

POSGRADO INTERINSTITUCIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA

CENTRO DE INGENIERÍA Y DESARROLLO INDUSTRIAL

DESARROLLO DE GEOPOLÍMEROS EN MATERIALES COMPUESTOS  
PARA EL SECTOR AERONÁUTICO

## **TESIS**

QUE PARA OBTENER EL GRADO

ACADÉMICO DE:

**MAESTRO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA EN DISEÑO Y DESARROLLO  
DE SISTEMAS MECÁNICOS**

PRESENTA:

ING JUAN PONCE HERNÁNDEZ

DIRECTORES DE TESIS:

DR. EDGAR ADRIÁN FRANCO URQUIZA

DR. PEDRO GONZÁLEZ GARCÍA



SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO

DICIEMBRE 2018

## CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS .....	iv
ÍNDICE DE TABLAS .....	vi
RESUMEN .....	viii
ABSTRACT.....	ix
<b>1. CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Planteamiento del Problema .....	3
1.2 Justificación.....	3
1.3 Objetivos .....	3
1.3.1 General.....	3
1.3.2 Específicos .....	3
1.4 Hipótesis .....	4
1.5 Antecedentes .....	4
<b>2. CAPÍTULO II: FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....</b>	<b>7</b>
2.1 ¿Que son los Geopolímeros? .....	8
2.2 Materias primas.....	8
2.2.1 Ceniza volante de carbón .....	8
2.2.2 Activadores alcalinos .....	10
2.3 Mineralogía .....	11
2.3.1 Definición de mineral .....	11
2.3.2 Clasificación de los minerales .....	11
2.3.3 Clasificación de los silicatos .....	13
2.4 Proceso de Geopolimerización .....	14
<b>3. CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>16</b>
3.1 Metodología de investigación.....	17
3.2 Fase I : Caracterización de la materia prima.....	17
3.2.1 Análisis termogravimétrico (TGA).....	18
3.2.2 Espectroscopia infrarroja (FTIR).....	19
3.2.3 Energía dispersiva de rayos X (EDS) .....	20
3.2.4 Difracción de rayos X.....	20
3.2.5 Microscopia electrónica de barrido .....	21
3.3 Fase II : Diseño experimental fraccionado $2^{k-1}$ .....	22
3.3.1 Niveles del diseño factorial fraccionado .....	23
3.3.2 Construcción de las corridas experimentales .....	24

3.3.3	Preparación de geopolímeros.....	25
3.4	Fase III: Síntesis de geopolímeros reforzados con fibras.....	26
4.	<b>CAPÍTULO IV: RESULTADOS EXPERIMENTALES</b> .....	27
4.1	Fase I : caracterización de la materia prima.....	28
4.1.1	Análisis termogravimétrico.....	28
4.1.2	Espectroscopia infrarroja (FTIR).....	29
4.1.3	Energía dispersiva de rayos X (EDS) .....	30
4.1.4	Difracción de rayos X (DRX).....	31
4.1.5	Microscopio electrónico de barrido (MEB) .....	33
4.2	Fase II : Análisis del diseño experimental .....	34
4.2.1	Resultados de las corridas experimentales .....	34
4.2.2	ANOVA para capacidad de ignición .....	35
4.2.3	Gráfico de Daniel's para evaluar ignición .....	39
4.2.4	ANOVA para tiempo de curado .....	40
4.2.5	Gráfico de Daniel's para evaluar tiempo de curado .....	43
4.2.6	Caracterización de muestras ignífugas .....	45
4.2.7	Caracterización termogravimétrica .....	47
4.2.8	Caracterización por espectroscopia infrarroja de muestras sin calcinar .....	48
4.2.9	Caracterización por espectroscopia infrarroja de muestras calcinadas .....	52
4.2.10	Correlación de TGA y FTIR con el diseño de experimentos .....	55
4.3	Fase III : Síntesis de geopolímeros reforzados con fibras.....	66
4.3.1	Proceso de síntesis de las muestras .....	66
4.3.2	Pruebas de compresión.....	68
4.3.3	Prueba de absorción de agua.....	70
4.3.4	Pérdida de masa por temperatura .....	72
4.3.5	Espectroscopia Infrarroja.....	73
4.3.6	Difracción de rayos X.....	77
5.	<b>CAPÍTULO V: CONCLUSIONES</b> .....	85
	<b>Conclusiones</b> .....	86

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1-Etapas del proceso para la obtención de Fly-Ash [12].....	9
Figura 2.2- Proceso de geopolimerización base FlyAsh [19].....	15
Figura 3.1 – Equipo PerkinElmer® para análisis de termogravimetría .....	18
Figura 3.2 – Espectrómetro PerkinElmer®.....	19
Figura 3.3 – Equipo EDAX® para análisis EDS .....	20
Figura 3.4 – Difractómetro SIEMENS® 5000 .....	21
Figura 3.5 – Microscopio SEM JSM-IT100® .....	21
Figura 3.6 – Diagrama con el procedimiento utilizado para sintetizar geopolímeros .....	25
Figura 4.1 – Termograma de la prueba con TGA del FlyAsh .....	28
Figura 4.2 – Espectro del análisis FTIR de la muestra de FlyAsh .....	29
Figura 4.3 – Distribución los elementos detectados en la muestra de FlyAsh.....	30
Figura 4.4 – Espectro de difracción de la muestra de FlyAsh .....	31
Figura 4.5 – Estructura cristalina de la Gismondina [25].....	32
Figura 4.6 – Fotografía del FlyAsh tomada con el MEB .....	33
Figura 4.7 – Verificación de supuestos del modelo para ANOVA de ignición .....	38
Figura 4.8 – Gráfica normal de efectos estandarizados para ignición.....	39
Figura 4.9 – Verificación de supuestos del modelo para ANOVA de tiempo de curado .....	43
Figura 4.10 – Gráfico de Daniel’s para el tiempo de curado .....	45
Figura 4.11 – Termograma de muestras analizadas en el diseño de experimentos .....	47
Figura 4.12 – Caracterización infrarroja de muestras sin calcinar.....	48
Figura 4.13 – Espectro de la zona 1 de muestras sin calcinar .....	49
Figura 4.14 – Espectro de la zona 2 de muestras sin calcinar .....	50
Figura 4.15 – Espectro de la zona 3 de muestras sin calcinar .....	51
Figura 4.16 – Caracterización infrarroja de muestras calcinadas.....	52
Figura 4.17 – Espectro de la zona 1 de muestras calcinadas .....	53
Figura 4.18 – Espectro de la zona 3 de muestras después de calcinar .....	54
Figura 4.19 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 05 ...	55

Figura 4.20 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 03 ...	58
Figura 4.21 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 07 ...	59
Figura 4.22 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 08 .....	60
Figura 4.23 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 09 .....	61
Figura 4.24 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 13 .....	62
Figura 4.25 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 14 .....	63
Figura 4.26 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 15 .....	64
Figura 4.27 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 16 .....	65
Figura 4.28 – Moldes para la síntesis de muestras .....	67
Figura 4.29 – Muestras después del proceso de curado .....	67
Figura 4.30 – Ensayo de compresión para las muestras .....	68
Figura 4.31 – Muestras inmersas en agua .....	71
Figura 4.32 – Zonas del espectro infrarrojo de las muestras antes del horno .....	73
Figura 4.33 – Espectro de la zona 1 .....	74
Figura 4.34 – Enlaces en el espectro de la zona 2 .....	75
Figura 4.35 – Enlaces en el espectro de la zona 3 .....	76
Figura 4.36 - Zonas del espectro infrarrojo de las muestras después del horno ..	77
Figura 4.37 – Preparación de muestras para análisis de DRX .....	78
Figura 4.38 - Porta muestras con el material para el análisis de DRX .....	78
Figura 4.39 – Muestra colocada en el difractorómetro .....	78
Figura 4.40 – Estructuras encontradas en las muestras: S (Sodalita), C (Cuarzo), L (Larnita), C (Cristobalita), B (Bredigita), A (Almandita) .....	79
Figura 4.41 – Estructura cristalina de la Sodalita .....	80
Figura 4.42 – Estructura cristalina del cuarzo .....	81
Figura 4.43 – Estructura cristalina de la larnita .....	82
Figura 4.44 – Estructura cristalina de cristobalita .....	82
Figura 4.45 – Estructura cristalina de la Bredigita .....	83
Figura 4.46 – Estructura cristalina de la almandita .....	84

