



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



EXAMENES PROFESIONALES FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO SISTEMATICO DEL PROCESO DE ESTABILIZACION DE UN SUELO ARCILLOSO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

Q U I M I C A

P R E S E N T A :

MARINA VEGA GONZALEZ



MEXICO, D. F.

1999.

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

277002



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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 esta 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.

Jurado Asignado:


Presidente Prof. CIRA PIÑA PEREZ
Vocal: Prof. MERCEDES MEIJUEIRO MOROSINI
Secretario: Prof. JOSE MARTIN ENRIQUE CARRETO CORTES
1er. Suplente: Prof. MARGARITA CHAVEZ MARTINEZ
2do. Suplente: Prof. BALDOMERO GOMEZ REYES

Sitio donde se desarrolló el tema:

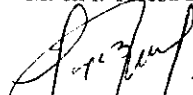
Depto. de Química Inorgánica y Nuclear.

División de Estudios de Posgrado, Facultad de Química, UNAM.

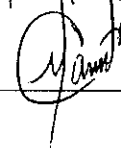
Asesor: M. en C. José Martín Enrique Carreto Cortés



Supervisor Técnico: M. en I. Teresa López Lara



Sustentante: Marina Vega González



AGRADECIMIENTOS

M. en C. Enrique Carreto Cortés.

Por la asesoría profesional, el apoyo y el tiempo dedicado.
Por enseñarme que es necesario perseverar y creer en uno mismo para alcanzar las metas.

M. en I. Teresa López Lara.

Del Laboratorio de Mecánica de Suelos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Querétaro por la asesoría técnica y entusiasta participación en la realización de este trabajo.

Dra. Cira Piña Pérez.

Por las facilidades proporcionadas para la elaboración del presente trabajo y por sus valiosas aportaciones y comentarios.

Q. I. Ma. Cecilia Salcedo Luna.

Responsable del Laboratorio de Rayos X para polvos de la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI) de la Facultad de Química, UNAM, por el apoyo técnico prestado.

Física Jaqueline Cañetas.

Responsable del Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido del Instituto de Física de la UNAM por su amable colaboración y asesoría.

M. en C. Rosa María Lima.

Del Instituto de Física de la UNAM por su apoyo técnico en la realización de los análisis por microscopía electrónica.

Q. Mercedes Meijueiro Morosini.

Por sus valiosos comentarios en la revisión del presente trabajo.

M. en C. Ma. Asunción Castellanos Román.

Por representar mi primer y más profundo contacto con la *química del estado sólido*.
Por el apoyo, la comprensión y las oportunidades.
Con mucho cariño.

DEDICO ESTE TRABAJO A LOS TRES CIMIENTOS DE MI VIDA

NOE

PORQUE EL APRECIO POR EL ESTUDIO Y EL
CONOCIMIENTO FUE MI MEJOR HERENCIA.
TE AMO.

MALEN

POR LA ENTREGA, EL AMOR, LA CONFIANZA
Y EL APOYO SIN LIMITES. POR LA FUERZA
Y VALOR QUE TIENES PARA ENFRENTAR LAS
COSAS. POR QUE SIEMPRE ESTAS AHI, EN
EL CENTRO DE LA LUCHA.
CON TODO MI AMOR Y ADMIRACION.

PANCHIS

POR RECORDARME SIEMPRE QUE
SONRIENDO LAS COSAS SALEN MEJOR; POR
TU ALEGRIA, ENTUSIASMO Y OPTIMISMO
ANTE LA VIDA. GRACIAS POR SABER
COMPARTIR SONRISAS.
CON UN GRAN RESPETO Y AMOR.

GRACIAS

NORMA, ADRIANA, SUSY Y FABI
POR EL APOYO INCONDICIONAL,
PORQUE JUNTAS LO LOGRAMOS.
GRACIAS A CADA UNA POR SU CARIÑO,
SU PRESENCIA, SU EXISTENCIA.
LAS AMO.

DIEGO
POR DEVOLVERNOS LA RISA
Y EL RUIDO EXTRAVIADOS.

TIN Y JORGE,
MIS QUERIDISIMOS HERMANOS,
POR COMPARTIRME UN POCO DE SU
VIDA.

AL SER QUE ME LANZA AL SUEÑO,
CONVIERTIENDO EN REALIDAD MI
UTOPIA.
PORQUE NO ME IMAGINO MI
UNIVERSIDAD SIN TI, PEQUEÑO.

MUY ESPECIALMENTE A TI
PORQUE UN DIA ESCAPASTE DE TU
VIDA PARA ESTAR CONMIGO,
PORQUE HOY SOY PARTE DE TU VIDA,
POR SER PARTE DE LA MIA,
PORQUE MAÑANA, QUIZA,
CONFORMEMOS UNA VIDA COMUN.

Greys

A mi mejor amiga, por
aceptarme así como soy, con
todo y desequilibrios.
Te quiero mucho.

Anel

Por ser cómplice sin juicios,
sin condición.

Ulises

Por abrir la puerta y
permitirme deambular en tu
mundo.
No podría haber llegado sin tus
abrazos.

Isaías

A mi incansable amigo de
tantas francas sonrisas.
Por todo lo que nos
conocemos.

Daniel

Por los días, por las filosóficas,
psicológicas, ecológicas,
analíticas y críticas tardes
compartidas.

Enrique

Por las largas y plácidas
conversaciones. Por la
confianza y por hacer ameno
el trabajo cotidiano.

Cecilia

Por las tardes prolongadas, por
toda la ayuda y la valiosa
amistad.

Sonia

Por la paciencia, los
conocimientos y la amistad.

Gracias a **Horacio** y a **Gerardo** por los consejos; a **Jorge** por las sonrisas y las porras; a **Angel**, **Alex**, **Oscar** y **Emilio** por los laboratorios compartidos; a **Raúl** y **Rafa**, porque el relaxo no impide aprender; a la niña **Citlalli**, por la serenidad que transmite.

A todos mis compañeros y amigos con los que compartí, algún examen tronado, una práctica que no salió, alguna charla amena, una bata, una quema, un sueño.

INDICE

	Págs.
INTRODUCCION	1
OBJETIVOS	3
I. ANTECEDENTES	4
I.1 El Suelo	4
I.1.1 Tipos de suelos	4
I.2 Cohesión de los suelos	16
I.3 Plasticidad de los suelos	16
I.4 Clasificación de los suelos	18
I.5 Estabilización de suelos	20
II. TECNICAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL	22
II.1 Difracción de rayos X	22
II.2 Espectroscopía Infrarroja	25
II.3 Análisis Térmico	28
II.3.1 Análisis Térmico Diferencial (ATD)	29
II.3.2 Análisis Térmico Gravimétrico (ATG)	32
II.4 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	33
II.4.1 Análisis Elemental por MEB	37

III. DESARROLLO EXPERIMENTAL	39
III.1 Clasificación del suelo	39
III.2 Estabilización	44
III.3 Envejecimiento	44
III.4 Difracción de rayos X	45
III.5 Espectroscopía Infrarroja	45
III.6 Análisis Térmico	45
III.7 Microscopía Electrónica de Barrido	46
III.8 pH	46
IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES	47
IV.1 Clasificación del suelo	47
IV.2 Estabilización	47
IV.3 Difracción de rayos X	50
IV.4 Espectroscopía Infrarroja	61
IV.5 Análisis Térmico	64
IV.5.1 Análisis Térmico Gravimétrico (ATG)	64
IV.5.2 Análisis Térmico Diferencial (ATD)	67
IV.6 Microscopía Electrónica de Barrido	68
IV.6.1 Análisis elemental por MEB	73
IV.7 Cinética del proceso de estabilización	74
IV.8 pH	83

INTRODUCCION

En 1973 Jones y Holtz (1,2), de la American Society Of Civil Engineering, estimaron que los daños causados por la expansión de suelos –en casas unifamiliares, pisos, banquetas, áreas de estacionamiento, carreteras, calles, entre otros– en los Estados Unidos fueron mayores a los causados por inundaciones, huracanes, sismos y tornados.

En la República Mexicana aproximadamente el 12% del territorio está constituido por depósitos arcillosos potencialmente expansivos (3). Para poder solucionar de una manera adecuada el problema que constituyen estos suelos es necesaria la investigación encaminada a comprender mejor la naturaleza de las arcillas expansivas. En México, la investigación en esta área es reciente y se han sugerido ya varias soluciones al problema entre las que se encuentra el tratamiento de los suelos con diferentes materiales que sean capaces de inhibir sus propiedades de expansión-contracción. Uno de los materiales más utilizados con este fin debido a su fácil acceso, bajo costo y buenos resultados, es el óxido de calcio, comúnmente denominado “cal”. Sin embargo, la mayoría de estos estudios han sido empíricos, por lo que carecen de un modelo fundamental. El comportamiento que presentan los suelos ante un agente estabilizante como el óxido de calcio, no se conoce más allá de la reacción inicial, es decir, no se sabe qué sucede con el transcurso del tiempo.

Aún teniendo una teoría que fundamente de manera sólida el proceso de estabilización, los suelos varían según la región en la que se encuentran, su comportamiento no puede predecirse *a priori*. El diseño de la estabilización con agentes estabilizadores, consiste, en primer término, en llevar a cabo una adecuada

clasificación del suelo. En base a ello se determina el tipo y cantidad de agente estabilizante requerido.

La colaboración entre distintas disciplinas cobra cada vez mayor importancia. La Mecánica de Suelos no puede prescindir de la Química si se quiere comprender y fundamentar el comportamiento de los suelos.

OBJETIVOS

El presente trabajo pretende investigar el proceso de estabilización con óxido de calcio llevado a cabo en un suelo arcilloso de la región de Jacarandas, Querétaro, mediante diversas técnicas de análisis.

Del objetivo anterior se derivan los siguientes:

- Caracterizar al suelo de acuerdo a su composición mineralógica, morfología y comportamiento con la temperatura (Análisis Térmico).
- Clasificar al suelo según el S. U. C. S. (Sistema Unificado de Clasificación de Suelos).
- Determinar la cantidad de óxido de calcio necesaria para lograr la estabilización óptima del suelo.
- Determinar el comportamiento de la mezcla suelo-óxido de calcio al paso del tiempo.

I. ANTECEDENTES

I.1 EL SUELO

“Suelo es una delgada capa sobre la corteza terrestre de material que proviene de la desintegración y/o alteración física y/o química de las rocas y de los residuos de las actividades de los seres vivos que sobre ella se asientan” (4).

Entre los agentes físicos que producen cambios en las rocas figuran el sol, el agua, el viento y los glaciares, mientras que los principales agentes químicos son la oxidación, la carbonatación y la hidratación. Los restos de vegetación y algunos otros, de tipo orgánico, son descompuestos por la acción de microorganismos quedando como residuo partículas finas de tamaño coloidal denominadas *humus*; éste se mezcla en distintas proporciones con las partículas minerales dando origen a los suelos orgánicos (4,5).

I.1.1 TIPOS DE SUELOS

Los suelos se dividen, de acuerdo con el origen de los elementos que los constituyen, en dos grupos principales: suelos inorgánicos y suelos orgánicos. Entre los suelos orgánicos el más común es la turba; entre los inorgánicos encontramos una gran variedad como las arenas, los limos, las arcillas y algunos otros que a continuación se enuncian (4,5):

- **Turba.** Es común en las zonas pantanosas, en las cuales, los restos de vegetación acuática llegan a formar depósitos de gran espesor. Se caracteriza por su poco peso cuando está seco, por su gran compresibilidad,

porosidad y por su color negro o café oscuro. La turba constituye el primer paso de la conversión de la materia vegetal en carbón.

- **Gravas.** Son acumulaciones sueltas de fragmentos de rocas con formas que van desde las redondeadas a las poliédricas, dependiendo de la historia de su formación. Su tamaño varía desde 2.0 mm hasta 7.62 cm. Suele encontrarse en los lechos y en las márgenes de los ríos. Ocupan grandes extensiones pero casi siempre se encuentran con arenas, limos y arcillas.
- **Arenas.** Están constituidas por materiales de granos finos procedentes de la fricción, erosión, desintegración de las rocas o de su trituración artificial. El tamaño de sus partículas se encuentra entre los 0.05 mm y los 2 mm de diámetro. Estando limpias no se contraen al secarse, no son plásticas, son mucho menos compresibles que las arcillas y al aplicarles una carga en su superficie, se compactan casi de manera instantánea.
- **Limos.** Se conforman de granos muy finos con poca o ninguna plasticidad. Es posible encontrar limo *inorgánico* como el producido en canteras, y limo *orgánico* como el que se encuentra en los ríos y que presenta características plásticas. Las partículas de los limos tienen un diámetro entre 0.005 mm y 0.05 mm. Su color varía desde gris claro hasta muy oscuro. Los limos orgánicos presentan una muy baja permeabilidad y una compresibilidad muy alta. Los limos se consideran suelos pobres para cimentar, a menos de encontrarse en estado denso.
- **Caliche.** Ciertos estratos de suelo cuyos granos se encuentran cementados por carbonatos calcáreos reciben el nombre de *caliche*.

- **Loess.** Son sedimentos eólicos uniformes y cohesivos. El diámetro de sus partículas se encuentra entre 0.01 mm y 0.05 mm. Presentan canalículos verticales característicos que han sido dejados por raíces extinguidas. Los loess son colapsables, esta tendencia disminuye conforme se incrementa su peso volumétrico.
- **Diatomita.** Las diatomitas o *tierras diatomáceas* son depósitos de polvo silíceo, generalmente de color blanco, se encuentra compuesto total o parcialmente por residuos de *diatomeas*. Las *diatomeas* son algas unicelulares microscópicas de origen marino o de agua dulce. Las paredes de sus células presentan características silíceas.
- **Gumbo.** Es un suelo arcilloso fino, generalmente libre de arena y que parece cera a la vista. Es pegajoso, muy plástico y esponjoso.
- **Tepetate.** Es un material pulverulento, de color café claro u oscuro, constituido de arcilla, limo y arena en proporciones variables, con un cementante que puede ser la arcilla misma o carbonato de calcio. El tepetate debe su origen principalmente a la descomposición y alteración, por intemperismo¹, de cenizas volcánicas basálticas.

¹ **Intemperismo.** Los agentes de intemperismo se conocen como meteorización y alteración y dan origen a los suelos inorgánicos. La meteorización se refiere sólo a los cambios superficiales que sufren las rocas debido a la acción de los agentes atmosféricos. La alteración designa a los cambios internos de las rocas que se presentan en forma de hidratación y motivan a que se formen nuevos minerales dentro de la masa pétreo, conservando su individualidad y su identificación geológica (4).

- **Arcillas.** Se conoce como arcillas a las partículas sólidas con diámetro menor de 0.005 mm y cuya masa tiene la propiedad de volverse plástica al mezclarse con agua. Por tal motivo, los suelos arcillosos son conocidos también como suelos expansivos.

Químicamente las arcillas son silicoaluminatos hidratados con un tamaño de partícula de 1-5 μm ; mineralógicamente se les define como “los minerales formados principalmente por silicio, aluminio y oxígeno, de grano muy fino, 2 μm , de carácter terroso de colores claros con propiedades plásticas y poca dureza” (6).

El arreglo básico de las arcillas son dos unidades estructurales, la del tetraedro de silicio y la del octaedro de aluminio (6,7). En el tetraedro, un átomo de silicio se encuentra coordinado a cuatro de oxígeno, formando así iones $[\text{SiO}_4]^{4-}$. Estos tetraedros se arreglan de manera hexagonal para formar capas de composición $\text{Si}_4\text{O}_6(\text{OH})_4$ (figura I.1) que se repiten. Los vértices de los tetraedros se forman a través del oxígeno, la distancia del enlace O-O es de 2.55Å, quedando espacios vacíos de 0.55Å para aceptar iones positivos entre las capas. La distancia Si-O es de 1.62 y 1.77Å (8).

La repetición de unidades tetraédricas en una sola línea y en un plano conforma las estructuras laminares de un gran número de arcillas. En estas estructuras cada oxígeno completa su octeto compartiendo electrones con los silicatos $[\text{SiO}_4]^{4-}$ adyacentes, formando enlaces secundarios necesarios para mantener unidas entre sí a las capas laminares.

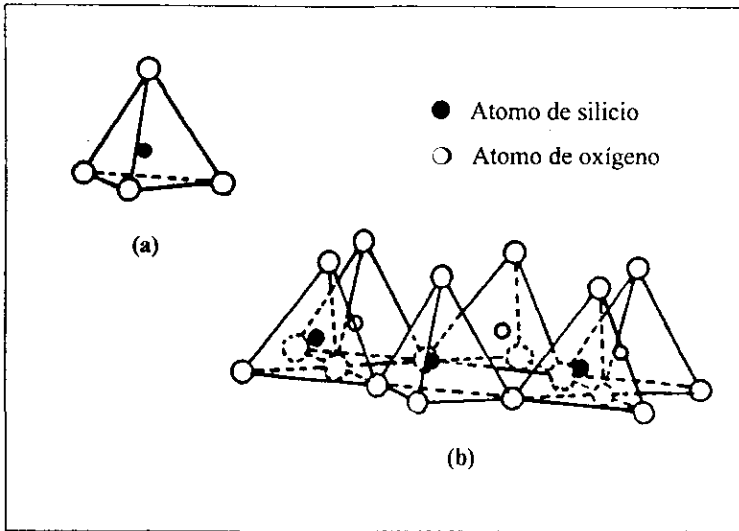


Figura I.1. (a) Tetraedro de $[\text{SiO}_4]^{4-}$; (b) Tetraedros de $[\text{SiO}_4]^{4-}$ ordenados de forma hexagonal.

La segunda unidad estructural, el óxido de aluminio, tiene la forma de un octaedro, encontrándose el átomo de aluminio en el centro del poliedro, mientras que los átomos de oxígeno u oxhidrilos se localizan en los vértices. El aluminio puede encontrarse sustituido por Mg^{2+} , Fe^{2+} , etc. (figura I.2). Cuando el aluminio está presente se tiene la estructura conocida como tipo “gibbsite”, de fórmula $\text{Al}_2(\text{OH})_6$. Cuando se encuentra magnesio la estructura se representa como $\text{Mg}_3(\text{OH})_6$.

Ambas unidades, el tetraedro y el octaedro, se unen entre sí compartiendo átomos de oxígeno o grupos oxhidrilos que sirven de enlace quedando en el exterior de la estructura o en el interior de la misma, en cuyo caso estos grupos se encuentran colocados abajo del centro de los anillos tetraédricos.

