



**UNIVERSIDAD DE ESPECIALIDADES ESPIRITU SANTO
FACULTAD DE ARQUITECTURA E INGENIERIA CIVIL
ESCUELA DE INGENIERIA CIVIL**

**Evaluación del comportamiento en compresión de morteros
reforzados con óxido de grafeno y costos inherentes al proceso
productivo de la mezcla**

**TRABAJO DE GRADO PRESENTADO PARA LA
OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL**

**AUTOR: JHONNATAN EUGENIO AVILA ESPINOZA
TUTOR: PhD. OLGA ROA**

SAMBORONDÓN, SEPTIEMBRE - 2018

DEDICATORIA:

El optimismo es un ingrediente esencial para la innovación.

ROBERT NOYCE

A Dios y a mi familia.

AGRADECIMIENTO:

Agradezco a la PhD. Olga Roa por haber creído en mí y por su gran apoyo a esta investigación, a la Escuela Superior Politécnica del Litoral y a en especial a las facultades FICT y FCNM, al PhD. Hugo Eguez por su asesoramiento en el campo de la geología y flotación de minerales, al ing. Nelson Guamán que me ayudó en la extracción de muestras, al ing. Washington Pincay por haberme dado su asistencia en el proceso de molienda y flotación de minerales, al ing. Tyrone Alcivar por darme soporte en el proceso experimental de síntesis química y a la PhD. Carmen Terreros por su asesoramiento en el área de tecnología del hormigón.

RESUMEN

En la presente investigación se evalúa el potencial de los yacimientos de grafito en el cerro Villonaco ubicado en la provincia de Loja – Ecuador, con el fin de obtener óxido de grafeno a partir de los esquistos grafitosos del citado yacimiento. El óxido de grafeno es utilizado como aditivo químico para reforzar morteros, entre otros compuestos de cemento. Las muestras de esquistos grafitosos obtenidos se someten a procesos mecánicos y químicos para separar las partículas de carbono de otros minerales. Posteriormente se realizó un proceso de calcinación para evaluar el porcentaje de carbono contenido en las muestras, obteniendo un promedio de 6% de una muestra de 1g, lo que resulta insuficiente para proceder a la síntesis química. Se decide realizar el proceso de síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide” en grafito sintético ya que se habían adquirido los reactivos. Una vez obtenido el óxido de grafeno sintético en laboratorio se incorporó con incrementos equiespaciados de 0.03 a 0.06 % del peso del cemento contenido en un cubo de mortero (según la norma ASTM C 109), Comparativamente se evalúa la resistencia mecánica a compresión de mezclas de mortero reforzado con óxido de grafeno reducido. Obteniendo un incremento de la resistencia mecánica a compresión de los cubos de mortero con incorporación de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido.

Palabras clave: óxido de grafeno, resistencia a compresión en morteros, síntesis química de grafito

ABSTRACT

In the present investigation, the potential of the graphite deposits in the Villonaco mountain in the province of Loja - Ecuador, is evaluated in order to obtain graphene oxide from the graffiti shales of the said deposit. Graphene oxide is used as a chemical additive to reinforce mortars, among other cement compounds. The graffiti shale samples obtained are subjected to mechanical and chemical processes to separate the carbon particles from other minerals. Subsequently, a calcination process was carried out to evaluate the percentage of carbon contained in the samples, obtaining an average of 6% of a 1g sample, which is insufficient to proceed with the chemical synthesis. It was decided to carry out the chemical synthesis process "Improved Synthesis of Graphene Oxide" in synthetic graphite since the reagents had been acquired. Once the synthetic graphene oxide was obtained in the laboratory, it was incorporated with equispaced increments of 0.03 to 0.06% of the weight of the cement contained in a mortar bucket (according to ASTM C 109). Comparatively, the compressive strength of mixtures of mortar reinforced with reduced graphene oxide. Obtaining an increase of the mechanical resistance to compression of the mortar cubes with incorporation of graphene oxide and reduced graphene oxide.

Key words: graphene oxide, compressive strength in mortars, chemical synthesis of graphite

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPÍTULO I	1
Planteamiento del problema	1
Óxido de grafeno como elemento de refuerzo en morteros para construcción	1
1 Introducción	1
1.1 Formulación del problema	5
1.2 Objetivos.....	5
1.2.1 Objetivo General:	5
1.2.2 Objetivos específicos:.....	5
1.3 Justificación	5
CAPÍTULO II	7
2 Introducción	7
2.1 Mortero	7
2.2 Generalidades de los materiales que constituyen el mortero	7
2.3 Propiedades mecánicas de los morteros.....	9
2.4 Óxido de grafeno	10
2.5 Síntesis de óxido de grafeno	11
2.6 Presencia de óxido de grafeno en el mortero	12
2.7 Microestructura de morteros con y sin reforzamiento (óxido de grafeno)	13
2.8 Óxido de grafeno reducido	14
2.9 Selección de yacimientos de grafito y puntos de prospección.....	15
CAPÍTULO III	17
3 Trabajo de laboratorio: materiales, procedimiento experimental de síntesis, muestras de mortero.....	17
3.1 Equipos y materiales	17
3.2 Procedimiento de molienda y tamizado	18
3.3 Flotación	20
3.4 Descripción del grafito.....	23
3.5 Procedimiento de calcinación del grafito.....	23
3.6 Procedimiento de síntesis química.....	25
3.7 Fundamento físico-químico de la sonicación	29
3.8 Elaboración de probetas de mortero para ensayos de compresión	29

3.8.1	Recomendaciones para el ensayo de compresión.....	30
3.8.2	Preparación de las mezclas de mortero.....	30
	CAPÍTULO IV	35
4	Introducción	35
4.1	Análisis de costos.....	43
4.1.1	Catálogo de materiales y equipos requeridos para la síntesis de óxido de grafeno	43
4.1.2	Precios de síntesis de óxido de grafeno y ensayo a compresión en probetas de mortero	48
4.1.3	Precio de ensayos a compresión en cubos de mortero utilizando óxido de grafeno reducido.....	49
	CAPÍTULO V	52
	Conclusiones y Recomendaciones	52
	Referencias bibliográficas	55

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Ubicación de la zona de estudio (Burneo, 2015)	4
Figura 2. Óxido de grafeno con sus grupos funcionales oxigenados. (A) Puente epóxido, (B) grupos hidroxilo, (C) grupos carboxilos. (Rosas y col., 2016)	11
Figura 3. Imagen SEM del compuesto de cemento curado durante 14 días. (Abrishami y col., 2016).....	14
Figura 4. SEM de mortero que contiene 1.5% de óxido de grafeno en peso de cemento a escalas de 200 µm después de 28 días de curado. (Babak y col., 2014).....	14
Figura 5. Puntos de tomas de muestras de grafito (adaptado de Google Earth).	15
Figura 6. Puntos de toma de muestras de esquistos de grafito por zonas.....	16
Figura 7. Marca de trituradora de mandíbulas: Denver Modelo: Tipo H.....	18
Figura 8. Marca de trituradora de rodillos: Denver. Modelo: tipo D	19
Figura 9. Marca de molino de discos: B. Modelo: UA.....	19
Figura 10. Proceso de tamizado.....	19
Figura 11. Incorporación de 0.15 kg de grafito en 2 litros de agua.....	20
Figura 12. Marca de máquina de flotación: Denver. Modelo: D-12 Flotation Machine	21
Figura 13. 5ml de queroseno	21
Figura 14. Incorporación de 5 gotas de espumante 370 a la pulpa.....	21
Figura 15. Bandeja con espuma resultante del proceso de flotación.....	22
Figura 16. Colocación de la bandeja. Marca: Carbolite	22
Figura 17. Espuma de la pulpa luego de 24 horas en el horno	22
Figura 18. Calibración de la balanza electrónica: Sartorius. Modelo: ED2245	23
Figura 19. Pesaje de muestra de grafito.....	24
Figura 20. Colocación del crisol de porcelana con el grafito en la mufla	24
Figura 21. Colocación del crisol de porcelana con la muestra en el desecador y determinación del nuevo peso de la muestra	24
Figura 22. Permiso de compra ocasional otorgado por la SETED	25
Figura 23. Pesaje de 3g de grafito. 18 g de permanganato de potasio.....	26
Figura 24. Mezcla de 360 ml de ácido sulfúrico al 96% con 40ml de ácido fosfórico al 75%	26
Figura 25. Mezcla de los ácidos.	26
Figura 26. Mezcla de grafito con los ácidos junto al permanganato de potasio.....	27
Figura 27. Agitación de mezcla a 50° C durante 12 horas	27
Figura 28. Mezcla con hielo desionizado y 6ml de peróxido de hidrógeno	27
Figura 29. Cambio de colores en la mezcla.....	28
Figura 30. Decantación de la mezcla.....	28
Figura 31. Colocación de óxido de grafeno en bandeja	28
Figura 32. Proceso de filtración para obtener óxido de grafeno.....	29
Figura 33. (a) Máquina de ensayos para determinar la resistencia a la compresión. (b) Dispositivo de compresión para máquina de ensayos	30
Figura 34. Pesaje de cemento, arena y agua	31
Figura 35. Pesaje de policarboxilato para posteriormente ser mezclado con el agua	31

Figura 36. Peso de diferentes porcentajes de óxido de grafeno: (0,03%-0,04%-0,05%-0,06%) para 3 especímenes por porcentaje.	32
Figura 37. Mezcla de óxido de grafeno y agua con policarboxilato.....	32
Figura 38. Mezcla de materiales que componen el mortero con policarboxilato y óxido de grafeno	32
Figura 39. Moldes engrasados	33
Figura 40. Moldes metálicos con mortero	33
Figura 41. Desmontaje de cubos de mortero con óxido de grafeno	33
Figura 42. Máquina para ensayar los cubos de mortero a compresión.....	34

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Ocurrencias de materias primas No metálicas del Ecuador (Uribe, 2015).....	3
Tabla 2. Tipos de cemento de la norma NTE INEN 152-1	8
Tabla 3. Clasificación de los morteros de pega para mampostería simple según resistencia a la compresión y según dosificación (adaptado de ASTM International, 2004).	10
Tabla 4. Cantidades de materiales requeridos para la elaboración de especímenes según la norma ASTM C 109.	30
Tabla 5. Cantidades disponibles de óxido de grafeno sintetizado y rGO.....	37
Tabla 6. Resistencias mecánicas a la compresión de muestras de cubos de mortero con 14 días de fraguado y reforzadas con diferentes porcentajes de óxido de grafeno sintetizado.....	37
Tabla 7. Resistencias mecánicas a la compresión de diferentes muestras de cubos de mortero a 14 días con diferente porcentaje de óxido de grafeno reducido con su respectivo peso.	38
Tabla 8. Cuadro comparativo de los parámetros establecidos en 4 casos de estudio de mortero reforzado con óxido de grafeno.....	40
Tabla 9. Características de los morteros que fueron sometidos al ensayo de compresión	41
Tabla 10. Análisis de precios unitarios de transporte y mano de obra	48
Tabla 11. Análisis de precios unitarios de maquinaria y equipos	49
Tabla 12. Análisis de precios de síntesis de óxido de grafeno	49
Tabla 13. Análisis de precios unitarios de maquinaria y equipos	49
Tabla 14. Análisis de precios unitarios de químicos	50
Tabla 15. Costos totales de producción de GO sintetizado y rGO.....	50
Tabla 16. Costo de mortero por probeta.....	50
Tabla 17. Costo de materiales para cada síntesis química	50
Tabla 18. Costo de mortero reforzado con GO sintetizado por probeta.....	51
Tabla 19. Costo por m ³ de mortero reforzada con GO sintetizado	51
Tabla 20. Costo de mortero reforzado con óxido de grafeno reducido por probeta.....	51
Tabla 21. Costo por m ³ de mortero reforzada con óxido de grafeno reducido.....	51

CAPÍTULO I

Planteamiento del problema

Óxido de grafeno como elemento de refuerzo en morteros para construcción

1 Introducción

El óxido de grafeno consiste en una red hexagonal compuesta de carbono y que incluye grupos funcionales oxigenados como: hidroxilo, epóxido, carboxilo y carbonilo. Tales grupos funcionales que contienen oxígeno provocan que las láminas de óxido de grafeno sean hidrofílicas y muy dispersables en agua además otorga propiedades mecánicas al cemento; en presencia del óxido de grafeno se logra mayor superficie para la nucleación del gel C-S-H del cemento. La presencia de grupos funcionales oxigenados tiende a disminuir las propiedades mecánicas del grafeno, consecuentemente, las láminas de óxido de grafeno tienen un módulo de elasticidad y resistencia mecánica a la tracción menor al grafeno; sin embargo, el módulo de elasticidad del óxido de grafeno es aproximadamente 23 - 42 GPa y su resistencia a la tracción es de 130 MPa siendo superior al cemento (Chuah y col.,2014).

El óxido de grafeno se obtiene a través de un procedimiento de oxidación química del grafito, posteriormente se realiza un proceso de exfoliación y dispersión en agua a través de disolventes orgánicos adecuados. En la segunda década del siglo XXI la estructura atómica del óxido de grafeno no ha sido claramente definida debido a la composición no estequiométrica y a sus caracteres amorfos con la distribución no homogénea de los grupos funcionales de oxígeno (Romani,2014).

En 1859 el químico británico B. Brodie sintetizó el óxido de grafeno por primera vez mientras se encontraba en una investigación de la estructura del grafito a través de una observación de la reactividad producida por los copos de grafito, posteriormente experimentó con varias reacciones y en una ocasión utilizó clorato de potasio ($KClO_3$) en una suspensión de grafito que contenía ácido nítrico fumante (HNO_3), como resultado se obtuvo un material compuesto por carbono, hidrógeno y oxígeno. Se logró un incremento en la cantidad de oxígeno por parte de los diversos tratamientos, este material tuvo la

capacidad de dispersarse en agua pura o básica por la existencia de oxígeno, mas no en medios ácidos, por tanto, Brodie llamo a este material “ácido gráfico”. (Romani,2014) Luego de casi 40 años del descubrimiento por parte de Brodie, Staudenmaier en 1898 utilizó una mezcla que consistía en ácido nítrico fumante (HNO_3) y sulfúrico (H_2SO_4), a continuación agregó clorato de potasio en varias alícuotas a lo largo de la reacción química con el objetivo de mejorar el protocolo usado por Brodie, este pequeño cambio en el proceso generó un grado general en cuanto a su contenido de oxígeno (C:O2:1) de manera parecida a la que Brodie logró obtener con la oxidación múltiple, solo que a diferencia se lo realizó de manera más eficiente por medio de una sola reacción (Romani, 2014).

Hummers y Hoffman, 60 años después de Staudenmaier, generaron un proceso diferente para la oxidación del grafito con la incorporación de una mezcla de nitrato de sodio (NaNO_3), permanganato de potasio (KMnO_4) en una concentración de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), como resultado se obtiene niveles de oxidación muy parecidos a los resultados obtenidos con el método anterior (Romani, 2014).

Otros autores han presentado nuevos procesos de oxidación, pero consiste fundamentalmente en el mejoramiento del método de Hummer. Tour desarrolló un procedimiento que se basa en una variación del método de Hummer que expulsa nitrato de sodio (NaNO_3) (evolución con una toxicidad inferior del gas), este proceso consiste en realizar la oxidación del grafito en una mezcla 9:1 compuesta por ácido sulfúrico concentrado y ácido fosfórico ($\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_3$) con la incorporación de permanganato de potasio. Este procedimiento da como resultado un material denominado IGO (óxido de grafeno mejorado), presenta un nivel de oxidación más elevado y es estructuralmente más regular, además se obtiene una fracción superior de material hidrófilo bien oxidado (Romani, 2014).