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1 – Niveles de los factores a estudiar en el diseño de experimentos .....	23
Tabla 3.2 – Niveles y organización de las corridas experimentales para un factorial fraccionado $2^{k-1}$ .....	24
Tabla 4.1 – Descripción de la intensidad de los enlaces así como los modos vibracionales presentes en la muestra .....	29
Tabla 4.2 – Composición de la muestra de FlyAsh .....	32
Tabla 4.3 – Composición de la Gismonda.....	32
Tabla 4.4 – Resultados registrados en cada corrida experimental.....	34
Tabla 4.5 – Tabla ANOVA para evaluar influencia de los factores en la ignición del material .....	36
Tabla 4.6 – Tabla LCD para evaluar significancia estadística de ANOVA de ignición .....	37
Tabla 4.7 – Porcentajes de contribución de cada factor a la variable de respuesta .....	39
Tabla 4.8 - Tabla ANOVA para evaluar influencia de los factores sobre el tiempo de curado del material.....	41
Tabla 4.9 – Valores de LCD para evaluar significancia estadística de ANOVA de tiempo de curado.....	42
Tabla 4.10 – Porcentajes de contribución de cada factor al tiempo de curado .....	44
Tabla 4.11 – Muestras ignífugas evaluados en el diseño de experimentos .....	46
Tabla 4.12 – Porcentajes de pérdida de masa para cada una de las muestras ....	47
Tabla 4.13 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 1 .....	49
Tabla 4.14 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 2.....	50
Tabla 4.15 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 3.....	51
Tabla 4.16 – Detalle de los enlaces presentes en cada muestra de la zona 1 .....	53
Tabla 4.17 – Detalles de los enlaces presentes en las muestras de la zona 3 .....	54
Tabla 4.18 – Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 05.	55
Tabla 4.19 – Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 03.	58
Tabla 4.20 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 07..	59
Tabla 4.21 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 08..	60

Tabla 4.22 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 09..	61
Tabla 4.23 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 13..	62
Tabla 4.24 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 14..	63
Tabla 4.25 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 15..	64
Tabla 4.26 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 16..	65
Tabla 4.27 – Concentración para cada muestra.....	66
Tabla 4.28 – Resultados obtenidos de las pruebas de compresión .....	69
Tabla 4.29 – Porcentajes de absorción de agua .....	71
Tabla 4.30 – Resultados de la pérdida de masa en las muestras .....	72
Tabla 4.31 – Detalles del espectro de la zona 1.....	74
Tabla 4.32 – Detalles del espectro de la zona 2.....	75
Tabla 4.33 – Detalles del espectro de la zona 3.....	76

## RESUMEN

En este trabajo se realizó un estudio exploratorio de los geopolímeros como una alternativa para materiales de la industria aeronáutica. Los geopolímeros son materiales que por sus propiedades mecánicas han sido utilizados ampliamente en aplicaciones estructurales. Estudios realizados por diferentes investigadores han demostrado que los geopolímeros son materiales que pueden soportar altos flujos de calor sin desprender ningún gas, por lo cual en el presente trabajo se realizó una investigación de los geopolímeros para ser utilizados en aplicaciones aeronáuticas. La investigación fue dividida en tres etapas: caracterización de la materia prima, análisis mediante un diseño experimental y geopolímeros compuestos. La materia prima utilizada fue Fly-Ash, en la primer etapa se emplearon cinco técnicas de caracterización: TGA, FTIR, EDS, DRX y MEB. Mediante el análisis por EDS se pudo identificar que el Fly-Ash es clase C debido a su alto contenido de calcio. Se observó que es un material que presenta baja pérdida de masa a elevadas temperaturas y que cuenta en su mayoría con vibraciones de enlaces de silicio y oxígeno. En la fase dos se evalúan cinco factores en la síntesis de geopolímeros (resina, catalizador, FlyAsh, concentración molar y temperatura) para poder determinar estadísticamente cuál de los factores analizados afecta en la capacidad de ignición del material y el tiempo en que tarda de curar. Los resultados arrojaron que la concentración de resina y FlyAsh influyen de manera importante en que el material sea ignífugo, mientras que en el tiempo de curado ninguno de los factores tiene una influencia significativa. La fase tres del trabajo presenta una comparación en las propiedades físicas y químicas entre el geopolímero y el geopolímero compuesto con fibra y resina epóxica. Los resultados indicaron que el geopolímero compuesto únicamente por fibra de vidrio incrementa la resistencia a la compresión del material y además no afecta la capacidad del material cuando está expuesto a elevadas temperaturas.



## **ABSTRACT**

This work presents an exploratory study about geopolymers as one alternative for aeronautics materials. Geopolymers are materials that have been used in structural applications due to their mechanical properties, however; some researches have demonstrated that these materials can stand high heat fluxes without releasing gases. The investigation was divided into three stages: characterization of raw material, analysis with design of experiments and composites geopolymers. Fly-Ash was chosen as raw material and were used five characterization techniques: TGA, FTIR, EDS, XRD and MEB. Characterization results showed that the Fly-Ash is class C due to high content of calcium, it can stand high heat fluxes and there are high quantities of silicon bonds vibrations. In the second phase it was evaluated five factors (epoxy resin, crosslinking agent, flyash, molar concentration and temperature) for determined statistically which of them have an important influence in the fireproof capability and in the curing time. The third phase of the work shows a comparison in the chemical and physical properties between geopolymer and geopolymer composite of glass fiber and epoxy resin. The results indicated that geopolymer composite by fiber glass increase compress strength and it doesn't affect the capacity of stand high temperatures.

# **1. CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN**

**D**esde sus inicios los Geopolímeros han sido usados para aplicaciones en la construcción de edificaciones y generalmente las investigaciones en este campo de los materiales ha sido enfocado mayormente a incrementar las propiedades mecánicas de los materiales usados en estructuras de ingeniería civil. No obstante, diversas investigaciones han demostrado que los Geopolímeros poseen propiedades físicas y químicas que les permiten resistir altas temperaturas sin presentar pérdida de masa y alta resistencia al ser expuestos en ambientes tóxicos; lo cual los hace materiales bastante atractivos en aplicaciones como: remoción de materia tóxica, aislantes de calor y recubrimientos, solo por mencionar algunas.

Los Geopolímeros son obtenidos mediante la exposición de materiales principalmente con alto contenido de óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) y sílice ( $SiO_2$ ) en un ambiente altamente alcalino, el cual se puede obtener con el uso de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH). Estando todas las condiciones necesarias se lleva a cabo una reacción química de varias etapas hasta obtener finalmente un polímero de base inorgánica.

La presente investigación consiste en el desarrollo de geopolímeros para ser introducidos en un material compuesto de una matriz epóxica reforzada con fibras cortas de vidrio, para posteriormente evaluar sus propiedades físicas y químicas. La metodología utilizada consiste en tres etapas; en la primera etapa se hace la selección y caracterización del material precursor para la síntesis del Geopolímero, el material que se seleccionó son residuos de carbón en forma de ceniza proveniente de centrales de generación de energía o mejor conocido como "Fly-Ash". La segunda etapa consiste en un análisis estadístico exploratorio por medio de un diseño experimental de los materiales utilizados para posteriormente ser caracterizados. La etapa final está dedicada a la selección de los mejores parámetros obtenidos de la segunda etapa, definiendo una formulación para sintetizar muestras y ser caracterizados con análisis físicos y químicos.

## **1.1 Planteamiento del Problema**

Los materiales compuestos están limitados a trabajar en secciones de las aeronaves donde las temperaturas a las que son expuestos son aproximadamente de 200 °C debido a que a esta temperatura comienza la degradación de la matriz.

## **1.2 Justificación**

Debido a que los materiales compuestos están limitados por la temperatura de su entorno, la integración de Geopolímeros permitirá el incremento de las propiedades térmicas; ya que estos materiales son conocidos como ignífugos.

## **1.3 Objetivos**

### **1.3.1 General**

Desarrollar geopolímeros para ser integrados en materiales compuestos, mejorando las propiedades térmicas de la matriz y permitiendo su aplicación en secciones de las aeronaves donde las temperaturas son elevadas.

### **1.3.2 Específicos**

1. Selección y caracterización de la materia prima que será utilizada para la síntesis de Geopolímeros. Las técnicas de caracterización contempladas son: termogravimetría (TGA), espectroscopia Infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (XRD), energía dispersiva de rayos X (EDS) y microscopia electrónica de barrido (SEM).
2. Implementación de un diseño experimental factorial fraccionado  $2^{k-1}$  que permita hacer una exploración de los factores que estadísticamente son más significativos en las variables de respuesta.
3. De acuerdo a la planeación del diseño experimental, realizar la manufactura de 16 muestras y seleccionar los especímenes que resultaron ignífugos.
4. Caracterización de las muestras ignífugas mediante termogravimetría y espectroscopia infrarroja.

5. Correlacionar los resultados de la caracterización de las muestras ignífugas con el diseño experimental.
6. De acuerdo a los resultados obtenidos en la correlación de la caracterización con el diseño experimental, determinar una formulación óptima para la síntesis de nuevas muestras.
7. Sintetizar dos conjuntos de muestras de Geopolímeros variando únicamente el tiempo de curado. Posteriormente serán caracterizados química y físicamente.
8. Redactar una Tesis de grado para la obtención del título.
9. Redactar un artículo de divulgación científica.
10. Presentación de los resultados en un congreso.

#### **1.4 Hipótesis**

El desarrollo de Geopolímeros y su integración a la matriz de un material compuesto permitirá incrementar las propiedades térmicas de la matriz, permitiendo que el material compuesto pueda ser usado en secciones de las aeronaves donde las temperaturas de trabajo sean elevadas.

