guerrero estructuras sin forma no definida a 5 000x, estructuras en forma de hojas incrustadas a 2 000x, abundancia de porosidad con estructuras en forma de capas a 10 000x, mientras que para la muestra de Guanajuato se encontró linealidad de cristales bien definidos a 20 000x, estructuras cristalinas bien definidas en forma rómbica y en menor proporción estructuras en forma de hojuelas a 15 000x.

Para las muestra ya modificadas con cemento Portland y copolímero en emulsión (acrilato de etilo- metilo) se encontró la siguiente información tabla 3.9:

COMPONENTE	ESTRUCTURA	TAMAÑO (μm)	AUMENTOS
GUANAJUATO			
3 % cemento	Aglomerados	2.6 a 13.3	2 000x
	Filamentos	0.15 a 0.19	35 000x
4 % cemento	Aglomerados	1.66 a 11.66	1 500x
	Filamentos	0.09 a 0.54	15 000x
5 % copolímero	Aglomerados	1.66 a 46.66	1 500x
	Aglomerados	0.11 a 1.53	35 000x
10 % copolímero	Aglomerados	0.66 a 5.33	2 000x
	Aglomerados	hasta 3.46	35 000x
GUERRERO			
3 % cemento	Aglomerados	0.66 a 8.66	2 000x
	Aglomerados	hasta 3.0	20 000x
4 % cemento	Aglomerados	0.66 a 5.33	2 000x
	Filamentos	0.11 a 0.19	35 000x
90 % copolímero	Aglomerados	0.90 a 16.66	2 000x
	Hojas encimadas		35 000x
100 % copolímero	Aglomerados	0.83 a 12.5	15 000x
	Aglomerados	hasta 0.5	35 000x

3.5 GRAFICAS OBTENIDAS DE LA HIDRATACION DE LAS ARCILLAS GUERRERO SIN MODIFICAR

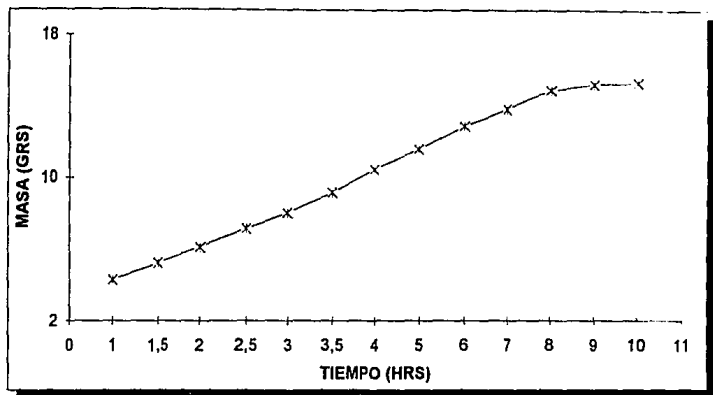


Figura 3.18 a)

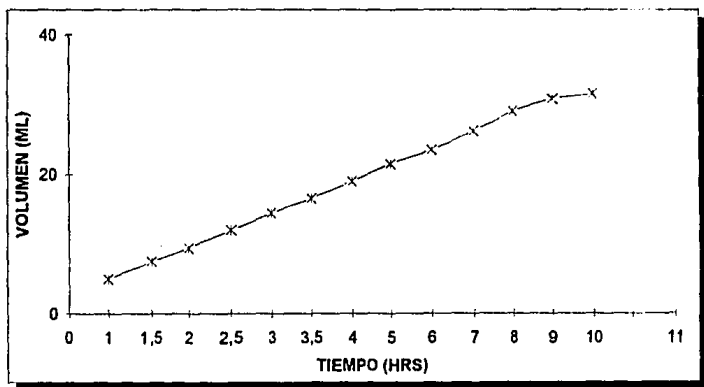


Figura 3.18 b)

GUERRERO 3 GRS DE CEMENTO +7 GRS DE ARCILLA

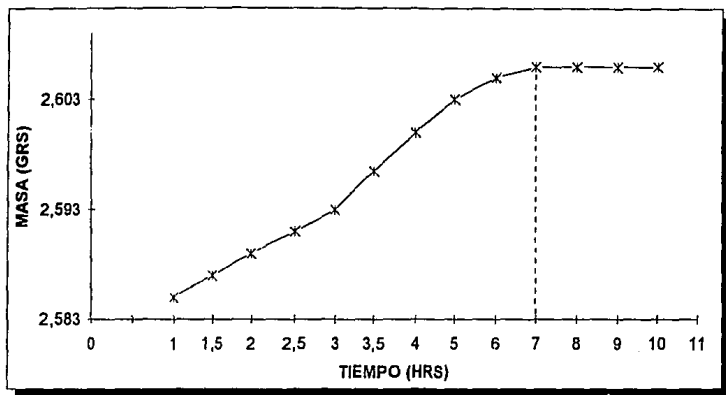


Figura 3.19 a)

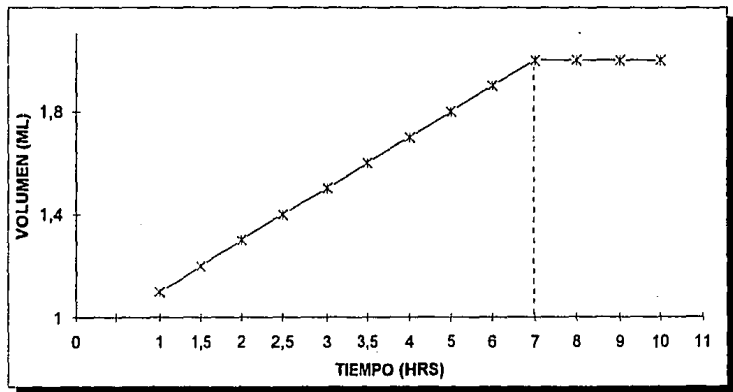


Figura 3.19 b)