En este trabajo se realizará una investigación teórico-práctica a partir de los procesos de obtención del óxido de grafeno de origen ecuatoriano para a partir de allí producir mezclas de morteros, dichas mezclas serán ensayadas a compresión en forma de probetas cúbicas. Los morteros estarán constituidos por cemento tipo GU, grava, arena y agua. Los cubos de mortero serán reforzados con óxido de grafeno como aditivo químico y se estudiarán cuando estén sometidas a cargas de compresión. El ensayo de los cubos de mortero reforzados se realizará mediante una carga puntual de compresión (ASTM International, 2008).

En la actualidad el óxido de grafeno (GO, graphene oxide) es uno de los materiales más investigados del mundo, por tanto, se intenta encontrar nuevas técnicas de síntesis químicas más eficientes, económicas y seguras. El óxido de grafeno se ha incorporado como material de estudio en el área de la construcción, buscando nuevas aplicaciones, como por ejemplo en el refuerzo de hormigones y morteros para mejorar su desempeño resistivo ante cargas.

El óxido de grafeno será obtenido mediante un proceso de síntesis química, a partir de esquistos grafitosos obtenidos del cerro Villonaco, ubicado en la provincia de Loja, Ecuador, basados en los trabajos de caracterización petrográfica del sector. En la Tabla 1 y la Figura 1, se resaltan las provincias con un número de ocurrencias de minerales no metálicos (grafito) y su localización geográfica respectivamente.

Tabla 1. Ocurrencias de materias primas No metálicas del Ecuador (Uribe, 2015).

PROVINCIA	No. de Ocurrencias Minerales no Metálicos																	No. de Tarjetas Totales							
	Arcillas	Caolín	Feldespatos	Total Min. Arcillosos	Arenas Gravas	Arenas Silíceas	Azufre	Barrina	Caliza	Diatomita	Esencia	Geyserita	Grafito	Mica	Piedra Semiproceada	Perlitas	Pómez		Rocas Macizas	Rocas Ornamentales	Tripoli	Wollastonita	Yeso	Lapilli	Arena Pesada
1 Azuay	13	8	0	21	116	0	0	0	15	1	6	2	0	0	0	0	0	11	0	0	0	0	0	0	172
2 Bolívar	8	0	1	9	17	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	67	0	0	0	0	3	0	97
3 Cañar	5	6	2	13	41	0	0	0	8	0	1	0	0	0	0	0	0	14	1	0	0	0	0	0	78
4 Carchi	13	0	0	13	1	0	4	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0	17	0	0	0	0	2	0	44
5 Cotopaxi	6	0	0	6	11	0	0	0	4	1	0	0	0	0	0	0	14	9	0	0	0	0	0	0	45
6 Chimborazo	11	0	2	13	15	0	1	0	19	3	3	2	0	0	1	0	0	37	2	0	0	0	4	0	100
7 El Oro	16	1	3	20	19	27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	11	0	0	0	0	0	0	50
8 Esmeraldas	19	0	0	19	27	0	0	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	52
9 Guayas	29	0	0	29	56	3	0	0	35	1	0	0	0	0	0	0	0	45	0	0	0	5	0	3	177
10 Imbabura	10	0	0	10	29	0	0	0	2	2	0	0	0	0	0	0	0	2	5	0	2	1	0	0	53
11 Loja	8	8	0	16	20	0	0	0	7	1	7	0	3	0	3	0	0	10	5	1	0	14	0	0	87
12 Los Ríos	11	0	0	11	15	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	31
13 Manabí	30	0	2	32	1	0	0	0	11	1	2	0	0	0	0	0	0	26	0	0	0	2	0	1	76
14 Morona Santiago	15	7	0	22	2	9	0	1	14	0	0	0	0	0	0	0	0	2	4	0	0	3	0	0	57
15 Napo	2	2	2	6	20	3	0	0	6	0	0	0	0	1	0	0	0	8	0	0	0	0	1	2	47
16 Pastaza	10	2	2	14	13	1	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	5	0	0	0	0	0	0	35
17 Pichincha	53	0	0	53	75	0	0	0	4	1	0	0	0	0	0	1	8	87	6	0	0	0	0	0	235
18 Tungurahua	1	0	0	1	23	1	0	0	2	1	0	0	0	0	0	0	3	18	4	0	0	0	0	0	53
19 Zamora	5	2	3	10	6	5	0	0	2	0	0	0	1	1	0	0	0	2	3	0	0	0	0	0	30
Total por Mineral	265	36	17	318	507	27	5	1	143	12	19	4	4	2	4	1	25	372	30	1	2	25	10	7	1519

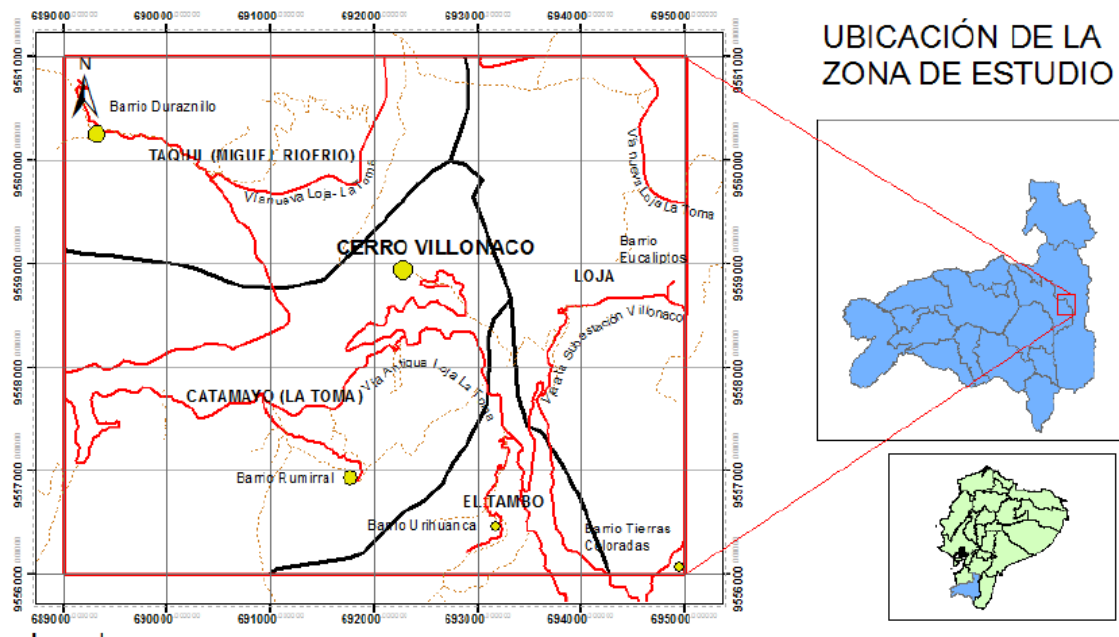


Figura 1. Ubicación de la zona de estudio (Burneo, 2015).

La necesidad de mejorar las propiedades mecánicas de los morteros con incrementos bajos en los costos y utilizando procesos tecnológicos simples, puede lograrse implementando nuevos aditivos a las mezclas. Para tal fin en este trabajo se plantea el estudio por medio de la técnica de síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide” la obtención de grafito, y a partir de él se derivará el óxido de grafeno (Marcano y col., 2010).

La técnica de síntesis química de óxido de grafeno se seleccionó basados en los siguientes criterios:

- Los equipos de laboratorio disponibles en Guayaquil para realizar el trabajo práctico.
- La posibilidad de obtener una mayor producción de óxido de grafeno (hasta 5.8g)
- La mejor adherencia al cemento debido a un GO más hidrófilo.
- La menor emisión de gases tóxicos durante el proceso de síntesis.

Se propone con esta investigación validar si con la incorporación del óxido de grafeno como aditivo químico en el mortero se logra incrementar la resistencia mecánica a compresión, (Abrishami y col., 2016). Un mortero reforzado contribuye en el mejor desempeño de las estructuras respecto a la vulnerabilidad sísmica. Por otra parte, la evaluación de esta materia prima ecuatoriana, mediante el análisis de los costos del proceso productivo permitirá establecer una base en la toma de decisiones sobre el uso de este material en *pro* del desarrollo tecnológico.

1.1 Formulación del problema

Se han desarrollado técnicas de reforzamiento químico del mortero en diferentes estados de carga. Entre los agentes químicos se encuentra el óxido de grafeno cuyas propiedades varían dependiendo de su procedencia, proceso productivo, su síntesis química, entre otros. ¿En qué porcentaje se incrementa la resistencia mecánica a compresión de morteros cuando es reforzado con óxido de grafeno obtenido mediante la técnica “Improved Synthesis of Graphene Oxide” a partir de esquistos grafitosos ecuatorianos, y cuál es el costo estimado para obtener una unidad de volumen de muestra para ensayo?

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo General:

- Determinar el incremento de la resistencia mecánica a la compresión en cubos de mortero que han sido reforzadas con óxido de grafeno de origen ecuatoriano, registrando los costos de producción del aditivo y mortero por unidad volumétrica ensayada.

1.2.2 Objetivos específicos:

- Seleccionar a partir de estudios previos un yacimiento de grafito en Ecuador para la toma de muestras, a partir de las cuales se realizará el proceso de síntesis de Óxido de Grafeno para analizar la calidad y contenida en ellas.
- Medir la resistencia mecánica a la compresión para diferentes relaciones de mezclas de mortero con igual tiempo de fraguado.
- Comparar el aumento de resistencia a compresión de cubos de mortero utilizando óxido de grafeno obtenida del método de síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide” versus cubos de mortero con incorporación de óxido de grafeno reducido.
- Evaluar los costos implicados en la producción de óxido de grafeno a partir de esquistos grafitosos del cerro Villonaco.

1.3 Justificación

En Ecuador existen varios yacimientos de grafito a lo largo de la Cordillera Oriental que no han sido explotados como fuentes generadoras de grafito, grafeno u óxido de grafeno. Producto del desarrollo tecnológico y avances científicos de países como Inglaterra, España, Estados Unidos, entre otros, se han obtenido a partir de procesos de síntesis

química derivados del grafito como el óxido grafeno. Posteriormente se han estudiado nuevas aplicaciones del óxido grafeno en el sector de la construcción, por ejemplo, como aditivo al mortero (Abrishami y col., 2016) con el fin de incrementar su resistencia mecánica a compresión. Esta investigación propone evaluar el óxido de grafeno contenido en el grafito del Ecuador cuando se usa como refuerzo del mortero, no solo con el interés de potenciar un recurso autóctono sino para indagar sobre su aporte en pos de mejorar la resistencia a la compresión y en otras áreas de ingeniería (Consejo Nacional de Planificación, 2013); (Romani, 2014).

CAPÍTULO II

Diseño de mezclas para mortero para construcción con adición de óxido de grafeno

2 Introducción

La permanente búsqueda de mejorar las propiedades mecánicas de las mezclas de cemento impulsa la investigación sobre la incorporación de aditivos, de diversas configuraciones de materiales fibrosos y de materiales suplementarios en ellas. Entre estas investigaciones destacan los materiales de carbono en diferentes estructuras y escalas: fibras de carbono, los nanotubos de carbono, el grafeno y óxido de grafeno (Graphene Oxide, GO) presentado en cada caso propiedades mecánicas bien diferenciadas. La dispersión de dichas estructuras de carbono en mezclas de cemento, incide en que las características correspondientes a cada estructura de carbono se adicionen o no, adecuadamente a las mezclas de cemento (Ursúa, 2017).

2.1 Mortero

El mortero se define como una mezcla entre un material aglutinante (cemento portland), un material de relleno (áridos), agua y en ocasiones aditivos, y se usa extensamente para pegar piezas de mampostería en la construcción de muros (Guzman, 2001).

Las propiedades del mortero en estado fresco son: adherencia, docilidad, tixotropía, rendimiento, retención de agua, cohesividad, tiempo abierto, ausencia de segregación y exudación. Las propiedades del mortero en estado endurecido son: resistencia a la compresión, resistencia a flexotracción, impermeabilidad, textura superficial, resistencia a las heladas, ausencia de fisuras, ausencia de eflorescencias, durabilidad (Domínguez y col., 1997). En este estudio la resistencia a la compresión es la propiedad más relevante.

2.2 Generalidades de los materiales que constituyen el mortero

Los cementos son conglomerantes hidráulicos que se componen principalmente de minerales y materia inorgánica, que al ser finamente molidos y luego al ser mezclados con el agua forman pastas que fraguan y se endurecen debido a las reacciones químicas de sus componentes tanto en el aire como bajo agua, por tanto, se genera productos

hidratados mecánicamente resistentes y estables (Gonzalez, 2016). Bajo la norma NTE INEN 152-1 (Tabla 2) se establecen diez tipos de cemento portland:

Tabla 2. *Tipos de cemento de la norma NTE INEN 152-1*

Tipo I	Para ser utilizado cuando no se requieren las propiedades especiales especificadas para cualquier otro tipo
Tipo IA.	Cemento incorporador de aire para los mismos usos del Tipo I, donde se desea incorporación de aire.
Tipo II.	Para uso general, en especial cuando se desea una moderada resistencia a los sulfatos. Tipo IIA. Cemento incorporador de aire para los mismos usos del Tipo II, donde se desea incorporación de aire.
Tipo II (MH).	Para uso general, en especial cuando se desea un moderado calor de hidratación y una moderada resistencia a los sulfatos.
Tipo II(MH)A.	Cemento incorporador de aire para los mismos usos del Tipo II (MH), donde se desea incorporación de aire.
Tipo III.	Para ser utilizado cuando se desea alta resistencia inicial o temprana.
Tipo IIIA.	Cemento incorporador de aire para los mismos usos del Tipo III, donde se desea incorporación de aire.
Tipo IV.	Para ser utilizado cuando se desea bajo calor de hidratación.
Tipo V.	Para ser utilizado cuando se desea alta resistencia a la acción de los sulfatos.

Para esta investigación se trabajará con el cemento portland tipo I. A partir de los resultados obtenidos al reforzar la mezcla con GO podría continuarse en posteriores investigaciones evaluando el comportamiento de los restantes tipos de cemento ante diferentes estados de carga y usos.

Por otra parte, los áridos para elaborar morteros provienen de la disgregación de las rocas, y su función es reducir la retracción del mortero ayudando adicionalmente a la carbonatación, incrementando la porosidad de conglomerantes para que el anhídrido carbónico presente en el aire pueda ingresar fácilmente en la masa y estabilizar su volumen. Cuando se requiere controlar la textura del mortero se debe definir el tipo de árido (Trujillo, 2011).

El agua presente en la mezcla es la agregada al desarrollar la pasta de mortero más el agua presente por la humedad superficial de los agregados, sus funciones son:

- Reaccionar químicamente con el cemento, produciendo su hidratación.
- Actuar como lubricante permitiendo manipular la mezcla fresca.

- Asegurar el espacio suficiente en la pasta, para desarrollar productos de hidratación (Carrasco, 2013).

Los aditivos son sustancias que al ser agregados al mortero modifican sus propiedades originales, la frecuencia de uso depende de los requerimientos de fluidez, tiempo de fraguado, necesidad de modificar la resistencia (Alarcon, 1998).