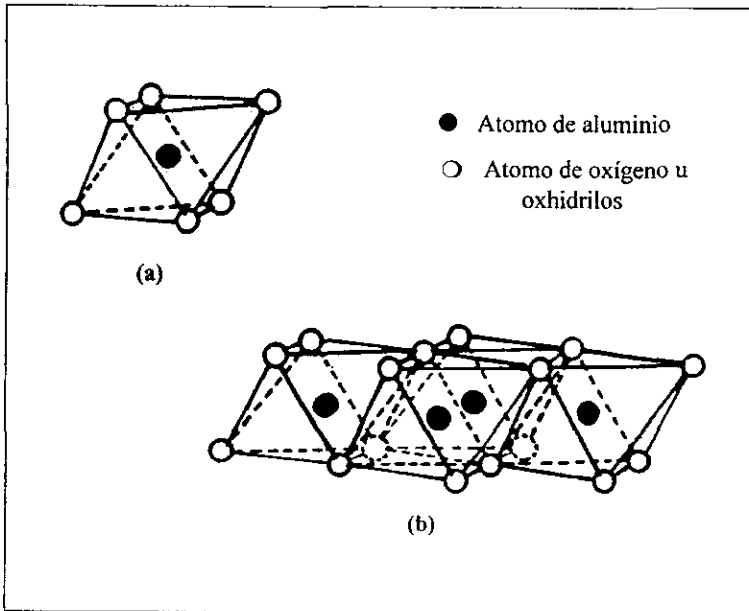


Figura I.2. (a) Unidad octaédrica; (b) Uniones de capas octaédricas.

Las uniones de estas capas se han llegado a explicar por tres tipos de fuerzas:

- i) Una repulsión del tipo anión-anión a lo largo de los lados de los octaedros.
- ii) Una repulsión del tipo catión-catión en los extremos de los octaedros.
- iii) Una unión de tipo catión-anión dentro de los octaedros.

Todo compuesto arcilloso suele presentar *sustituciones isomórficas* consistentes en el reemplazo, en diversos grados, de los átomos de aluminio octaédricos por otros átomos como Fe^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , etc. Los átomos de silicio de los tetraedros sólo pueden ser sustituidos por aluminio. La composición química global se representa en forma de óxidos : SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O , CaO , MgO , etc., siendo

éstos los más comunes aunque también se presentan Li_2O , MnO , TiO_2 , CuO , NiO , etc.(6,9).

Caolinita

Uno de los arreglos más representativos es la caolinita (del nombre chino Kau-ling), que procede de la carbonatación de la ortoclasa (feldespato potásico). Esta es una arcilla compuesta por $2\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Se estructura por una capa de tetraedros de sílice y una capa de octaedros de aluminio, por lo que constituye una arcilla tipo 1:1 (figura I.3).

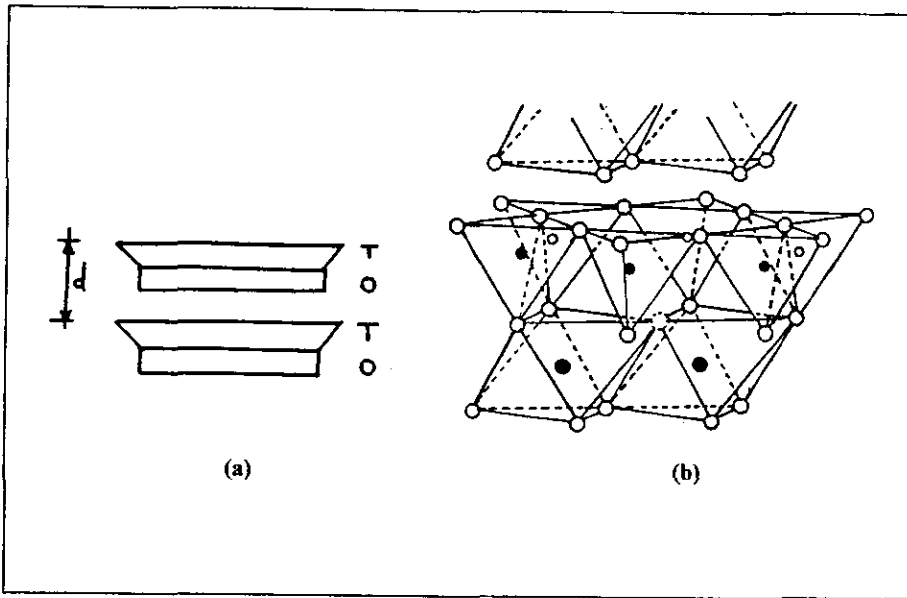


Figura I.3. (a) Esquema de una arcilla tipo 1:1: lámina tetraédrica-octaédrica.
(b) Capa de la caolinita.

La caolinita cristaliza en el sistema triclinico cuyos parámetros de red son $a=5.15\text{Å}$, $b=3.95\text{Å}$, $c=7.39\text{Å}$; su composición en óxidos es: 46.54% de SiO_2 , 39.05% de Al_2O_3 y 13.96% de H_2O con una distancia entre las capas de 7Å (6,7,9,10,11).

La caolinita es una arcilla muy estable aún en presencia del agua pues la unión entre sus capas no permite la entrada de moléculas de agua entre ellas pues producen una capa electrónicamente neutral (4,11).

La caolinita presenta la siguiente distribución de cargas:

Átomos	Cargas
6 O^{2-}	12 ⁻
4 Si^{4+}	16 ⁺
4 O^{2-} + 2(OH) ⁻	10 ⁻ (capa común al tetraedro y octaedro)
4 Al^{3+}	12 ⁺
6 (OH) ⁻	6 ⁻

Montmorillonita

La montmorillonita (que debe su nombre a Montmorillon, Francia) es otro arreglo arcilloso cuya estructura fue determinada por difracción de rayos X y por difracción de electrones. Se compone por dos capas tetraédricas de sílice y una octaédrica de aluminio, es una arcilla tipo 2:1 como se observa en la figura I.4.

Los átomos de oxígeno son comunes a ambas capas, tetraédrica y octaédrica, en lugar de oxhidrilos. Se ha reportado la distancia entre las capas del orden de 14-16Å (8) y según estudios de rayos X, dentro de la estructura se pueden presentar

algunos cationes como Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , además de moléculas de agua entre las capas.

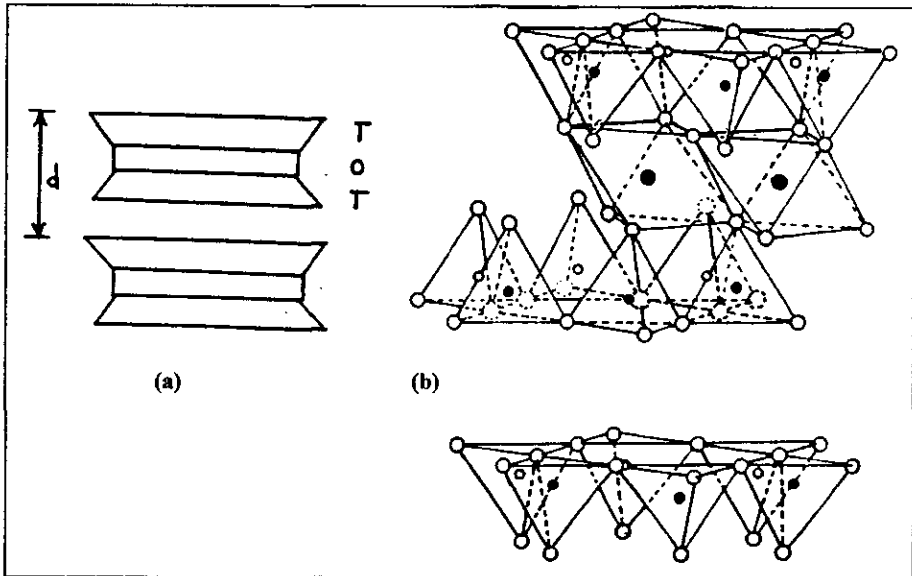


Figura I.4. (a) Esquema de una arcilla tipo 2:1 : lámina tetraédrica-octaédrica-tetraédrica. (b) Capa de la montmorillonita.

La fórmula teórica para una montmorillonita sódica es: $\text{Si}_8\text{Al}_{3.34}\text{Mg}_{0.66}\text{Na}_{0.66}$ con un contenido en SiO_2 de 66.7%, 28.3% de Al_2O_3 y 5.0% de H_2O , los óxidos de sustitución pueden variar en contenido dependiendo de las condiciones de sustitución (6,7,9,10,11).

La distribución teórica de las cargas en la montmorillonita es:

Átomos	Cargas
$6O^{2-}$	12^-
$4 Si^{4+}$	16^+
$4O^{2-} + 2(OH)^-$	10^- (capa común al tetraedro y octaedro)
$4 Al^{3+}$	12^+
$4O^{2-} + 2(OH)^-$	10^- (capa común al tetraedro y octaedro)
$4 Si^{4+}$	16^+
$6O^{2-}$	12^-

La unión entre las capas que la constituyen es muy débil, lo que permite que el agua penetre en su estructura con facilidad. Por ello, sufre fuerte expansión (figura I.5) en contacto con agua, lo que la hace muy inestable (4,11).

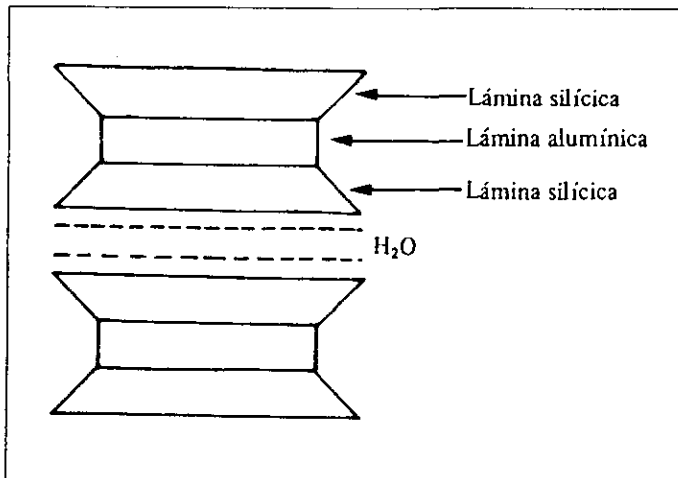


Figura I.5. Expansión sufrida por la montmorillonita al contacto el agua.

Considerando su arreglo cristalino se puede clasificar a las arcillas en amorfas y cristalinas, como se muestra en el cuadro I.1 (6,9,11). En general, las arcillas son plásticas, se contraen al secarse, presentan marcada cohesión según su humedad, son compresibles y al aplicárseles una carga en su superficie se consolidan lentamente.

Desde el punto de vista de construcción, otra característica interesante de las arcillas es que la resistencia perdida por el remoldeo se recupera parcialmente con el tiempo. Este fenómeno se conoce con el nombre de *tixotropía* y es de naturaleza fisico-química. Un contenido mínimo del 15% de arcilla en un suelo le dará a éste las propiedades de la arcilla (1,4,5).

Cuadro I.1. Clasificación de las arcillas según su arreglo cristalino.

I. Amorfas		
Grupo del alófono		
II. Cristalinas		
A. Tipo 1:1	<ul style="list-style-type: none"> ◆ Equidimensionales: ◆ Alargadas: 	<ul style="list-style-type: none"> { grupo de la caolinita { grupo de la halloysita
B. Tipo 2:2		
B.1. Expansivas	<ul style="list-style-type: none"> ◆ Equidimensionales: ◆ Grupo de la smectita: ◆ Alargadas: 	<ul style="list-style-type: none"> { montmorillonitas { beidellita { montronita { bentonita { vermiculita { montmorillonitas { saponita { hectorita
B.2. No expansivas		<ul style="list-style-type: none"> { ◆ Grupo de la illita
C. Tipo capas mixtas		<ul style="list-style-type: none"> { ◆ grupo de la clorita
D. Tipo arcillas interestratificados (combinación de smectita-clorita, vermiculita-clorita-illita-smectita, illita-clorita, etc.)		
E. Tipo arcillas fibrosas (estructura en cadena, la attapulgita, palyorskita y sepiolita)		

I.2 COHESION DE LOS SUELOS

La cohesión es una característica que distingue a los diferentes tipos de suelos. Por ello, los suelos se clasifican en “cohesivos” y “no cohesivos”. La cohesión es la propiedad de atracción intermolecular. La consistencia de los suelos cohesivos (pastosa, firme, semidura, dura) depende de su humedad. Los suelos que presentan esta propiedad, como las arcillas, son cohesivos. Los suelos formados por partículas de roca sin ninguna cementación, como la arena y la grava, son no cohesivos (4,5).

I.3 PLASTICIDAD DE LOS SUELOS

La plasticidad es la propiedad que presentan los suelos de poder deformarse, hasta cierto límite, sin romperse. Por medio de ella se estima el comportamiento de los suelos en todas las épocas. Las arcillas presentan esta propiedad en grado variable y para determinar su plasticidad se usan los límites de Atterberg, ensayos que separan los cuatro estados de consistencia de los suelos cohesivos (figura I.6) (4,5).

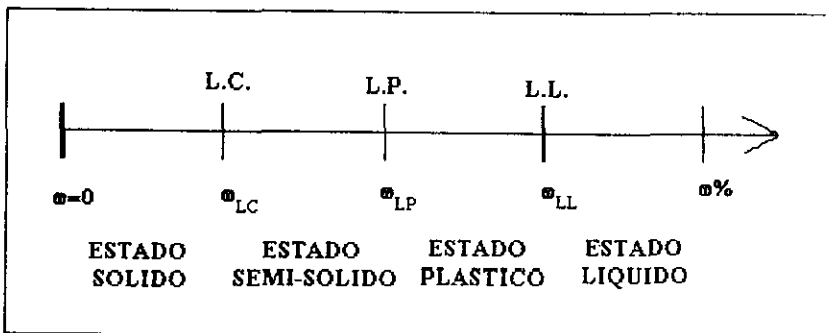


Figura I.6. Los cuatro estados de consistencia de los suelos cohesivos según Atterberg (ω = humedad del suelo).

Los límites de Atterberg son: *Límite Líquido (L.L.)*, *Límite Plástico (L.P.)*, *Límite de Contracción (L.C.)*. La diferencia entre los valores del límite líquido (*L.L.*) y del límite plástico (*L.P.*) recibe el nombre de Índice Plástico (*I.P.*) del suelo. Los límites líquido y plástico dependen de la cantidad y tipo de arcilla en el suelo, mientras que el índice plástico depende de la cantidad de arcilla generalmente (4,5).

Cuando el límite plástico no se puede determinar se dice que el suelo es *no plástico*. En este caso el índice plástico es igual a cero. El índice de plasticidad indica el intervalo de humedad a través del cual los suelos cohesivos presentan propiedades de un material plástico. Atterberg propuso la siguiente escala:

$I.P. = 0$	Suelo no plástico
$I.P. < 7$	Suelo de baja plasticidad
$7 < I.P. < 17$	Suelo medianamente plástico
$I.P. > 17$	Suelo altamente plástico

Límite Líquido

El límite líquido (*L.L.*) se define como “el contenido de agua expresado en por ciento con respecto al peso seco de la muestra con el cual el suelo cambia del estado líquido al plástico” (4). La cohesión que presenta un suelo en el límite líquido es prácticamente nula (4,5).

Límite Plástico

El límite plástico (*L.P.*) se define como “el contenido de agua, expresado en por ciento con respecto al peso seco de la muestra secada al horno, para el cual los suelos cohesivos pasan de un estado semisólido a un estado plástico” (4).

Índice de Plasticidad

Se denomina Índice de Plasticidad o Índice Plástico (*I.P.*) a la diferencia numérica entre los límites líquido y plástico, e indica el margen de humedad dentro del cual se encuentra en estado plástico un suelo (4,5).

Límite de contracción

El límite de contracción (*L.C.*) de un suelo está definido como el porcentaje de humedad con respecto al peso seco de la muestra con el cual una reducción en la cantidad de agua ya no ocasiona disminución en el volumen del suelo. La diferencia numérica entre el límite plástico y el límite de contracción se denomina índice de contracción (*I.C.*) e indica el rango de humedad para el cual el suelo presenta una consistencia semisólida (4,5).

I.4 CLASIFICACION DE SUELOS

La clasificación de suelos es de gran utilidad ya que así se pueden conocer, de manera cualitativa, sus propiedades mecánicas. Existen varios métodos para clasificar a los suelos como el ya descrito basado en el tamaño de sus partículas. El llamado Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (S.U.C.S.) es un método basado en las propiedades mecánicas de los suelos y se acepta actualmente por la mayoría de las personas que trabajan en el área de Mecánica de Suelos², pues tales propiedades son fundamentales en las variadas aplicaciones de la ingeniería (4,5). La gráfica de la figura I.7 presenta la Carta de Plasticidad para la clasificación de suelos de partículas finas en el laboratorio según el S.U.C.S. (4,5).

² La Mecánica es la parte de la Física que trata de la acción de las fuerzas sobre los cuerpos. De igual forma, la Mecánica de Suelos es la rama de la Mecánica que trata de la acción de las fuerzas sobre la masa de los suelos (4).

Los suelos integrados por partículas gruesas se distinguen de los integrados por partículas finas por medio del cribado del material por una malla No. 200. Un suelo es considerado grueso si más del 50% de sus partículas queda retenido en la malla, mientras que un suelo será fino si más del 50% de sus partículas componentes pasa a través de ella. Los suelos gruesos y finos se designan por símbolos de grupo. El símbolo de cada grupo está constituido por un prefijo, que es la inicial del nombre en inglés de los seis principales tipos de suelos (grava, arena, limo, arcillas, suelos orgánicos de grano fino y turba), y por un sufijo que indica subdivisiones en dichos grupos (4,5).