#### **1.5 Antecedentes**

Estudios arqueológicos sobre las edificaciones Egipcias han demostrado que los Geopolímeros son materiales que han sido utilizados muchos años atrás y eran empleados para la construcción. Investigaciones realizadas a las pirámides han demostrado que los egipcios trituraban piedras que contenía cierto tipo de minerales que les permitía crear aglutinantes con los cuales edificaban sus pirámides, lo cual demuestra que la síntesis de minerales para crear materiales cementantes ha sido utilizada para la edificación desde siglo atrás.

Mackenzie et al [1]. Demostró mediante un estudio de espectroscopia de resonancia magnética nuclear que una capa de la pirámide de Snefru fue edificada al mezclar agua con Sulfato de calcio ( $\text{CaSO}_4$ ), el cual era obtenido al

triturar cantera de diatomita que se encuentra en la región de Fayum ubicada en Egipto.

Joseph Davidovits [2]. En su libro “The Pyramids: an enigma solved”, afirma que los Egipcios mediante la Geopolimerización sintetizaron las piedras con las cuales construyeron sus pirámides triturando piedras con alto contenido de aluminosilicatos y mezclándolas con agua; obteniendo un material que obtenía resistencia mecánica con el tiempo.

El primer trabajo científico realizado acerca de los aglutinantes activados alcalinamente le pertenece al científico Alemán Kuhl [3]. Dicho trabajo fue publicado en 1908, el cual describe el proceso para la obtención de un aglutinante mediante la mezcla de escoria activada con sulfato de sodio y carbonato.

Décadas después se le dio una aplicación comercial a estos materiales. En 1940 el científico francés Purdón [4], publicó un trabajo donde describe como es la interacción de la escoria con diferentes activadores, para después tomar estos materiales como materia prima para la producción de cemento el cual llamó “Purdocement”. En 1950 diversas estructuras fueron hechas en base a este material, sin embargo; la producción del mismo no fue rentable y la compañía que se creó para fabricar estos materiales tuvo que cerrar en 1957 [5].

En los años posteriores las principales investigaciones en el área de los Geopolímeros fueron desarrolladas por Glukhovsky [6], quien propuso un modelo de la reacción de Geopolimerización al realizar diversos experimentos con arcillas, escorias y materiales compuestos de aluminosilicatos. Posteriormente Krivenko [7] continuó con los trabajos realizados por Glukhovsky y experimentó con materiales con bajo y alto porcentaje de calcio activándolos con distintos precursores alcalinos.

Davidovits [8] realizó una serie de aglutinantes derivados entre la interacción de metacaolin y una solución alcalina, posteriormente en 1979 Davidovits llamó al producto entre la síntesis entre estos dos precursores Geopolímeros.

En 1990 se desarrolla la primera investigación de los geopolímeros en el campo de la aeronáutica. La Administración Federal de Aviación de los Estados Unidos (FAA) desarrolló un programa de investigación donde se busca la integración de nuevos materiales al interior de la cabina de las aeronaves, los requerimientos eran buscar materiales que soportaran flujos de calor elevados sin desprender ningún vapor o gas. En dicho estudio se evaluaron diferentes resinas incluyendo geopolímeros. Los resultados demostraron que los geopolímeros soportan un flujo de calor de  $50 \text{ kW/m}^2\text{K}$  sin desprender ningún gas, lo que los sitúa como materiales viables para ser usados en el interior de las cabinas [9].

Investigaciones más recientes como la desarrollada en “Louisiana Tech University” en colaboración con el “Stennis Space Center” de la NASA, han estudiado la viabilidad de usar geopolímeros en estructuras construidas en la luna, así como su uso en transbordadores [10].

## **2. CAPÍTULO II: FUNDAMENTOS TEÓRICOS**



## **2.1 ¿Que son los Geopolímeros?**

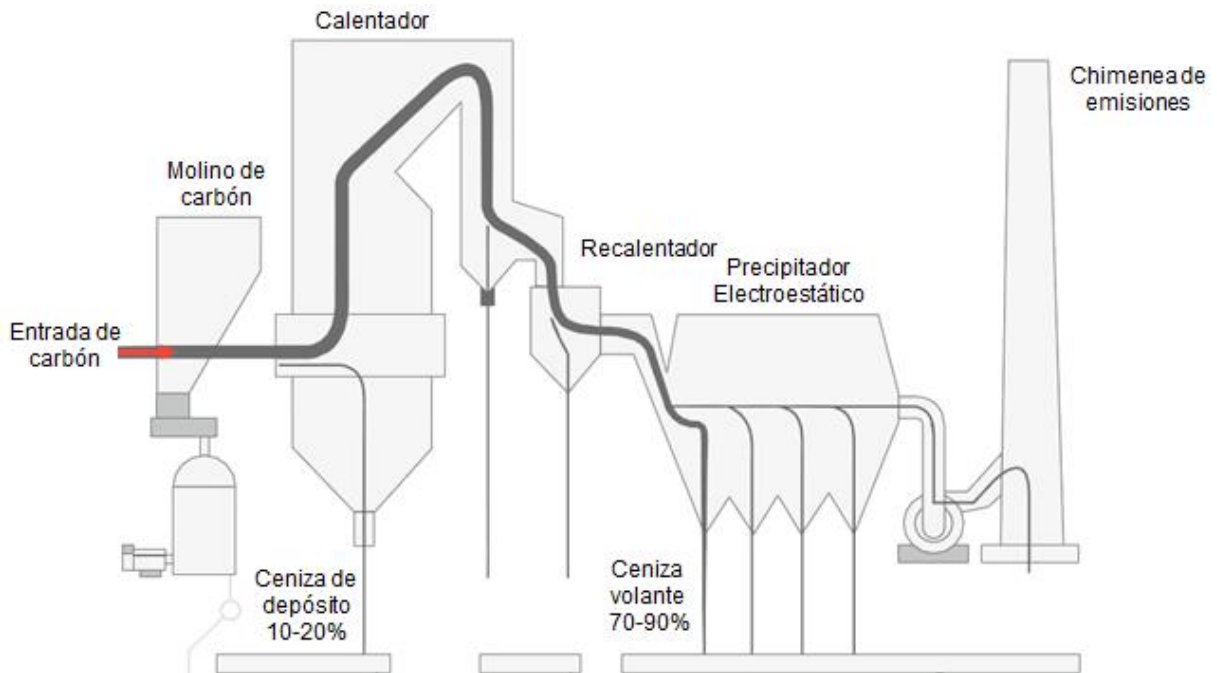
Son conocidos como Geopolímeros o polímeros inorgánicos a un grupo de materiales que son sintetizados a partir de la reacción química de materiales con alto contenido de óxido de aluminio y silicio (aluminosilicatos) en un medio alcalino. Los materiales alcalinos más comunes para hacer reaccionar los aluminosilicatos son el hidróxido de sodio (NaOH) y el hidróxido de potasio (KOH), ambos utilizados por su bajo costo y baja viscosidad en altas concentraciones.

El proceso de Geopolimerización es considerado como análogo al proceso de síntesis de las zeolitas, a pesar de que en el resultado final en ambos procesos se obtienen diferentes estructuras y composición química [11]. Durante la Geopolimerización se forman estructuras en coordinación tetraédricas con átomos de aluminio y silicio al centro, unidas en sus aristas por medio de átomo oxígeno. Las estructuras tetraédricas se distribuyen de forma aleatoria y se ramifican en tres dimensiones, lo cual aporta a los geopolímeros estabilidad térmica y mecánica.

## **2.2 Materias primas**

### **2.2.1 Ceniza volante de carbón**

La ceniza volante de carbón o mejor conocida como “Fly-Ash”, es un residuo obtenido de las plantas termoeléctricas a base de carbón suficientemente fino como para ser llevado por los gases provenientes de la combustión. En la siguiente figura se ilustra cómo es el proceso de obtención de este material. La ceniza es eliminada por medio de una serie de precipitadores electrostáticos antes de que los gases sean liberados a la atmósfera. Antes de que los gases sean pasados a los precipitadores los residuos de ceniza más grande se depositan en contenedores, a esta tipo de residuo se le conoce como ceniza de depósito y representa entre el 10% y 20% del total de ceniza extraída de los gases. En la siguiente figura se muestra como es el proceso de obtención del Fly-Ash empezando con la entrada de carbón al molino hasta la etapa final que es la chimenea de emisiones [12].



**Figura 2.1-Etapas del proceso para la obtención de Fly-Ash [12]**

El proceso comienza con la entrada del carbón al molino donde es triturado para poder ser inyectado al calentador. El carbón triturado es llevado por medio de una corriente de aire caliente al horno donde será quemado. Debido a que en el proceso de combustión no todas las partículas que integran el carbón son quemadas se producen cenizas. Generalmente las centrales termoeléctricas de producción de energía a base de carbón generan dos tipos de cenizas: cenizas de hogar (también conocidas como de hogar) y cenizas volantes. La principal diferencia entre estos dos tipos de cenizas es el tamaño de la partícula.