2.3 Propiedades mecánicas de los morteros

El mortero por lo general actúa como elemento de unión resistente y comparte las solicitaciones del sistema constructivo en el que esté integrado. El mortero aplicado en juntas tiene que resistir al inicio las hiladas de ladrillos o bloques (Rodríguez-Mora, 2003). La cantidad de agua agregada al amasado debe ser óptima y controlada, por lo tanto, debe ser ajustada a la proporción establecida del cemento, es decir, que se garantice la relación agua/cemento, ya que una cantidad excesiva de agua disminuye tanto la resistencia como durabilidad (Universidad Politécnica de Madrid, 2016).

La resistencia a la compresión del mortero depende fundamentalmente de la cantidad de cemento y de la relación de agua/cemento (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2010). De la cantidad total del agua que participa en la elaboración del mortero, una parte se absorbe al interior de los áridos y la cantidad restante de agua se denomina agua libre. Solo una cierta cantidad del agua libre tiende a reaccionar con el cemento y la restante que no interviene en la reacción forma parte del amasado, y luego tiende a evaporarse por tanto deja en su lugar poros de aire. El cociente entre el peso del agua libre (w) y el peso del cemento (c) utilizado se denomina razón agua/cemento (w/c) (Kehr, 2008).

A mayor cantidad de agua libre, mayor es la cantidad de agua que no logra combinarse. Cuando el agua en exceso se evapora la pasta tiende a ser más porosa debido a que más agua se ha empleado y por lo tanto su resistencia tiende a disminuir. Con mayor resistencia del mortero, la relación agua/cemento será menor, sin embargo, cuando se utiliza relaciones agua/cemento demasiado bajas la mezcla tiende a ser más seca y difícil de compactar generando porosidad, al punto que la resistencia comenzará a disminuir (Kehr, 2008).

El curado es un proceso cuyo objetivo es proporcionar agua al cemento de una manera eficiente para mantenerlo húmedo y evitar las retracciones cuando fragua (con períodos recomendados para trabajo experimental en laboratorios de 7, 14, 21 o 28 días)

permitiendo así que el mortero alcance el nivel máximo de sus propiedades. Si se hace un mal curado (niveles inadecuados de agua o tiempo de fraguado inferior al tiempo requerido en función del tipo de ensayo) por ejemplo la resistencia mecánica podría perder hasta un 30% del valor esperado (Fallas y col., 2011).

A partir de la relación agua/cemento se definen diferentes tipos de morteros en construcción. En la norma ASTM (Tabla 3) identifica los distintos tipos de mortero asignando una letra (M, S, N, O y K) según sus propiedades y aplicaciones (Gonzalez, 2016), dicha normativa es adaptada en las normas de otros países como Colombia y Ecuador.

Tabla 3. Clasificación de los morteros de pega para mampostería simple según resistencia a la compresión y según dosificación (adaptado de ASTM International, 2004).

Tipo de Mortero	Resistencia a la compresión mínima (MPa) 3 días	Resistencia a la compresión mínima (MPa) 7 días	Resistencia a la compresión mínima (MPa) 14 días	Resistencia a la compresión mínima (MPa) 28 días	Relación Agua/cemento	Agregado fino suelto
M	6.88	11.18	15.48	17.2	0.485	Entre 2.25 y 3 veces la suma de cemento y cal utilizados
S	4.96	8.06	11.16	12.4		
N	2.08	3.38	4.68	5.2		
O	0.96	1.56	2.16	2.4		
K	0.20	0.325	0.45	0.5		

El mortero trabajara como un elemento recto de sección constante sometido a un estado de fuerza que se localiza teóricamente en el centroide de la sección transversal perpendicular a dichas fuerza. Los esfuerzos normales (S) en todo el elemento se representan mediante la siguiente ecuación:

$$S = \pm \frac{F}{A} \quad (ec. 1)$$

Donde A representa el área de la sección transversal, y el signo dependerá de la dirección de la fuerza (F).

2.4 Óxido de grafeno

El óxido de grafeno (Graphene oxide, GO) es un compuesto que se obtiene por un proceso de oxidación de grafito, sus láminas están compuestas por un esqueleto carbonoso bidimensional, está conformado por un gran número de carbonos sp^3 y por un pequeño número de carbonos sp^2 , su fórmula es $C_7O_4H_2$. El GO posee diferentes grupos

funcionales oxigenados como: hidroxilo, carboxílicos, ceteona, entre otros (Rosas y col., 2016).

En la Figura 2 se representan estos grupos:

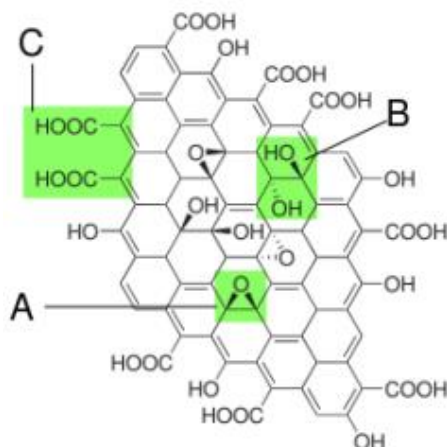


Figura 2. Óxido de grafeno con sus grupos funcionales oxigenados. (A) Puente epóxido, (B) grupos hidroxilo, (C) grupos carboxilos. (Rosas y col., 2016)

El óxido de grafeno es un compuesto hidrofílico debido a sus grupos funcionales oxigenados, por lo tanto, las moléculas de agua absorbidas son retenidas entre las láminas de óxido de grafeno, incluso luego de extensos periodos de secado, esto genera enlaces por puente de hidrógeno entre los grupos oxigenados y las moléculas de agua, por ende, tiene una gran influencia entre sus propiedades estructurales, mecánicas y electrónicas, (Rosas y col., 2016). El GO posee las siguientes propiedades:

- Módulo de elasticidad de 23 - 42 GPa.
- Resistencia a la tracción 0,13 GPa.
- Rotura de alargamiento 0.6%.
- Densidad 1800 kg/m³.
- Espesor 0,67 nm.
- Área de superficie 700 – 1500 m²/g (Chuah Pan y col., 2014).

2.5 Síntesis de óxido de grafeno

Benjamin C. Brodie en 1855 sintetizó por primera vez óxido de grafeno, el compuesto se obtuvo al mezclar clorato de potasio (KClO₃) en una suspensión de grafito con ácido nítrico, HNO₃. Posteriormente Staudenmaier mejoró el método de Brodie al agregar ácido sulfúrico con el objetivo de que la mezcla resulte más ácida, incorporando en

intervalos cuando se produce la reacción de clorato de potasio. Como desventajas se presenta: tiempo excesivo y producción de gas ClO_2 , que es de fácil combustión en el aire. Hummers en 1950 desarrollo un método de síntesis química alternativo para la producción de óxido de grafeno. Este método se realiza mezclando permanganato de potasio (KMnO_4), nitrato de sodio (NaNO_3) y ácido sulfúrico (H_2SO_4) con el objetivo de oxidar el grafito. Las ventajas de utilizar este método son los tiempos cortos de reacción, y subproductos menos tóxicos en comparación con los métodos de síntesis anteriores. Otro método es el de Marcano que consiste en incrementar la cantidad de KMnO_4 y eliminar el NaNO_3 reemplazando con una mezcla de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$, para la oxidación del grafito. Este método no desarrolla gases tóxicos como subproductos, pero los reactivos que se usan son peligrosos y se necesita de un control especial. La síntesis desarrollada por Compton elimina el NaNO_3 e incorpora un tratamiento ultrasónico con solventes orgánicos como es el dimetil formamida (DMF) (Rosas y col., 2016).

Para esta investigación se utilizará la síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide” para obtener óxido de grafeno e incorporar al mortero y en el capítulo de Laboratorio se indicará su procedimiento.

2.6 Presencia de óxido de grafeno en el mortero

Se han utilizado nuevos materiales de carbono como: fibras de carbono, nanotubos de carbono y negro de carbón para incrementar la resistencia de los compuestos de cemento, no obstante, los materiales de reforzamiento como fibras de carbono y los nanotubos de carbono solo inciden en el aspecto físico en los compuestos de cemento, es decir no participan en la hidratación y modificación de la microestructura del cemento, ni en la estructura porosa y cristalina de la pasta de cemento. Además, resulta compleja la dispersión por parte de las fibras de carbono y los nanotubos de carbono en la matriz de cemento ya que la superficie de estos materiales de reforzamiento es hidrófoba. Por ende, es importante hallar un nuevo material que no solo se disperse fácilmente en agua, sino que además incremente la tenacidad de la pasta de cemento por medio de las modificaciones de la microestructura.

El óxido de grafeno es un material que posee muchas ventajas como material de reforzamiento para mejorar las propiedades mecánicas, eléctricas y térmicas (Wang y col.,2015).

En los estudios se debe considerar lo siguiente:

- Tipo de síntesis química de óxido de grafeno.
- Dosificación de mortero.
- Tipo de cemento.
- Tipo de árido.
- Aditivos.
- Tiempos de fraguado.
- Método de incorporación de óxido de grafeno en mortero.
- Porcentaje de óxido de grafeno en el mortero.

2.7 Microestructura de morteros con y sin reforzamiento (óxido de grafeno)

En un intento por mejorar la resistencia mecánica de morteros se le han incorporado aditivos, materiales cementosos, suplementarios y fibras; sin embargo, generalmente se tiende a descuidar la influencia de la microestructura del mortero. En dicha microestructura, al caracterizar la forma de hidratación, el tamaño nanométrico de los cristales, la posibilidad de incorporar nanomateriales como el óxido de grafeno ha logrado mejorar notablemente las propiedades mecánicas del mortero (Abrishami y col., 2016).

El óxido de grafeno está conformado por una red de carbonos de forma hexagonal que contiene varios grupos funcionales oxigenados, por ende, las nano láminas de óxido de grafeno tienden a ser hidrófilas y se pueden dispersar fácilmente en agua. Como consecuencia, las nano láminas de óxido de grafeno pueden generar una mayor área superficial para la nucleación de hidratos de silicato cálcico (C-H-S), por lo tanto, tiende a disminuir la porosidad del mortero incrementando su resistencia mecánica a la compresión. En la Figura 3 obtenida por un microscopio electrónico de barrido (Scanning Electron Microscope, SEM) se puede observar la microestructura del compuesto de cemento cuando no contiene óxido de grafeno (Abrishami y col., 2016).

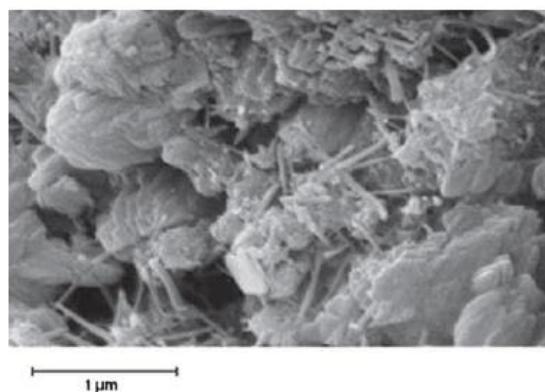


Figura 3. Imagen SEM del compuesto de cemento curado durante 14 días (Abrishami y col., 2016).

En la Figura 4 mediante un SEM, se aprecia la microestructura de mortero con un 1.5 % de óxido de grafeno en peso de cemento con 28 días de curado. Para poder obtener las máximas propiedades del óxido de grafeno, es importante mejorar las propiedades tanto de unión interfacial como fricción. Para el siguiente caso de estudio se utilizó policarboxilato (0,5% de peso de cemento) para optimizar las propiedades de adhesión del óxido de grafeno y su dispersión en la matriz de cemento (Babak y col., 2014). Se aprecia en la imagen los hidratos de silicato cálcico (C-H-S), y al óxido de grafeno (GO) en el mortero.

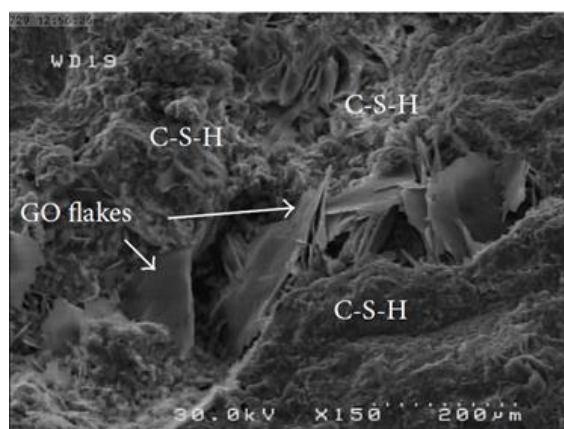


Figura 4. SEM de mortero que contiene 1.5% de óxido de grafeno en peso de cemento a escalas de 200 μm después de 28 días de curado (Babak y col., 2014).

2.8 Óxido de grafeno reducido

El óxido de grafeno reducido (Reduced Graphene Oxide, rGO) es un análogo al grafeno debido a que en él se han eliminado de forma parcial o completa los grupos oxigenados, lo que le confiere propiedades mecánicas similares. Existen varios métodos para obtener rGO como: reducción térmica, fototérmica, inducido por láser y reducción química (Vargas, 2016).

2.9 Selección de yacimientos de grafito y puntos de prospección.

A partir de la revisión bibliográfica sobre los yacimientos de grafito existentes en Ecuador (previamente comentada en el capítulo I, pág. 3), el yacimiento del cerro Villonaco de la provincia de Loja, cuenta con estudios previos de cartografía y análisis petrográfico, (Burneo, 2015) motivo por el cual se selecciona como zona de estudio.

La selección de puntos de prospección para la recolección de las muestras en el yacimiento, se realizó por medio de la exploración del subsuelo basada en el examen de los caracteres del terreno. En la Figura 5 se representa las zonas de toma de muestras y en la Figura 6 se representa una clasificación por zonas de los puntos de toma de muestras de esquistos de grafito.

Existen tres procedimientos de extracción de muestras:

- 1) Extracciones puntuales (al azar, por puntos o en sondeos).
- 2) Extracciones lineales (en calicatas y sondeos).
- 3) Extracciones volumétricas (Procedimientos a rastrillo y global).

Para la extracción de las muestras de grafito se utilizó el método puntual al azar, este es el más sencillo y consiste en desprender trozos de roca de aproximadamente de 0.5 Kg a 2 kg. Solo se emplea con el fin de determinar la cantidad de minerales y las características físicas aproximadas de composición de la roca (Kreyter, 1978).

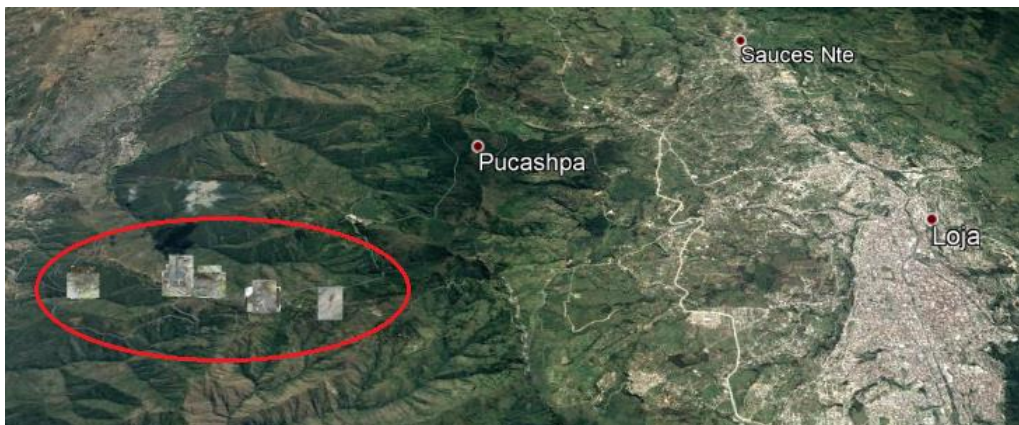


Figura 5. Puntos de tomas de muestras de grafito (adaptado de Google Earth).