GUERRERO 4 GRS DE CEMENTO + 7 GRS DE ARCILLA

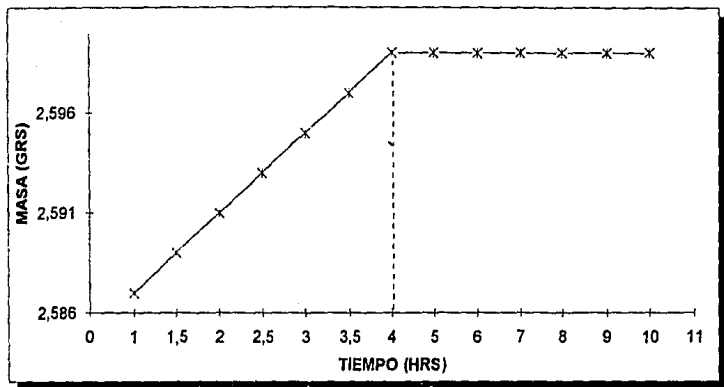


Figura 3.20 a)

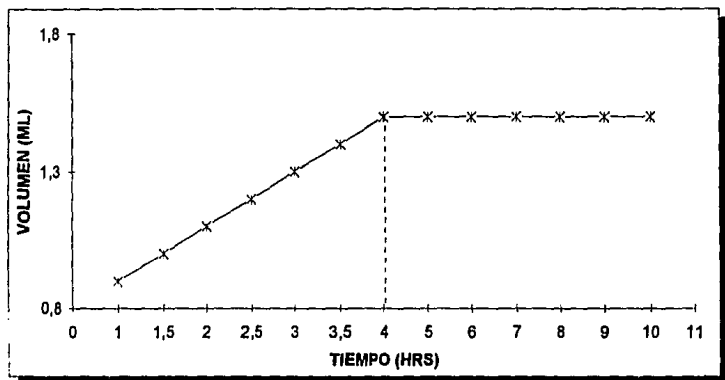


Figura 3.20 b)

GUERRERO 90 ML DE COPOLÍMERO + 10 GRS DE ARCILLA

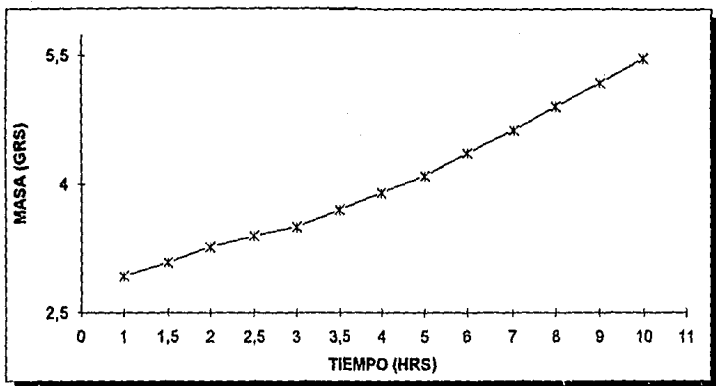


Figura 3.21 a)

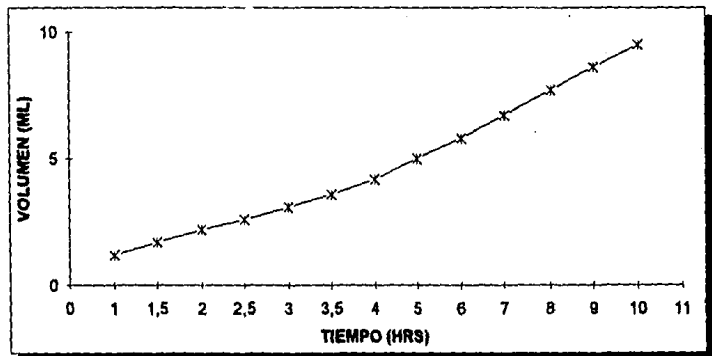


Figura 3.21 b)

GUERRERO 12 ML DE COPOLÍMERO CONC. + 10 GRS DE ARCILLA

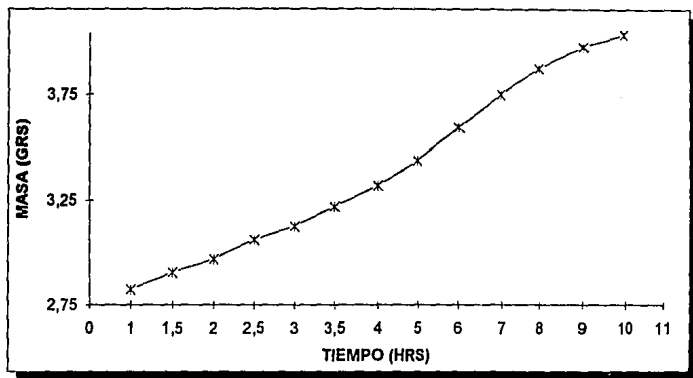


Figura 3.22 a)

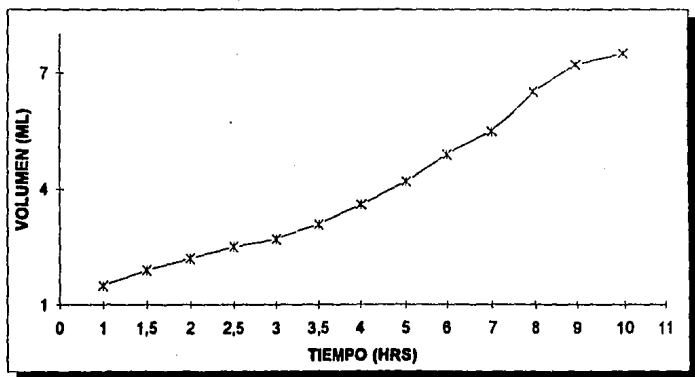


Figura 3.22 b)