Las partículas más finas (Fly-Ash) se obtiene mediante por medio de precipitación electrostática o mecánica del polvo en suspensión procedente de los gases que han hecho combustión. Las cenizas más grandes caen por gravedad en depósitos más grandes donde se son llevadas a almacenamientos provisionales. La ceniza volante constituye un 80% del total de las cenizas y el 20% restante corresponde a las cenizas de depósito. El total en peso de la ceniza volante producida durante la combustión corresponde a un 30% de la masa del carbón consumido. Los porcentajes de producción de cada tipo de ceniza dependen del tipo de planta de generación de energía y los constituyentes químicos que integran al carbón [13].

### 2.2.2 Activadores alcalinos

Los metales alcalinos corresponden al grupo uno de la tabla periódica de los elementos, a este grupo corresponden los elementos: litio (Li), sodio (Na), potasio (K), rubidio (Rb), cesio (Cs) y francio (Fr). Estos elementos constituyen el 4% de la corteza terrestre, siendo sodio y potasio los elementos más abundantes y el resto de los elementos son considerados como elementos raros. Debido a su alta reactividad estos metales no se encuentran en estado libre en la naturaleza, sino en forma de compuestos que pueden ser generalmente sales. Al mezclarse estos elementos con agua se forman hidróxidos [14].

Los activadores alcalinos son una parte fundamental del proceso de Geopolimerización, ya que son los encargados de romper y disolver las cadenas que conforman los aluminosilicatos para comenzar con la reacción química. Los activadores más comunes son el hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio, debido a su fácil adquisición, bajo costo y baja viscosidad al ser usado en grandes cantidades.

La selección del activador alcalino está en función de la fuente de aluminosilicato que se está empleando. Diversas investigaciones sugieren que para activar ceniza volante, el activador más viable es el hidróxido de sodio debido a que se han obtenido valores más elevados en propiedades mecánicas y térmicas en comparación con el hidróxido de potasio. La concentración del hidróxido de sodio influye significativamente en los módulos de esfuerzo a la compresión de los geopolímeros. Las molaridades usadas para la activación están en el rango de 3M y 14M. Es importante resaltar que la molaridad usada para activar el Fly-Ash está en función de la relación Si/Al, si el ambiente es demasiado alcalino puede provocar una saturación de iones de  $\text{OH}^-$ , causando cambios en la estructura final de los geopolímeros, lo cual se puede ver reflejados en resultados inesperados en la caracterización del material. Las temperaturas más empleadas para activar la materia prima oscilan entre los 30°C y los 80 °C, en tiempo de curado que van desde 24 horas hasta 30 días de curado [15].

## **2.3 Mineralogía**

Por su alto contenido de silicio y aluminio los geopolímeros son considerados como minerales y por lo tanto se pueden clasificar dentro de los mismos. Es importante clasificar los geopolímeros ya que nos permite identificar cuál es la estructura molecular que los conforman y las propiedades físicas y químicas que podemos esperar de estos materiales.

### **2.3.1 Definición de mineral**

De acuerdo a Klein y Hurlbut (1993) [16], “Un mineral se define como un sólido natural homogéneo con una composición química definida y un alto ordenamiento atómico. Los cuales son formados usualmente de manera natural”. A pesar de que algunas minerales comparten una composición química y estructura molecular muy similar, existen pequeñas diferencias entre los minerales lo que da lugar a una clasificación muy extensa. La caracterización de los minerales por medio de difracción de rayos X es una técnica que permite encontrar disimilitudes en sus estructuras analizando los ángulos de difracción.

### **2.3.2 Clasificación de los minerales**

A pesar de que pueden ser usados diferentes esquemas para clasificar, los mineralogos han determinado clasificar a los minerales de acuerdo a su anión o grupo aniónico dominante. Posteriormente cada clase de mineral es subdividida en base a sus similitudes y estructura químicas. Es importante mencionar que para poder clasificar correctamente a los minerales no es suficiente con una caracterización química, es necesario el uso de técnicas de difracción por rayos X y mediante el uso de principios cristalquímicos poder conocer la estructura de cada mineral caracterizado.

Los minerales han sido clasificados de la siguiente manera:

- Elementos nativos
- Sulfatos
- Óxidos e hidróxidos
- Haluros
- Carbonatos
- Nitratos
- Boratos
- Fosfatos
- Sulfatos
- Tungstenos
- Silicatos

De la clasificación señalada, los silicatos son los minerales más abundantes en el suelo y conforman gran parte de la corteza terrestre. Algunas clases de minerales como los boratos, sulfatos, nitratos, elementos nativos y tungstenos se encuentran en yacimientos como las vetas y no es muy común que estén presentes en la corteza terrestre. Los minerales son también comúnmente clasificados como primarios o secundarios. Los minerales primarios son derivados de rocas ígneas y metamórficas, se forman en reacciones a elevadas temperaturas. Mientras que los secundarios se forman a bajas temperaturas y son derivados de rocas sedimentarias y del desgaste del suelo por la intemperie.

Debido a que la estructura cristalina de los geopolímeros está compuesta en su mayoría por silicio y aluminio, pueden ser clasificados dentro del grupo de los silicatos. La estructura fundamental de un silicato está conformada por tetraedros de óxidos de silicio ( $\text{SiO}_4$ ). Los silicatos tiene una clasificación muy extensa debido a la forma en cómo se distribuye su estructura cristalina.

### 2.3.3 Clasificación de los silicatos

Los silicatos son un grupo muy importante de los minerales ya que componen el 90% de la corteza terrestre y se pueden encontrar en diferentes tipos de yacimientos. Los principales elementos que los componen son el silicio y el oxígeno, los cuales pueden estar acompañados de otros elementos entre los que destacan el aluminio, hierro, magnesio y calcio. La formación de los silicatos puede ocurrir de manera primaria o secundaria, es decir; se pueden formar por medio de rocas ígneas o metamórficas a elevadas temperaturas y también se pueden formar a temperaturas bajas por la erosión del suelo. La estructura cristalina la conforman cationes de silicio ( $\text{Si}^{4+}$ ) al centro, rodeado por aniones de oxígeno ( $\text{O}^{2-}$ ) en coordinación tetraédrica. Los silicatos se unen mediante los oxígenos presentes en las aristas y pueden formar distintos tipo de redes, lo cual implica una extensa clasificación de los silicatos que se muestra de la siguiente manera [17]:

- Nesosilicatos
- Ciclosilicatos
- Sorosilicatos
- Inosilicatos
- Filosilicatos
- Tectosilicatos

Entre más numerosos y fuertes sean los enlaces entre tetraedros más estable será la estructura, por lo cual los Tectosilicatos son los más estables y los Nesosilicatos son los más alterables. Dentro de la clasificación de los silicatos, los geopolímeros entran el grupo de los Tectosilicatos. La principal característica de este tipo de silicatos es que poseen una estructura basada en un entramado de tridimensional de tetraedros y se ramifican tridimensionalmente en un orden indistinto. Esta característica de los Tectosilicatos es la que aporta estabilidad térmica y resistencia mecánica a los geopolímeros.

## 2.4 Proceso de Geopolimerización

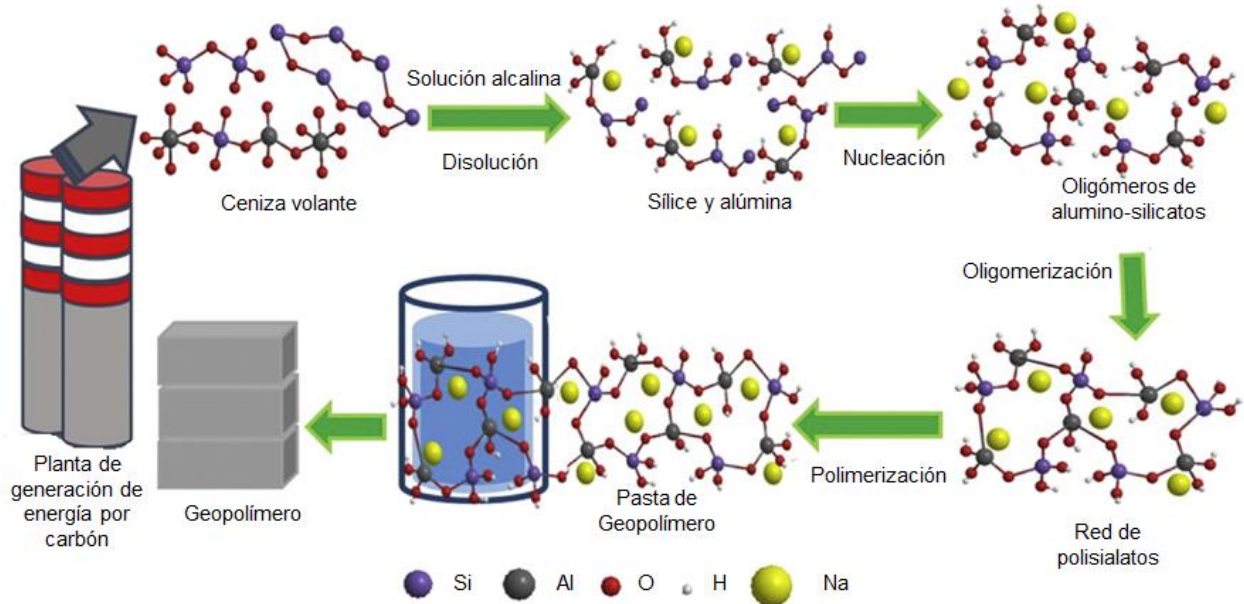
Para realizar la síntesis de geopolímeros se necesita como precursor materiales con alto contenido de aluminio y silicio, que será activado alcalinamente al ser expuesto en un ambiente con un pH elevado. Los activadores más usados debido a su costo y facilidad para conseguir son el hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, siendo el hidróxido de sodio el más utilizado. Dependiendo el precursor utilizado, la temperatura de curado puede variar desde los 30 °C hasta 100 °C. Específicamente para el FlyAsh diversas investigaciones marcan que los valores más altos en pruebas mecánicas se obtienen cuando la síntesis se realiza a temperaturas entre los 65 °C y los 85 °C [18].