Se tomaron 8 puntos de toma de muestras en el cerro Villonaco, las dimensiones de las muestras oscilan en un rango de $10 \times 5 \text{ cm}^2$ a $19 \times 24 \text{ cm}^2$ aproximadamente con espesor variable entre 3 y 10 cm. El peso total de las muestras fue de 36 kg.



Punto 1
Latitud: 3°59'57.60"S
Longitud: 79°17'36.00"O

Número de muestras: 3



Punto 2
Latitud: 3°59'57.30"S
Longitud: 79°17'36.02"O

Número de muestras: 2



Punto 3
Latitud: 3°59'57.80"S
Longitud: 79°17'36.42"O

Número de muestras: 3



Punto 4
Latitud: 3°59'39.85"S
Longitud: 79°18'20.70"O

Número de muestras: 3



Punto 5
Latitud: 3°59'47.14"S
Longitud: 79°18'4.97"O

Número de muestras: 3



Punto 6
Latitud: 3°59'45.79"S
Longitud: 79°18'19.94"O

Número de muestras: 2



Punto 7
Latitud: 3°59'46.49"S
Longitud: 79°18'20.62"O

Número de muestras: 3



Punto 8
Latitud: 3°59'48.03"S
Longitud: 79°19'7.45"O

Número de muestras: 2

Figura 6. *Puntos de toma de muestras de esquistos de grafito por zonas*

CAPÍTULO III

Trabajo experimental:

Muestreo, molienda, flotación, síntesis y ensayos de compresión.

3 Trabajo de laboratorio: materiales, procedimiento experimental de síntesis, muestras de mortero.

En este capítulo se describe el trabajo de laboratorio luego de obtener las muestras de esquistos de grafito, hasta construir las probetas de mortero reforzado para ser ensayadas mecánicamente a compresión.

3.1 Equipos y materiales

Los equipos y materiales requeridos para obtener GO se dividen en 4 grupos según las etapas del trabajo práctico: etapa para obtener la materia prima (esquistos grafitosos), la segunda etapa corresponde al procesamiento de las muestras, la tercera etapa se relaciona a los procesos químicos que inducen la flotación y la síntesis del GO (laboratorios: de mineralurgia y de hidrocarburos), finalmente la etapa de elaboración y ensayo de las probetas de mortero (lab. de resistencia de materiales).

Equipo para la toma de muestras:	Martillo de geólogo, sacos, transporte.
Equipos de molienda:	Molino de bolas, molino de discos, trituradora de mandíbulas, bandejas.
Equipos de tamizado:	Tamices de N° 50 y N°100, bandejas.
Equipos y químicos para la flotación:	Celda de flotación, espumantes y reactivos.
Equipo para calcinación:	Mufla, crisol de porcelana, pinzas de calentamiento, balanza, desecador.
Equipos y químicos para síntesis:	Vasos de precipitado, probetas, balanza, ácidos, agentes oxidantes, bomba de vacío, hornos, bandejas, material de enfriamiento.

Equipos y materiales de preparación de mezclas: Mixer, balanza, agua, cemento, arena, plastificante.

Equipos para la construcción de probetas: Moldes para cubos.

Equipos para ensayos de compresión: Máquina de ensayo a compresión.

En marzo de 2017, se realizó la extracción de muestras en el cerro Villonaco ubicado en la provincia de Loja, Ecuador con el apoyo del ingeniero en geología Nelson Guamán.

3.2 Procedimiento de molienda y tamizado

Una vez obtenidas las muestras de esquistos grafitosos se deben someter a un proceso de molienda para posteriormente iniciar con el procedimiento de flotación de minerales, de ser necesario se realiza la fractura de los esquistos de grafito de gran tamaño, y mediante análisis visual se seleccionan aquellas con mayor porcentaje de grafito para luego ser cargadas en bandejas de 50x25x15cm³, totalizando 8 bandejas que pasaran al proceso de molienda. El procedimiento de molienda se realizó el laboratorio de Mineralurgia de la Facultad de Ingeniería de Ciencias de la Tierra (FICT) de la ESPOL con la ayuda del Ing. Washington Pincay encargado del laboratorio.

Etapas:

- 1) Con el objetivo de obtener un tamaño de grano de aproximadamente 50 – 100 mm, se introduce los esquistos grafitosos en la trituradora de mandíbulas. La finalidad de esta etapa es que el material obtenido pueda ser introducido en la trituradora de rodillos, como se indica en la Figura 7.



Figura 7. Marca de trituradora de mandíbulas: Denver Modelo: Tipo H.

- 2) Para conseguir un tamaño de grano aproximado de 20 – 40 mm, se introduce el material obtenido de la trituradora de mandíbulas en la trituradora de rodillos. El propósito de esta etapa es que el material conseguido pueda ser incorporado en el molino de discos, Figura 8.



Figura 8. Marca de trituradora de rodillos: Denver. Modelo: tipo D.

- 3) Para obtener un tamaño de grano aproximado de 2 mm - 100 μm se introduce el material obtenido de la trituradora de rodillos en el molino de discos. El objetivo de esta etapa es adquirir material que esté entre el tamiz 50 y 100, Figura 9.



Figura 9. Marca de molino de discos: B. Modelo: UA.

- 4) Tamizar el material molido del molino de discos y utilizar los tamices 50 y 100, el material retenido en tales tamices es el utilizado, Figura 10.



Figura 10. Proceso de tamizado.

3.3 Flotación

La flotación de minerales es un procedimiento que consiste en la separación selectiva de partículas en función de su hidrofobicidad. En el proceso es necesario utilizar reactivos como los espumantes, que tienen por función generar burbujas de tamaño pequeño y una fase de espuma estable (Orozco, 2012).

“Los espumantes con agentes tenso-activos o surfactantes están conformados por una parte polar (hidrofílica) y una parte apolar (hidrofóbica). En la superficie de la burbuja (interfase aire-agua), la cadena hidrocarbonada se orienta hacia el lado del aire y el grupo polar hacia el lado del agua” (Orozco, 2012)

Producto del proceso de flotación se obtendrá de pulpa constituida por una mezcla de agua+grafito.

Según la norma ASTM D5114 debido a que muchas variables deben ser monitoreadas y reguladas, las pruebas de laboratorio son difíciles de estandarizar.

Etapas:

- 1) Debido a que la máquina de flotación tiene una capacidad máxima de 2 litros se requieren 0.15 kg de grafito para ser diluidos en 2 lt de agua y obtener una pulpa con densidad del 7%. Esta relación es determinada por la expresión $0,07 = \frac{S}{S+L}$,

Figura 11.



Figura 11. Incorporación de 0.15 kg de grafito en 2 litros de agua.

- 2) En la máquina de flotación se agregó los 0.15 kg con los 2 litros de agua y se procedió a agitar la pulpa durante 3 min a 1500 r.p.m. El propósito de esta etapa es que el grafito se disuelva en el agua y se obtenga una pulpa uniforme, Figura 12.

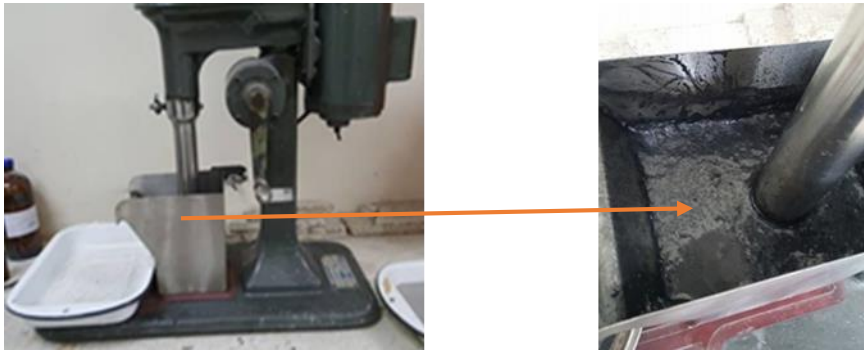


Figura 12. Marca de máquina de flotación: Denver. Modelo: D-12 Flotation Machine.

- 3) Posterior a los 3 min. se procede a agregar 5 ml de queroseno a la pulpa y se agita durante 2 min a 1500 r.p.m. La finalidad de esta etapa es que el queroseno actúe como flotador haciendo que otros minerales diferentes al carbono se depositen al fondo del recipiente metálico, Figura 13.



Figura 13. 5ml de queroseno.

- 4) Luego de los 2 min. se aumentan las revoluciones de la máquina de flotación a 1800 r.p.m., y se agregan 5 gotas de espumante 370. Esta etapa tiene por objetivo obtener espuma en la superficie, ya que en la espuma se presenta un mayor contenido de carbono. Los criterios de la cantidad de espuma han sido experimentales, Figura 14.



Figura 14. Incorporación de 5 gotas de espumante 370 a la pulpa.

- 5) Durante 5 min. se procede a retirar la espuma presente en la pulpa y a colocar en 2 bandejas. El propósito es obtener la espuma del proceso de flotación para su posterior secado. El tiempo máximo es de 5 min debido a que si se obtiene espuma luego de ese tiempo tendrá un contenido de otros materiales diferentes al carbono, Figura 15.



Figura 15. *Bandeja con espuma resultante del proceso de flotación.*

- 6) Se lleva la bandeja con el material a un horno a 70°C durante 24 horas. Este procedimiento depende de la observación, es decir que la mezcla se ha deshidratado. Figura 16.



Figura 16. *Colocación de la bandeja. Marca: Carbolite.*

- 7) Se retira del horno el material luego de haber transcurrido las 24 horas, culminando la etapa de flotación. Se obtuvo aproximadamente 3000 mg, Figura 17.



Figura 17. *Espuma de la pulpa luego de 24 horas en el horno.*

3.4 Descripción del grafito

El grafito es un mineral suave y a la vez una forma alotrópica del carbono. El color del grafito es de gris a negro, presenta un brillo metaloide. El peso específico del grafito es de 2.23 g/cm^3 y su dureza está entre 1-2. La estructura cristalina del grafito es hexagonal además es químicamente inerte a temperatura normal (Coordinación general de minería de México, 2014).

El grafito es inodoro, no tóxico, presenta resistencia al calor y es excelente conductor de calor y electricidad. En la naturaleza, el grafito se encuentra, en forma de agregados compactados, escamosos, terrosos y de manera esférica. El grafito por lo general está en contacto con otros minerales como: cuarzo, feldespato, micas, calcita, pirita y óxidos de hierro (Coordinación general de minería de México, 2014).

3.5 Procedimiento de calcinación del grafito

El procedimiento de calcinación se lo realizó en el laboratorio de Hidrocarburos del Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas (FCNM). El objetivo de este procedimiento es determinar la cantidad de carbono presente en las muestras.

Etapas:

1. Calibración de la balanza: se introduce el crisol de porcelana vacío en la balanza electrónica para calcular el peso del crisol. La balanza permite redefinir la escala al valor 0 con el crisol sobre la base, con el objetivo de determinar únicamente el peso del material que se introducirá en el crisol de porcelana posteriormente, Figura 18.



Figura 18. Calibración de la balanza electrónica: Sartorius. Modelo: ED2245.

2. Se procede a pesar 1000 mg de grafito en el crisol de porcelana, Figura 19.



Figura 19. Pesaje de muestra de grafito.

3. Calcinación de la muestra de grafito: se introduce el crisol de porcelana que contiene el grafito en la mufla marca Thermolyne modelo: FB1315M, donde permanecerá por 45 minutos a una temperatura de 700°C, Figura 20.

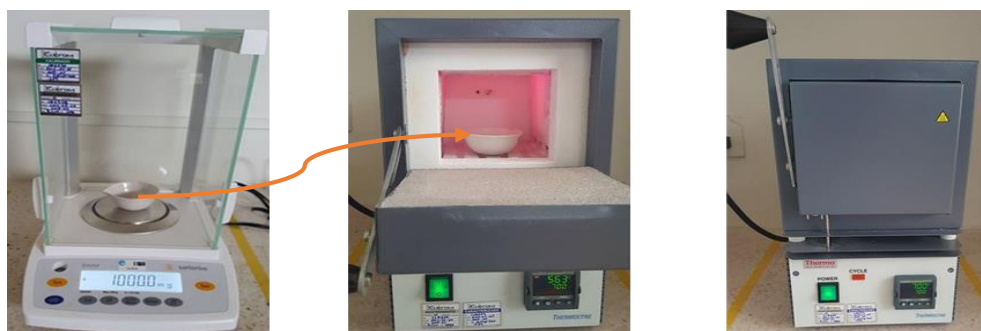


Figura 20. Colocación del crisol de porcelana con el grafito en la mufla.

4. Cálculo del contenido de carbono presente en la muestra de 1000 mg de grafito: se retira el crisol utilizando la pinza de calentamiento y se coloca en un desecador con el objetivo de enfriar el crisol que contiene la muestra. Se repite el pesaje de la muestra y se evalúa la diferencia de pesos con el propósito de determinar la cantidad de carbono presente en la muestra. Figura 21.

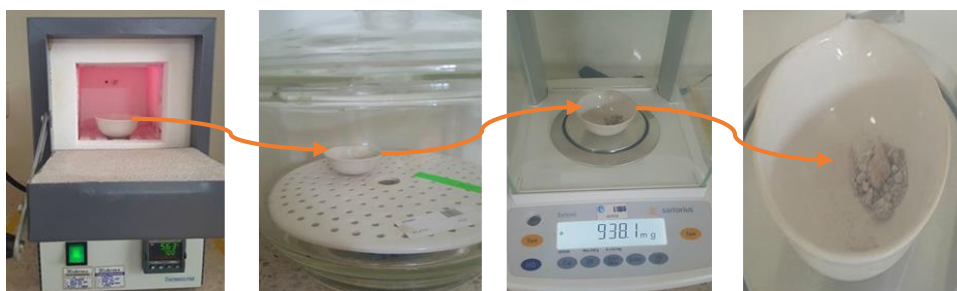


Figura 21. Colocación del crisol de porcelana con la muestra en el desecador y determinación del nuevo peso de la muestra.

Se determinó un valor aproximado de 6,19% de carbono presente en 1000 gramos de la muestra de grafito, por tanto, este bajo porcentaje es un indicativo de la alta presencia de otros minerales, lo que permite catalogar a la muestra procedente del cerro Villonaco como una muestra contaminada. Por tal motivo para continuar con el proceso de evaluación mecánica del mortero se decidió utilizar grafito sintético, al cual se le realizará la síntesis de óxido de grafeno, por otra parte, para posibilitar un estudio comparativo se utiliza óxido de grafeno reducido.