GUANAJUATO SIN MODIFICAR

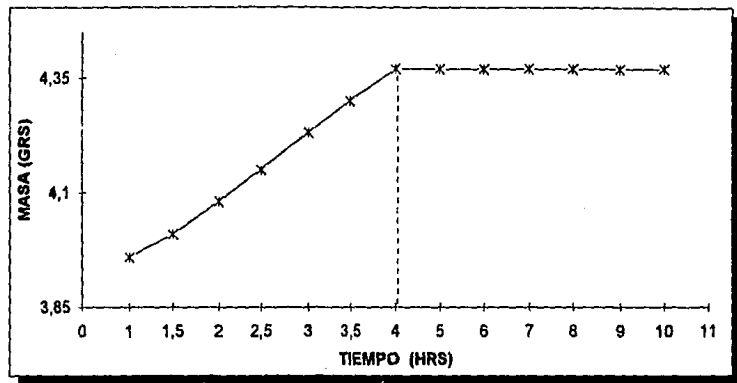


Figura 3.23 a)

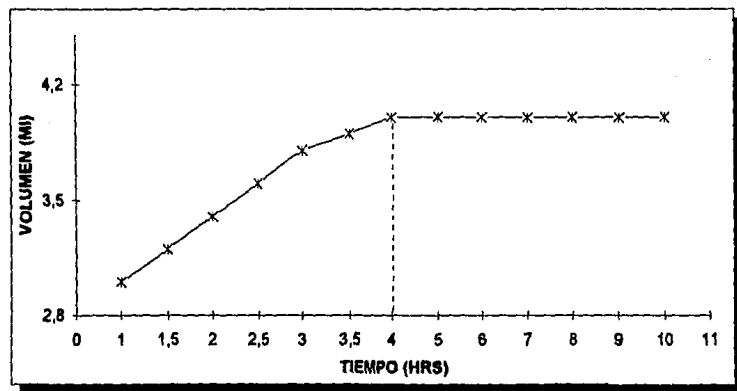


Figura 3.23 b)

GUANAJUATO 3 GRS CEMENTO + 7 GRS DE ARCILLA

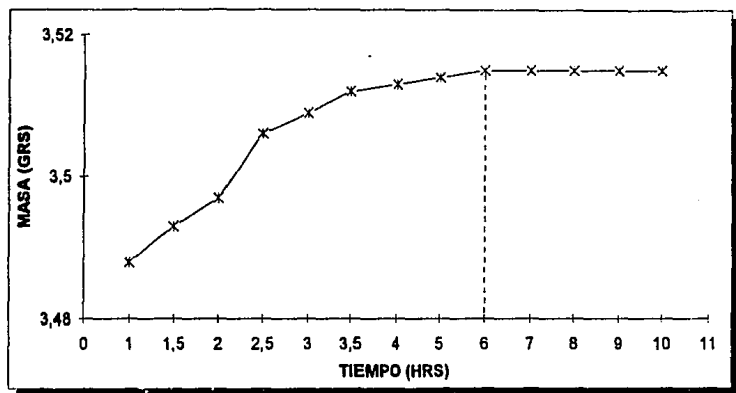


Figura 3.24 a)

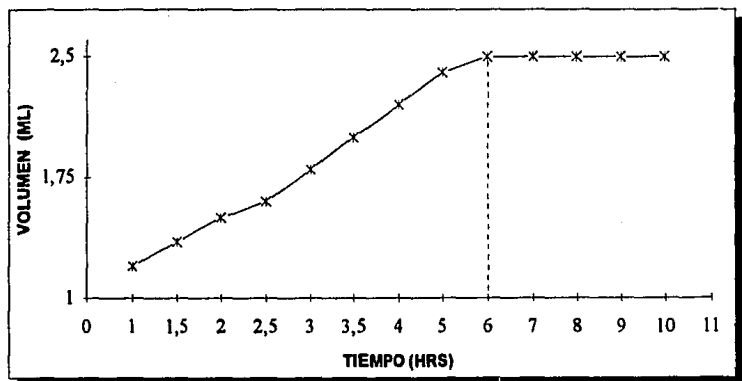


Figura 3.24 b)

GUANAJUATO 4 GRS CEMENTO + 6 GRS DE ARCILLA

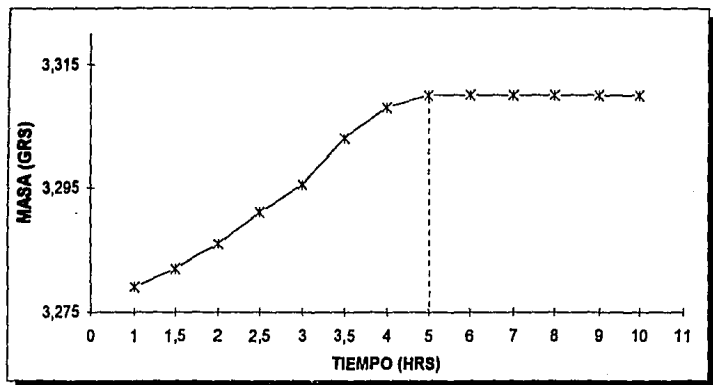


Figura 3.25 a)

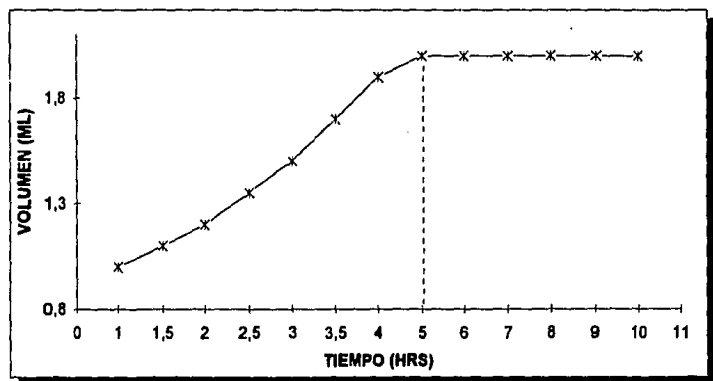


Figura 3.25 b)