El proceso de geopolimerización consta de tres etapas: disolución de enlaces, nucleación y ramificación y crecimiento de las cadenas [19]. La primera etapa consiste en la disolución de los enlaces Si-O-Si y Al-O-Si presentes en la materia prima, debido a los iones de los OH presentes en la solución, quedando solo óxidos de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y óxidos de silicio ( $\text{SiO}_2$ ). Los óxidos presentes en la solución absorben agua y se combinan con los grupos OH, como consecuencia de la disolución se forman monómeros de aluminio y silicio. Los cationes presentes en el reactivo alcalino utilizado ( $\text{Na}^+$ ) se unen a los aniones presentes en la solución para formar monómeros de hidróxido de silicio y aluminio.

La segunda etapa es caracterizada por la creación de Oligómeros que van formando cadenas cortas por la unión de los tetraedros. Dependiendo de la relación Al/Si contenida en la muestra, los tetraedros enlazados alternadamente forman cadenas de polisialato -Al-O-Si-, cadenas de polisialato siloxo -Al-O-Si-Si- y cadenas de polisialato disiloxo -Al-O-Si-Si-Si-.

Una vez superada la etapa de nucleación, comienza la etapa tres donde las moléculas siguen creciendo y ramificándose indistintamente hasta formar la red de polisialatos (poli-silico-oxo-aluminato) los cuales consiste en tetraedros de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$  unidos por átomos compartidos de oxígeno.

En la siguiente figura se puede apreciar gráficamente como es el proceso de geopolimerización, empezando desde la obtención de la materia prima (FlyAsh) hasta que se obtiene la red ramificada de polisialatos.



**Figura 2.2- Proceso de geopolimerización base FlyAsh [19]**

La estructura final del geopolímero está influenciada por la relación de silicio y aluminio presente en el FlyAsh, por ejemplo; si el contenido de silicio es mayor en la muestra obtendremos una estructura con mayor estabilidad térmica en comparación si el porcentaje de aluminio fuera mayor. Para el caso del FlyAsh, concentraciones molares mayores a 10 mol/L son benéficas para la disolución de los enlaces de silicio y aluminio presentes en la muestra, además que aportan mayor solubilidad a la concentración. Se ha encontrado también que en concentraciones elevadas de la solución alcalina se acelera el proceso de policondensación en la formación de Oligómeros de aluminosilicato [20]. Es importante mencionar que en muestras donde existe un alto contenido de calcio (FlyAsh clase C) es benéfico para la reacción de geopolimerización, ya que en la etapa dos del proceso la presencia de calcio acelera la nucleación de las cadenas formado gel hidratado de silicato de calcio (C-S-H), gel hidratado de aluminato de calcio (C-A-H) o gel de aluminosilicato de calcio (C-A-S-H), donde: C=CaO, S=SiO<sub>2</sub>, A=Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y H=H<sub>2</sub>O.



### **3. CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**

### **3.1 Metodología de investigación**

Para el desarrollo de la investigación se dividió el proyecto en tres fases: caracterización de la materia prima, exploración experimental y síntesis de materiales cerámicos con matriz compuesta. El objetivo de la primera fase es seleccionar el material precursor para la síntesis de geopolímeros y conocer cuáles son sus características físico-químicas. Debido al número de factores que se desean analizar, la fase dos está enfocada a un análisis estadístico de los factores más significativos en la síntesis de geopolímeros. Posteriormente en la fase tres se desarrollan muestras de geopolímero reforzado con fibras cortas de vidrio (conocidas comúnmente como whiskers) para analizar su influencia en las propiedades mecánicas del producto final. A continuación se detalla la metodología que se siguió en cada una de las fases del proyecto de investigación.

### **3.2 Fase I : Caracterización de la materia prima**

La materia prima que se utilizó para la preparación de geopolímeros fue FlyAsh clase C (alto contenido de calcio según la norma ASTM C 618) distribuido por la empresa MINEREX® S.A de C.V. El agente activador fue hidróxido de sodio en escamas grado reactivo distribuido por la empresa VERA VITRUM®. Las técnicas de caracterización empleadas para el análisis del FlyAsh fueron las siguientes.

- Térmica, análisis termogravimétrico (TGA)
- Superficial, espectroscopia infrarroja (FTIR)
- Composición, energía dispersiva de rayos X (EDS) y difracción de rayos X (XRD)
- Morfología, microscopio electrónico de barrido (SEM)

A continuación se detallan los aspectos más importantes que se contemplaron durante la caracterización del FlyAsh.

### 3.2.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis térmico está conformado por todos aquellos métodos de medida basados en el cambio de las propiedades físicas o químicas de un material en función de la temperatura. Para estudiar la estabilidad térmica del FlyAsh se empleó el análisis termogravimétrico, el cual nos permite conocer como es la pérdida de masa en una atmosfera controlada a una temperatura dada. Al final del análisis el software del equipo genera un Termograma donde se puede visualizar como fue el comportamiento de la muestra durante el proceso de calentamiento. Una vez graficado el Termograma se puede recurrir a graficar la primera derivada, esta curva muestra a que temperatura se presenta el cambio más significativo de la masa respecto a la temperatura.

El método utilizado para el análisis fue un incremento de temperatura de 100 °C a 900 °C con una rampa de temperatura de 30 °C/min. El análisis se llevó a cabo en una atmósfera inerte de nitrógeno para evitar la oxidación de las muestras. El equipo utilizado para el análisis es un PerkinElmer® modelo TGA 4000, el cual se muestra en la siguiente figura:



**Figura 3.1 – Equipo PerkinElmer® para análisis de termogravimetría**

### 3.2.2 Espectroscopia infrarroja (FTIR)

La espectroscopia infrarroja es una técnica de análisis superficial que permite obtener información acerca de los procesos de absorción y emisión sobre las moléculas que constituyen la materia. La técnica consiste en depositar una pequeña cantidad de muestra que estará en contacto de un haz de energía infrarrojo, cuando las moléculas de la muestras absorben o emiten un fotón su estado energético cambia. Su estado energético se manifiesta en un cambio de su estado electrónico vibracional el cual es detectado por el interferómetro que genera un espectro con la información de la muestra. Cada molécula presenta una banda específica de absorción en ciertas longitudes de onda con cierto modo vibracional.

El equipo utilizado para realizar el análisis es un espectrómetro marca PerkinElmer® modelo FRONTIER MIR/FIR. Para efectuar el análisis solo se colocó una pequeña cantidad de muestra en el portaobjetos cuidando que toda la superficie del diamante quede cubierta por la muestra de FlyAsh. En la siguiente se figura se puede apreciar una imagen del equipo.



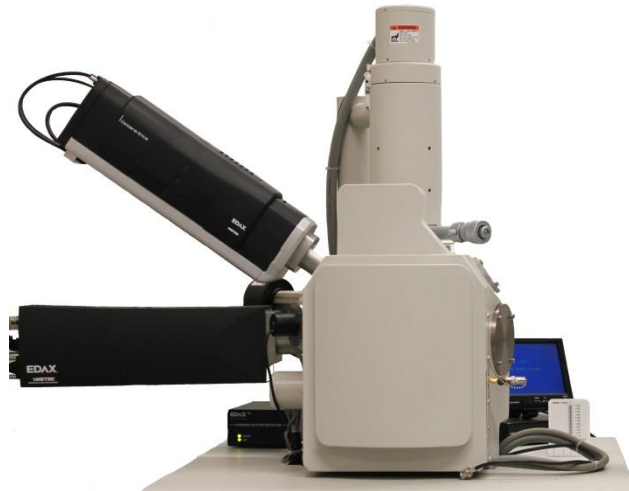
**Figura 3.2 – Espectrómetro PerkinElmer®**

### 3.2.3 Energía dispersiva de rayos X (EDS)

Para conocer cualitativamente las características de la materia prima se empleó la técnica de microscopía dispersiva de rayos X. El análisis se desarrolló en un equipo de la marca EDAX® con las siguientes especificaciones técnicas:

- Resolución de 128 nm
- Detector SUTW de zafiro
- Magnificación de 35X

En la siguiente figura se aprecia el equipo donde se realizó la caracterización del FlyAsh:



**Figura 3.3 – Equipo EDAX® para análisis EDS**

### 3.2.4 Difracción de rayos X

Con el objetivo de identificar las fases cristalinas se realizó un análisis XRD en la materia prima. Las muestras fueron analizadas en un difractómetro de la marca SIEMENS® modelo 5000 con las siguientes condiciones de análisis: 40 KV, 35 mA, paso de  $0.02^\circ$  y una velocidad de  $2^\circ/\text{min}$ . En la siguiente figura se puede apreciar el equipo utilizado para el análisis.