3.6 Procedimiento de síntesis química

La técnica de síntesis química para obtener óxido de grafeno a partir de grafito fue “Improved Synthesis of Graphene Oxide”. Esta técnica requiere de los siguientes compuestos químicos: ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y permanganato de potasio; la adquisición de dichos materiales en el Ecuador exige autorización de la Secretaría Técnica Nacional de Drogas (SETED). Mediante el permiso de compra ocasional N° P09-00678-1 (Figura 22) se realizó la adquisición de los químicos ya mencionados.

SECRETARÍA TÉCNICA DE DROGAS
SETED

DIRECCION DE CONTROL DE SUSTANCIAS CATALOGADAS
AUTORIZACION OCASIONAL DE SUSTANCIAS CATALOGADAS SUJETAS A FISCALIZACION

3658 Permiso No. P09-006780-1
Fecha: 23/08/2017
Recibo No. 10821

La Dirección de Control de Sustancias Catalogadas autoriza a:
AVILA ESPINOZA JHONNATAN EUGENIO

Con dirección: ANGEL MARIA IGLESIAS Y 4 DE NOVIEMBRE
Con Céd / RUC: 0922005731

La compra de:

Sustancia	Cantidad	Unid.	Uso
PERMANGANATO DE POTASIO	500.00	g	SINTESIS DE OXIDO DE GRAFENO
ACIDO CLORHIDRICO	2.50	l	SINTESIS DE OXIDO DE GRAFENO
ACIDO SULFURICO	2.50	l	SINTESIS DE OXIDO DE GRAFENO

A la empresa: LABSUPPLY CIA. LTDA.
Calificación: 09-5103J-L Código: 5103

comprometiéndose legalmente a controlar, mediante un registro de ingresos y egresos, la utilización de estas sustancias para los fines constantes en la solicitud y autorización.

Autorizado por
[Firma]
Mgs. María José Murillo López
COORDINADORA ZONAL de Drogas
Secretaría Técnica de Drogas
Coordinación Zonal R

NOTA: Este documento caducará en el término de 8 días después de la fecha de emisión, el mismo que le facilitará adquirir por UNA SOLA VEZ y cuyo original retendrá la empresa comercializadora como documento de descargo.

Figura 22. Permiso de compra ocasional otorgado por la SETED

El proceso de síntesis química se realizó en el laboratorio de hidrocarburos del FCNM de la ESPOL, en colaboración del ingeniero químico Tyrone Alcivar encargado del laboratorio.

Etapas:

- 1) Pesar 3 g de grafito y 18 g de permanganato de potasio, Figura 23.



Figura 23. Pesaje de 3g de grafito. 18 g de permanganato de potasio.

- 2) Medir 360 ml de ácido sulfúrico al 96% y 40 ml de ácido fosfórico al 75%, Figura 24.

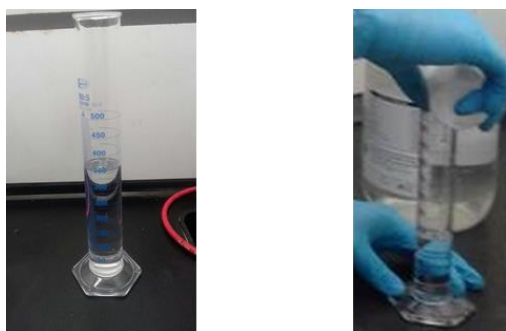


Figura 24. Mezcla de 360 ml de ácido sulfúrico al 96% con 40ml de ácido fosfórico al 75%.

- 3) Mezclar el ácido sulfúrico con el ácido fosfórico. Se produjo una reacción exotérmica de aproximadamente 35°C. Figura 25.



Figura 25. Mezcla de los ácidos.

- 4) Se procedió a mezclar el grafito con los ácidos y agregar muy lentamente pequeñas cantidades de permanganato de potasio. Se debe seguir este paso exactamente ya que se pueden producir explosiones y arruinar la síntesis, Figura 26.

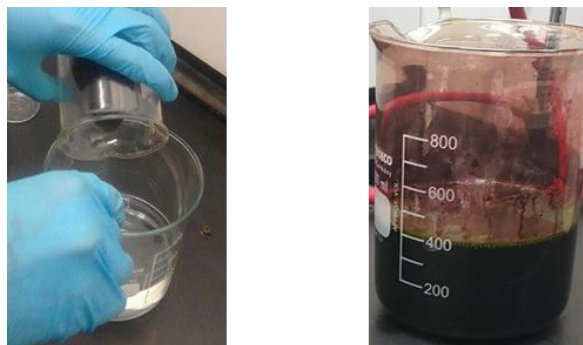


Figura 26. Mezcla de grafito con los ácidos junto al permanganato de potasio.

- 5) Se colocó la mezcla en un agitador con calentador a una temperatura de 50 °C durante 12 horas, Figura 27.



Figura 27. Agitación de mezcla a 50° C durante 12 horas.

- 6) Luego de las 12 horas colocar 400 ml de hielo desionizado en un vaso precipitado y se agregó 6ml de peróxido de hidrógeno al 35%, Figura 28.



Figura 28. Mezcla con hielo desionizado y 6ml de peróxido de hidrógeno.

7) Se agitó la muestra y se obtuvo un color amarillo brillante, posteriormente cambió de color, Figura 29.

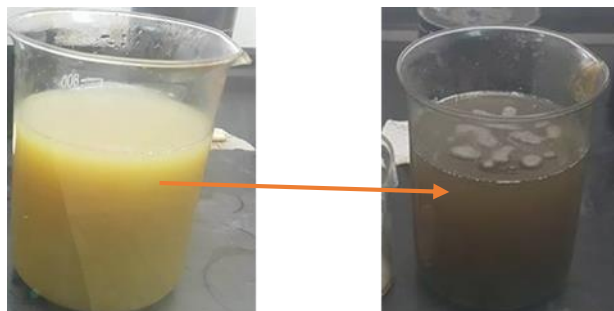


Figura 29. Cambio de colores en la mezcla.

8) Se limpió la mezcla para obtener óxido de grafeno. Se agregó en un vaso precipitado 75 ml de la mezcla con 1000 ml de agua. El objetivo de este paso es disminuir la cantidad de ácidos en la mezcla, Figura 30.



Figura 30. Decantación de la mezcla.

9) Se vació el líquido transparente y se quedó únicamente con el material del fondo. Posteriormente se vació en una bandeja de vidrio la mezcla con el objetivo de secar la muestra, la cantidad obtenida fue aproximadamente 6 g por muestra y se obtuvo en total 5 bandejas con 1.2 g cada una. Solo una bandeja se secó, Figura 31.



Figura 31. Colocación de óxido de grafeno en bandeja.

10) Se colocó el óxido de grafeno en papel filtro sobre un embudo conectado a su vez a una bomba de vacío a continuación se añadió 3ml de ácido clorhídrico. El objetivo es purificar la muestra de óxido de grafeno, Figura 32.



Figura 32. Proceso de filtración para obtener óxido de grafeno.

Se realizó la toma de muestras que fueron procesadas desde el proceso de molienda hasta el proceso de calcinación y se comprobó que las muestras estaban contaminadas, posteriormente se utilizó grafito sintético y óxido de grafeno puro, el grafito sintético se sintetizó y se obtuvo óxido de grafeno, se obtuvo 0,66 gramos a continuación se realizaron las probetas con el objetivo de medir el incremento de resistencia.

3.7 Fundamento físico-químico de la sonicación

Los ultrasonidos son ondas sonoras de presión con las capacidad de superar los 20 kHz. En el ámbito científico los ultrasonidos se utilizan en diferentes aplicaciones en función de la intensidad y frecuencia. Los ultrasonidos de baja intensidad ($<1 \text{ W/cm}^2$), utilizan alta frecuencia ($>100 \text{ KHz}$), es decir por lo general generan bajos niveles de energía que no produce alteración del material. Los ultrasonidos de alta intensidad (20-100 kHz) tienden a liberar una gran cantidad de energía provocando alteraciones y reacciones químicas en el material que se aplican (Borja, 2018).

3.8 Elaboración de probetas de mortero para ensayos de compresión

Las probetas utilizadas para medir la resistencia a compresión de mortero, pueden presentar configuraciones cilíndricas o cúbicas dependiendo de la máquina de ensayos a compresión con que serán testeadas. La resistencia a la compresión se obtiene de la relación entre la carga de ruptura y el área de la sección que soporta la carga (García y col., 2012).

Para el ensayo de compresión se puede utilizar una maquina tipo prensa hidráulica o mecánica. En esta investigación se utilizó una máquina de compresión hidráulica, marca: ELE International, modelo G-128-36-3095 (Figura 42). La prensa hidráulica posee una base fija y una base móvil sobre la base fija se coloca la probeta a ensayar y la base móvil impone la carga sobre la probeta con el objetivo de repartir de forma uniforme la carga y adaptarse al posible no paralelismo de las bases, Figura 33.

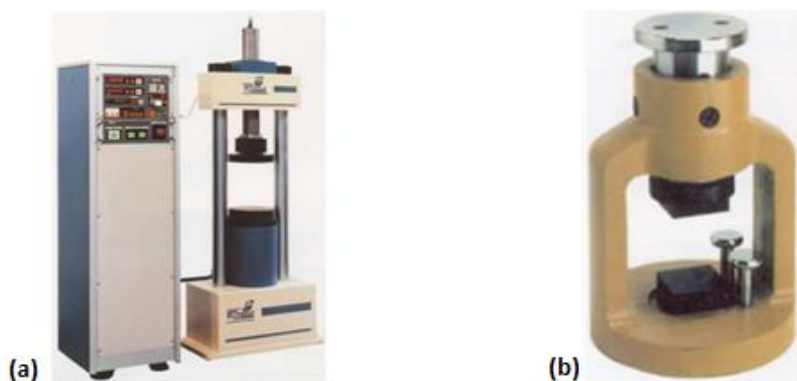


Figura 33. (a) Máquina de ensayos para determinar la resistencia a la compresión. (b) Dispositivo de compresión para máquina de ensayos.

3.8.1 Recomendaciones para el ensayo de compresión

Según la norma ASTM C109 las cantidades de materiales que se requieren para elaborar de 6 a 9 especímenes se especifica en la Tabla 4.

Tabla 4. Cantidades de materiales requeridos para la elaboración de especímenes según la norma ASTM C 109.

Materiales que componen la mezcla de mortero	Número de Especímenes	
	6	9
Cemento, g	500	740
Arena, g	1375	2035
Agua, ml	242	359
Portland con incorporador de aire (0.460)	230	240

3.8.2 Preparación de las mezclas de mortero

- 1) Se procede a pesar el cemento, arena y agua requeridos para obtener la mezcla correspondiente a 3 probetas de mortero. Este proceso se repite cada vez que se modifica el porcentaje de óxido de grafeno, Figura 34.



Figura 34. Pesaje de cemento, arena y agua.

- 2) Posteriormente se mezcló el agua con polycarboxilato en una relación de 0,08% con respecto al peso de cemento (Viscocrete 4100)(Figura 35) . Según diferentes autores se recomienda fusionar con un superplastificante para que exista una mejor solubilidad del óxido de grafeno con el agua. (Wang y col., 2015) ; (Kjaernsmo y col., 2018).



Figura 35. Pesaje de polycarboxilato para posteriormente ser mezclado con el agua.

- 3) Se procede a medir los pesos de los diferentes porcentajes de óxido de grafeno con respecto al peso de cemento en un rango de 0,03% a 0,06% con incrementos de 0,01%. Para cada porcentaje se preparan 3 probetas reforzadas con óxido de grafeno procedente de la síntesis de grafito sintético, y 3 probetas reforzada con óxido de grafeno reducido. Es importante recordar que en el proceso de calcinación de los esquistos de grafito procedentes del cerro Villonaco se obtuvieron muestras de grafito con alto contenido de contaminación haciendo inviable la obtención de óxido de grafeno de dichas muestras, Figura 36.



Figura 36. *Peso de diferentes porcentajes de óxido de grafeno: (0,03%-0,04%-0,05%-0,06%) para 3 especímenes por porcentaje.*

- 4) Se prepara la mezcla de óxido de grafeno, agua, policarboxilato al 0,008% (Wang y col., 2015). Dicha mezcla debe ser agitada utilizando un equipo de sonicación (para aplicar energía sonora con frecuencias mayores a 20 kHz, como elemento de agitación de las partículas de óxido de grafeno en el agua), en caso de no contar con este dispositivo se puede utilizar un agitador eléctrico de hélice, el cual, durante un periodo de 20 minutos, hasta garantizar la correcta disolución del óxido de grafeno con agua, Figura 37.



Figura 37. *Mezcla de óxido de grafeno y agua con policarboxilato.*

- 5) Mezcla de cemento, arena y agua con policarboxilato y óxido de grafeno, Figura 38.



Figura 38. *Mezcla de materiales que componen el mortero con policarboxilato y óxido de grafeno.*

- 6) Siguiendo las recomendaciones de la norma de la Sociedad Americana de Ensayo de Materiales (American Society of Testing Materials, ASTM C109 secciones 9, 10 y 11) para ensayos mecánicos de materiales, se procedió a engrasar los moldes (F con grasa (Figura 39) para evitar que los cubos de mortero se adhieran al molde una vez fraguado (ASTM International, 2008).



Figura 39. *Moldes engrasados.*

- 7) Se procedió a llenar los moldes de mortero realizando 25 golpes por capa (Figura 40), el total de capas es 4, y se dejó fraguar durante 24 horas (ASTM International, 2008).



Figura 40. *Moldes metálicos con mortero.*

- 8) Luego de las 24 h, se desmontan de los moldes con los cubos de mortero, Figura 41.



Figura 41. *Desmontaje de cubos de mortero con óxido de grafeno.*

- 9) Se sumergen los cubos de mortero en un recipiente con agua durante 14 días.
- 10) Se sometieron los cubos de mortero a la máquina de ensayo para determinar su resistencia a la compresión., Figura 42



Figura 42. *Máquina para ensayar los cubos de mortero a compresión.*

CAPÍTULO IV

Análisis de Resultados

4 Introducción

Para localizar los yacimientos de grafito en Ecuador se realizó una revisión del artículo “Investigaciones de Materias Primas Minerales No Metálicas en el Ecuador” (Uribe, 2015). En dicho artículo destacan 2 provincias del Ecuador (Loja y Zamora) por poseer yacimientos contentivos de grafito. De allí es seleccionada la provincia de Loja como lugar de toma de muestras debido a que existe un estudio previo que describe la localización de yacimientos de grafito el cual es titulado “Cartografía Litológica-Estructural y Análisis Petrográfico del Intrusivo del Cerro Villonaco” (Burneo, 2015), y adicionalmente debido al fácil acceso a la zona.

Como método de extracción de muestras se utilizó el método puntual al azar, que consiste en desprender trozos de roca de aproximadamente de 0.5 Kg a 2 kg, para determinar la cantidad de minerales y las características físicas aproximadas de composición de la roca (Kreyter, 1978). En dicho método únicamente se utiliza un martillo de Geólogo y sacos de polipropileno para almacenar las muestras de esquistos de grafito. No se utilizaron máquinas de perforación debido al incremento de costos y al permiso ambiental necesario para realizar la perforación y extracción de esquistos de grafito.