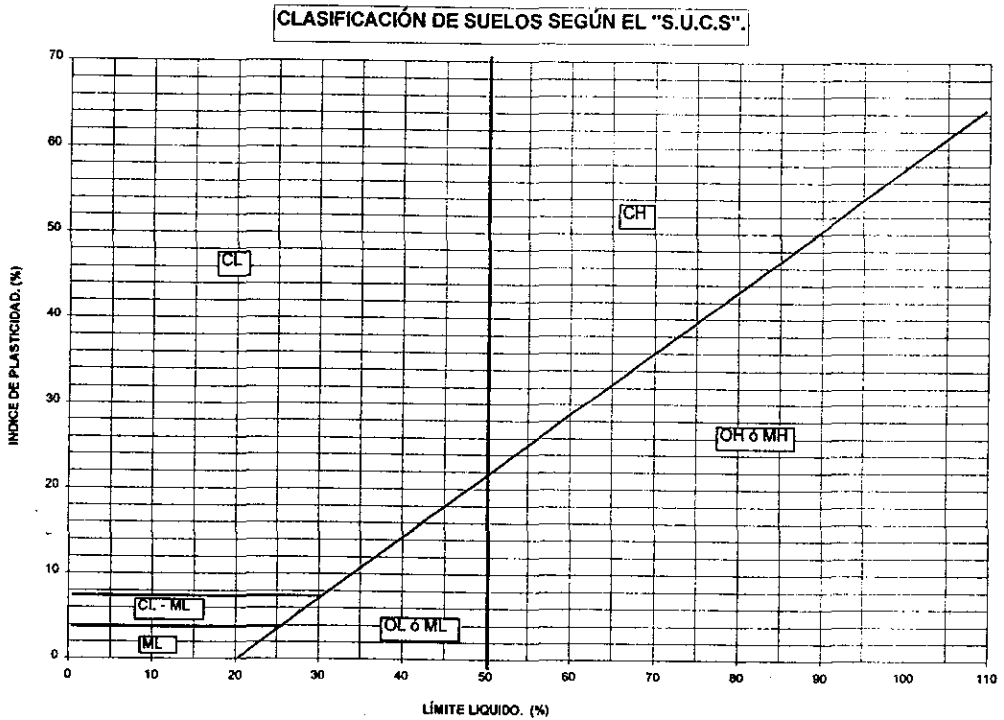


Figura I.7. Carta de Plasticidad para la clasificación de suelos de partículas finas según el S.U.C.S.

Se mencionan a continuación los símbolos utilizados para suelos finos:

Símbolo	Significado
ML	Limos inorgánicos de baja plasticidad (Mud Light)
CL	Arcillas inorgánicas de baja plasticidad (Clay Light)
OL	Limos orgánicos de baja plasticidad (Organic Light)
MH	Limos inorgánicos de alta plasticidad (Mud High)
CH	Arcillas inorgánicas de alta plasticidad (Clay High)
OH	Limos orgánicos de alta plasticidad (Organic High)

I.5 ESTABILIZACION DE SUELOS

Un suelo constituido por partículas finas, cuya composición mineralógica lo hace susceptible a sufrir cambios apreciables de volumen como consecuencia de la variación en su contenido de agua, es denominado *suelo expansivo*. Se sabe que un suelo expansivo está constituido por arcillas, esto es, *arcillas expansivas* (1).

El problema de las arcillas expansivas se ha manifestado como responsable de fallas y problemas estructurales relacionados con cimentaciones, revestimientos de canales, obras hidráulicas, terraplenes y carreteras. En la mayoría de las estructuras ligeras, la hidratación del suelo expansivo ocasiona movimientos que se ven reflejados con la aparición de grietas en la estructura.

En la República Mexicana existen muchas zonas constituidas por suelos expansivos por lo que, con el fin de inhibir sus propiedades de expansión-contracción, se han sugerido varias soluciones de cimentación; entre ellas está la estabilización del suelo utilizando algunos materiales de los cuales el óxido de calcio es el de mayor

empleo. El uso del óxido de calcio para la estabilización de suelos se ha llevado a cabo desde la antigüedad, en obras tales como la construcción de la Muralla China y algunos caminos durante el florecimiento del imperio Romano (1,12). Sin embargo, ha sido sólo hasta hace unos 30 años que se comenzaron a estudiar los mecanismos responsables de la estabilización, así como las modificaciones sufridas por el suelo estabilizado con el paso del tiempo (envejecimiento).

La acción del óxido de calcio en minerales arcillosos depende del tipo de arcilla de que se trate. Así, las caolinitas son poco sensibles al óxido de calcio, mientras que las montmorillonitas son muy sensibles, forman aluminatos y modifican al suelo constituyendo un cemento. Se ha observado que los carbonatos y la materia orgánica inhiben la acción del óxido de calcio (1).

En general, el tratamiento de los suelos expansivos con óxido de calcio puede lograr los siguientes efectos (1,2):

- La resistencia de suelo a la compresión se incrementa.
- Se reduce el índice plástico de manera considerable, esto se debe básicamente a un pequeño incremento en el límite plástico y una considerable reducción en el límite líquido.
- Las contracciones y expansiones debido a los cambios de humedad se reducen considerablemente.

Sin embargo, aunque se sabe que la estabilización del suelo con óxido de calcio funciona, existen aún varias preguntas sin respuesta que se relacionan con la mineralogía de los suelos y el comportamiento que éstos presenten con los aditivos a los que serán sometidos.

II. TECNICAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL

La difracción de rayos X es una técnica básica en el estudio de minerales arcillosos ya que permite la determinación de las fases presentes con gran precisión y rapidez. Para la determinación de la morfología de las arcillas, la microscopía electrónica de barrido es un método que ha cobrado gran importancia. Los métodos basados en el fenómeno de fluorescencia de rayos X representan una herramienta confiable en la detreminación composicional de las arcillas. Los análisis Térmicos (Análisis Térmico Gravimétrico (ATG) y Análisis Térmico Diferencial (ATD) así como los de espectroscopía infrarroja, complementan la caracterización de las arcillas.

II.1 DIFRACCION DE RAYOS X

Al hacer incidir un haz de electrones de alta energía sobre un átomo, éste sufrirá el desprendimiento de un electrón de una capa interna quedando en estado excitado. La transferencia de un electrón de una capa externa al hueco producido, con su respectiva emisión de energía en forma de rayos X, permitirá que el átomo regrese a su estado original. Los rayos X son fotones de alta energía con longitudes de onda cortas características de cada elemento. Su intensidad será proporcional al número de átomos excitados (13,14,15).

La generación de rayos X se lleva a cabo comúnmente a través de un dispositivo conocido como tubo de rayos X (figura II.1), que consta esencialmente de una fuente de electrones y dos electrodos. Los electrones emitidos desde el cátodo viajarán acelerados por un campo de alto voltaje, impuesto entre los electrodos, hasta el ánodo o blanco, que puede estar hecho de cobre, molibdeno, cobalto, plata o tungsteno, principalmente. Al impacto de los electrones con el blanco se generan los

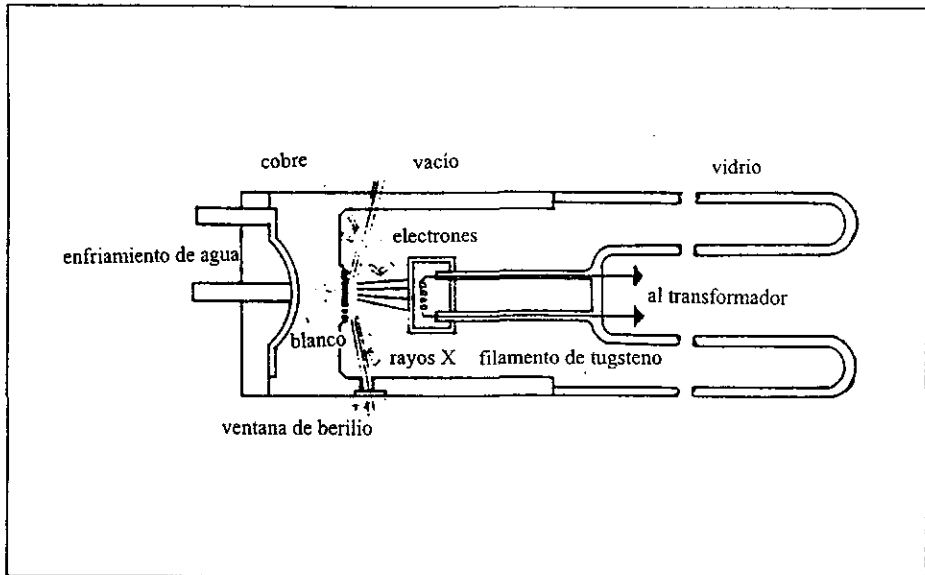


Figura II.1. Diagrama esquemático de un tubo de rayos X.

rayos X que son irradiados produciendo dos tipos de espectros: el continuo, cuya intensidad varía de forma continua con la longitud de onda; y el característico, formado básicamente por radiaciones cuyas energías varían de manera discreta (figura II.2). El espectro característico se presenta después de un voltaje determinado y superpuesto al espectro continuo. Una línea de emisión característica se aísla por medio de filtros. El haz pasará hacia afuera del tubo y se hará incidir sobre la muestra a analizar.

El primer experimento de difracción de rayos X por cristales fue diseñado en 1912 por Von Laue (16), quien desarrolló el tratamiento matemático para explicar el fenómeno, pero resultó muy complejo y difícil de aplicar (14). Posteriormente, basado en la Ley de Bragg, surge un método que representa a los cristales constituidos por familias de planos que actúan como espejos semitransparentes en

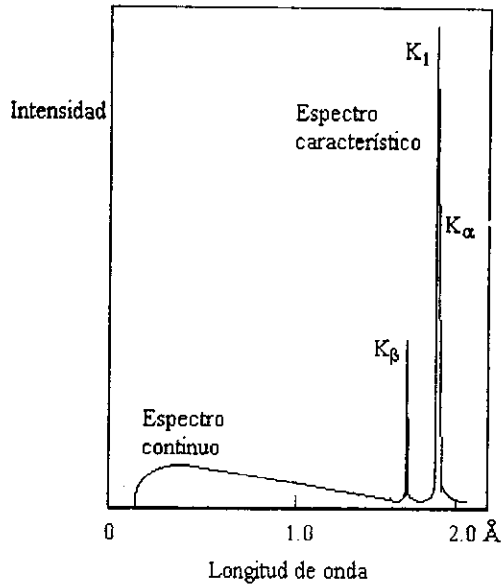


Figura II.2 Espectro continuo y característico producido por el impacto de los rayos X sobre una muestra.

los cuales, al incidir un haz monocromático de rayos X, se lleva a cabo el proceso de difracción, representado muy adecuadamente por uno de “reflexión” (figura II.3).

Los rayos penetran en la superficie del cristal reflejando una radiación virtualmente monocromática. La relación existente entre la longitud de onda del haz de rayos X, el ángulo de difracción θ y la distancia d entre cada serie de planos atómicos de la red cristalina está descrita por la ecuación de Bragg:

$$n\lambda = 2d\text{sen}\theta$$

n es un número entero que representa el orden de difracción. Este tratamiento para la difracción de rayos X en cristales es mucho más simple que el propuesto por Laue, por lo que se usa universalmente (13,14,15).

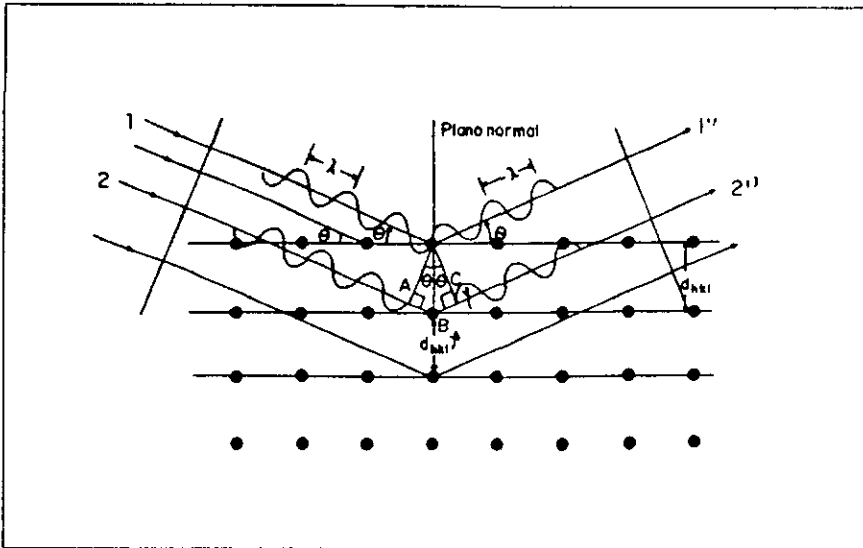


Figura II.3. Fenómeno de difracción de rayos X en un cristal.

II.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

El análisis por espectroscopía infrarroja (IR) es empleado para caracterizar la unión química de los minerales arcillosos (17,18).

Es una técnica basada en las vibraciones de los átomos de una molécula. Un espectro infrarrojo se obtiene al hacer pasar radiación a través de una muestra y determinando qué fracción de la radiación incidente es absorbida a una energía

particular. La energía a la cual aparece una señal en un espectro de absorción corresponde a la frecuencia de vibración de una parte de la molécula (19).

Cuando una molécula absorbe radiación infrarroja, es excitada a un estado superior de energía. Esta absorción es un proceso cuantizado y sólo determinadas frecuencias (energías) de la radiación infrarroja serán absorbidas por una molécula. La absorción de radiación infrarroja corresponde a cambios de energía del orden de 2 a 10 kcal / mol. La radiación en este intervalo de energía corresponde al mismo de las frecuencias vibracionales de doblamiento y estiramiento de los enlaces en la mayoría de las moléculas covalentes. En el proceso de absorción, las frecuencias de radiación infrarroja, las cuales coinciden con las frecuencias vibracionales naturales de la molécula en cuestión, serán absorbidas y su energía servirá para incrementar la *amplitud* de los movimientos vibracionales de los enlaces en la molécula. No todos los enlaces en una molécula son capaces de absorber energía infrarroja, aún si la frecuencia de la radiación coincide exactamente con el movimiento del enlace. Sólo los enlaces que poseen un momento dipolar son capaces de absorber radiación infrarroja. Un enlace deberá presentar un dipolo eléctrico que cambie a la misma frecuencia que la radiación incidente y que además, posea una energía del mismo orden del de la energía que será transferida. De esta forma, el dipolo eléctrico del enlace podrá acoplarse con el campo electromagnético de la radiación incidente, por lo que enlaces simétricos, como el del H₂, no absorberán en el infrarrojo (20).

El método consiste en hacer pasar radiación infrarroja de una multitud de longitudes de onda a través de una muestra finamente dispersada en KBr. La estructura de la arcilla absorbe la radiación IR, de acuerdo a las frecuencias de vibración de sus diferentes componentes atómicos. Cuanto más pequeño es el número de átomos en

la unidad vibrante, o cuanto más bajo es el número de masa de un átomo, tanto más alta es la energía de vibración y más corta la longitud de onda absorbida. Para designar las frecuencias de vibración se emplea la inversa de la longitud de onda en centímetros (cm^{-1}) (18).

En la figura II.4 se ilustran los modos de vibración empleados para describir las vibraciones atómicas. Los más importantes son los modos de estiramiento y doblado debido a que involucran un número pequeño de átomos de tal forma que pueden ser usados para identificar componentes y especificar la ocupación de ciertos sitios en la estructura de arcillas (18,19,20).

El modo de estiramiento es el más directo y el de más alta energía vibracional. Implica el movimiento de un átomo frente a otro o de varios átomos frente a uno simple. El modo de doblado (torsión) es menos energético e involucra direcciones de movimiento oblicuo de los átomos con respecto a la posición de los otros en la unidad vibrante.

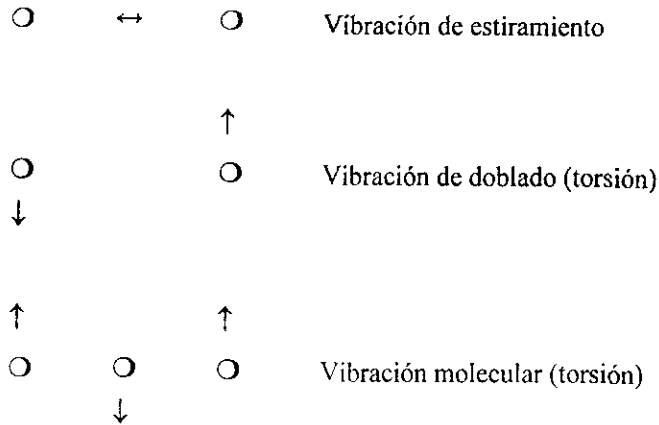


Figura II.4. Vibraciones atómicas detectadas en cristales empleando métodos de espectroscopia IR. Los modos vibracionales más importantes son los de estiramiento OH. Las zonas de mayor utilidad para las arcillas en el espectro IR se encuentran en la región vibracional de las unidades OH, O-Si-O, O-Al-O y O-Al-OH, pues se puede obtener información no disponible por otros medios de análisis.

II.3 ANALISIS TERMICO

“El análisis térmico es un grupo de técnicas instrumentales, en las cuales una propiedad física de la sustancia en estudio (muestra) es sometida a un programa de control de temperatura”, esta definición la emitió el Comité de Nomenclatura de la Confederación Internacional de Análisis Térmico (CIAT) en 1969. Por otra parte, Wendland afirma que los métodos de análisis térmico son técnicas en las cuales se registra algún parámetro físico de un sistema como función dinámica de la temperatura (21).

El esquema de un equipo de análisis térmico convencional es representado en la figura II.5. En éste se miden simultáneamente tres parámetros básicos: la temperatura de la muestra (T), usando un termopar, el tiempo (t), mediante el uso de

un cronómetro, y la propiedad física X, la cual depende de la técnica seleccionada, usando un medidor específico para X (21,22).

Dos de las técnicas termoanalíticas más importantes son las siguientes:

- 1.- Análisis Térmico Diferencial (ATD).
- 2.- Análisis Térmico Gravimétrico (ATG).

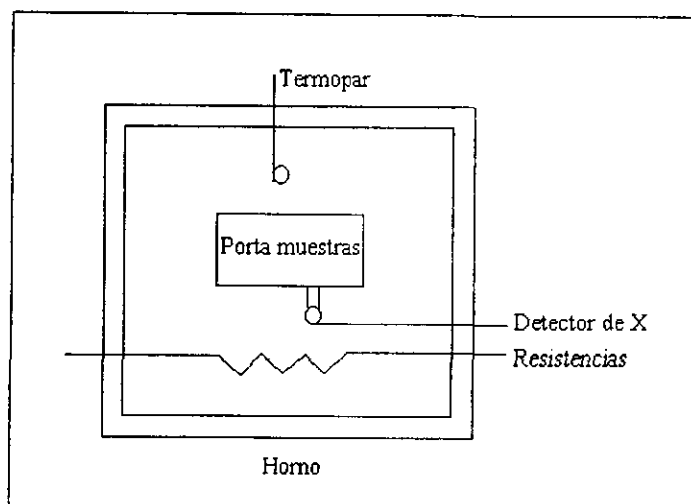


Figura II.5. Esquema general de un equipo de Análisis Térmico.