**Figura 3.4 – Difractómetro SIEMENS® 5000**

### **3.2.5 Microscopia electrónica de barrido**

Para observar la distribución y morfología de las partículas se recurrió al microscopio electrónico de barrido. El equipo utilizado fue un microscopio marca JEOL modelo 35-C. La resolución fue 4nm (25 kV) con un aumento de 250x, en la siguiente figura se muestra una imagen del modelo más actualizado del equipo donde se realizó en análisis.



**Figura 3.5 – Microscopio SEM JSM-IT100®**

### **3.3 Fase II : Diseño experimental fraccionado $2^{k-1}$**

El diseño experimental es una herramienta que permite evaluar estadísticamente como influyen determinados factores en una variable de respuesta de interés, mediante de una planeación de las corridas experimentales de acuerdo al diseño que se haya seleccionado [21].

Debido a que se pretende evaluar 5 factores en el proceso de síntesis de geopolímeros: resina, catalizador, FlyAsh, concentración molar y temperatura; se optó por un diseño factorial fraccionado. Este tipo de diseño experimental es recomendable cuando se requiere determinar entre un número elevado de factores (igual o mayor a 4 factores), cuales son los más determinantes en un proceso sobre el que no se tiene conocimiento previo, es decir; se hace una exploración de todos los factores involucrados con un número reducido de corridas experimentales.

En función del número de factores los diseños factoriales se pueden fraccionar de distintas maneras, para la presente investigación se fraccionaron las corridas experimentales a la mitad, se optó por un diseño  $2^{k-1}$ . Los diseños fraccionados a la mitad permiten conocer la significancia estadística de los factores principales y las interacciones de segundo orden sobre una variable de respuesta en un número reducido de corridas, aunque la interpretación estadística es un poco más complicada en comparación a un diseño factorial completo se tiene la ventaja de conocer bastante información sobre un proceso en un lapso de corto de tiempo y con poco consumo de recursos.

A continuación se hablara más a detalle cuales son los valores que se fijaron para los factores de interés y como es la construcción de un diseño factorial fraccionado a la mitad.

### 3.3.1 Niveles del diseño factorial fraccionado

Como se mencionó en líneas atrás, en el diseño de experimentos se va a estudiar la influencia de cinco factores: resina, catalizador, FlyAsh, concentración molar y temperatura en la formulación para sintetizar geopolímeros. Se analizará la influencia de los 5 factores sobre dos variables de respuesta: Tiempo de curado y capacidad de flamabilidad. En la siguiente tabla se agrupan los factores que serán analizados con su respectiva codificación.

DISEÑO FACTORIAL FRACCIONADO $2^{5-1}$					
Factores			Niveles		Variables de respuesta
			(+)	(-)	
%	Resina	A	80	20	Tiempo de ignición, Tiempo de curado.
	Catalizador	B	12	10	
	FlyAsh	C	80	20	
M	Concentración molar	D	14	8	
°C	Temperatura	E	85	65	

**Tabla 3.1 – Niveles de los factores a estudiar en el diseño de experimentos**

El objetivo de introducir resina epóxica en la formulación es debido a que en la fase tres se utilizarán fibras cortas para reforzar la matriz geopolimérica y la resina contribuirá a la aglomeración de las partículas. Se utilizó una concentración alta y baja de resina para evaluar cómo es la respuesta del material y situar un punto óptimo. Los dos porcentajes del catalizador son de acuerdo a la masa utilizada de resina y se obtienen por recomendación del fabricante en fichas técnicas. De igual manera que en la resina, para los porcentajes de FlyAsh se fijan dos niveles con valores muy separados entre sí para encontrar un punto óptimo en la concentración. En cuanto a los valores de temperatura y concentración molar, los porcentajes fueron obtenidos de acuerdo a resultados reportados por la literatura en estudios de síntesis de geopolímeros.



### 3.3.2 Construcción de las corridas experimentales

Para la construcción de un diseño factorial fraccionado a la mitad se sigue la misma metodología de construcción que es empleada para los factoriales completos, exceptuando el último factor del diseño que se obtiene mediante la multiplicación de los signos de cada una de las filas. En la siguiente tabla se observa la planeación de las corridas experimentales.

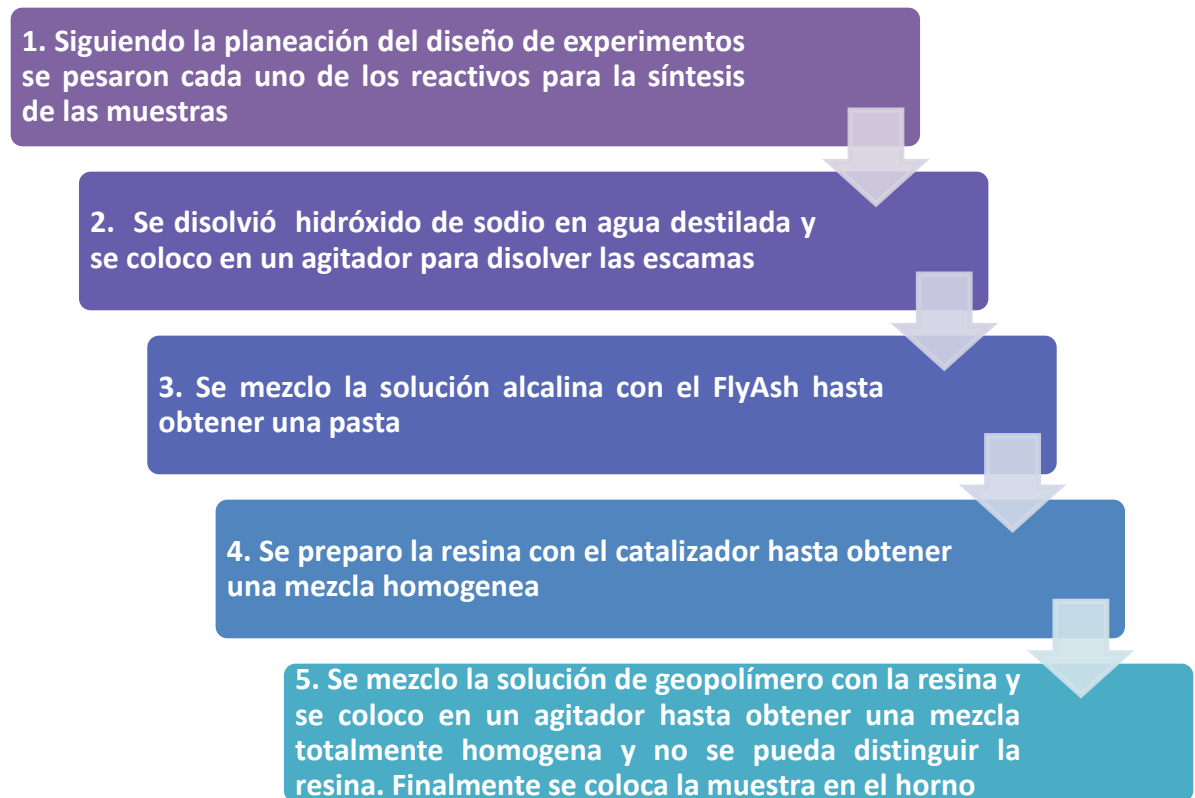
Experimento	A	B	C	D	E=ABCD
1	(-)	(-)	(-)	(-)	(+)
2	(+)	(-)	(-)	(-)	(-)
3	(-)	(+)	(-)	(-)	(-)
4	(+)	(+)	(-)	(-)	(+)
5	(-)	(-)	(+)	(-)	(-)
6	(+)	(-)	(+)	(-)	(+)
7	(-)	(+)	(+)	(-)	(+)
8	(+)	(+)	(+)	(-)	(-)
9	(-)	(-)	(-)	(+)	(-)
10	(+)	(-)	(-)	(+)	(+)
11	(-)	(+)	(-)	(+)	(+)
12	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)
13	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)
14	(+)	(-)	(+)	(+)	(-)
15	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)
16	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)

**Tabla 3.2 – Niveles y organización de las corridas experimentales para un factorial fraccionado  $2^{k-1}$**

Como se observa en la tabla 3.2 de un total de 32 corridas experimentales que resultan de un factorial completo se ha fraccionado a solo 16. Para establecer los niveles del último factor solo basta con multiplicar los signos de cada una de las respectivas filas y se obtiene el nivel correspondiente para el factor E.

### 3.3.3 Preparación de geopolímeros

La preparación de las muestras se hizo siguiendo el orden y los porcentajes marcados por el diseño de experimentos. El procedimiento que se siguió para la preparación de las muestras se muestra en el siguiente diagrama.