GUANAJUATO 5 ML DE COPOLÍMERO + 10 GRS DE ARCILLA

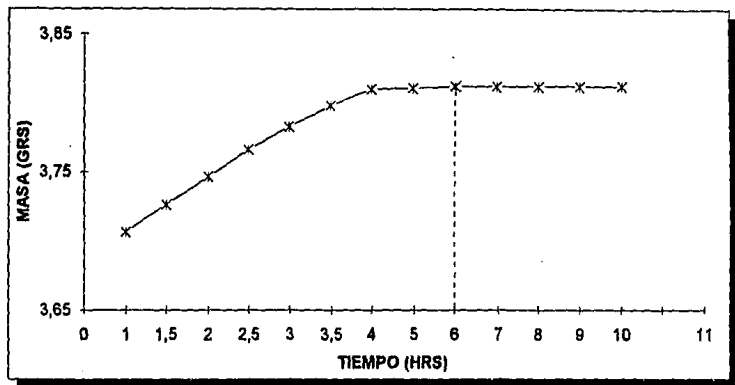


Figura 3.26 a)

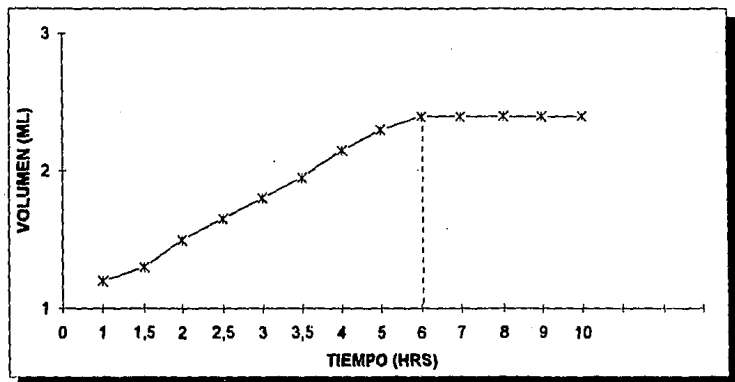


Figura 3.26 b)

GUANAJUATO 10 GRS DE ARCILLA + 10 ML DE COPOLÍMERO

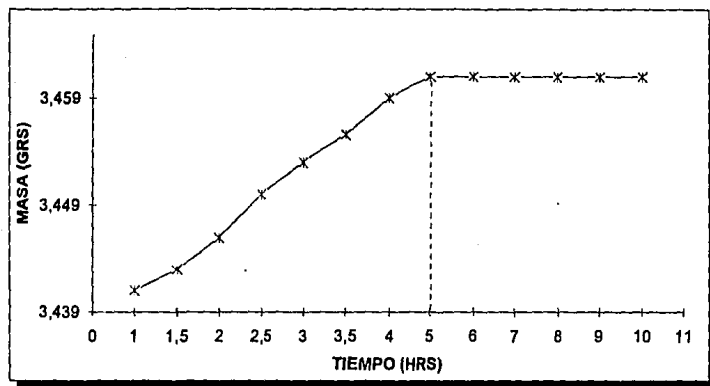


Figura 3.27 a)

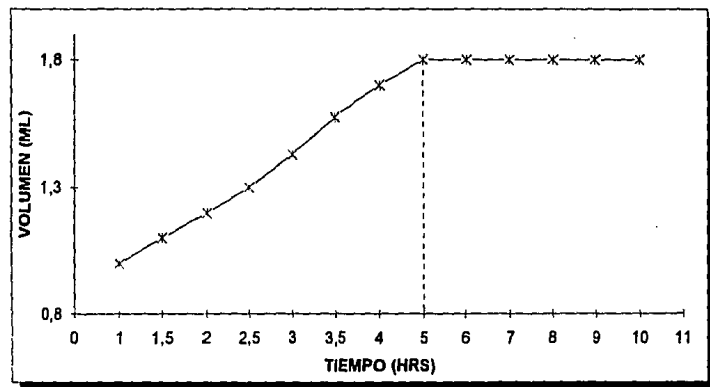


Figura 3.27 b)

En referencia a cada una de las graficas de hidratación podemos decir para cada una de ellas lo siguiente:

Para las muestras correspondientes al estado de Guerrero sin modificar:

Se presentan un fenómeno ascendente con una tendencia a ser constante, ver figura 3.18 a).

Se observa un fenómeno en aumento con tendencia a ser constante, ver figura 3.18 b).

Para las muestras de Guerrero: 3 grs. de cemento + 6 grs. de arcilla + 6 ml de agua:

Se presenta un movimiento ascendente uniforme hasta las 7 Hrs. siendo después constante la masa, ver la figura 3.19 a).

Se presenta un movimiento uniforme ascendente hasta las 7 Hrs. siendo constante el volumen posteriormente, ver figura 3.19 b).

Para las muestras del estado de Guerrero: 4 grs. de cemento + 7 grs. de arcilla + 6 ml de agua:

Se observa un aumento uniforme de masa hasta las 4 Hrs. después de esta hora se presenta una recta constante es decir ya no hay aumento en la masa. ver figura 3.20 a).

Se observa un aumento de volumen lineal hasta las 4 Hrs. siendo constante posteriormente, ver figura 3.20 b).

Para las muestras de Guerrero: 10 grs. de arcilla + 12 ml de (90 ml de copolímero + 10 ml de agua):

Se presenta un aumento en la masa hasta las 10 Hrs., ver figura 3.21 a).

Se observa un crecimiento en el volumen hasta las 10 Hrs. tendiendo a ser prolongado, ver figura 3.21 b).

Para las muestras de Guerrero: 10 grs. de arcilla + 10 ml de copolímero concentrado.

Se observa un crecimiento ascendente en la masa hasta las 10 Hrs. tendiendo a ser constante, ver figura 3.22 a).

Se tiene un crecimiento ascendente en el volumen hasta las 10 Hrs. tendiendo a ser constante, ver figura 3.22 b).

Para las muestras de Guanajuato sin modificar:

Se presenta un aumento uniforme hasta las 4 Hrs. siendo la masa constante posteriormente, ver figura 3.23 a).

Se presentan un fenómeno ascendente hasta las 4 Hrs. siendo constante el volumen después de esta hora, ver figura 3.23 b).

Para las muestras de Guanajuato: 3 grs. de cemento + 6 grs. de arcilla + 10 ml de agua.

Se observa un aumento hasta las 6 Hrs. siendo constante la masa posteriormente, ver figura 3.24 a).