II.3.1 Análisis Térmico Diferencial (ATD).

El fundamento del ATD se conoce desde fines del siglo pasado, siendo Le Chatelier, en 1889, quien en un horno de combustión de su propio diseño obtuvo la primera curva termodiferencial de una arcilla (21,22).

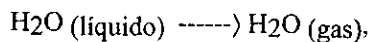
De forma general el ATD consiste de un horno en el cual se calientan dos sustancias bajo las mismas condiciones, una de ellas (muestra problema) es capaz de presentar cambios físicos o químicos con la temperatura; la otra sustancia (muestra de referencia) es térmicamente estable (inerte) en el intervalo de temperatura que se requiere para realizar el estudio. Cuando se produce alguna reacción o cambio físico, se establece una diferencia de temperaturas entre las muestras. Esta diferencia, ΔT , se mide como una función del incremento o decremento de la temperatura T del portamuestra, a medida que la temperatura se eleva uniformemente. De este modo se tiene que:

$$\Delta T = f(T) \dots\dots(1)$$

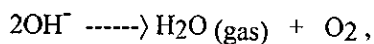
También es posible que la diferencia de temperatura se registre como una función del tiempo (dT/dt) si se cumple que el horno se caliente a una velocidad constante.

La diferencia de temperatura entre la muestra que experimenta cambios y el material de referencia, térmicamente estable, se debe esencialmente a:

- ◆ Reacciones endotérmicas. Absorben calor durante su transcurso. Por ejemplo, en las arcillas tales reacciones se deben a la evaporación del agua generada por la deshidratación



o a la deshidratación de las láminas, grupos OH^- estructurales



o a cambios de fase o transformaciones polimórficas.

- ◆ Reacciones exotérmicas. Ceden calor al llevarse a cabo. Tales efectos se producen en la combustión de compuestos orgánicos, oxidación de sulfuros, desarrollo de nuevas fases cristalinas, nucleación y cristalización entre otros.

El ATD es un método simple, rápido y de costo relativamente bajo; es útil en el diagnóstico de sustancias que no pueden ser analizadas por otros métodos como es el caso de minerales no cristalinos presentes en un suelo.

Las diferencias de temperatura que se producen corresponden a cambios de calores netos, y por eso es posible que se produzcan reacciones exotérmicas y endotérmicas simultáneamente.

Partes de un equipo de ATD.

- ◆ Unidad de calentamiento. Consiste de un horno eléctrico capaz de calentarse entre 0 y 1200 °C a velocidades de 5, 10, 20 y 50 °C / min.
- ◆ Unidad de control y programación. Su función es mantener una velocidad de calentamiento automatizada, constante y lineal. La forma más simple de lograrlo es por medio de un motor sincrónico sobre un transformador variable de modo que regule los incrementos de voltaje para mantener un calentamiento constante.
- ◆ Unidad de registro. Esta debe permitir el registro simultáneo del voltaje diferencial y de la temperatura, además, debe ser lo suficientemente sensible para permitir el registro de reacciones térmicas muy bajas.
- ◆ Unidad de portamuestras y termopares. Los portamuestras (crisoles) consisten de un bloque cerámico o metálico generalmente cilíndrico, en el cual se coloca la muestra y los termopares.

II.3.2 Análisis Térmico Gravimétrico (ATG)

Onda construyó la primera termobalanza de utilidad práctica en 1915, la cual, a partir de entonces, ha sufrido una serie de transformaciones que multiplican sus posibilidades.

En esta técnica se registran los cambios que se presentan en la masa de la muestra de forma continua en función de la temperatura (T) o del tiempo (t), previa programación lineal de la velocidad de calentamiento (21.22). El análisis dm/dT o dm/dt en función de la temperatura es lo que llamamos termogravimetría derivativa. Sin embargo, el principio del funcionamiento sigue siendo el mismo, en la figura II.6 se presenta un esquema clásico de dicho principio. La balanza generalmente opera bajo el principio de balance a cero y sus brazos se mantienen en la posición de referencia por medio de un mecanismo activado por un sistema eléctrico que a su vez es regulado ópticamente. En este equipo la muestra (M) se calienta de forma que su temperatura ascienda programadamente en el tiempo. El control de la temperatura se lleva a cabo mediante termopares, es posible escoger entre diferentes velocidades de calentamiento o mantener constante la temperatura del horno. La variación de masa se registra de forma automática, conjuntamente con la temperatura de la muestra obteniéndose un gráfico de Δm vs t.

Mediante la interpretación cuantitativa de las pérdidas de peso es posible dilucidar la naturaleza de las fases intermedias y caracterizar las distintas etapas de la descomposición de un material. Otras de las aplicaciones importantes del análisis termogravimétrico es el estudio cinético de reacciones en estado sólido.

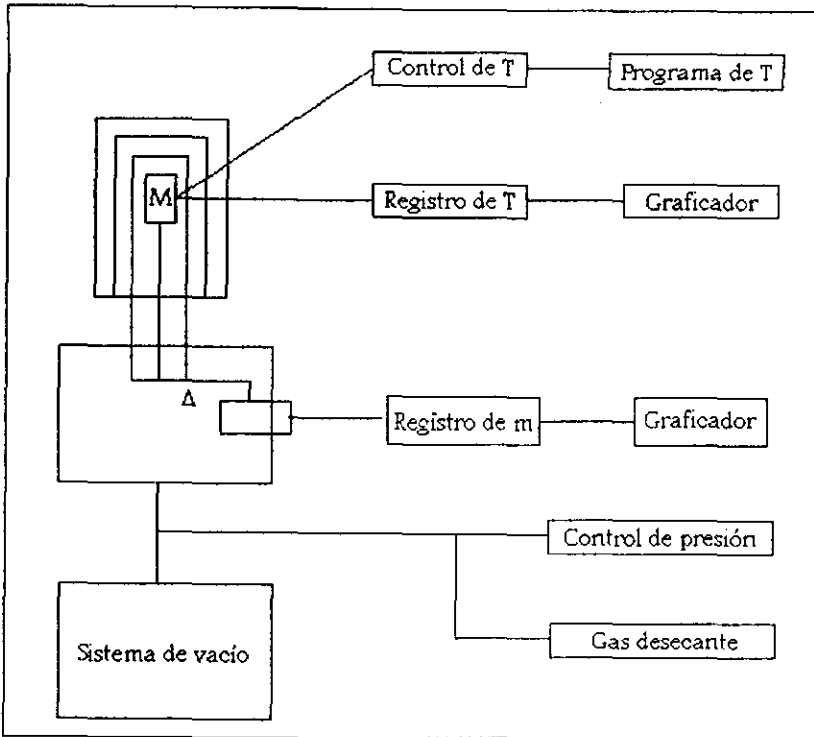


Figura II.5. Esquema de una termobalanza.

II.4 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es un método muy útil en la identificación de texturas y formas de agregados minerales. Proporciona información sobre la morfología, la topología, el tamaño de partícula y otras características importantes de una muestra. La definición o resolución de la imagen es del orden de $0.01 \mu\text{m}$. Por otra parte, un microscopio electrónico tiene el intervalo de aumento más alto (10 a $180,000\times$).

El microscopio electrónico de barrido consiste en una columna ópticamente electrónica (figura II.7). La muestra preparada se coloca en la cámara de muestras de la columna y es evacuada a alto vacío (aproximadamente 2×10^{-6} torr). El cátodo de un cañón electrónico, constituido por un filamento de tungsteno, es calentado por un sistema de emisión termoiónica a una temperatura mayor de 2700 K con el fin de generar un haz de electrones. Éstos son acelerados hacia el ánodo a través de la columna electrónica por un voltaje de aceleración de 2 a 40 KV. Se enfocan finamente, al pasar por una serie de lentes electromagnéticas, en un haz que bombardea la muestra (23,24).

La interacción del haz de electrones de alta energía con los átomos de la muestra produce varias formas de radiación (24,25) (figura II.8), de las cuales las más importantes, por el tipo de información que proporcionan, son:

a) *Electrones secundarios*. Son originados por el sólido y emitidos como resultado de la excitación atómica por el haz primario y se caracterizan por tener un espectro de energías comparativamente bajo (< 50 eV) en relación al haz inicial. Estos pueden ser recolectados colocando una placa con un potencial positivo a un lado de la muestra, de manera que los electrones retrodispersados no se desvíen mucho. Los electrones secundarios son abundantes y, por lo tanto, los más usados como señal para producir imágenes MEB.

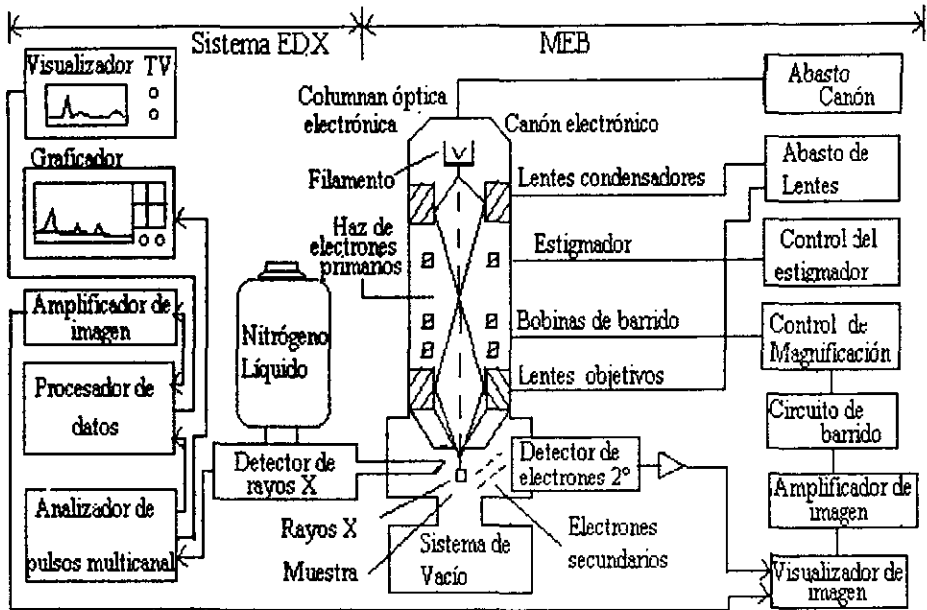


Figura II.7. Diagrama esquemático del sistema MEB/EDX.

b) *Electrones retrodispersados*. Son aquellos que se desvían del haz hacia atrás debido a la dispersión elástica de los átomos de la red; por lo tanto, su energía está muy cercana a la del haz incidente. Estos eventos se llevan a cabo muy cerca de la superficie de incidencia, por lo que el número de electrones dispersados en un ángulo dado dependerá de la sección del área donde incide el haz (ángulo de incidencia). Si barreos distintas zonas de la muestra tendremos variaciones en la intensidad de los electrones retrodispersados a un ángulo dado (ángulo de observación), y el resultado será una fotografía superficial de la muestra. Además, la intensidad del haz retrodispersado está determinada principalmente por la probabilidad de que un electrón sea adsorbido, entonces podemos esperar que la intensidad del haz retrodispersado aumente cuando se incremente el número

atómico de los elementos que forman el sólido, esto nos permite determinar zonas de diferente composición en el material. Forman también imágenes MEB.

c) *Electrones absorbidos*. Los electrones que pierden tal cantidad de energía y que no pueden salir del sólido se pueden detectar si ponemos electrodos en la muestra, de manera que cualquier exceso de carga fluya a través de ellos a tierra.

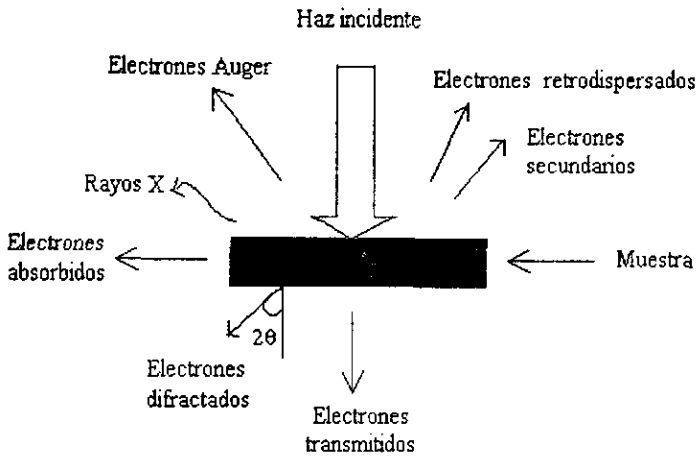


Figura II.8. Tipos de radiación producidas por la interacción de un haz de electrones con una muestra.

d) *Rayos-X característicos y electrones Auger*. Es de esperarse que se emitan rayos-X característicos debido a las transiciones de los electrones excitados por el haz primario, por lo que si utilizamos algún espectrómetro apropiado y un detector tipo Geiger o un fotomultiplicador, podremos construir un perfil de intensidades y conocer tanto los elementos que componen la muestra, así como su concentración,

es decir podremos efectuar un análisis químico. Puede suceder que como alternativa el átomo excitado regrese a un estado de energía menor emitiendo uno de sus electrones en vez de rayos-X; tales electrones, también llamados Auger, se caracterizan por tener valores discretos de energía y, por lo tanto, pueden usarse para un análisis químico análogo.

e) *Electrones transmitidos y difractados (Microscopía Electrónica de Transmisión)*. Estos son los electrones del haz incidente que logran atravesar la muestra estudiada y llevan información sobre la estructura interna de la misma. La formación de una imagen a partir de los electrones es lo que constituye la microscopía electrónica de transmisión (25).

Los electrones secundarios y retrodispersados son coleccionados por un detector montado en la cámara de muestras y son procesados por una consola electrónica dentro de la familiar imagen MEB. Los electrones secundarios permiten la obtención de imágenes en pantalla con una alta resolución. La apariencia tridimensional, así como el sombreado que da los relieves a las imágenes creadas, es debida a los electrones secundarios.

II.4.1 Análisis Elemental por MEB.

Si se coleccionan los rayos-X característicos, generados a medida que el haz de electrones interacciona con la muestra, es factible obtener un análisis elemental (18). El detector de rayos-X se encuentra montado adyacente al detector de electrones secundarios (figura II.6). Cada elemento de la muestra emite rayos-X con energías y longitudes de onda características. Cuando se utiliza un detector de material cristalino, como es el Si, la energía de los rayos-X es convertida en una señal de

intensidad apropiada, es decir, se tiene un sistema de energía dispersiva (EDX). Este sistema es útil para obtener análisis rápidos de elementos de número atómico arriba de 11 (sodio).

El método de EDX brinda un análisis químico confiable de muy pequeñas cantidades de material. El diámetro del lugar del análisis es cerca de $2\mu\text{m}$ y la penetración del haz es de aproximadamente $6\mu\text{m}$. Los resultados del análisis son listados en el modo normal químico, dando porcentajes de óxidos y/o proporciones atómicas.

III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

III.1 CLASIFICACION DEL SUELO

Con el fin de clasificar, según el S.U.C.S., al suelo natural de la región de Jacarandas, Querétaro, objeto de este estudio, se procedió a determinar algunas de sus Propiedades Índice, como son el límite líquido (*L.L.*), límite plástico (*L.P.*) e índice plástico (*I.P.*).

Límite líquido. La determinación actual del límite líquido se hace con el uso de la Copa de Casagrande (ver figura III.1) (27,28). Ésta es un recipiente de bronce con un tacón solidario del mismo material; el tacón y la copa giran en torno a un eje fijo unido a la base. Una excéntrica³ hace que la copa caiga periódicamente golpeándose con la base del dispositivo.

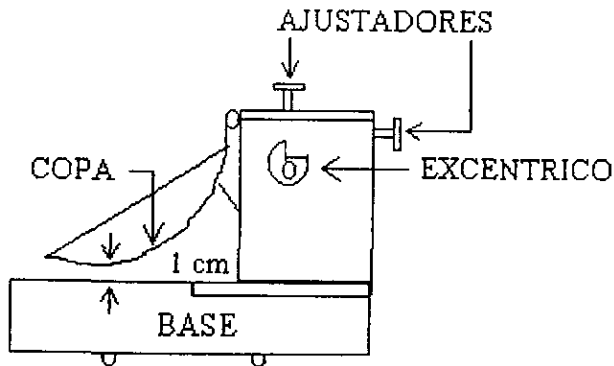


Figura III.1. Copa de Casagrande.

³ Excéntrica: pieza que gira sobre un eje que no está en su centro.

La altura de caída de la copa es, por especificación, de 1 cm; éste medido desde el punto de la copa que toca la base al caer hasta la base misma estando la copa en su punto más alto. La copa es esférica con radio interior de 54 mm, tiene un espesor de 2 mm y un peso de 200 (+/-) 20g incluyendo el tacón (figura III.2). Sobre la copa se coloca el suelo por estudiar y se procede a hacerle una ranura trapecial con el ranurador y de las dimensiones mostradas en la figura III.3.

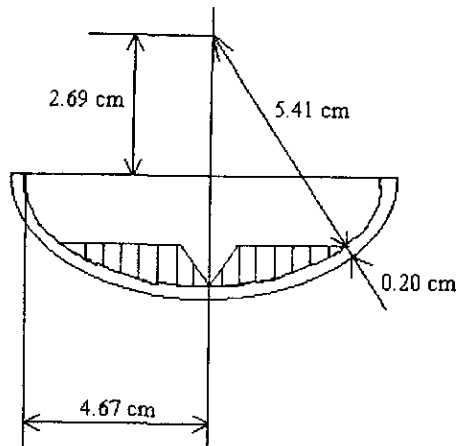


Figura III.2. Dimensiones de la Copa de Casagrande.

El límite líquido es el contenido de agua que debe tener un suelo remoldeado cuando en una muestra, en la que se haya practicado una ranura de las dimensiones mostradas en la figura III.3, se cierran los taludes (paredes) 13 mm aproximadamente cuando exactamente se le hayan aplicado 25 golpes.