**Figura 3.6 – Diagrama con el procedimiento utilizado para sintetizar geopolímeros**

La temperatura a la cual se pondrá el horno es de acuerdo a la planeación del diseño experimental, se tomó el tiempo desde que se introdujo la muestra en el horno hasta el momento en que la muestra ha comenzado a gelar, ya que hasta ese momento se puede trabajar con el material. El tiempo que se tomó posteriormente fue cuando las muestras estaban completamente sólidas, es decir; cuando había terminado completamente su proceso de curado.

### 3.4 Fase III: Síntesis de geopolímeros reforzados con fibras

Los geopolímeros son materiales que exhiben gran estabilidad térmica al estar expuestas a elevadas temperaturas durante prolongados periodos de tiempo, pero debido a su naturaleza cerámica son materiales que poseen bajas propiedades mecánicas: esfuerzo a la tensión, flexión y compresión.

En diversas investigaciones se ha estudiado el uso de fibras para reforzar a los geopolímeros. Sneha Samal, et al [22]; han reportado un estudio donde se analiza la influencia de fibra de carbono, vidrio y basalto en la propiedades mecánicas y térmicas. Los mejores resultados en análisis mecánicos de tensión y flexión fueron en geopolímeros reforzados con fibra de carbono y fibra de vidrio. Mediante el SEM se pudo observar que la fibra de carbono presenta mejor adhesión con la matriz. Dos variables muy importantes a considerar para seleccionar un material de refuerzo es la compatibilidad química del refuerzo con la matriz y la distribución del refuerzo. Se ha determinado que la alternativa más viable para reforzar un geopolímero es haciendo uso de fibras cortas (whiskers) y partículas, debido a que la viscosidad del materia es elevada y no permite una correcta distribución del refuerzo en la matriz cuando se quiere añadir fibras largas [23].

En la fase tres se sintetizaron muestras con fibras cortas de vidrio para evaluar cómo cambian las propiedades de la matriz al ser reforzada. Se optó por el uso de whiskers de fibra de vidrio ya que en algunos estudios se han reportado buenos resultados al adicionar este tipo de refuerzo, además de que es un material de fácil acceso y bajo costo comparado con la fibra de carbono. En fase tres se caracterizaron el material con las siguientes pruebas:

- Mecánicas: ensayo de compresión
- Física: tribología y porosidad
- Química: TGA, FTIR, XRD, SEM

En el capítulo cuatro se muestran a detalle los resultados de las tres fases previamente mencionadas.

## **4. CAPÍTULO IV: RESULTADOS EXPERIMENTALES**

## 4.1 Fase I : caracterización de la materia prima

### 4.1.1 Análisis termogravimétrico

Los resultados del análisis termogravimétrico se pueden observar en la figura 4.1, donde se observa que el material presenta buena estabilidad térmica a temperaturas elevadas.

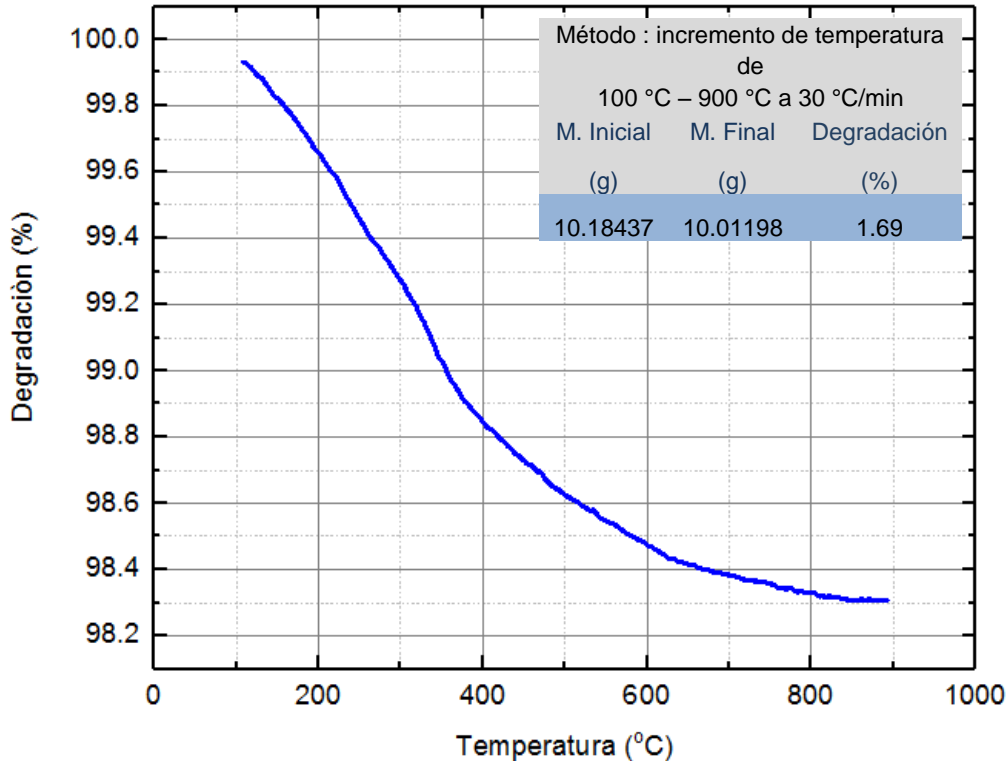


Figura 4.1 – Termograma de la prueba con TGA del FlyAsh

La curva que se observa en el Termograma determina que el FlyAsh ha tenido una pérdida de masa del 1.69%, lo cual es un porcentaje bajo tomando en cuenta la temperatura a la que se sometió la muestra. Si se ampliara la escala en el eje de la degradación se podría observar que la curva se convierte en una línea recta, lo que indica que en un rango de temperatura de 100 °C a 900 °C el material no presenta un cambio abrupto de la masa respecto al peso y por lo tanto no existe un cambio de fase.

### 4.1.2 Espectroscopia infrarroja (FTIR)

En el espectro que se muestra en la figura siguiente se pueden identificar dos bandas presentes en la longitud de onda de  $950\text{ cm}^{-1}$  y  $650\text{ cm}^{-1}$ . Los enlaces característicos de los aluminosilicatos suelen presentarse en su mayoría en rangos de longitudes de onda de  $1000\text{ cm}^{-1}$  y  $500\text{ cm}^{-1}$ . La intensidad en las bandas puede variar en función de la cantidad de enlaces presentes en la muestra.

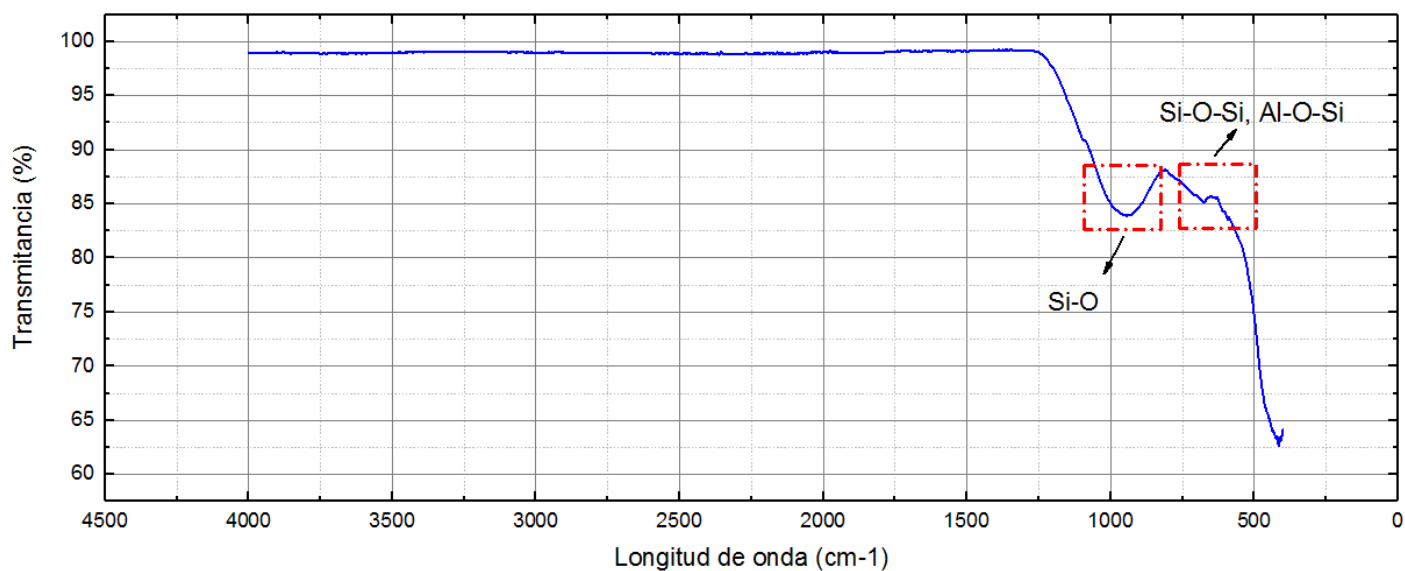


Figura 4.2 – Espectro del análisis FTIR de la muestra de FlyAsh

Longitud de Onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
950	Si-O	Fuerte	Estiramiento asimétrico	FlyAsh	[24]
650	Si-O-Si, Al-O-Si	Variable	Estiramiento simétrico y asimétrico	FlyAsh	[24]

Tabla 4.1 – Descripción de la intensidad de los enlaces así como los modos vibracionales presentes en la muestra

### 4.1.3 Energía dispersiva de rayos X (EDS)

Los resultados arrojados por el EDS indican que la muestra de FlyAsh cumple con el requisito de contener altas cantidades de silicio y aluminio para ser considerado un aluminosilicato.