Se observa un aumento lineal hasta las 6 Hrs. siendo después constante el volumen, ver figura 3.24 b).

Para las muestras de Guanajuato: 4 grs. de cemento + 7 grs. de arcilla + 10 ml de agua.
Como se aprecia se observan un movimiento ascendente hasta las 5 Hrs. siendo la masa constante posteriormente, ver figura 3.25 a).
Se observa un aumento del volumen hasta las 5 Hrs. siendo constante posteriormente, ver figura 3.25 b).

Para las muestras de Guanajuato: 10 grs. de arcilla + 19 ml de copolímero (5 ml de copolímero + 95 ml de agua);
Se presenta un crecimiento uniforme hasta las 6 Hrs. posteriormente es constante la masa, ver figura 3.26 a).
Se presentan un crecimiento del volumen hasta las 6 Hrs. siendo constante después de esta hora, ver figura 3.26 b).

Para las muestras de Guanajuato: 10 grs. de arcilla + 19 ml de copolímero (10 ml de copolímero + 90 ml de agua);
Se observa un aumento uniforme curvilíneo hasta las 5 Hrs. posteriormente la masa es constante, ver figura 3.27 a).
Se observa un aumento uniforme hasta las 5 Hrs. siendo constante el volumen posteriormente, ver figura 3.27 b).

Para la Bentonita sódica de Guerrero el control higroscópico se obtiene más rápido utilizando 4 % de cemento Portland en un tiempo de 4 hrs. , en cambio se observa una tendencia a ser constante utilizando el copolímero acrilato de etilo- metilo concentrado, para un tiempo de 10 hrs.

Para la bentonita cálcica de Guanajuato se obtiene un control higroscópico usando 4% de cemento Portland en un tiempo se 5 Hrs. en el caso del copolímero se controla empleando un 10 % en un tiempo de 5 hrs.
Esto se obtiene comparando con el menor uso de cemento Portland y copolímero, para cada caso respectivamente.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES Y APORTACIONES

En el presente trabajo se modificaron dos arcillas del tipo Bentonita empleando cemento Portland y copolímero acrilato de etilo-metilo a diferentes porcentajes, obteniendo así distinta información de cada una de las 10 muestras estudiadas.

La aplicación de la espectroscopía infrarroja en las dos arcillas nos permite detectar grupos químicos y fases que se encontraban en menor cantidad en las muestras, como es para el caso de Guerrero sanidina y para Guanajuato cuarzo y sanidina. Se encontró para ambas muestras la presencia de bióxido de carbono lo cual corresponde al medio ambiente por lo que es recomendable instalar una atmósfera inerte evitando así a existencia de esta banda. Conjuntando la información obtenida de esta técnica con la obtenida de los difractogramas de los rayos X, puede decirse que la muestra del estado de Guerrero se trata de una bentonita sódica y la muestra de Guanajuato una bentonita cálcica.

La capacidad que tienen las arcillas de expanderse o de contraerse en respuesta a la cantidad de agua o humedad que se tenga presente, nos lleva a realizar estudios de comportamiento térmico obteniendo que de acuerdo a la aplicación del TGA la bentonita cálcica tiene mayor cantidad de agua equivalente a un 7.586 % de la muestra totales intervalos de temperatura de 20 °C a 300 °C y es desprendida a una temperatura de 74.33 °C con respecto a la aplicación con el DTA, comparada con la bentonita sódica que contiene 5.627 % de agua en un intervalo de 20 °C a 300 °C y es desprendida a una temperatura de 76.92 °C.

El uso de los rayos X en las muestras modificadas nos permite ver que en la mezcla de cemento-arcilla y copolímero-arcilla no hay reacción química por lo que en cada difractograma de rayos X aparecen cada uno de los componentes característicos de cada una de las bentonitas y del cemento Portland. En el caso de las bentonitas modificadas con el copolímero acrilato de etilo-metilo se encontraron solamente los grupos característicos de las bentonitas debido a que el copolímero es amorfo.

En base al uso de la microscopía electrónica de barrido que nos proporciona la morfología y el tamaño de partícula, se puede observar en las bentonitas modificadas sus estructuras son cubiertas por el material empleado para su modificación tanto de cemento Portland como de copolímero acrilato de etilo-metilo, en los distintos porcentajes empleados como se muestra en la tabla 2.1. Esto se debe a que el tamaño de partícula de las arcillas es menor de 4 micras y del cemento Portland de 1 hasta 80 micras, por lo que sus tamaños de partícula dan lugar a que la estructura de las bentonitas se cubierta.

Referente al cemento se puede observar, que al hidratar esté con agua se obtiene el crecimiento de los cristales del cemento Portland obteniendo filamentos bien definidos como se observan en las fotografías 3.11. En el caso de la aplicación del copolímero acrilato de etilo-metilo concentrado, se observan estructuras en capas planas con presencia de rugosidades e irregularidades, como se presenta en la fotografía 3.15.

En la modificación de las arcillas se obtienen buenos resultados como se resume en la siguiente tabla 4.1:

PORCENTAJES DEL MATERIAL MODIFICADOR EMPLEADO	VOLUMEN (ml.) DESPUÉS DE 10 Hrs. DE ESTAR SUMERGIDA EN AGUA	PORCENTAJE CONTROLADO DE AGUA ABSORBIDA CON RESPECTO A LA ORIGINAL
GUERRERO		
Sin modificar	31.5	100
3 % cemento Portland	2.1	6.66
4 % cemento Portland	1.5	4.77
12 ml copolímero (90 ml copolímero + 10 ml agua)	9.5	30.16
10 ml de copolímero concentrado	7.5	23.81
GUANAJUATO		
Sin modificar	4	100
3 % cemento Portland	2.5	62.5
4 % cemento Portland	2	50
19 ml de copolímero (5 ml de copolímero + 95 ml de agua)	2.4	60
19 ml de copolímero (10 ml de copolímero + 90 ml de agua)	1.8	45

Como se puede mostrar se obtienen buenos resultados, en el caso del cemento Portland empleando un 4 % se está controlando hasta un 95 % y en el que se está utilizando copolímero concentrado se controla hasta un 76 % de expansión para el caso de la muestra de Guerrero, obteniendo mayores resultados con la aplicación del cemento Portland.