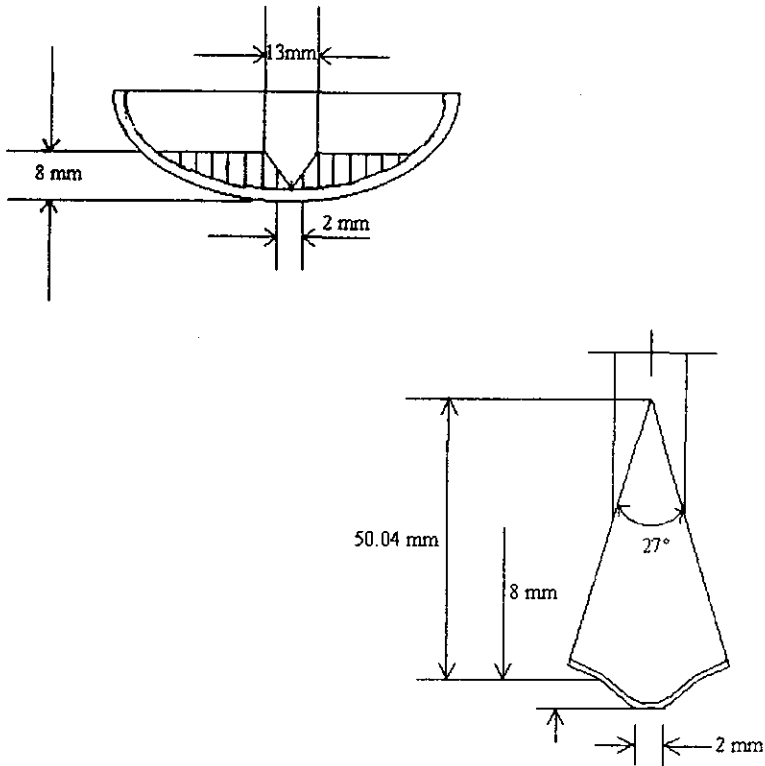


Figura III.3. Dimensiones de la ranura y del ranurador.

1. Se tamizó una muestra representativa de aproximadamente 300g de suelo por malla No. 40. Se le agregó agua hasta lograr una consistencia semilíquida y se dejó así por 24 horas para que el contenido de ésta fuera uniforme.
2. Del material preparado se colocó una parte en una cápsula de porcelana y, con ayuda de una espátula, se hizo una mezcla pastosa, homogénea y de consistencia suave.

3. Una parte de esta muestra se colocó con la espátula, en la copa de Casagrande, hasta formar una masa alisada y homogénea de un espesor de 1cm en la parte de máxima profundidad. Una altura mayor a 1cm disminuye el valor del L.L., y una altura menor aumenta su valor. La prueba se realizó en un cuarto húmedo o cámara de intemperismo a fin de evitar un secado superficial de la muestra.
4. Se hizo una ranura en el centro de la muestra colocada en la copa según lo descrito anteriormente (figura III.3).
5. Se accionó la manivela para hacer caer la copa desde una altura de 1cm a razón de 2 golpes por segundo.
6. La copa se accionó el número de veces necesario para lograr que la base de la ranura se cerrara precisamente a 1.27 cm (1/2") a los 25 golpes exactamente. Esto se consiguió después de varios intentos en los que el contenido de agua se modificó.
7. Se extrajeron unos 50g de la muestra y se colocaron en un vidrio de reloj. Se determinó el peso, se secó la muestra en una estufa eléctrica a 105 °C por 24 horas y se determinó su peso nuevamente.
8. El límite líquido se calculó con la fórmula siguiente:

$$L.L. = \frac{P_h - P_s}{P_s} \times 100 = \frac{P_w}{P_s} \times 100$$

en la que:

$L.L.$ = límite líquido en %.

P_h = peso de la muestra húmeda en gramos.

P_s = peso de la muestra seca en gramos.

P_w = Contenido de agua en la muestra en gramos.

Límite plástico. La determinación actual del límite plástico está definida como el contenido de agua con el cual se desmorona y agrieta un rollito de suelo de 3mm (1/8") de diámetro al rodarlo, con los dedos de la mano, sobre una superficie plana y seca (27,28).

1. Se utilizó una parte de la muestra preparada durante 24 horas. Se tomó aproximadamente 1cm^3 del material y se rodó bajo la palma de la mano sobre una superficie plana y pulida hasta formar un rollo de 3mm de diámetro (figura III.4). (Los suelos que no pueden rodillarse con ningún contenido de humedad se consideran no plásticos).
2. La operación se repitió hasta lograr que, debido a la pérdida de humedad por evaporación, el rollo de 3 mm de diámetro presentó grietas y se desmoronó.
3. Se tomaron los pedacitos resultantes, se pesaron, se secaron en estufa eléctrica y se volvieron a pesar.
4. Se repitió el procedimiento hasta obtener un resultado congruente por triplicado.
5. Se determinó la humedad correspondiente al límite plástico con la fórmula:

$$L.P. = \frac{P_h - P_s}{P_s} \times 100 = \frac{P_w}{P_s} \times 100$$

en la que:

$L.P.$ = humedad correspondiente al límite plástico en %.

P_h = peso de los trocitos de filamento húmedos en gramos.

P_s = peso de los trocitos de filamento secos en gramos.

P_w = peso del agua contenida en los filamentos pesados en gramos.

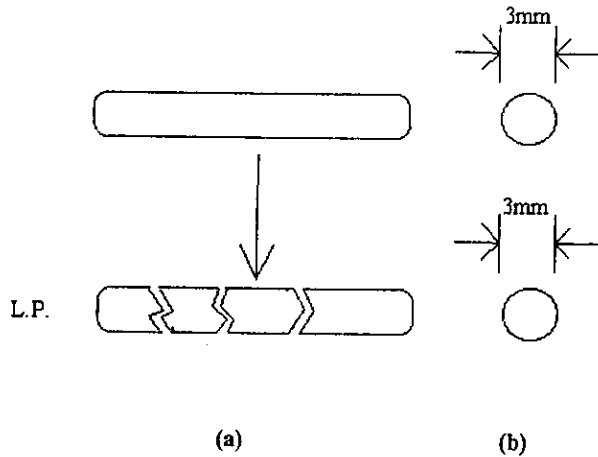


Figura III.4. Determinación del límite plástico.
(a) Ruptura del rollo de suelo al alcanzar el límite plástico. (b) Diámetro del rollo.

III.2 ESTABILIZACION

Para determinar el porcentaje adecuado de material estabilizante se hicieron mezclas de suelo natural, con diferentes porcentajes de óxido de calcio (2, 4, 6, 8 y 10% con respecto al peso seco del suelo) de diferentes marcas (cal Del Valle, Santa Cruz y Los Arcos). Se utilizó agua para homogeneizar la mezcla y para que la reacción de estabilización se llevara a cabo. Posteriormente se determinaron las propiedades índice de las muestras según el procedimiento ya descrito.

III.3 ENVEJECIMIENTO

Con el fin de simular las condiciones bajo las cuales se lleva a cabo el proceso de envejecimiento de un suelo expansivo tratado con óxido de calcio, se hicieron mezclas de suelo natural con el porcentaje y la marca óptima de aditivo en un mortero de ágata. Para homogeneizar la mezcla se adicionó agua destilada a las

muestras hasta obtener una pasta; posteriormente estas muestras fueron sometidas a 200 °C en una mufla eléctrica (Lindberg). Cada 24 horas las muestras eran retiradas de la mufla para volver a adicionarles agua destilada, meterlas a una estufa eléctrica (Lab-Line Instruments) a 80 °C hasta la evaporación total de ésta para posteriormente someterlas, nuevamente, a 200 °C en la mufla. Este tratamiento se realizó para simular y acelerar el proceso de envejecimiento que se lleva a cabo a través de muchos años en un suelo que se encuentra en condiciones atmosféricas.

III.4 DIFRACCION DE R-X

Con la finalidad de realizar la identificación mineralógica de las diferentes fases cristalinas, presentes en el suelo, se realizaron estudios de difracción de rayos X por el método de polvos, en un difractómetro Siemens D5000 con radiación de $\text{Cu, K}_\alpha = 1.5405 \text{ \AA}$, en el intervalo de $5 < 2\theta < 65$. Para ello, las muestras fueron finamente molidas en un mortero de ágata, para evitar la posible contaminación de otros materiales, y tamizadas por malla 200.

III.5 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Las muestras de suelo, natural y tratado con óxido de calcio, fueron analizadas por espectroscopía infrarroja (Nicolet 510, FT-IR Spectrometer) en el intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , empleando KBr como soporte.

III.6 ANALISIS TERMICO

Con el objetivo de observar y cuantificar las posibles pérdidas de fases volátiles, así como determinar las transformaciones de fase, las muestras fueron analizadas por

análisis térmico diferencial (ATD), DTA-910, y análisis térmico gravimétrico (ATG), TGA-2950 TA, a una velocidad de calentamiento de 10°C /min en aire.

III.7 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

Para realizar el estudio microestructural y composicional (microanálisis) del suelo natural y envejecido, las muestras fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido en un microscopio electrónico JEOL 5200.

III.8 pH

A todas las muestras se les determinó el pH con el fin de observar cómo se modifica con el proceso de estabilización. Se siguió el siguiente procedimiento:

1. Se colocó una muestra en un vaso de precipitados y se le adicionó agua destilada en una proporción de 25 ml por cada 10 g de suelo.
2. Se puso en agitación por un período de 10 minutos.
3. Se dejó reposar la muestra por 30 minutos.
4. Se determinó el pH del agua con un papel indicador pH (Whatman tiras tipo CF).

IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES

IV.1 CLASIFICACION DEL SUELO

Los resultados obtenidos para la clasificación del suelo natural de la región de Jacarandas, Querétaro, se resumen en la tabla IV.1.

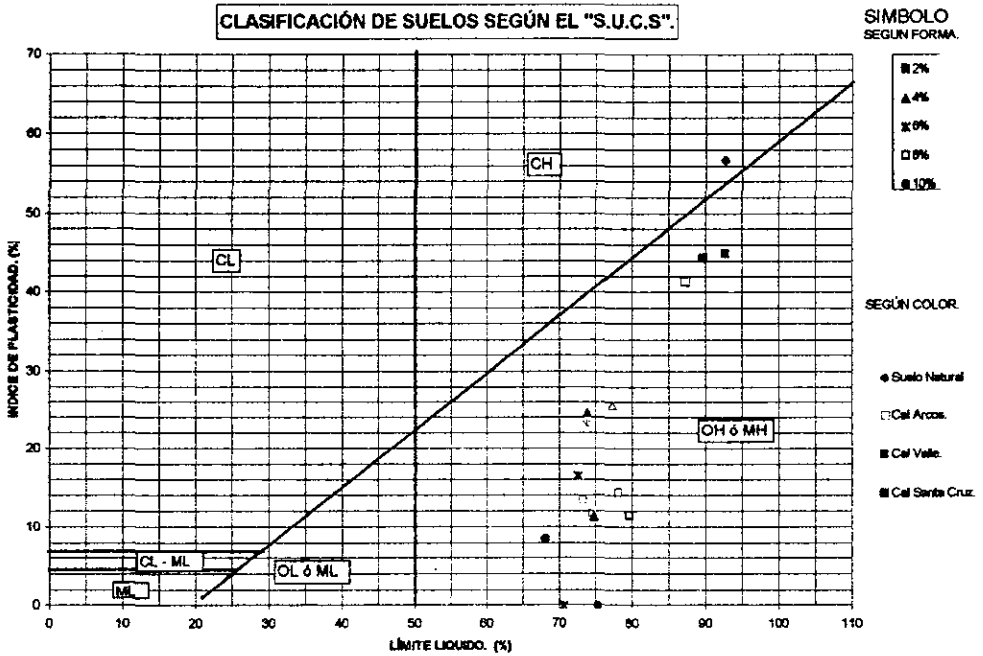
	L.L. %	L.P. %	I.P. %	Clasificación S.U.C.S.
Suelo Natural	92.71	35.95	56.76	CH

Tabla IV.1. Resultados de las propiedades índice determinadas para el suelo natural, así como su clasificación.

De los resultados obtenidos se concluye que el suelo es del tipo CH según el S.U.C.S., esto es, arcilla inorgánica de alta compresibilidad, y posee un grado de expansión muy alto (4,5,29). Lo anterior nos indica que, para este suelo, se deberán tomar ciertas consideraciones en la elección de la cimentación, entre ellas está someter al suelo a un tratamiento con óxido de calcio.

IV.2 ESTABILIZACION

La gráfica IV.1 muestra los resultados obtenidos para la clasificación del suelo tratado con las diversas marcas de cal utilizadas, Los Arcos, Santa Cruz y Del Valle, así como para los diferentes porcentajes de las mismas, 2, 4, 6, 8 y 10 % con respecto al peso del suelo.



Gráfica IV.1. Clasificación del suelo tratado con diversas marcas de óxido de calcio y a diferentes porcentajes.

Se observa que el comportamiento de las diferentes marcas de óxido de calcio es similar, todas disminuyen el índice de plasticidad del suelo natural estabilizándolo.

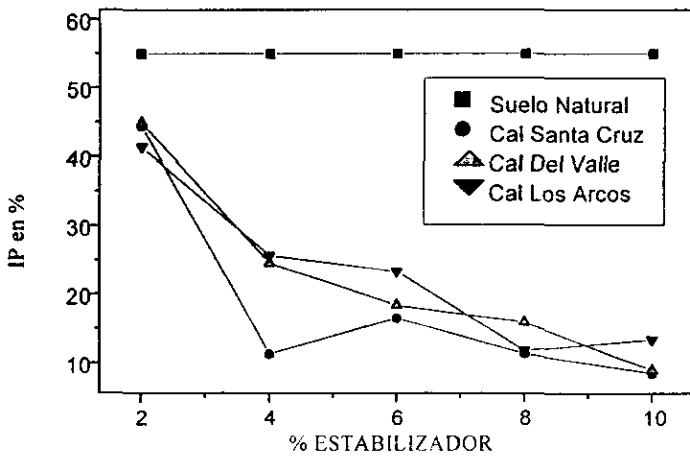
El suelo pasa de una arcilla de alta compresibilidad o CH a un limo de alta compresibilidad o MH.

La tabla IV.2 resume los resultados de las propiedades índice determinadas para el suelo tratado con diferentes cantidades de cal Santa Cruz, así como la clasificación de las muestras según el S.U.C.S. Se observa que el 8% de óxido de calcio disminuye el límite líquido en un 20%, aumenta el límite plástico en un 67% y, en consecuencia, el índice plástico experimenta una disminución del 75%.

% de CaO adicionado	L.L.	L.P.	I.P.	Clasificación S.U.C.S.
2	83.52	36.09	47.43	MH
4	75.22	53.37	21.85	MH
6	72.56	56.00	16.55	MH
8	74.17	60.03	14.14	MH
10	73.20	59.35	13.85	MH

Tabla IV.2. Clasificación del suelo tratado con diferentes porcentajes de CaO.

La gráfica IV.2 ilustra los efectos provocados por la adición de CaO, en diferentes porcentajes, y marcas, sobre el índice plástico del suelo natural. Se decide usar la cal Santa Cruz al 8% en peso para el trabajo posterior ya que a partir de este valor el índice plástico permanece constante, esto es, el 8% de óxido de calcio es el porcentaje óptimo para estabilizar a este suelo.



Gráfica IV.2. Índice plástico en función del % de CaO adicionado al suelo.

IV. 3 DIFRACCION DE R-X

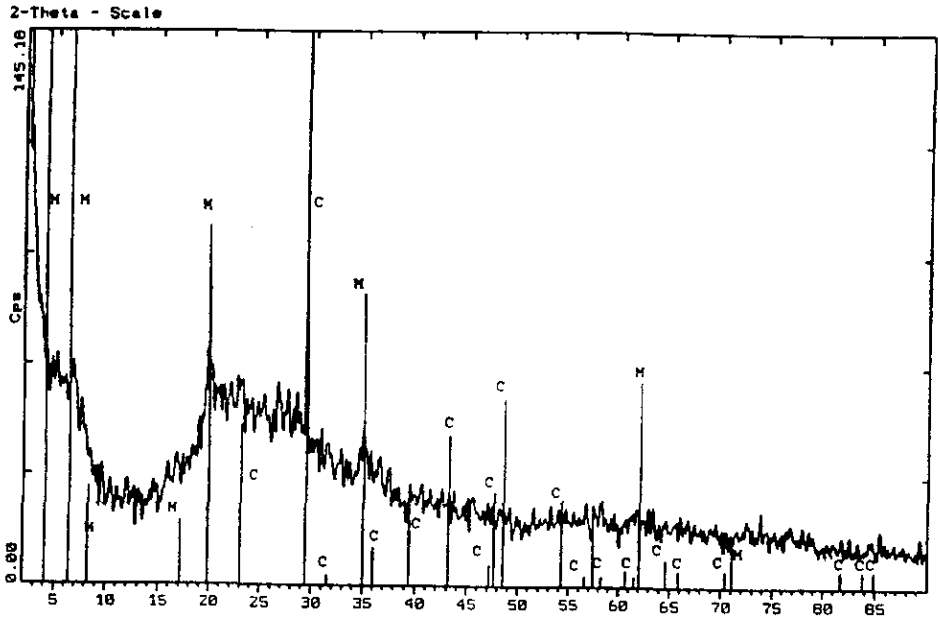
El análisis mineralógico de las distintas fases cristalinas que constituyen al suelo natural, envejecido naturalmente y en el laboratorio, se realizó por medio de la técnica de difracción de rayos X por el método de polvos. En las figuras IV.1 y IV.2 se presentan los difractogramas obtenidos al realizar este análisis a una muestra de suelo natural; en ellos se observa que dicho material está constituido, principalmente, por cuatro fases: calcita, albita, anortita y montmorillonita (30). Se puede observar que este último mineral se encuentra constituyendo la fase expansiva del suelo analizado.

Los difractogramas presentados en las figuras IV.1 y IV.2 muestran líneas de difracción no muy definidas, lo que indica que la muestra contiene sustancias

amorfas como materia orgánica o sílice. Así que, con el objetivo de eliminar dichas fases y lograr una mejor identificación de los constituyentes del suelo, algunas muestras fueron tratadas con una solución de hidróxido de sodio 0.5 normal a 70 °C durante 3 horas con agitación continua (7). Después de este tratamiento, los suelos fueron lavados con agua destilada y secados a 80°C durante 24 horas en una estufa eléctrica. Posterior a este tratamiento, las muestras fueron analizadas por difracción de rayos X y se observó que los patrones presentaron una mejor definición en las líneas de difracción, lográndose con esto una identificación más clara de cada una de las fases cristalinas, figuras IV.3 y IV.4.