Posteriormente se realizó un proceso de molienda de las muestras de los esquistos de grafito, y se sometieron las muestras a un proceso de flotación de minerales y a un proceso de calcinación donde se determina que las muestras de grafito presentan un porcentaje muy alto de impurezas (otros minerales). Ante el nivel de impurezas presentes no resulta factible su depuración desde el punto de vista técnico-económico. Por ello, se decide usar grafito sintético para continuar la investigación orientada en el proceso de producción del óxido de grafeno mediante síntesis química. Para obtener óxido de grafeno se realizó la síntesis “Improved Synthesis of Graphene Oxide” debido a los beneficios que presenta sobre otros tipos de síntesis como: mayor cantidad de GO, mayor cantidad de grupos funcionales oxigenados, menor presencia de gases tóxicos.

A continuación, se procede al reforzamiento de morteros que son sometidos a cargas de compresión, tal como lo realizaron Lv. y col. (2013), Wang y col. (2015), Abrishami y Zahabi (2016) y finalmente Long y col. (2017).

Para medir la resistencia mecánica a la compresión de diferentes relaciones de mezclas de mortero con igual tiempo de fraguado, se utilizó la norma ASTM C109 para proceder a realizar los cubos de mortero.

Se construyen 12 muestras con óxido de grafeno procedente de grafito sintético y 11 muestras con óxido de grafeno reducido, además se utilizó policarboxilato en la mezcla para incrementar la adherencia del GO en el mortero. Se utiliza un total de 26 moldes para cubos de mortero (23+3 muestras sin GO).

Los moldes fueron elaborados para esta investigación y donados al laboratorio de la Universidad, ya que para realizar los ensayos no se cuenta con la cantidad de moldes necesarios para realizar simultáneamente los ensayos. Luego de 14 días de curado, los cubos de mortero fueron sometidos a compresión.

Se detallan las cantidades disponibles de óxido de grafeno sintetizado y reducido, se señalan las cantidades requeridas de GO por número de muestras (Tabla 5), para garantizar que se cumple con el porcentaje de óxido de grafeno en estudio.

Para el ensayo de compresión se utilizó una maquina tipo prensa hidráulica de base fija sobre la cual se coloca la probeta a ensayar, y una base móvil que impone la carga hasta el colapso de la probeta, registrando los datos de resistencia última del material. En las tablas 6 y 7 se registran los resultados obtenidos para muestras de cubos de mortero con 14 días de fraguado y reforzadas con diferentes porcentajes de óxido de grafeno sintetizado y rGO respectivamente.

Tabla 5. *Cantidades disponibles de óxido de grafeno sintetizado y rGO*

	Masa de cemento requerido en 1 cubo de 5cm*5cm*5cm (gr) Norma ASTM C 109	cantidad disponible de óxido de grafeno sintetizado (gr)	cantidad disponible de óxido de grafeno reducido (gr)	
	82.22	0.66	0.4	
Porcentaje de Oxid. Graf. En estudio	Cantidad de Muestras	Óxido de graf. Requerido	cantidad restante de óxido de grafeno sintetizado	cantidad restante de óxido de grafeno reducido
0.03%	1	0.0247	0.6353	0.3753
	2	0.0493	0.6107	0.3507
	3	0.0740	0.5860	0.3260
0.04%	1	0.0329	0.6024	0.3424
	2	0.0658	0.5449	0.2849
	3	0.0987	0.4873	0.2273
0.05%	1	0.0411	0.5613	0.3013
	2	0.0822	0.4627	0.2027
	3	0.1233	0.3640	0.1040
0.06%	1	0.0493	0.5120	0.2520
	2	0.0987	0.3640	0.1040
	3	0.1480	0.2160	

Tabla 6. *Resistencias mecánicas a la compresión de muestras de cubos de mortero con 14 días de fraguado y reforzadas con diferentes porcentajes de óxido de grafeno sintetizado.*

Cubos de mortero (con 14 días de fraguado) reforzados con óxido de grafeno sintetizado.			
Óxido de grafeno (%)	Resistencia (kg/cm ²)	Resistencia promedio (kg/cm ²)	Resistencia promedio (MPa)
0.00	117.3	103.1	10.1
0.00	86.39		
0.00	105.6		
0.03	118.6	128.30	12.58
0.03	154.8		
0.03	111.5		
0.04	103.2	129.10	12.66
0.04	185.9		
0.04	98.2		
0.05	138.4	130.23	12.77
0.05	120.7		
0.05	131.6		
0.06	130.2	132.03	12.94
0.06	140.1		
0.06	125.8		

Tabla 7. Resistencias mecánicas a la compresión de diferentes muestras de cubos de mortero a 14 días con diferente porcentaje de óxido de grafeno reducido con su respectivo peso.

Cubos de mortero con óxido de grafeno reducido			
Óxido de grafeno (%)	Resistencia (kg/cm ²)	Resistencia promedio (kg/cm ²)	Resistencia promedio (MPa)
0.00	117.3	103.1	10.1
0.00	86.39		
0.00	105.6		
0.03	190.4	144.23	14.14
0.03	108.7		
0.03	133.6		
0.04	162.5	144.73	14.19
0.04	125.2		
0.04	146.5		
0.05	135.7	145.87	14.3
0.05	175.4		
0.05	126.5		
0.06	146.8	147.15	14.43
0.06	147.5		

Para comparar el aumento de resistencia a compresión de cubos de mortero utilizando óxido de grafeno con el método de síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide” versus cubos de mortero con incorporación de óxido de grafeno reducido (rGO) se realizó una recopilación de los datos publicados en 4 estudios de mezclas de morteros reforzadas con óxido de grafeno.

En 2013 el trabajo se realizó a nivel micro estructural para determinar el efecto de la incorporación de nanoláminas de óxido de grafeno en mezclas de cemento y su incidencia en la resistencia mecánica a compresión, En el estudio los incrementos de resistencia mecánica a compresión más altos fueron alcanzados en el porcentaje de 0.05% de GO (con respecto a peso de cemento), sus resultados son: 59.1% y 47.9% de incremento para 3 y 28 días, respectivamente (Lv. y col., 2013).

En 2015 se investigó la fluidez, viscosidad, tiempo de fraguado del mortero, morfología, estructura de poro, resistencia a la compresión y flexión como el calor de hidratación mediante SEM en morteros. En el artículo los incrementos de resistencia mecánica a compresión más altos se lograron en el porcentaje de 0.05% de GO, las resistencias son:

43.2%, 33% y 24.4% de incremento para 3, 7, 28 días, respectivamente (Wang y col., 2015).

En 2016 se realizaron estudios de grupos funcionalizados con óxido de grafeno en morteros y su interacción con la microestructura del cemento, así como el incremento de resistencia mecánica a compresión de los morteros comparando sus resultados con mortero incorporado solo con óxido de grafeno. En el estudio los incrementos de resistencia mecánica a compresión más elevados fueron en el porcentaje 0.1% de GO para 14 días. Los resultados obtenidos son: 13.0%, 39.1% para GO puro y GO funcionalizado (Abrishami & Zahabi, 2016).

En 2017 se presentó una investigación experimental sobre el efecto de las nanoláminas de óxido de grafeno (GO) uniformemente dispersadas en compuestos a base de cemento preparados con agregado fino reciclado (RFA). Además, con ayuda de una microscopía electrónica de barrido se realizó un análisis micro estructural, que mostró que los compuestos de cemento GO tenían una estructura mucho más densa y mejores productos de hidratación cristalizada, mientras que la prueba de porosimetría de intrusión de mercurio (MIP) y el análisis de imágenes demuestran el refinamiento en la estructura de los poros capilares y reducción del contenido de vacíos de aire. Los incrementos máximos de la resistencia a la compresión fueron 16.4% y 16.2% para el mortero RFA que contenía 0.2% de GO a 14 y 28 días. En forma resumida se presentan los mencionados resultados en la Tabla 8 y su representación gráfica en la Figura 43.

Tabla 8. Cuadro comparativo de los parámetros establecidos en 4 casos de estudio de mortero reforzado con óxido de grafeno.

Tipo de cemento	Tipo de arena	Relación agua/cemento	Tipo de mortero	Tipo de síntesis	Aditivos químicos	% Óxido de grafeno	Tiempo fraguado	Resistencia en compresión (MPa)
Datos registrados en: Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites, Lv, y col., 2013								
Portland cement type 42.5R	Estándar	0.37	M	Hummer	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05	3 días	36.74 41.23 48.33 53.32 56.42 58.45
Portland cement type 42.5R	Estándar	0.37	M	Hummer	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05	28 días	59.31 67.24 75.66 82.36 84.35 87.69
Datos registrados en: Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement, Wang, y col., 2015								
Portland cement type 42.5R	Estándar	0.37	M	*SRI	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05	3 días	11.50 14.00 15.50 14.75 15.25 15.75
Portland cement type 42.5R	Estándar	0.37	M	*SRI	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05	7 días	16.50 19.50 20.30 21.00 20.50 21.50
Portland cement type 42.5R	Estándar	0.37	M	*SRI	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05	28 días	21.00 23.50 23.00 23.50 24.50 24.75
Datos registrados en: Reinforcing graphene oxide/cement composite with NH₂ functionalizing, Abrishami y col., 2016								
Portland Tipo 2	Estándar	0.485	M	Hummer	NH ₂	0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25	14 días	39.00 53.10 54.23 50.36 45.09 43.12
Portland tipo 2	Estándar	0.485	M	Hummer	-	0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25	14 días	39.00 42.30 44.08 42.44 41.02 40.10
Datos registrados en: Dynamic Mechanical Properties and Microstructure of Graphene Oxide Nanosheets Reinforced Cement Composites, Long, y col., 2017								
Portland cement type 42.5R	Reciclado	0.66	M	*SRI	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.05 0.10 0.20	14 días	22.50 24.00 25.00 27.00
Portland cement type 42.5R	Reciclado	0.66	M	*SRI	polycarboxylate superplasticizer	0.00 0.05 0.10 0.20	28 días	28.25 29.75 30.75 32.50
*SRI: sin registro de información					M: Tipo de mortero asociado a la norma ASTM C270			

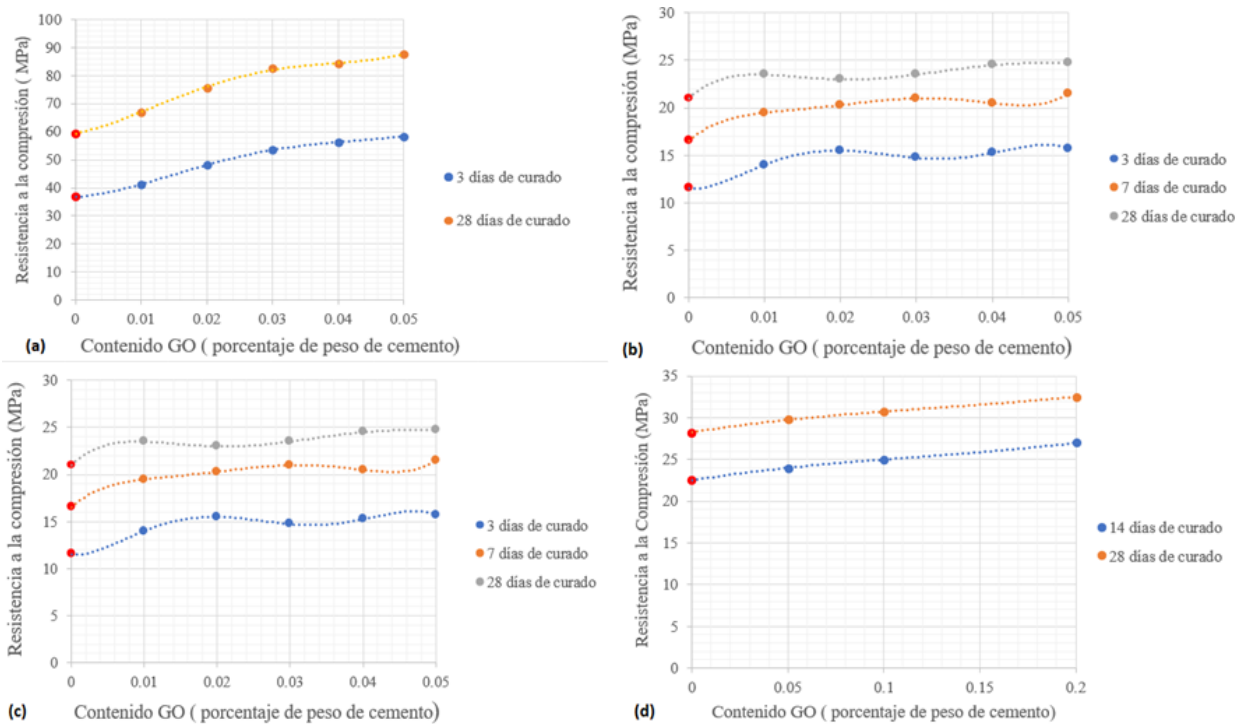


Figura 43. Curvas de contenido de óxido de grafeno en morteros versus resistencia a la compresión para morteros reforzados con óxido de grafeno, casos de estudio (a) Lv y col., 2013. (b) Wang y col., 2015. (c) Abrishami y col., 2016. (d) Long y col., 2017.

A continuación en la Tabla 9 se detallan las características de los morteros que se utilizaron para realizar los ensayos a compresión.

Tabla 9. Características de los morteros que fueron sometidos al ensayo de compresión

Tipo de cemento	Tipo de arena	Relación agua/cemento	Tipo de mortero	Óxido de grafeno	Tipo de síntesis	Aditivos químicos
Tipo I	Estándar	0.485	M	-	-	-
Tipo I	Estándar	0.485	M	Sintetizado	Improved Synthesis of graphene oxide	Policarboxilato
Tipo I	Estándar	0.485	M	Reducido	Reducción química	Policarboxilato

En la Figura 44 y Figura 45 se presentan gráficas de los resultados obtenidos de la resistencia a compresión de probetas de mortero utilizando óxido de grafeno sintetizado y cuando las probetas incorporan óxido de grafeno reducido.

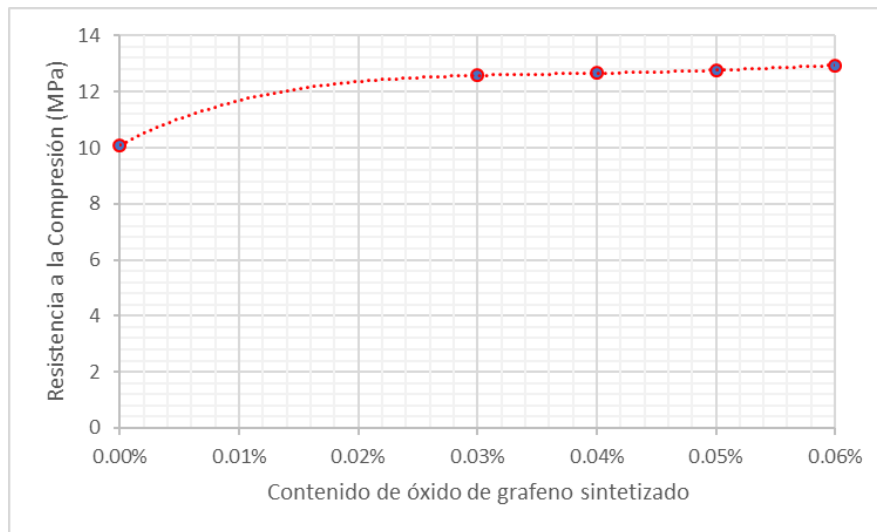


Figura 44. Resistencia a la compresión de cubos de mortero a 14 días con diferentes contenidos de óxido de grafeno sintetizado en peso de cemento.