Para la muestra de Guanajuato en el caso de un 4 % cemento Portland se está controlando hasta un 50 % y en el uso de un 10 % de copolímero se controla hasta un 55 % , obteniendo aproximadamente iguales resultados en la aplicación de 4 % de cemento Portland ó el uso de 10 % de copolímero.

La potencial aplicación de estas arcillas modificadas es en la construcción de: soportes para materiales estructurales, o bien soporte para la carga de algún material, y carreteras debido a que muchas de ellas deben su adecuado comportamiento y su larga vida a la calidad y espesor principalmente a la base, que es el corazón de los pavimentos. Los pavimentos están conformados por una base y otra subbase. Actualmente podemos considerar dos tipos de bases:

La base granular: Conformada por grava triturada

La base estabilizada: Suelo-cemento Portland o bien suelo- copolímero.

En las bases estabilizadas, la estabilidad depende de la resistencia proporcionada por la liga suelo-cemento ó suelo-copolímero. Las bases estabilizadas, son producto de un concepto de material moderno y diferente. A continuación se enuncian los casos en el que se puede justificar una estabilización:

- 1) Un suelo muy arenoso o muy arcilloso.
- 2) Condiciones de humedad desfavorables.
- 3) Cuando se requiera de una calidad superior.

Es conveniente realizar un estudio económico en el sitio donde se va a realizar la construcción de la estructura o bien de carreteras obteniendo que es mas barato: construir con el material que se tenga a la mano arriesgándose a que éste sea o no un material expansivo y a futuro se deteriore la carretera. O bien realizar un análisis de los componentes de esta arcilla y elegir el material para su modificación y porcentaje adecuado para el control higroscópico de las arcillas expansivas.

Finalmente, cabe señalar que los resultados reportados en esta tesis son originales tanto por la metodología empleada como por el copolímero empleado. Creemos que nuestra contribución puede señalar el principio de una interesante línea de investigación y desarrollo.

GLOSARIO

Mineral: Sustancia inorgánica. Se presenta generalmente en estado sólido y en masas pequeñas y se distinguen unas de otras por su composición química, su sistema cristalino, su carácter físico o por sus propiedades ópticas y magnéticas.

Roca Sedimentaria: Procedente de la acumulación de rocas preexistentes fragmentadas de agentes geológicos y aglutinados por las aguas que llevan calizas o sílice en disolución y precipitación de materias y por último por acumulación de restos orgánicos. Se clasifican en:

Psefitas: Cascajo y grava

Psamnitas: Arenas

Pelitas: Fragmentos finísimos como arcillas y pizarras

φ.

La Arcilla: Es una tierra natural no consolidada o poco endurecida, tiene un diámetro de partícula menor de 4 micras y es considerada arcilla a aquel material que contenga el 10 % de minerales arcillosos generalmente son de color amarillo pálido.

Los minerales arcillosos: Son compuestos formados por aluminosilicato hidratado, resultantes de la hidrolización de los feldspatos están constituidos principalmente por dos bloques, la primera de estas es la tetraédrica (que esta formada por cuatro átomos de oxígeno que están equidistantes de un átomo de sílice) y por una unidad octaédrica (que esta compuesta por medio de seis hidróxidos rodeando un átomo que puede ser aluminio, magnesio o fierro) combinando ambas estructuras, obteniendo la siguiente clasificación:

Illita
Caolinita
Smectita

Montmorillonita: Se presenta por lo regular en forma de láminas micáceas paralelas o normales en la superficie del vidrio. La mayoría de las montmorillonitas son cálcicas y algunas cuantas tienen iones de cambio de Na, K, H o Mg.

Caolinita: Las caolinitas de las arcillas se presentan en laminillas bien orientadas, agrupadas en forma de libros, agregados vermiformes o acordonados, la caolinita de grano más fino puede formar masas coliformes compactadas.

Illita: El grupo de las illitas es frecuente en muchas arcillas marinas principalmente en los mares profundos, las arcillas de subsuelos que pueden constituir en mezcla de caolinitas e illita y si estas son cálcicas en illita solamente.

Bentonita: Es una ceniza volcánica alterada que probablemente cayó en el agua, marina, dulce o salobre y que tienen la propiedad característica de aumentar varias veces su volumen cuando es sumergido en agua. Los principales constituyentes son: montmorillonita, cristobalita (hasta el 30 %), restos vitreos, granos de cuarzo pirogénicos y en algunos casos partículas carbonosas, foraminíferos calizos, cristales de yeso.

APÉNDICE

GENERALIDADES DEL CEMENTO PORTLAND.

Es un material finamente pulverizado ⁽⁶⁾ generalmente de color gris, compuesto principalmente por silicatos de calcio y aluminio. Estos minerales al reaccionar con el agua producen compuestos capaces de impartir propiedades semejantes a las de las rocas una vez que ha endurecido la mezcla de cemento y agua. Las partículas de un cemento se encuentran comprendidas entre 1 y 80 micras.

La velocidad de endurecimiento y otras propiedades dependen en forma considerable de los compuestos esenciales del cemento y de la finura del mismo.

Es necesario para la fabricación del cemento Portland el empleo de materias primas que produzcan cal viva (CaO), sílice (SiO_2), y alúmina (Al_2O_3). Las materias primas generalmente se obtienen de rocas calizas y arcillas, las cuales al ser calcinadas producen el CaO , SiO_2 y Al_2O_3 respectivamente. Se mezcla a las materias primas, a las cuales se ha efectuado un análisis químico previamente, en las proporciones indicadas para obtener el cemento deseado. En ocasiones se adiciona óxido de hierro para tener un cemento de determinada composición. En la misma forma, a veces se encuentran presentes otros compuestos tales como óxido de magnesio (MgO), de sodio (Na_2O) y de potasio (K_2O), pero generalmente se les considera como impurezas. Se muelen las mezclas de materias primas, ya sea en seco o en forma de mortero.