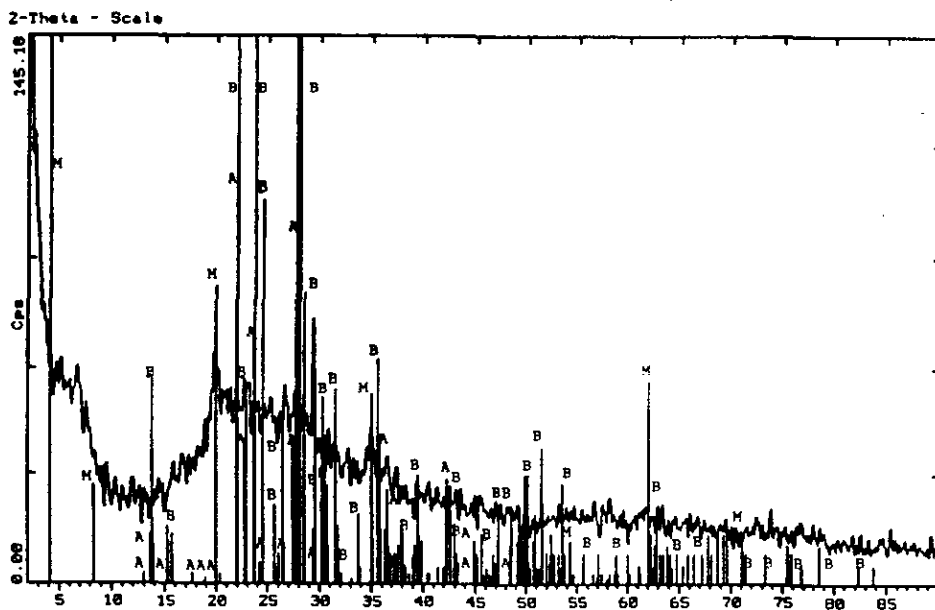
Las muestras de suelo envejecido naturalmente por varios años, tabla IV.3, así como las tratadas en el laboratorio con 8% en peso de óxido de calcio como aditivo estabilizador, también fueron analizadas por difracción de rayos X y se observó que presentan las mismas fases cristalinas que se encuentran constituyendo el suelo natural sin tratar, sólo que, para este caso, dichas muestras mostraron un incremento en las líneas de difracción correspondientes a carbonato de calcio (calcita), figura IV.5.

Este comportamiento también se observó en aquellas muestras de suelo tratado con óxido de calcio y envejecido en forma natural 3.5 (Plazas del Sol), 5 (Pueblo Nuevo, Qro.) y 6 años (estacionamiento Comercial Mexicana) con respecto a las de suelo natural. Estas muestras provienen de diferentes lugares del estado de Querétaro. Los suelos fueron tratados con óxido de calcio y se procedió a edificar sobre ellos. Un análisis previo por difracción de rayos X mostraron que su composición mineralógica es la misma a la del suelo de Jacarandas, objeto de este estudio.



M = Montmorillonita: $\text{Na}_{0.3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (JCPDS No. 29-1498 y 29-1499).
 C = Calcita: CaCO_3 (JCPDS No. 24-27).

Figura IV.1. Identificación de las fases presentes en una muestra de suelo natural por difracción de rayos X.

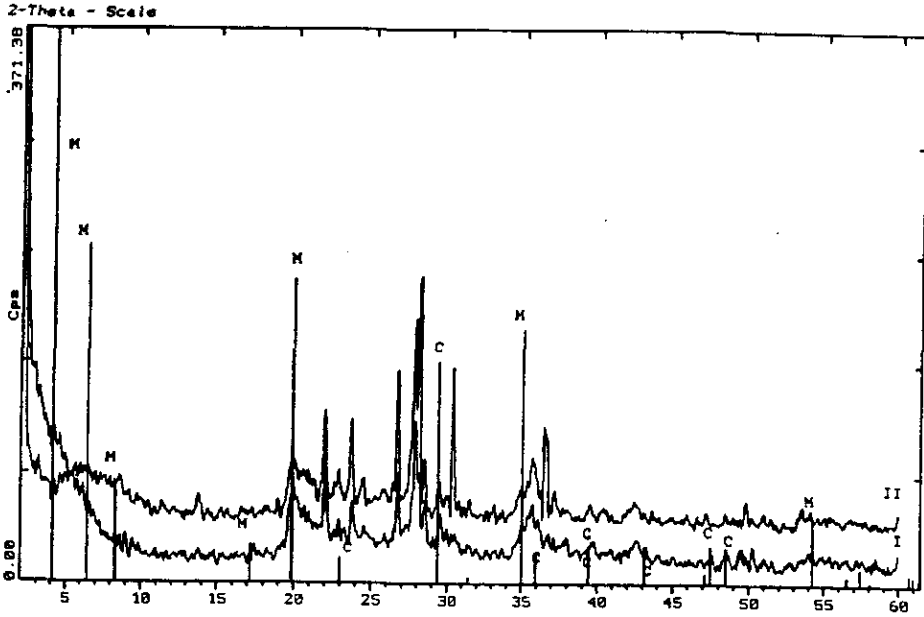


M = Montmorillonita: $\text{Na}_{0.3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (JCPDS No. 29-1499).

A = Anortita sódica ordenada: $(\text{Ca}, \text{Na})(\text{Al}, \text{Si})_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (JCPDS No. 20-528).

B = Albita desordenada: $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (JCPDS No. 20-572).

Figura IV.2. Identificación de las fases presentes en una muestra de suelo natural por difracción de rayos X.



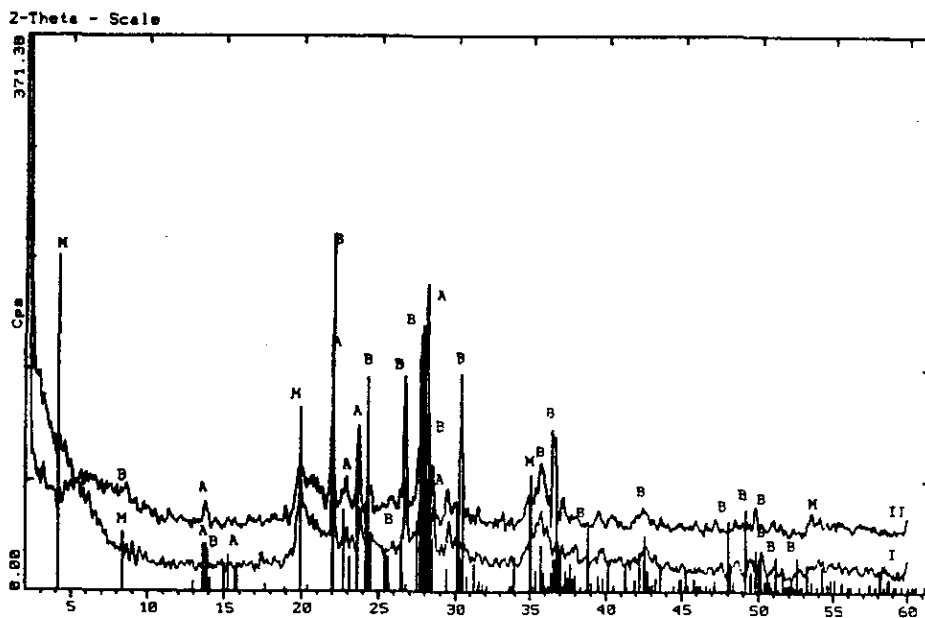
I = Suelo Natural.

II = Suelo tratado con NaOH 0.5N.

M = Montmorillonita: $\text{Na}_{0.3}(\text{Al, Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (JCPDS No. 29-1498 y 29-1499).

C = Calcita CaCO_3 (JCPDS No. 24-27).

Figura IV.3. Suelo natural tratado con una solución de NaOH 0.5N para eliminar materia orgánica. Identificación de las fases presentes por difracción de rayos X.



I = Suelo Natural.

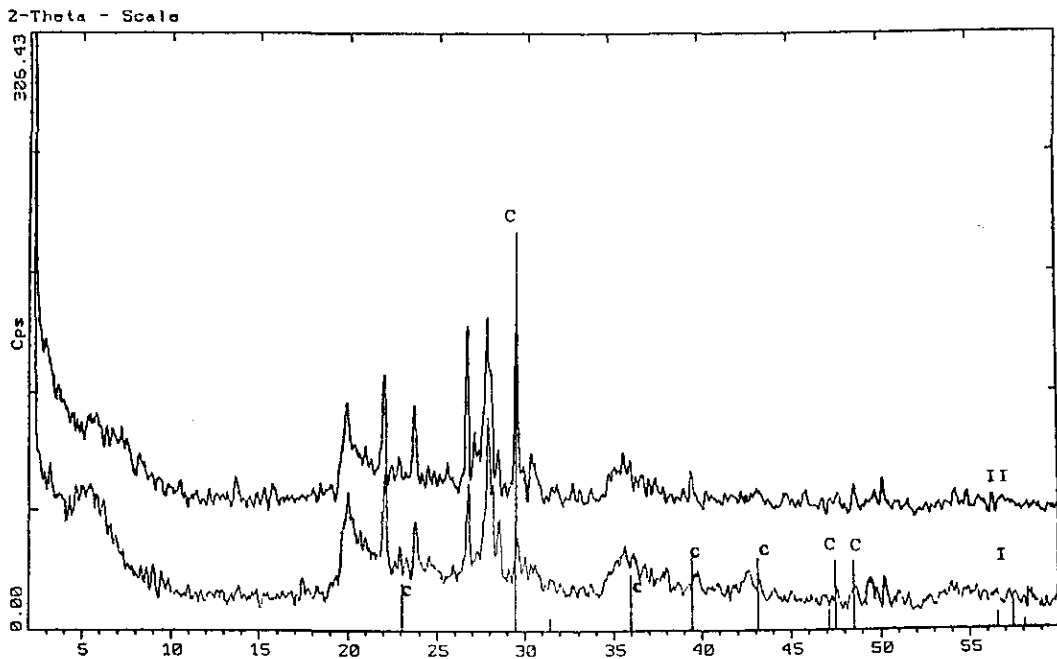
II = Suelo tratado con NaOH 0.5N.

M = Montmorillonita: $\text{Na}_{0.3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (JCPDS No. 29-1499).

A = Anortita sódica ordenada: $(\text{Ca}, \text{Na})(\text{Al}, \text{Si})_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (JCPDS No. 20-528).

B = Albita desordenada: $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (JCPDS No. 20-572).

Figura IV.4. Suelo natural tratado con una solución de NaOH 0.5N para eliminar materia orgánica. Identificación de las fases presentes por difracción de rayos X.



I = Suelo Natural.
 II = Suelo tratado con 8% en peso de cal.
 C = Calcita CaCO₃ (JCPDS No. 24-27).

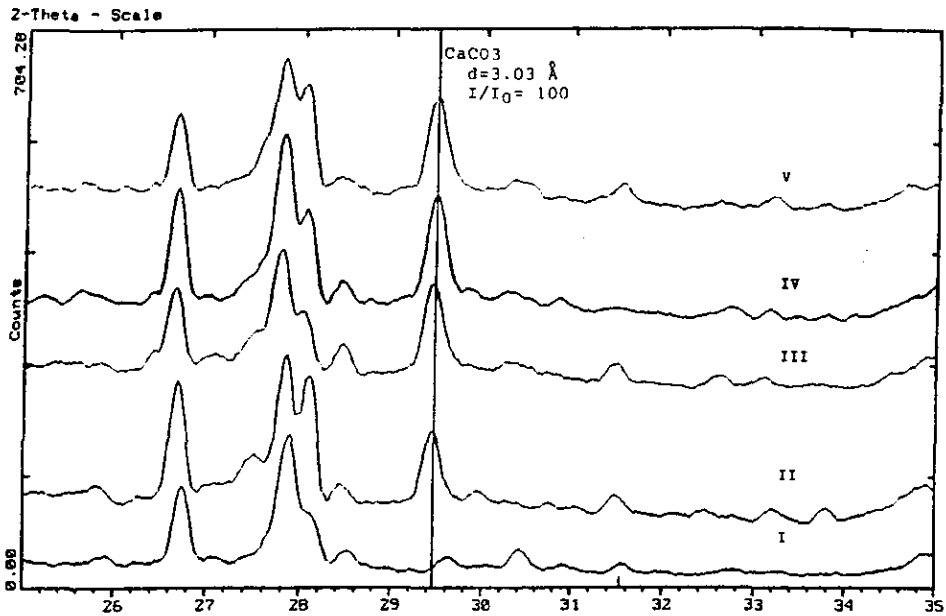
Figura IV.5. Suelo tratado con óxido de calcio al 8% en peso. Identificación de las fases presentes por difracción de rayos X.

Procedencia del suelo (Querétaro)	Años de haber sido tratado con cal (envejecimiento natural)
Comercial Plazas del Sol, Qro.	3.5
Pueblo Nuevo, Qro.	5
Estacionamiento, Qro.	6

Tabla IV.3. Suelos estabilizados y envejecidos en forma natural.

El estudio del envejecimiento del suelo natural tratado con óxido de calcio a nivel laboratorio se logró sometiendo las muestras a una temperatura de 200 °C en una mufla eléctrica (Lindberg) durante 10 semanas continuas. La elección de esta temperatura se hizo con base a los resultados del análisis calorimétrico realizado, ATD (Análisis Térmico Diferencial) y ATG (Análisis Térmico Gravimétrico), ya que la información obtenida por medio de estas técnicas, conjuntamente con la de difracción de rayos X, garantiza que no se presente algún cambio en la estructura cristalina de los minerales que constituyen al suelo. Durante éste lapso de tiempo, las muestras fueron tratadas con agua destilada, todos los días, hasta la saturación de las mismas (obteniéndose una pasta). Después de este tratamiento, las muestras fueron secadas en una estufa eléctrica (Lab-Line Instruments) a 80 °C hasta la evaporación total del agua absorbida, para posteriormente ser sometidas a 200 °C en la mufla. Estos tratamientos se realizaron para simular, en tiempos más cortos, los resultados del proceso de envejecimiento que tiene el suelo tratado con óxido de calcio bajo las condiciones atmosféricas a las que se encuentra expuesto en forma normal.

Las muestras sometidas a este tratamiento fueron analizadas, por difracción de rayos X, a diferentes periodos de tiempo hasta completar las 10 semanas (1680 horas). Los estudios muestran que, cualitativamente, conforme pasa el tiempo se forma una mayor cantidad de calcita hasta alcanzar las 1176 horas de tratamiento, tabla IV.4. Después de este periodo de tiempo, dicha cantidad puede considerarse que permanece constante; esto se observa con mayor claridad en las figuras IV.6 a y b.



I = Suelo Natural lavado con NH₄Cl 1N.

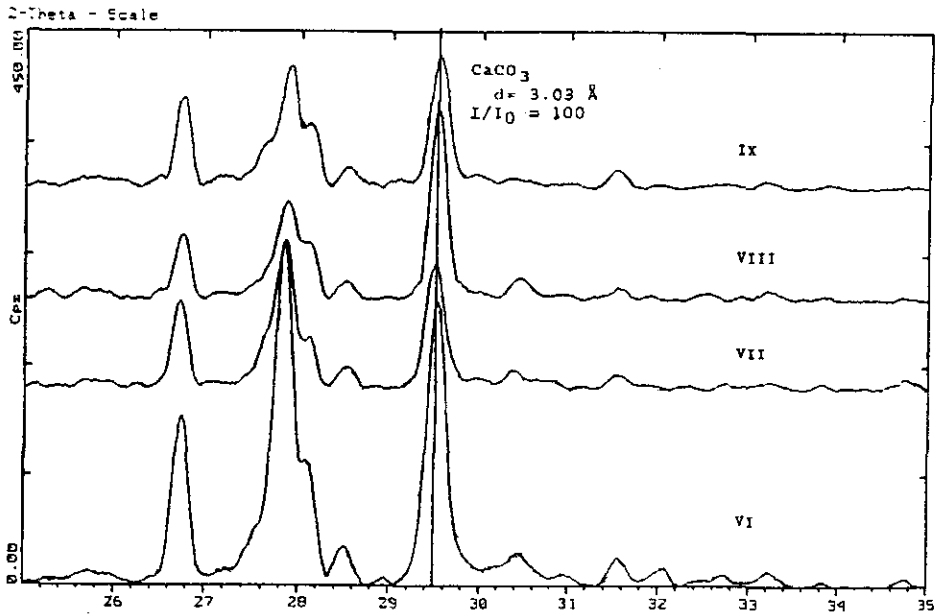
II = Suelo Natural.

III = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 1 semana.

IV = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 2 semanas.

V = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 4 semanas.

Figura IV.6 a. Difracción de rayos X para el suelo tratado con óxido de calcio al 8% en peso y envejecido a diferentes tiempos.



- VI = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 6 semanas.
 VII = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 8 semanas.
 VIII = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 9 semanas.
 IX = Suelo tratado con 8% en peso de cal y envejecido 10 semanas.

Figura IV.6 b. Difracción de rayos X para el suelo tratado con óxido de calcio 8% en peso y envejecido a diferentes tiempos.

Tabla IV.4. Cantidad relativa de Calcita formada con el envejecimiento realizado a nivel laboratorio.

No. de muestra	Horas sometidas al tratamiento	Porcentaje relativo de CaCO_3^*
1	168	3.78
2	336	4.52
3	604	5.66
4	672	5.98
5	480	6.39
6	1008	8.17
7	1176	8.05
8	1344	7.37
9	1572	7.09
10	1680	7.06

* Cantidad relativa calculada midiendo el área bajo el pico de difracción a $2\theta = 29.45^\circ$ para CaCO_3

IV.4 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Con la finalidad de corroborar y complementar la información obtenida por difracción de rayos X, los suelos fueron analizados por espectroscopía infrarroja en el intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} . En las figuras IV.7 y IV.8 se presentan los espectros infrarrojos correspondientes a las muestras de suelo natural y estabilizado respectivamente.