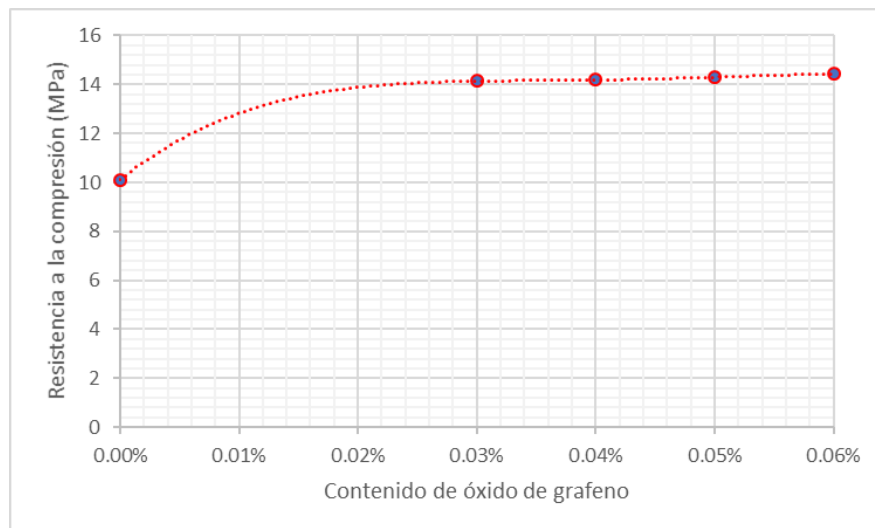


Figura 45. Resistencia a la compresión de cubos de mortero a 14 días con diferentes contenidos de óxido de grafeno reducido en peso de cemento.

4.1 Análisis de costos

Para evaluar los costos implicados en la producción de óxido de grafeno a partir de esquistos grafitosos del cerro Villonaco, se incluye costos de transporte, mano de obra, maquinaria y equipos, químicos. A continuación, se presenta un catálogo de máquinas requeridas con los respectivos químicos para la síntesis de óxido de grafeno utilizando la técnica de Improved Synthesis of Graphene Oxide; posteriormente se presentan las tablas de costos asociadas.

4.1.1 Catálogo de materiales y equipos requeridos para la síntesis de óxido de grafeno

Equipo para extracción de muestras de esquistos de grafito mediante el método puntual:



Martillo de geólogo
Estwing/ Estwing Framing Hammer
\$28,59



Martillo de geólogo
YOFE/800g
\$24,25



Martillo de geólogo
SOTRLO/TM0029F
\$21,90

Equipos para molienda para reducir el tamaño de partículas



Trituradora de mandíbulas
OBRK/PE60x100
\$500



Trituradora de mandíbulas
Tool/21-021088
\$639



Trituradora de mandíbulas
911MPE/911MPE-55-75
\$3650



Trituradora de rodillos
Gelin/XPC/XPS
\$350



Trituradora de rodillos
Lyto/LT-200x150 pulverizer mill
\$900



Trituradora de rodillos
HONGJI/2PG-400*250
\$1000



Molino de discos
Fritsch/ Pulverisette 13
\$16575,48

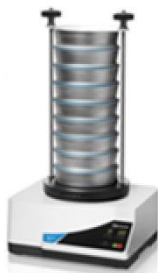


Molino de discos
Walker/ 175disc diameter
\$1600



Molino de discos
Gaoxuan/FT-200
\$1000

Equipos para tamizado para seleccionar el tamaño de partículas



Tamizador
Retsch/AS 200 BASIC
\$2307,52



Tamizador
Senyou/SY-200
\$899



Tamizador
Fritsch/Vibrations-Siebmaschine
\$2313,69

Equipo de Flotación para dispersar grafito de las muestras



Celda de flotación
Lyto lab flotator/ LTXFD-1.5 flotator
\$600



Celda de flotación
Denver/24962
\$15681,75



Celda de flotación
Metso/ 911MPE-D12-M
\$500

Equipo de calcinación para cuantificar el contenido de carbono en las muestras



Mufla
Kenton/SX II-2.5-10
\$210



Mufla
Mars/Rectangular Muffle Furnace
\$550



Mufla
Nabertherm/LE 2/11 R7
\$1809,26

Equipo y materiales requeridos en el proceso de síntesis de óxido de grafeno



Vaso de precipitado 500 ml
Ginsberg Scientific
\$10,39



Vaso de precipitado de 100 ml
Ronyes Lifescience
\$9,89



Probeta de 250 ml
Sunwanh
\$10,88



Balanza electrónica
Kern/AEJ-CM
\$1299,42



Balanza electrónica
M. World Store/HC-A1004
\$296



Balanza electrónica
Shop3007048 Store/FA1004B
\$572



Bomba de vacío
Varian/ DS 302
\$1478,34



Bomba de vacío
Pilot3000 Vacuum Filtration Kit
\$520,41



Bomba de vacío
Refmitre VP245
\$350



Ácido sulfúrico al 96%
Fisher scientific
2,5 litros
45,90



Ácido clorhídrico
Fisher scientific
2,5 litros
\$31,20



Ácido fosfórico 1litro al 75%
Laboratorio Cevallos
1 litro
\$3,50



Permanganato de potasio
Fisher scientific
500gr
\$52,03



Peróxido de Hidrogeno al 30%
Laboratorio Cevallos
1 litro
\$7



Grafito sintético
Ecuacarbones
1 kg
\$2,50



Guantes de nitrilo
Laboratorio Cevallos
100 unidades
\$10,35



Papel filtro
Laboratorio Cevallos
100 unidades
\$12,6

Máquinas para preparación de muestras y ensayos a compresión



Mezclador de laboratorio
Tianpeng/LB-160B
\$500



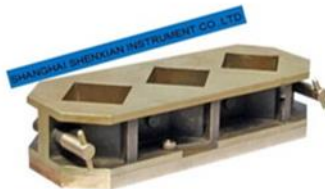
Mezclador de laboratorio
OBRK/JJ-J tipo
\$700



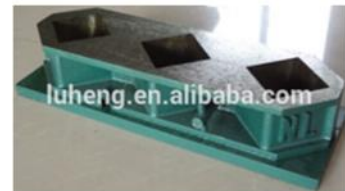
Mezclador de laboratorio
Tianpeng/LB-160B
\$400



Molde de prueba
Obrk/50x50x50mm tres bandas
\$5



Molde de prueba
SX/SX-50
\$40



Molde de prueba
LH
\$60



Máquina de compresión
Liyi/LY-1000
\$1999



Máquina de compresión
LSD/TSY-2000
\$1900



Máquina de compresión
HST/Si-2000d
\$2000

La estimación de costos por transporte, mano de obra, maquinaria y equipos, químicos se debe realizar sobre la disponibilidad y regulaciones en el Ecuador hasta el año 2017. Es importante resaltar que los equipos utilizados en esta investigación corresponden a los existentes en los laboratorios de materiales de la Escuela Superior Politécnica del Litoral (Facultad de Ciencias de la Tierra y Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas), y en el laboratorio de hormigón de la Universidad de Especialidades Espíritu Santo. Debido a que los modelos de los equipos son de los años 1970-2008 y adicionalmente muchos de ellos no

son producidos en el Ecuador, se construye el catálogo con modelos y precios actualizados para poder estimar el costo actual. Sin embargo, es necesario adicionar a su costo los impuestos por importaciones, acorde con las leyes orgánicas y ordinarias, y las tasas por servicios aduaneros.

4.1.2 Precios de síntesis de óxido de grafeno y ensayo a compresión en probetas de mortero

En la Tabla 10 se detallan los precios de transporte, mano de obra y los costos

Tabla 10. Análisis de precios unitarios de transporte y mano de obra

Honorarios por administración y transporte							
Tipo de servicio	Número de trabajadores	costo/h laboral	total horas laborables / día	Número de días laborables	Costo total	Total	
Transporte	1	5	8	2	80	200	
Secretaría	1	3	8	5	120		

Honorarios Profesionales : identificación y recolección de muestras							
Área de conocimiento	Nivel de capacitación		Número de trabajadores	costo/h laboral	total horas laborables / día	número de días laborables	Costo total
Geología	Obreros	obrero	1	3	8	1	24
	Técnicos	NA	0	6	0	0	0
	Profesionales	Ing. Geólogo	1	25	8	1	200
Minería	Obreros	obrero	1	3	4	1	12
	Técnicos	NA	0	6	0	0	0
	Profesionales	Ing. en Minas	1	25	4	4	400
TOTALES			4	68	24	7	636

Honorarios Profesionales : procesos de síntesis							
Área de conocimiento	Nivel de capacitación		Número de trabajadores	costo/h laboral	total horas laborables / día	número de días laborables	Costo total
Química	Obreros	NA	0	3	0	0	0
	Técnicos	TSU	1	6	2	20	240
	Profesionales	Ing. Químico	1	25	2	20	1000
TOTALES			2	34	4	40	1240

Mano de obra: elaboración y ensayo probetas mortero							
Área de conocimiento	Nivel de capacitación		Número de trabajadores	costo/h laboral (\$)	total horas laborables / día	número de días laborables	Costo (\$)
Materiales	Obreros	obrero	1	3	8	1	24
	Técnicos	NA	0	6	0	0	0
	Profesionales	Ing. Civil	1	25	8	1	200
TOTALES			2	34	16	2	224

En la Tabla 11 se detallan los precios unitarios de maquinaria y equipos sin considerar el costo de importación.

Tabla 11. Análisis de precios unitarios de maquinaria y equipos

Análisis de precios unitarios					
Descripción	Marca/Modelo	Cantidad	Precio unitario (\$)	Costo importación (\$)	Total (\$)
Martillo de geólogo	SOTRLO/IM0029F	1	21.90	-	7278.00
Saco de polipropileno	-	8	0.50	-	
Celda de flotación	Metso/ 911MPE-D12-M	1	500	-	
Trituradora de mandíbulas	OBRK/PE60x100	1	500	-	
Trituradora de rodillos	Gefin/XPC/XPS	1	350	-	
Molino de discos	Gaoxuan/FT-200	1	1000	-	
Tamizador	Senyou/SY-200	1	899	-	
Mufla	Kenton/SXII-2.5-10	1	210	-	
crisol de porcelana	Coors	1	14.75	-	
pinzas de calentamiento	Marienfeld	1	14.35	-	
Desecador	Huaou	1	15.53	-	
Horno de laboratorio	Kenton/DZF-6020S	1	359	-	
Bomba de vacío	Refmitre VP245	1	350	-	
Balanza electrónica de precisión	M. World Store/ HC-A1004	1	296	-	
Guantes de nitrilo	Guantes de nitrilo	100	10.35	-	
Agitador y calentador	Star lab/Magnetic stirrer	1	347.86	-	
Vaso precipitado de 500 ml	Ginsberg Scientific	1	10.39	-	
Vaso precipitado de 100 ml	Romyes lifescience	1	9.89	-	
Probeta de 250 ml	Sunwanh	1	10.88	-	
Papel filtro	Laboratorio Cevallos	100	12.6	-	
Prensa digital para rotura de cilindros	LSD/TSY-2000	1	1900	-	
Mezcladora de laboratorio	Tianpeng/LB-160B	1	400	-	
Molde de prueba	Obrk/50x50x50mm tres bandas	9	45	-	

Se detallan los precios relacionados a la síntesis de óxido de grafeno sintetizado, Tabla 12.

Tabla 12. Análisis de precios de síntesis de óxido de grafeno

Análisis de precios unitarios síntesis de óxido de grafeno					
Descripción	Marca/Modelo	Cantidad	Unidad	Precio (\$)	Total (\$)
Ácido clorhídrico	Fisher scientific	2.5	l	31.2	153.81
Ácido sulfúrico al 96%	Fisher scientific	2.5	l	45.9	
Permanganato de potasio	Fisher scientific	500	g	52.03	
Peróxido de Hidrogeno al 30%	Laboratorio Cevallos	1	l	7	
Grafito sintético	Ecuacarbones	1	kg	2.5	
Ácido fosfórico 1litro al 75%	Laboratorio Cevallos	1	l	3.5	
Saco de cemento	Holcim/ GU	50	kg	7.49	
Saco de arena	-	48	kg	0.84	
Policarboxilato	Sika/ Viscocrete 4100	1	kg	3.35	

4.1.3 Precio de ensayos a compresión en cubos de mortero utilizando óxido de grafeno reducido

Se considera el mismo precio de mano de obra de la Tabla 10 para la elaboración de cubos de mortero con óxido de grafeno reducido.

En la Tabla 13 están considerados únicamente los precios unitarios de maquinaria y equipos.

Tabla 13. Análisis de precios unitarios de maquinaria y equipos

Análisis de precios unitarios síntesis de óxido de grafeno					
Descripción	Marca/Modelo	Cantidad	Unidad	Precio (\$)	Total (\$)
Prensa digital para rotura de cilindros	LSD/TSY-2000	1	1900	-	2345
Mezcladora de laboratorio	Tianpeng/LB-160B	1	400	-	
Molde de prueba	Obrk/50x50x50mm tres	9	45	-	

En la Tabla 14 se describen los precios unitarios de químicos.

Tabla 14. Análisis de precios unitarios de químicos

Análisis de precios unitarios del mortero					
Descripción	Marca/Modelo	Cantidad	Unidad	Precio unitario (\$)	Costo total (\$)
Saco de cemento	Holcim/ GU	50	kg	7.49	87.68
Saco de arena	-	48	kg	0.84	
Policarboxilato	Viscocrete 4100	1	l	3.35	
Óxido de grafeno reducido	Goographene	0.4	g	76	

A continuación, en la Tabla 15 se describen los costos totales de producción tanto para óxido de grafeno como óxido de grafeno reducido.

Tabla 15. Costos totales de producción de GO sintetizado y rGO

Costos totales de producción de GO (\$)	
Honorarios por administración transporte	200
Honorarios profesionales: identificación y recolección de muestras	636
Honorarios profesionales: proceso de síntesis química	1240
*Mano de obra: elaboración y ensayo de probetas de mortero	224
*Precios unitarios de maquinaria y equipos	7278
*Precios unitarios de químicos (síntesis química)	153.81
Total de costo (*)	7655.81
Costos totales de producción de rGO (\$)	
*Mano de obra: elaboración y ensayo de probetas de mortero	224
*Precios unitarios de maquinaria y equipos	2345
*Precios unitarios de químicos	87.68
Total de costo (*)	2656.68

En la Tabla 16 está detallado el costo de las probetas de mortero, considerando las dosificaciones de la norma ASTM C 109.

Tabla 16. Costo de mortero por probeta

Costo mortero por probeta de 5x5x5 cm ³						
Materiales	Cantidad adquirida (CA)		Costo CA (\$)	Cantidad consumida (CC)		Costo CC (\$)
cemento	50	kg	7.49	83.33	g	0.012
arena	48	kg	1.00	229.17	g	0.005
policarboxilato	1000	gr	3.35	0.8	g	0.003
Costo total por probeta de 5x5x5 cm³						0.020

En la Tabla 17 se detalla el costo de síntesis química Improved Synthesis of Graphene Oxide, en este caso se obtuvo 0.66g.