Se introduce la mezcla preparada en un horno cilíndrico rotatorio, el cual se encuentra ligeramente inclinado con respecto a la horizontal. Al girar el cilindro, los materiales pasan lentamente del extremo superior al extremo inferior a una velocidad controlada por la pendiente del cilindro y su velocidad de rotación. Al circular el material por el horno, va aumentando su temperatura hasta el punto de fusión incipiente y si se controla la velocidad de traslado del material, se le puede mantener a esta temperatura durante un lapso suficiente para que se realice la recombinación de la mezcla de cal, sílice y alúmina, obteniendo así los minerales característicos del cemento Portland. Dependiendo de las materias primas, la temperatura de fusión alcanzada puede encontrarse comprendida entre los 1300 y 1450 °C. El producto obtenido se conoce como clínquer, es de una textura rugosa, formando grumos de color negro a negro grisáceo y cuyos tamaños están comprendidos entre 1.5 y 50 mm. Se enfría el clínquer, se le agrega una cantidad de yeso y se muele hasta obtener el grado de finura deseado. La función del yeso es de controlar el tiempo de fraguado del cemento el ser mezclado con el agua. Algunas veces se le agregan pequeñas cantidades de otros materiales durante el proceso de pulverización ya sea para facilitar el molido o impartir propiedades especiales al cemento obtenido.

OXIDO	PROMEDIO (%)
Cal (CaO)	63
Silice (SiO ₂)	22
Alumina (Al ₂ O ₃)	7
Oxido de hierro (Fe ₂ O ₃)	3
Magnesita (MgO)	2
Trióxido de azufre (SO ₃)	2

Tabla A.1 Se presentan un resumen de los componentes típicos que contienen los cementos.

Los principales compuestos de un cemento no se encuentran presentes en forma de óxidos sino por minerales de estructura más compleja aunque bien definida, se define a continuación los cuatro compuestos principales del cemento que reaccionan:

NOMBRE DE COMPUESTO	COMPOSICIÓN	SÍMBOLO
Silicato tricálcico	3 CaO . SiO ₂	C ₃ S
Silicato dicálcico	2 CaO . SiO ₂	C ₂ S
Aluminato tricálcico	3 CaO . Al ₂ O ₃	C ₃ A
Ferroaluminato tetracálcico	4 CaO . Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	C ₄ AF

Tabla A.2 Se presentan los compuestos principales del cemento Portland.

1. El silicato tricálcico (C₃S), se le denomina frecuentemente como alita y bajo este nombre se deduce que no es puro C₃S, pues es modificado por la presencia de algunos constituyentes menores, en particular MgO y Al₂O₃ .

2. Silicato dicálcico (C₂S), referido como belita. Hay algunas formas cristalinas de C₂S; de las cuales esta establecida por impurezas, por la que debe ser evitada hasta donde sea posible.

3. Aluminato tricálcico (C₃A), este compuesto se encuentra rara vez presente en una cantidad mayor de 15 % y usualmente considerada dentro del rango de 9% hasta 12 %.

4. Ferroatluminato tetracálcico (C_4AF), se encuentra representada por composiciones de ferrito dicálcico (C_2F) y aluminato dicálcico (C_2A), de lo cual C_4AF es solo una combinación. El empleo de cemento de alta resistencia a los sulfatos, éste tiene una composición muy cercana a $C_2A.2C_2F$.

Combinando en diferentes proporciones a los compuestos mencionados anteriormente, se obtienen diferentes tipos de cemento Portland, como se muestra en la siguiente tabla A3:

DESCRIPCIÓN GENERALES	TIPO	USO
Normal	I	Para concretos con propiedades especiales.
Normal, con inculsor de aire	IA	Para soportar la acción de las heladas.
Modificado	II	Resistencia moderada a los sulfatos.
Modificado, con inculsor de aire	IIA	Ataque severo de las heladas y rápido endurecimiento.
Alta resistencia rápida	III	Para rápido endurecimiento
Alta resistencia rápida, con inculsor de aire.	IIIA	Ataque severo a las heladas y rápido endurecimiento.
Bajo calor de hidratación	IV	Cuando se requiera que el calor de hidratación sea mín.
Resistencia a los sulfatos	V	Cuando se requiera una alta resistencia al ataque de los sulfatos.

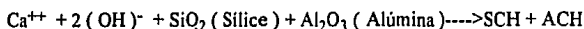
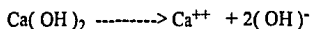
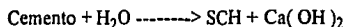
Las partículas de cemento Portland hidratado ligarán a los granos adyacentes y formarán un esqueleto más o menos continuo de un material duro y resistente que encerraría a una matriz de suelo inalterado químicamente. También podrá este esqueleto sellar vacíos en el suelo con lo que éste sería más impermeable y en consecuencia más resistente a los efectos propiciados por los cambios de humedad.

Si además del endurecimiento, se presentan reacciones adicionales entre los componentes del cemento Portland y de la arcilla, se obtendría un material adicional cementante que contribuiría no solamente a la unión entre las partículas de arcilla y las del cemento. Al mismo tiempo la arcilla que participa en tales reacciones podrá sufrir alteraciones, se volverá menos plástica y menos expansiva al quedar en contacto con la humedad.

Debido a que se libera cal durante la hidratación del cemento, se puede esperar que la interacción entre esta cal y la arcilla produzcan una influencia importante en la reacción total entre el cemento y la arcilla.

Durante el endurecimiento de una mezcla de arcilla y cemento Portland, se puede distinguir un proceso primario y uno secundario. Como reacción primaria se tiene la hidratación del cemento, este proceso formará hidróxido de calcio, las partículas de la arcilla participan en el proceso secundario, que consiste en que los iones de calcio producidos durante la hidratación del cemento. El hidróxido de calcio inicia el ataque de las partículas arcillosas y de los constituyentes amorfos, se combina la sílice y la alúmina disueltas con los iones de calcio y se precipitan formando un material cementante adicional. El hidróxido de calcio utilizado en el proceso secundario es proporcionado por la cal liberada durante la hidratación del cemento, en este los productos de la reacción primaria proporcionan el reactivo necesario para la continuación del proceso secundario. Debido a que la materia prima cementante secundaria se formará sobre o cerca de la superficie de las partículas de arcilla, una vez floculadas estas, se pegarán en los puntos de contacto gracias a la formación de los materiales cementantes secundarios, por lo que puede esperarse que se desarrollen uniones muy fuertes entre la pasta de cemento hidratado y las partículas arcillosas.