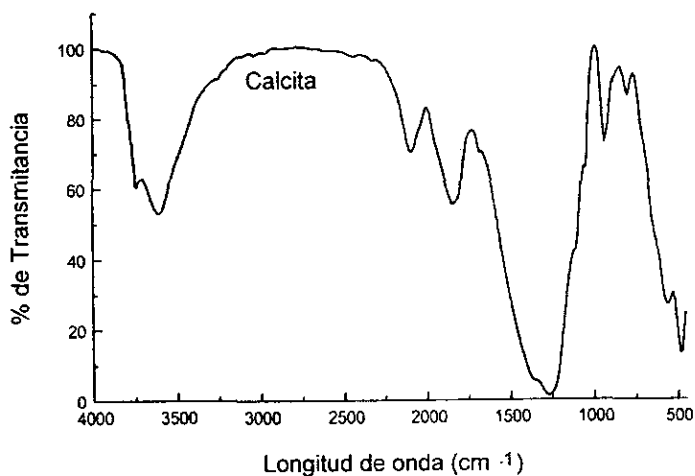


Figura IV.7. Espectro Infrarrojo para suelo natural.

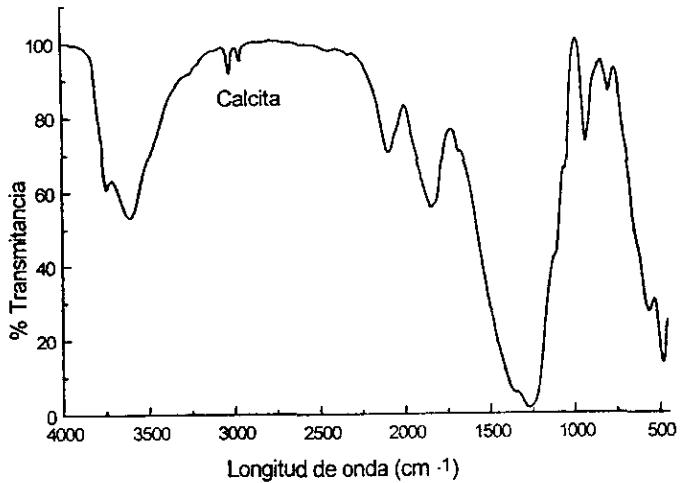


Figura IV.8. Espectro Infrarrojo para suelo tratado con óxido de calcio.

En ellos se observa la presencia de diferentes bandas que pueden asignarse a las vibraciones de enlace H-O, Si-O, O-H-Al, Si-O-Al y Si-O-H, características de una montmorillonita. La asignación de las bandas, así como las diferentes frecuencias de vibración se muestran en la tabla IV.5 a y b (7,17, 31).

Para el caso de las muestras tratadas con óxido de calcio, figura IV.8, se observa un incremento en la intensidad de las bandas correspondientes a las vibraciones del carbonato de calcio (17), estos resultados concuerdan con los obtenidos por difracción de rayos X.

Tabla IV.5. Frecuencias de vibración obtenidas para el suelo (7, 30).

Frecuencia (cm^{-1})	Asignación de la banda
Montmorillonita	
3560	H-O
3300	O-H
1625	H-O
1080	Si-O
1030	Si-O
910	O-H-Al
735	Si-O-Al
621	Si-O
520	Si-O-H
Calcita (CaCO_3)	
2920	
2858	

IV.5 ANALISIS TERMICO

IV.5.1 Análisis Térmico Gravimétrico (ATG).

La cuantificación de las fases volátiles se realizó por análisis térmico gravimétrico en muestras de suelo natural y estabilizado con óxido de calcio, figuras IV.9 y IV.10.

Los resultados de este análisis se presentan en las tablas IV.6 y IV.7.

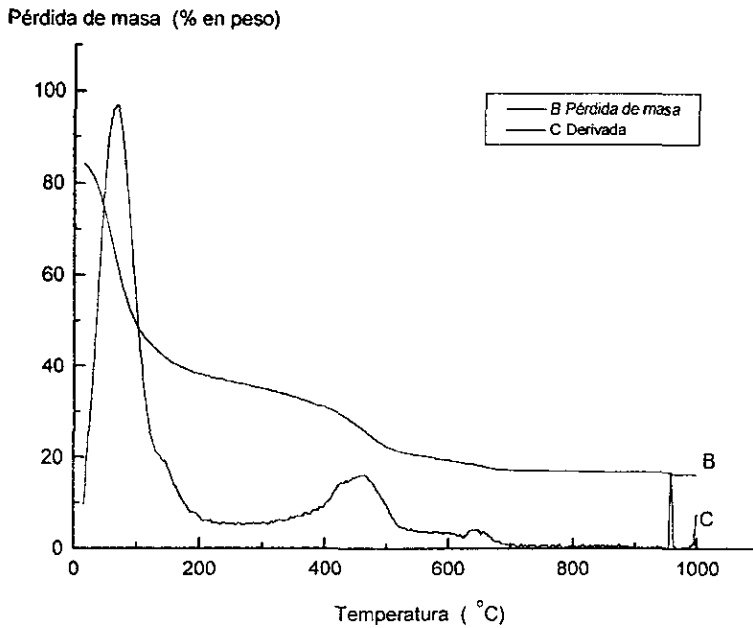


Figura IV.9. ATG en aire para suelo natural.

Tabla IV.6. Resultados de ATG para muestra de suelo natural.

Pérdida	T (°C)	% de Materia perdida	Asignación
1	90	11.19	H ₂ O
2	290	1.41	H ₂ O cristalización,OH
3	460	2.32	CO Mat. orgánica
4	595	1.05	CO ₂ Mat. orgánica
5	850	0.55	CO ₂ descomposición de CaCO ₃
TOTAL		16.42	

En los termogramas obtenidos se observa que se presentan 5 pérdidas de masa: la primera, a 90 °C, se atribuye a la pérdida de agua adsorbida por el suelo; la segunda, a 290 °C, se atribuye a la pérdida de agua de cristalización (proveniente de los grupos OH) de la montmorillonita; la tercera y cuarta pérdidas, a 460 y 595 °C, son atribuidas a la descomposición de materia orgánica como CO y CO₂ respectivamente. Finalmente, la detección de pérdida de masa a 850 °C se atribuye a la descomposición del carbonato de calcio en CO₂ (1,9,18,32).

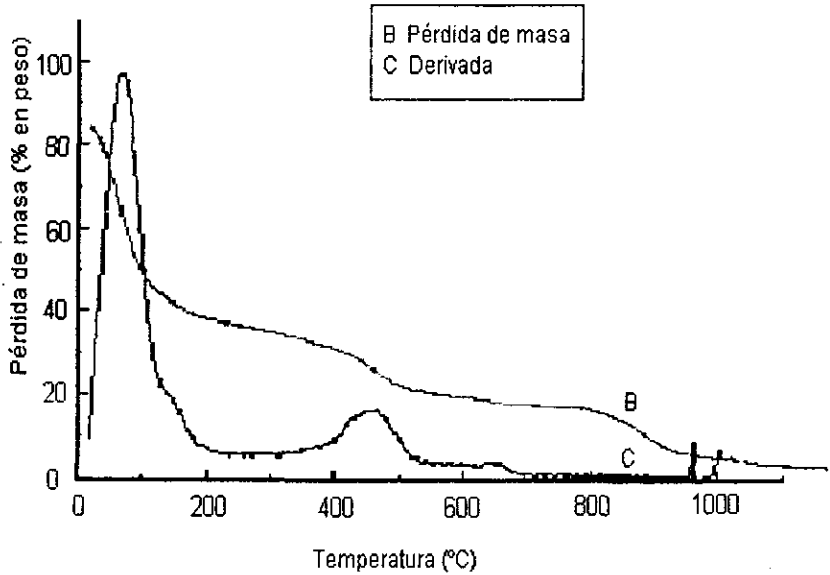


Figura IV.10. ATG para suelo estabilizado con óxido de calcio .

Tabla IV.7. Resultados de ATG para una muestra de suelo estabilizado con cal.

Pérdida	T (°C)	% de Materia perdida	Asignación
1	90	12.00	H ₂ O
2	300	1.80	H ₂ O cristalización, OH
3	455	2.10	CO mat. orgánica
4	615	3.00	CO ₂ Mat. orgánica
5	850	0.99	CO ₂ descomposición de CaCO ₃
TOTAL		19.89	

IV.5.2 Análisis Térmico Diferencial (ATD).

En la figura IV.11 se presenta el termograma característico de las muestras de suelo natural y estabilizadas con óxido de calcio, estudiadas por análisis térmico diferencial; en él se aprecian 4 señales endotérmicas: 93°, 306°, 453° y 882 °C. Las primeras señales, alrededor de los 93° y 306 °C, se atribuyen a la pérdida de agua adsorbida y de cristalización respectivamente; el pico, alrededor de los 453 °C, es atribuido a la pérdida de CO₂, producto de la descomposición de la materia orgánica, y la última señal, cerca de los 882 °C, es asignada a la descomposición del carbonato de calcio en CaO y CO₂ (1,9,18,32). En la tabla IV.8 se presenta un resumen de las temperaturas a las cuales se llevan a cabo las diferentes transformaciones de fase.

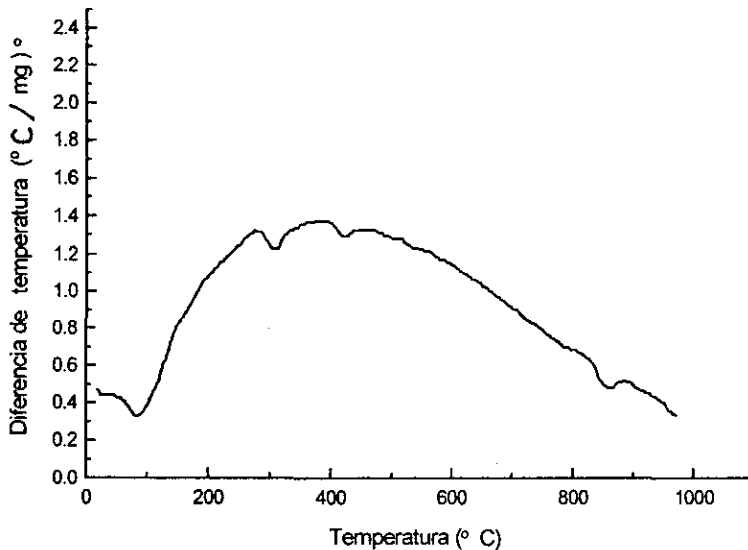


Figura IV.11. Termograma de ATD para una muestra de suelo natural.

Tabla IV.8. Resultados de DTA para muestra de suelo natural en aire.

Cambio en la T	T (°C)	Asignación
1	92.59	H ₂ O
2	305.80	H ₂ O cristalización, OH
3	435.27	CO Mat. Orgánica
4	881.70	CO ₂ descomposición de CaCO ₃

IV.6 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

Las muestras de suelo natural y estabilizado fueron estudiadas por microscopía electrónica de barrido observándose que el suelo natural está constituido por grandes aglomerados de partículas con forma de hojuelas, figura IV.12.

Al tratar al suelo con óxido de calcio, se observa que estas hojuelas inmediatamente comienzan a agruparse en pequeños aglomerados de forma esférica, figura IV.13. Con el transcurso del tiempo estos aglomerados van creciendo y adquieren una textura superficial lisa. Esto se presenta en las muestras de suelo envejecido en forma natural durante varios años así como en las envejecidas en el laboratorio figuras IV.14 y IV.15 respectivamente.

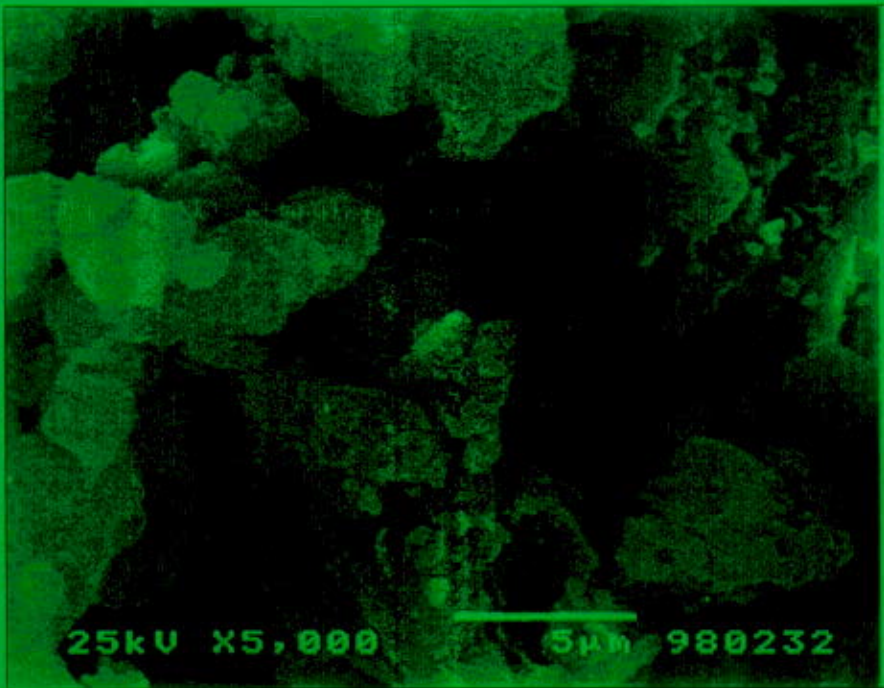


Figura IV.12. Micsocopia electrónica de barrido para suelo natural.



Figura IV.13. Microscopía electrónica de barrido para suelo tratado con óxido de calcio al 8% en peso sin envejecer.



Figura IV.14. Microscopía electrónica de barrido para suelo tratado con óxido de calcio al 8% y envejecido 5 años de forma natural.

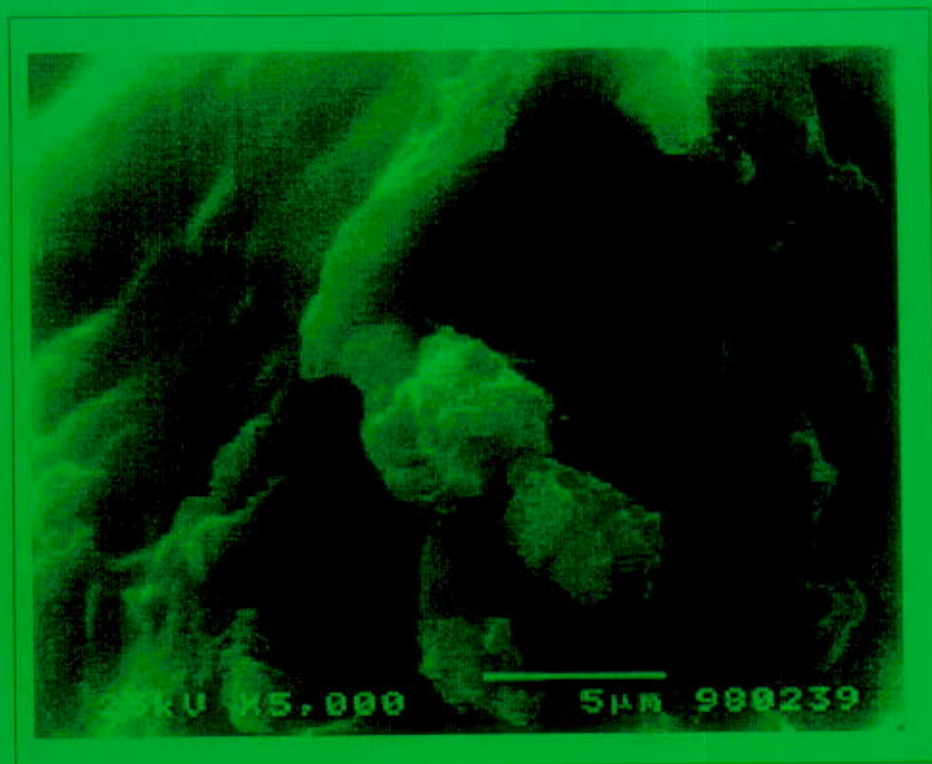


Figura IV.15. Microscopía electrónica de barrido para suelo tratado con óxido de calcio al 8% y envejecido en el laboratorio.

IV.6.1 Análisis elemental por MEB.

Tanto el suelo natural como el tratado con óxido de calcio presentan prácticamente la misma composición elemental a excepción del contenido de óxido de calcio, el cual se incrementa ligeramente en el caso de las muestras estabilizadas con cal. Los resultados obtenidos de este tipo de análisis se presentan en la tabla IV.9. Con los resultados del análisis elemental y los de ATG se realizó el análisis químico, como óxidos, de los constituyentes del suelo, tabla IV.10; se observa que las fases mayoritarias son óxido de aluminio (Al_2O_3) y óxido de silicio (SiO_2), ya que éstos son la base para la construcción de los silicoaluminatos hidratos de sodio, potasio y calcio que conforman al suelo natural (montmorillonita, albita y anortita).

Tabla IV.9. Resultados del microanálisis realizado al suelo natural.

Elemento	% en Peso
C	12.39
O	34.29
Na	1.11
Mg	1.42
Al	10.89
Si	29.71
K	1.41
Ca	3.14
Ti	0.57
Fe	5.07
TOTAL	100.00 %

Tabla IV.10. Análisis Composicional del suelo natural.

Oxidos	% en Peso
Na ₂ O	1.2654
MgO	1.9900
Al ₂ O ₃	17.3854
SiO ₂	53.7485
K ₂ O	1.4359
CaO	3.7158
TiO ₂	0.8038
Fe ₂ O ₃	6.1282
PxC	13.5269
TOTAL	100.00 %

IV.7 CINÉTICA DEL PROCESO DE ESTABILIZACIÓN.

Una de las formas de poder estudiar la cinética que se lleva a cabo al estabilizar un suelo expansivo con óxido de calcio, es determinar la descomposición o formación ya sea de alguno de los reactivos o de los productos; y este estudio se puede realizar de forma directa o indirecta. Se dice que la cinética es determinada de forma directa cuando se logra cuantificar la formación o descomposición de alguna fase en estudio (compuesto de interés). Cuando se sigue el comportamiento de una fase íntimamente relacionada con el compuesto de interés, se dice que la cinética se estudia de forma indirecta (21,33).

El término cinética de reacción significa el estudio por medio del cual se realiza la cuantificación de una determinada fase, ya sea en un proceso de formación o descomposición, en función de la temperatura y del tiempo. Los experimentos para determinar la cinética, de formación o descomposición de un compuesto de interés, se pueden realizar a temperatura variable o constante. Para el primer caso, la muestra, y en general, el proceso en estudio, son sometidos a diferentes temperaturas y tiempos cuantificándose la cantidad de la fase de interés en cada una de las temperaturas y, consecuentemente, tiempos de interés. En el segundo caso, la muestra es sometida a una temperatura constante durante todo el proceso y la cuantificación del compuesto en estudio se realiza a diferentes tiempos; este método es el más común puesto que la variable temperatura se mantiene constante, lo que facilita, en gran medida, el estudio realizado (21,33).