Tabla 17. Costo de materiales para cada síntesis química

Costo de síntesis química, 0.66g						
Materiales requeridos para 1 síntesis química	Cantidad adquirida (CA)		Costo CA (\$)	Cantidad consumida (CC)		Costo CC (\$)
ácido clorhídrico	2500	ml	31.20	3.00	ml	0.04
ácido sulfúrico	2500	ml	45.90	360.00	ml	6.61
permanganato de sodio	500	gr	52.03	18.00	gr	1.87
peróxido de hidrogeno	1000	ml	7.00	6.00	ml	0.04
grafito sintético	1000	gr	2.50	3.00	gr	0.01
ácido fosfórico	1000	ml	3.50	40.00	ml	0.14
Costo total para producir 0.66 g de GO sintetizado						8.71

Se detallan los costos de mortero por probeta utilizando diferentes porcentajes de óxido de grafeno sintetizado, Tabla 18.

Tabla 18. Costo de mortero reforzado con GO sintetizado por probeta

Costo mezcla reforzada con GO sintetizado por probeta de 5x5x5 cm ³				
Probetas con GO sintetizado	Costo por probeta de mortero (\$)	Costo por dosificación de GO sintetizado por probeta (\$)	Número de probetas	Costo total probetas por dosificación
0.03%	0.020	0.326	3	1.04
0.04%	0.020	0.434	3	1.36
0.05%	0.020	0.542	3	1.69
0.06%	0.020	0.651	3	2.01
Costos totales	0.080	1.953		6.099

A continuación, se presentan los costos por m³ de mezcla reforzada con GO sintetizado y su factor de incremento de costos, Tabla 19.

Tabla 19. Costo por m³ de mortero reforzada con GO sintetizado

Costo por m ³ de mezcla reforzada con GO sintetizado						
Dosificación de GO sintetizado	Costo por 5x5x5 cm ³ de mortero (\$)	Costo por m ³ de mortero	Costo por dosificación de GO sintetizado por 5x5x5 cm ³ (\$)	Costo por dosificación de GO sintetizado por m ³ (\$)	Costo de mezcla reforzada con GO	Factor de incremento de costos entre la mezcla base de mortero y la mezcla reforzada
0,03% del peso del cemento	0.020	160.000	0.326	2607.721	2767.72	17
0,04% del peso del cemento	0.020	160.000	0.434	3473.442	3633.44	23
0,05% del peso del cemento	0.020	160.000	0.542	4339.164	4499.16	28
0,06% del peso del cemento	0.020	160.000	0.651	5204.885	5364.88	34

En la Tabla 20 se detallan los costos de mortero por probeta utilizando diferentes porcentajes de óxido de grafeno reducido.

Tabla 20. Costo de mortero reforzado con óxido de grafeno reducido por probeta

Costo de rGO por probeta de 5x5x5 cm ³			
Dosificación de rGO	Cantidad de rGO requerido	Costo por dosificación de rGO por probeta (\$)	Número de probetas
0,03% del peso del cemento	0.025 gr	4.693	3
0,04% del peso del cemento	0.033 gr	6.251	3
0,05% del peso del cemento	0.041 gr	7.809	3
0,06% del peso del cemento	0.049 gr	9.367	2
Costo total de 11 probetas de 5x5x5 cm³		74.99 (\$)	

En la Tabla 21 se detalla costos por m³ de mezcla reforzada con óxido de grafeno reducido y su factor de incremento de costos.

Tabla 21. Costo por m³ de mortero reforzada con óxido de grafeno reducido

Costo por m ³ de mezcla reforzada con rGO						
Dosificación de rGO	Costo por 5x5x5 cm ³ de mortero (\$)	Costo por m ³ de mortero	Costo por dosificación de rGO por 5x5x5 cm ³ (\$)	Costo por dosificación de rGO por m ³ (\$)	Costo de mezcla reforzada con rGO por m ³ (\$)	Factor de incremento de costos entre la mezcla base de mortero y la mezcla reforzada
0,03% del peso del cemento	0.020	160.000	4.693	37544.000	37704.00	236
0,04% del peso del cemento	0.020	160.000	6.251	50008.000	50168.00	314
0,05% del peso del cemento	0.020	160.000	7.809	62472.000	62632.00	391
0,06% del peso del cemento	0.020	160.000	9.367	74936.000	75096.00	469

CAPÍTULO V

Conclusiones y Recomendaciones

En esta investigación se planteó determinar el incremento de la resistencia mecánica a la compresión en cubos de mortero reforzados con óxido de grafeno de origen ecuatoriano, registrando los costos de producción del aditivo y mortero reforzado por unidad volumétrica ensayada. Luego de localizar uno de los yacimientos de grafito en la cordillera de los andes ecuatorianos, se selecciona el existente en el cerro Villonaco ubicado en la provincia de Loja, ya que se cuenta con la caracterización petrográfica del sector obtenida a partir de estudios de cartografía, litología-estructural y el análisis petrográfico en el intrusivo del Cerro Villonaco (Burneo, 2015). Utilizando la técnica extracciones puntuales (al azar, por puntos) se procedió a la toma de muestras para realizar el procedimiento de laboratorio que permite obtener óxido de grafeno.

Una vez realizadas las etapas de molienda, tamizado, flotación y calcinación en el laboratorio de mineralurgia de la Escuela Superior Politécnica del Litoral sobre las muestras a ensayar (con la asesoría del PhD. Hugo Eguez), se determina que el grafito presente contiene otros minerales (cuarzo, arcilla, óxido de hierro, entre otros) lo que lo define como grafito contaminado y por tanto no apto para un proceso de síntesis química (por cada 3 g de grafito contaminado, 0.3 g corresponden a grafito puro y el resto son otros minerales). En este sentido se recomienda tomar las muestras de grafito utilizando otro método de extracción, por ejemplo, los métodos lineales (en calicatas y sondeos) o extracciones volumétricas, a fin de verificar si la pureza del grafito varía respecto al nivel superficial en el que se tomaron las muestras. Por otra parte, pueden evaluarse otros métodos de flotación de minerales para obtener muestras más puras. En el procedimiento utilizado el contenido de grafito obtenido no lograría sintetizar la cantidad de óxido de grafeno suficiente para realizar un número representativo de probetas de mortero para ensayo (<0.3g de grafito).

A partir de los resultados previos, se evalúan los costos derivados del proceso de síntesis para obtener óxido de grafeno mediante el método de síntesis Improved Synthesis of Graphene Oxide, ya que según se indicó en la sección 3.7 se habían adquirido los químicos y la disponibilidad de equipos para realizar dicha etapa. Se decide adquirir grafito sintético comercializado en Ecuador (Ecuacarbones), y según la disponibilidad de los compuestos químicos se logran realizar 3 procesos de síntesis, en cada uno se utilizan 3 g de grafito sintético.

Solo uno de los procesos de síntesis resulta exitoso, obteniendo 6 g de óxido de grafeno (de textura acuosa) el cual debía ser centrifugado y filtrado a 0.45 μm , sin embargo, no se contaba con dichos

equipos en el laboratorio y se utiliza un proceso alternativo de secado en bandeja propuesto por el investigador Robert Murray-Smith (2014). Se preparan 5 bandejas contentivas de aproximadamente 1.2 g de mezcla cada una y se logra obtener 0.66g de óxido de grafeno (de una sola de las bandejas), los cuales fueron utilizados en el diseño de 12 probetas de mortero. Por otra parte, con el interés de validar el comportamiento mecánico del óxido de grafeno sintetizado, se prepararon 11 nuevas probetas de mortero con 400mg rGO (adquirido en los Estados Unidos).

Al ensayar las probetas con GO sintetizado y rGO, se puede concluir que resulta indispensable en la comprensión y el estudio nuevas composiciones de morteros u hormigones contar no solo con equipos y materiales, sino también con el apoyo de profesionales en química con formación en el área de materiales de construcción, ya que las interacciones de los materiales ocurren a niveles nano o micro estructurales. En este sentido el procedimiento de síntesis química utilizado en esta investigación para obtener óxido de grafeno, se realizó con la asesoría de los investigadores Dmitry Kosynkin (filin1@yahoo.com) y Robert Murray-Smith (robertmurraysmith64@gmail.com) mediante consultas vía web.

El análisis comparativo entre los resultados de esta investigación y publicaciones precedentes (Lv y col. (2013) Wang, y col. (2015). Abrishami y col. (2016) Long, y col. (2017) respecto al comportamiento de mezclas de mortero reforzado con óxido de grafeno a compresión, solo puede realizarse en función de la tendencia la resistencia cuando se utiliza el refuerzo de óxido de grafeno en el rango de 0.03 a 0.06 % del peso del cemento presente en la mezcla. Resultando de los ensayos que la respuesta obtenida corresponde a una mejora de la resistencia similar a los estudios previos. Adicionalmente dicho resultado valida el trabajo de síntesis química realizado.

En el estudio del comportamiento mecánico bajo cargas de compresión aplicadas a cubos de mortero, se utilizaron muestras reforzadas con óxido de grafeno (obtenido por el método de síntesis química “Improved Synthesis of Graphene Oxide”), y muestras reforzadas con óxido de grafeno reducido, en ambos casos se incorporó policarboxilato (0,5% de peso de cemento) para optimizar las propiedades de adhesión del óxido de grafeno y su dispersión en la matriz de cemento (Babak y col., 2014). Teniendo en cuenta que no se utilizó la dispersión mediante ultrasonido (sonicación) para mejorar la solubilidad de óxido de grafeno en el agua lo que implícitamente mejora la adherencia entre el GO y el cemento, se recomienda repetir el ensayo incorporando la sonicación para determinar el efecto en el comportamiento de la resistencia a compresión.

Determinando que el óxido de grafeno sintetizado con contenido de 0.06% de peso de cemento incrementa su resistencia en 28.12% mientras que rGO con igual contenido en peso de cemento incrementa un 42.87%, por tanto, obtuvo una resistencia más alta como se indica en la Figura 44 y Figura 45, sin embargo, los costos por m³ de mortero incorporando óxido de grafeno sintetizado

obtuvieron costos inferiores a los costos por m³ de mortero incorporando óxido de grafeno reducido como se muestra en la Tabla 19 y Tabla 21.

Se evaluaron los costos implicados en la producción de óxido de grafeno a partir de esquistos grafitosos del cerro Villonaco obteniendo un valor aproximado de 7655.81 dólares americanos; mientras que realizar la experimentación con óxido de grafeno reducido tuvo un costo aproximado de 2656.68 dólares americanos, sin incluir los costos de importación de las herramientas y máquinas.

Referencias bibliográficas

- Consejo Nacional de Planificación. (2013). Plan Nacional Buen Vivir. Obtenido de https://www.unicef.org/ecuador/Plan_Nacional_Buen_Vivir_2013-2017.pdf
- Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2010). Morteros para unidades de mampostería. Ecuador.
- Abrishami, E., & Zahabi, V. (2016). Reinforcing graphene oxide/cement composite with NH₂ functionalizing: Ferdowsi University of Mashhad, Islamic Azad University. Mashhad,
- ASTM International C 270 – 03b. (2004). Standard Specification for Mortar for Unit Masonry. Estados Unidos.
- ASTM International. (2008). Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). Estados Unidos.
- Alarcon, G. L. (1998). Analisis de mezclas para morteros de enlucidos utilizando arena cuarcifera de la formacion Hollin: Escuel Superior Politécnica del Litoral. Guayaquil, Ecuador.
- Babak, F., Abolfazl, H., Alimorad, R., Parviz, G., Hassani, A., & Rashidi, A. (2014). Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement Nanocomposites: Tarbiat Modares University, Research Institute of Petroleum Industry, Iran University of Science and Technology. Tehran, Iran.
- Borja, L. P. (2018). Evaluación de la técnica de sonicación para el diagnóstico: Universidad Complutense de Madrid. Madrid, España.
- Burneo, D. R. (2015). Cartografía Litológico-Estructural y Análisis Petrográfico del Intrusivo del Cerro Villonaco: Universidad Técnica Particular de Loja. Loja, Ecuador.
- Carrasco, F. (2013). Agua para morteros y hormigones: Universidad tecnologica nacional. Santa Fe, Argentina.
- Chuah, S., Pan, Z., Sanjayan, J., Ming, C., & Hui, W. (2014). Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide: Monash University, Swinburne University of Technology, National University of Singapore. Victoria, Australia.
- Coordinación general de minería de México. (Diciembre de 2014). Perfil de Mercado del Grafito. México.
- Correa, R. S. (2001). La Tecnología de los morteros: Universidad Militar Nueva Granada. Bogotá, Colombia.
- Fallas, G. G., Madrigal, C. H., García, M. P., Valenciano, I. R., Vega, L. D., & Guzmán, G. S. (2011). Efecto de la variación agua/cemento en el concreto: Tecnológico de Costa Rica. Costa Rica.
- García, A. M., Patricia, V. C., & Barrios, C. M. (2012). Determinación de la resistencia a la compresión de mortero empleando especímenes cilíndricos y cúbicos, utilizando arena del occidente del país: Universidad de El Salvador . Santa Ana, El Salvador.

- Gonzalez, J. (Marzo de 2016). Estudio del mortero de pega usado en el cantón cuenca. propuesta de mejora, utilizando adiciones de cal: Universidad de Cuenca. Cuenca, Ecuador.
- Guzman, D. S. (2001). Tecnología del concreto y del mortero. Bogotá.
- International, A. (2008). Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). Estados Unidos.
- Kehr, M. (2008). Estudio comparativo de la razón agua/cemento de la nch 170 y de la tabla 22 razón agua/cemento de vialidad: Universidad Austral de Chile. Valdivia, Chile.
- Kjaernsmo, H., Fossa, S. K., & Gronli, J. (2018). The Effect of Graphene Oxide on Cement Mortar: University of Stavanger. Noruega.
- Kreyter, V. (1978). Investigación y prospección geológica. Madrid: Paraninfo.
- Long, W.-J., Jing-JieWei, Ma, H., & Xing, F. (2017). Dynamic Mechanical Properties and Microstructure of Graphene Oxide Nanosheets Reinforced Cement Composites: Shenzhen University, Missouri University of Science and Technology. China.
- Lv, S., Ma, Y., Qiu, C., Sun, T., Liu, J., & Zhou, Q. (2013). Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites: Shaanxi University of Science & Technology. Xi'an, China.
- Marcano, D., V., K. D., M., B. J., Alexander, S., Zhengzong, S., Alexander, S., . . . M., J. T. (2010). Improved Synthesis of Graphene Oxide: Rice University. Houston, Texas, Estados Unidos.
- Orozco, Y. (2012). Estudio del efecto del tipo y concentración de espumante en la selectividad del proceso de flotación a escala laboratorio: Universidad de Chile . Chile.
- Rodríguez-Mora, Ó. (2003). Morteros Guía General:. España.
- Romani, A. (2014). Graphene Oxide as a cement reinforcing additive: Politecnico di Milano. Italia.
- Rosas, O. M., & Silva, E. (2016). Electrodo transparentes conductores basados en óxido de grafeno reducido para depósito electroquímico de óxidos semiconductores de interés fotovoltaico: Universidad de Alicante. España.
- Trujillo, J. J. (2011). Pastas, morteros, adhesivos y hormigones. Málaga.
- Universidad Politécnica de Madrid. (2016). Hormigones y Morteros. Madrid, España.
- Uribe, R. (Septiembre de 2015). Investigaciones de Materias Primas Minerales: Escuela Superior Politécnica del Litoral.
- Vargas, D. (2016). Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompuestos a base de caucho natural: Universidad de Chile. Chile.
- Wang, Q., Wang, J., Lu, C.-x., Liu, B.-w., Zhang, K., & Li, C.-z. (2015). Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement: Beijing University of Civil Engineering and Architecture. China.