Los procesos secundarios aumentan la resistencia y la estabilidad de la mezcla obtenida en el proceso primario. Podrá, en síntesis definirse a la reacción de un suelo arcilloso con cemento Portland mediante las siguientes ecuaciones simplificadas:



En donde:

SCH = Silicato de calcio hidratado.

ACH = Aluminato de calcio hidratado.

REFERENCIAS

- (1) Rodríguez Lugo Ventura.
Estudio de la caracterización microestructural
de rocas sedimentarias mexicanas. Tesis.
Facultad de ciencias, UNAM, 1982.
- (2) Howard A. Strobel.
Instrumentación química.
Editorial limusa.
1ra. edición 1979.
- (3) Hobart H. Willard.
Método de instrumental de análisis.
Editorial continental.
2da. edición 1986.
- (4) Douglas A. Skoog.
Análisis Instrumental.
Editorial interamericana.
2da. edición 1987.
- (5) Barrio Paredes Rafael Ángel.
Formación de imágenes en el microscopio electrónico.
Instituto de investigaciones de materiales, UNAM. 1982.
- (6) Fernández Loza Carlos.
Mejoramiento y estabilización de suelos.
Editorial limusa.
1ra. edición 1982
- (7) César León
Síntesis y caracterización de copolímeros acrilato de etilo- acrilato de metilo. Tesis
Carrera Ing. Química, Universidad la Salle
México D. F. 1994
- (8) Van der Marel, H. W.
Atlas of infrared Spectroscopy of Clay.
Minerales and their mixtures.
Ed. Elsevier Scientific Publishing.
- (9) Espectrofotómetros de infrarrojo
Servicios centrales de instrumentación y laboratorios, A. C.

- (10) José Manuel Domínguez / Issac Schifter.
Las arcillas: El barro noble.
Las ciencias desde México
Fondo cultural económica. 1992.
- (11) Rey Armenta Eloisa Esther.
Variación de los parámetros de resistencia con la humedad
y el confinamiento de un suelo tipo expansivo. Tesis.
Facultad de ciencias, UNAM, 1982.
- (12) María Esther Mata Zamora.
Obtención y caracterización de especies hidrolizadas
de aluminio metálico como precursoras de alumina. Tesis.
Facultad de ciencias, UNAM, 1994.
- (13) Rivera Constantino Rigoberto.
Arcillas. Tesis.
Facultad de ingeniería, UNAM; 1988
- (14) Suarez Rodríguez Fernando.
Las arcillas expansivas, Querétaro. Tesis.
Facultad de Ingeniería, UNAM, 1979.
- (15) Cortes Matus
Arcillas expansivas. Tesis.
Facultad de Ingeniería, UNAM, 1991.
- (16) Monroy Nieva
Aplicación de análisis DTA para el estudio de arcillas. Tesis.
Facultad de Química, UNAM, 1976.
- (17) Coria Sánchez Emilio.
Análisis fisicoquímico y mineralógico de las arcillas del valle de México. Tesis.
Facultad de ingeniería, UNAM, 1976.
- (18) Morrison & Boyd. Química Organica
Editorial Addison Wesley- Iberoamericana.
México D. F., 1987.
- (19) Reimer, L.
Scanning Electron Microscopy.
Alemania, 1985.

- (20) Newmán, A. C. D.
Chemistry of Clays and Clays Minerals.
A Wiley- Interscience publication.
New Yorck, USA; 1987.
- (21) Moore, M. Dune and Reynolds, C. R.
X-Ray Difraccion and Identification and Analisis of clay Minerals.
Oxford University Press, 1989.
- (22) El- Hinnawi, EE.
Methods in Chemical and Mineral Microscopy.
Elsevier Publishing Company.
New Yorck, USA; 1969.
- (23) Paul F. Kerr, Ph. D.
McGram-Hill
Book Company 1959.
- (24) Henrich, E. WM.
Microscopic Petrography.
Editorial Omega, S.A. Barcelona.
Segunda edición. 1972.
- (25) Newman, A. C. D.
Chemistry of Clays and Clays Minerals.
A Wiley- Interscience Publication
New York, U. S. A., 1987
- (26) Moore, M. Dune and Reynolds, C. R.
X-ray Difraccion and the Identification and Analisis of clay Minerals.
Oxford University Press, 1989
- (27) Cullity, B.D.
Elements of X-ray Difraccion
Addison- Wesley Publishing Company, Inc.
U. S. A., 1967
- (28) Brindley, W.G. and Brown, G.
Cristal Structures of Clay Minerals and Their X-ray Identification.
Mineralogical Society, 1980

- (29) James E. Young and Wayne E. Brownell
Moisture Expansion of Clay Products.
Journal of the American Ceramic Society, 1959
- (30) Robert G. Milkey
Potassium Bromide Method of Infrared Sampling.
U. S. Geological Survey, Washington 25, D.C. 1958
- (31) R. Calvet
Dielectric Properties of Montmorillonites Saturated By Bivalent Cations.
Clays and Clay Mineral, January 1975.
- (32) Mitchel J. K.
Practical Problems from Surprising Soil Behaviour:
Delayed Failure of Lime- Stabilized Pavement Bases.
Journal of Geotechnical Engineering, ASCE 1986
- (33) Sneath D. R.
A Review of Engineering Experiences with Expansive Soils in Highway Subgrades.
U. S. 1975.
- (34) Lytton R. L.
Foundations in Expansive Soils, Numerical Methods in Geotechnical Engineering.
Mc. Graw- Hill 1977
- (35) Jiménez S.
Geotecnia y Cimientos III
Editorial Rueda 1980