La simulación del proceso de envejecimiento y estudio cinético, a nivel laboratorio, que sufre el suelo expansivo al ser estabilizado con óxido de calcio, se realizó bajo condiciones isotérmicas a 200 °C; temperatura con la cual se acelera el proceso de envejecimiento y se garantiza que no se presenten cambios en la composición mineralógica del suelo. Dicha temperatura fue determinada por medio de las técnicas calorimétricas como lo son el análisis térmico gravimétrico y análisis térmico diferencial, conjuntamente con la información obtenida por difracción de rayos X.

Para realizar el estudio cinético se prepararon 12 muestras, de aproximadamente 3 g cada una, de suelo natural mezclado con 8 % en peso de cal (Santa Cruz), las cuales fueron sometidas a 200 °C en una mufla eléctrica durante 1680 horas (10 semanas). Las muestras fueron analizadas por difracción de rayos X para cuantificar la cantidad de carbonato de calcio (calcita) que se va formando con el tiempo. La cuantificación se realizó midiendo el área bajo el pico de mayor intensidad para la

calcita ($2\theta = 29.45^\circ$, JCPDS No. 24-27) para diferentes tiempos. Los tiempos y áreas determinadas se muestran en la tabla IV.11.

Tabla IV.11. Tiempos de tratamiento y áreas medidas bajo el pico de CaCO_3 de muestras de suelo natural con 8 % en peso de cal como aditivo estabilizador, sometidas a 200°C .

No. de muestra	Horas sometidas al tratamiento	Area bajo el pico a $2\theta = 29.45^\circ$
1	1	0.09
2	10	1.76
3	168	8.06
4	336	9.64
5	504	12.07
6	672	12.74
7	840	13.62
8	1008	17.42
9	1176	15.00
10	1344	15.77
11	1572	15.19
12	1680	15.11

Cantidad relativa calculada midiendo el área bajo el pico de difracción a $2\theta = 29.45^\circ$ para CaCO_3 . (JCPDS No. 24-27).

Con la finalidad de realizar una determinación cuantitativa de la cantidad de CaCO_3 formado en cada una de las muestras, a diferentes tiempos, se realizó la construcción de una curva estándar a partir de la medición del área bajo los picos de difracción de rayos X con respecto a la composición. La gráfica obtenida, ajustada por el método de mínimos cuadrados, se presenta en la figura IV.16. Para ello, se hicieron mezclas de suelo natural, lavado con una solución de cloruro de amonio para eliminar la calcita que el suelo tiene originalmente, con diferentes porcentajes en peso de CaCO_3 puro. Las mezclas fueron finamente molidas en un mortero de ágata y tamizadas por malla 250; posteriormente se obtuvieron los patrones de difracción de rayos X para medir el valor del área bajo el pico de difracción localizado a $2\theta = 29.45^\circ$. En la tabla IV.12 se muestran las composiciones realizadas, así como el valor del área bajo el pico seleccionado para la calcita en cada caso.

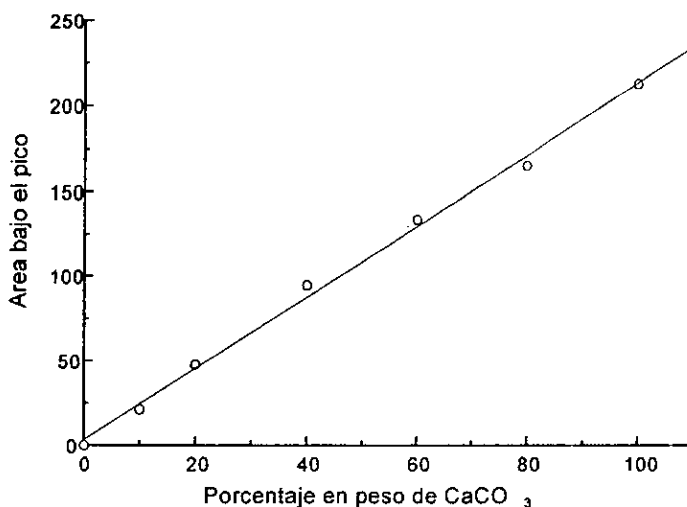


Figura IV.16. Curva estándar obtenida para calcular la cantidad de CaCO_3 presente en las muestras.

Tabla IV.12. Relaciones suelo - cal empleados y áreas medidas bajo el pico a $2\theta = 29.45^\circ$ para la construcción de la curva estándar.

% peso de suelo	% peso de CaCO_3	Area bajo el pico $2\theta = 29.45^\circ$
0	100	213.1
20	80	166.61
40	60	134.95
60	40	95.76
80	20	48.71
90	10	22.28
100	0.0	~0

Con los valores obtenidos del área bajo el pico de difracción para la calcita en las muestras que fueron sometidas a 200°C , tabla IV.11, se calculó por extrapolación el porcentaje y cantidad en gramos de CaCO_3 presente en cada una de ellas. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla IV.13 y en la figura IV.17.

Tabla IV.13. Porcentaje relativo y cantidad de CaCO_3 formados.

Número de horas	Porcentaje relativo de CaCO_3^*	Gramos de CaCO_3 formados
1	0.04	1.1536×10^{-4}
10	0.83	2.39×10^{-3}
168	3.78	0.0109
336	4.52	0.0130
504	5.66	0.0163
672	5.98	0.0172
840	6.39	0.0184
1008	8.17	0.0234
1176	6.13	0.0203
1344	7.40	0.0213
1572	7.09	0.0204
1680	7.06	0.0204

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

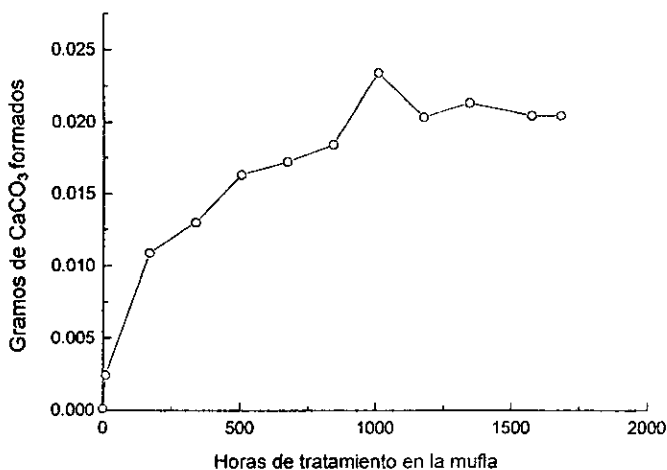
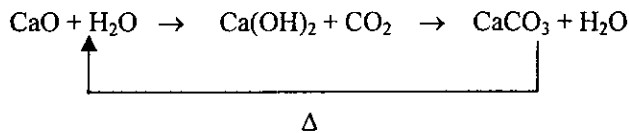


Figura IV.17. Gráfico de la cantidad de CaCO₃ formado con el transcurso del tiempo en las muestras envejecidas en el laboratorio.

En la figura IV.17 se puede observar que la formación de CaCO₃ sigue un comportamiento exponencial y que dicha formación alcanza su máximo valor cuando han transcurrido 1008 horas de tratamiento. Después de este tiempo se observa un decremento que se atribuye a la descomposición del CaCO₃ de acuerdo al siguiente ciclo:



$\Delta = \text{Calor}$

A partir de 1176 horas de tratamiento se observa que la cantidad de calcita casi permanece constante, lo que indica que el ciclo de formación-descomposición ha alcanzado el equilibrio. De aquí se puede deducir que la cantidad de calcio que no forma calcita necesariamente tiene que haberse fijado dentro de la estructura de la montmorillonita para controlar el crecimiento de la celda unitaria y consecuentemente el proceso de expansión.

Con base a los resultados presentados anteriormente se realiza el siguiente análisis cuantitativo para estimar la cantidad de iones calcio que entran a la estructura de la montmorillonita:

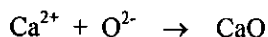
Se observa que la cantidad de calcita aproximadamente permanece constante después de 1176 horas de tratamiento, por lo que es posible calcular el promedio de la cantidad de esta fase formada hasta las 1680 horas; dicho promedio es de 0.0206 g.

Cantidad inicial de CaO pesada (8 % en peso)	0.1615 g.
Si la reacción se llevara a cabo al 100% se formarían	0.2884 g de CaCO ₃
0.0206 g de CaCO ₃ (formados experimentalmente) requieren	0.0115 g de CaO

La diferencia de gramos inicialmente pesados de CaO menos los consumidos en la formación de calcita nos dan la cantidad de CaO que quedan sin reaccionar:

$$\text{CaO}_{\text{sin reac.}} = 0.1615 - 0.0115 = 0.1500 \text{ g}$$

El calcio que entra a la estructura de la montmorillonita se encuentra como Ca^{2+} ; esta cantidad se puede calcular conociendo la siguiente reacción:



Realizando el cálculo estequiométrico se encuentra que la cantidad estimada de iones Ca^{2+} que entra a la estructura de la montmorillonita es de 0.1071 g, lo que corresponde a un 92.88 % de la cantidad de CaO que inicialmente se pesó del 8 % en peso.

Para relacionar el tiempo de envejecimiento en el laboratorio con el tiempo de envejecimiento real, es decir a condiciones atmosféricas, se procedió a medir el área bajo el pico correspondiente a $d=3.03\text{Å}$ y $I/I_0=100$ de la calcita de los suelos tratados con óxido de calcio cal y envejecidos de manera natural. El área se relacionó directamente con el porcentaje en peso de CaCO_3 por medio de la curva estándar (figura IV.16). A su vez, el porcentaje se transformó a gramos de CaCO_3 formados para luego determinar a cuántas horas de tratamiento corresponden según la gráfica de la figura IV.17. Las tablas siguientes muestran los resultados obtenidos.

Procedencia del suelo (Querétaro)	Años de haber sido tratado con cal (envejecimiento natural)	Area bajo el pico $2\theta = 29.45^\circ$	Porcentaje relativo de CaCO_3
Pueblo Nuevo	5	13.24	4.2524
Estacionamiento	6	13.65	4.4476

Porcentaje relativo de CaCO ₃	Gramos de CaCO ₃ formados	Horas de tratamiento a las que corresponden	Semanas de tratamiento a las que corresponden aproximadamente
4.2524	0.01222	280.24047	≅ 1 ½
4.4476	0.01283	317.25578	≅ 2

Tabla IV.14. Relación del tiempo de envejecimiento con el tiempo real a través de muestras envejecidas de manera natural.

Se observa que un suelo estabilizado con óxido de calcio y envejecido 6 años corresponde aproximadamente a 2 semanas en la cinética del proceso de estabilización determinada en el laboratorio. La cinética describe un comportamiento exponencial y la muestra se encuentra lejos de la zona en la que el proceso de estabilización se completa y permanece constante. Por lo anterior, es posible asegurar que el suelo de Jacarandas, Querétaro, tratado con cal al 8% en peso durará muchos años estabilizado. De acuerdo a la cinética no hay nada que indique que el proceso sea reversible, esto es, que el suelo estabilizado recupere sus propiedades plásticas iniciales.

IV.8 pH

Se determinó el pH de todas las muestras de suelo manejadas, encontrándose que el suelo natural tiene pH = 7. Al adicionar la óxido de calcio el pH del suelo aumenta hasta 12. Con el transcurso de los días va disminuyendo hasta llegar nuevamente a 7. Todas las muestras estabilizadas y envejecidas presentan un pH = 7. Estos

resultados son coherentes con el ciclo de descomposición del carbonato de calcio propuesto en la sección anterior. Al adicionarle al suelo el óxido de calcio se lleva a cabo la reacción de formación del hidróxido de calcio, lo que eleva el pH del suelo de 7 a 12, esta reacción es conocida en el proceso de estabilización como "reacción puzolánica". Posteriormente, con el paso del tiempo, se forma carbonato de calcio y agua en cantidades pequeñas con respecto a los iones Ca^{2+} que se introducen en la estructura, lo que baja el pH nuevamente a 7. Se afirma en diversos textos (2,12) que al alcanzarse un $\text{pH} = 12.4$ la reacción suelo - óxido de calcio queda satisfecha, los resultados obtenidos en el presente trabajo indican que no es así, el proceso de estabilización apenas empieza y el proceso continúa. Cuando el pH regrese a su valor inicial de 7, para este suelo, se podrá decir que la reacción suelo - óxido de calcio estará satisfecha.

V. CONCLUSIONES

El método propuesto para el estudio del envejecimiento del suelo a nivel laboratorio permitió determinar el comportamiento del suelo al ser estabilizado con óxido de calcio en un lapso de tiempo razonablemente corto. Fue posible además, obtener una relación directa con el tiempo real de envejecimiento bajo condiciones atmosféricas y asegurar que la estabilización del suelo de Jacarandas Querétaro con óxido de calcio al 8% en peso es una alternativa sumamente eficiente para la solución al problema del suelo expansivo.

El suelo arcilloso de la región de Jacarandas, Querétaro, está constituido principalmente por montmorillonita, albita y anortita.

Sus propiedades índice lo clasifican como una arcilla de alta compresibilidad o CH.

La adición del 8% de cal estabiliza al suelo de manera óptima haciéndolo pasar a un limo de alta compresibilidad o MH. El CaO tiene una acción aglomerante sobre el suelo y no altera sus fases mineralógicas constituyentes.

Durante el proceso de estabilización del suelo se presenta una formación de carbonato de calcio que aumenta con el proceso de envejecimiento de manera exponencial y alcanza su máximo valor a las 1008 horas de tratamiento a partir de las cuales permanece constante. Aproximadamente un 92.88%, del 8% en peso del CaO inicialmente adicionado, estabiliza la estructura de la montmorillonita introduciéndose en ella.

No se observan evidencias que indiquen que el proceso de estabilización sea reversible.

VI. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Puente Tamayo, E. M. Estudio de la estabilización de suelos arcillosos utilizando cal. Tesis de Licenciatura. Facultad de Ingeniería, UNAM 1986.
2. López Lara, T. Reflexión y análisis sobre el tratamiento de suelos con diferentes materiales. Curso: Técnicas modernas de caracterización en la Ciencia y Tecnología de suelos arcillosos. UAQ, México 1998.
3. Zepeda Garrido, J.A., Castañeda A. H. Distribución de suelos expansivos en la República Mexicana. Curso Internacional de Mecánica de Suelos Arcillosos. UAQ, México 1992.
4. Crespo. Mecánica de Suelos y Cimentaciones. 4ta. Ed. Limusa, México 1993.
5. Iglesias Celso. Mecánica del Suelo. Síntesis, España 1997.
6. Pacheco, M.G. Cristaloquímica de arcillas. Cuadernos de Posgrado 29. Química Inorgánica VI. UNAM, Facultad de Química, 1990.
7. Pacheco, M.G. Bentonita, arcilla del grupo de la Montmorillonita. Tesis de Maestría, Facultad de Química, UNAM 1963.
8. Smith J.V., Bailey S.W. Second review of Al-O and Si-O tetrahedral distances, Acta Cryst. 16, 801-811 (1963).
9. Kirk-Othmer. Encyclopédia of chemical technology. Vol. 6. 1991.

10. De Pablo, G.L. Las arcillas: clasificación, identificación, usos y especificaciones industriales. Bol. de la Soc. Geol. Mex., 2 49-91 (1964).
11. Ralph G. E. Clay Mineralogy. 2da. Ed. International Series in the Earth and Planetary Sciences. Mc Graw-Hill Book Company, USA 1968.
12. Madinaveitia et al. Estabilización de tierras para construcción de viviendas. Series del Instituto de Ingeniería ES-10 Junio, 1992.
13. Castellanos R. Ma. A. Difracción de rayos X, método de polvos. Cuadernos de Posgrado No.29. Facultad de Química, UNAM 1990.
14. West. Solid State Chemistry and its Applications. John Wiley & Sons. Great Britain 1984.
15. Cullity. Elements of X-Ray Diffraction. 2da. Edición. Addison - Wesley Publishing Company, USA 1978.
16. Lima de Faria. Historical Atlas of Crystallography. The International Union of Crystallography, Holland 1990.
17. Gadsden. Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds. Butter Worths, USA 1975.
18. Quispe A. Evaluación de dispersantes inorgánicos en la purificación de caolines para la industria del papel. Tesis de Maestría. Facultad de Química, UNAM 1997.

19. Stuart. *Modern Infrared Spectroscopy*. John Wiley & Sons, Ltd, England 1996.
20. Pavia et. Al. *Introduction to Spectroscopy: A Guide for Students of Organic Chemistry*. Saunders College Publishing, USA 1979.
21. Wendlandt. *Thermal Methods of Analysis*. 2da. Ed. Volumen 19. John Wiley & Sons, USA 1974.
22. Mackenzie, R. C. *Differential thermal analysis*. Volumen I. Academic Press, London 1970.
23. Edington, J.W. *Practical Electron Microscopy in Material Science*; Ed. Mc Millan-Phillips Technical Library (1975).
24. Magnan, C. *Traite de microscopie electronique*. Hermann, París 1961.
25. Barrio, R.A. *Formación de Imágenes en el Microscopio Electrónico*; Cuadernos del Instituto de Investigación de Materiales, UNAM, 1982.
26. Bahr, G.F, Jonhson, F.B., Zeitler E. *Quantitative Electron Microscopy*: Ed. Williams and Wilkins, Baltimore (1965).
27. *Mecánica de Suelos, Instructivo para Ensaye de Suelos*. Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA). México, 1990.
28. Juárez B., Rico R. *Mecánica de Suelos, tomo I*, Ed. Limusa; México, 1984.
29. Nelson, Miller. *Expansive Soils*. John Wiley & Sons, USA 1992.

30. Manuales anuales editados por el Joint Committee on Powder Diffraction Standards del International Centre for Diffraction Data. Pennsylvania, USA (1950-1988).
31. Farmer, V. C. And Russell, J. D. Spectrochim Acta, 20, 1149 (1964).
32. Blas. Agenda del Químico. 3ra. Ed. Aguilar, España 1963.
33. Hannay. Treatise on Solid State Chemistry. Volumen 4. Reactivity of Solids. Plenum Press, New York 1976.