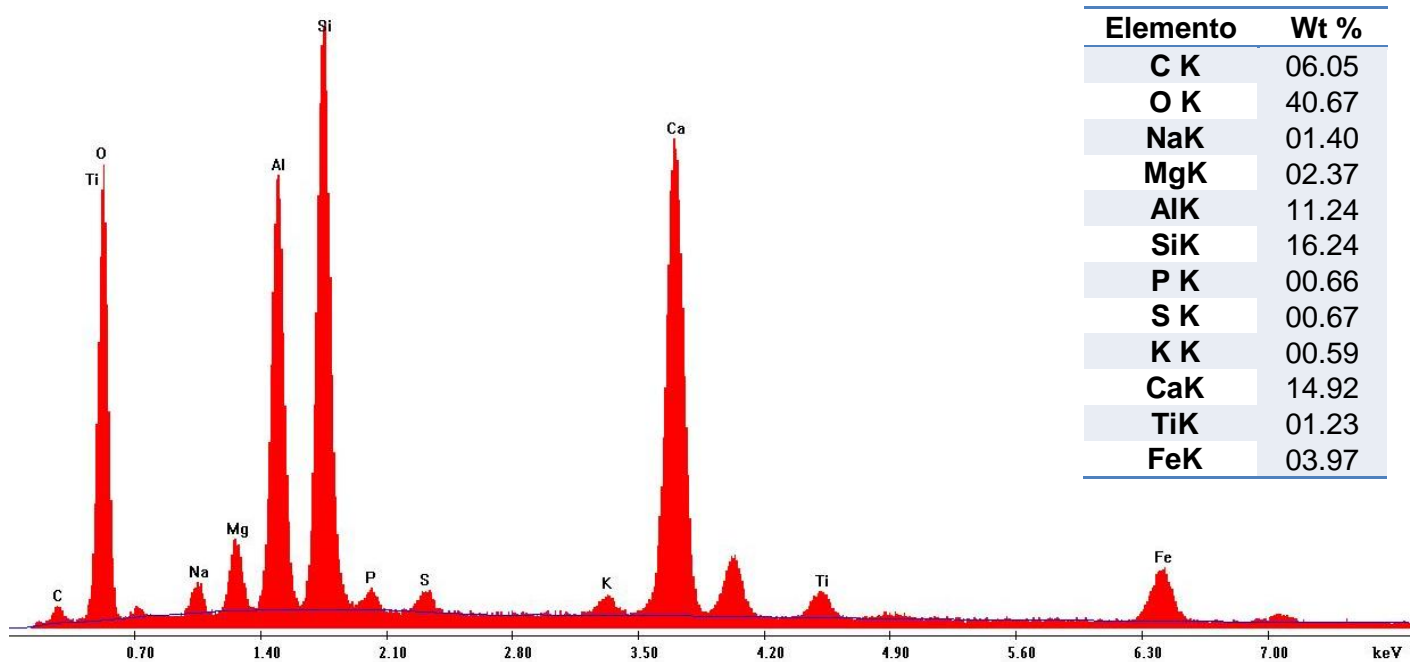
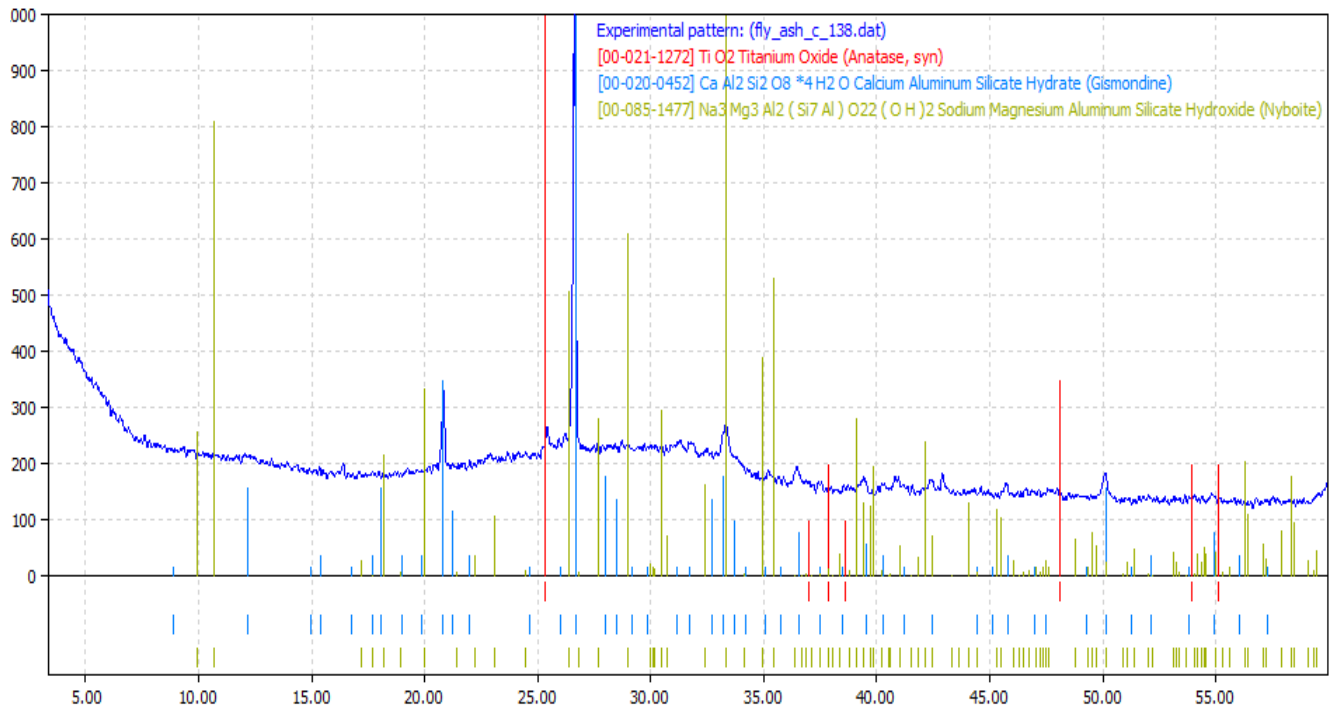


Figura 4.3 – Distribución los elementos detectados en la muestra de FlyAsh

De acuerdo a los resultados del análisis el elemento con mayor porcentaje en la muestra es el oxígeno. Se puede corroborar con el EDS que la muestra es un FlyAsh clase C, debido a que cumple con la condición de contener alto contenido de calcio de acuerdo a la norma ASTM C 618. Se puede identificar en bajas cantidades la presencia de otros elementos en la muestra como titanio, hierro y manganeso. Recordando que el FlyAsh es un material de desecho de las centrales termoeléctricas, se puede encontrar diferentes elementos en la composición del material dependiendo del tipo de carbón que se utilizó para la combustión y el proceso utilizado para la obtención de las cenizas.

#### 4.1.4 Difracción de rayos X (DRX)

Para determinar la existencia de una fase cristalina en la muestra de FlyAsh se hizo un análisis de difracción de rayos X, en la siguiente figura se observan los picos más significativo que fueron cotejados con estructuras cristalinas de la base de datos del programa.



**Figura 4.4 – Espectro de difracción de la muestra de FlyAsh**

De acuerdo a los picos observados en el espectro, se puede identificar un pico con alta intensidad entre los ángulos de difracción de 25° y 30°. Según la base de datos del programa estos picos coinciden con tres minerales, siendo la Gismonda el mineral con el que tiene mayor similitud la estructura cristalina del FlyAsh. Con la fórmula química de la Gismonda se determinaran los porcentajes de cada elemento presentes en el mineral, posteriormente los porcentajes obtenidos se cotejarán con los resultados del EDS para determinar si hay similitud entre las estructuras cristalinas del FlyAsh y la Gismonda.



En las siguientes tablas se observan los porcentajes de cada elemento presentes en la muestra de FlyAsh y según su fórmula química en la Gismonda. Podemos observar que son muy similares sus porcentajes de silicio, calcio y aluminio. En la figura 4.5 se puede observar la estructura cristalina de la Gismonda [25], la cual sería similar a la estructura del FlyAsh.

FlyAsh	
Elemento	Wt %
C K	06.05
O K	40.67
Na K	01.40
Mg K	02.37
Al K	11.24
Si K	16.24
P K	00.66
S K	00.67
K K	00.59
Ca K	14.92
Ti K	01.23
Fe K	03.97

Gismondina	
Elemento	Wt %
O	54.81
Al	15.40
Si	16.03
Ca	11.44
H	2.3

Tabla 4.2 – Composición de la muestra de FlyAsh

Tabla 4.3 – Composición de la Gismonda

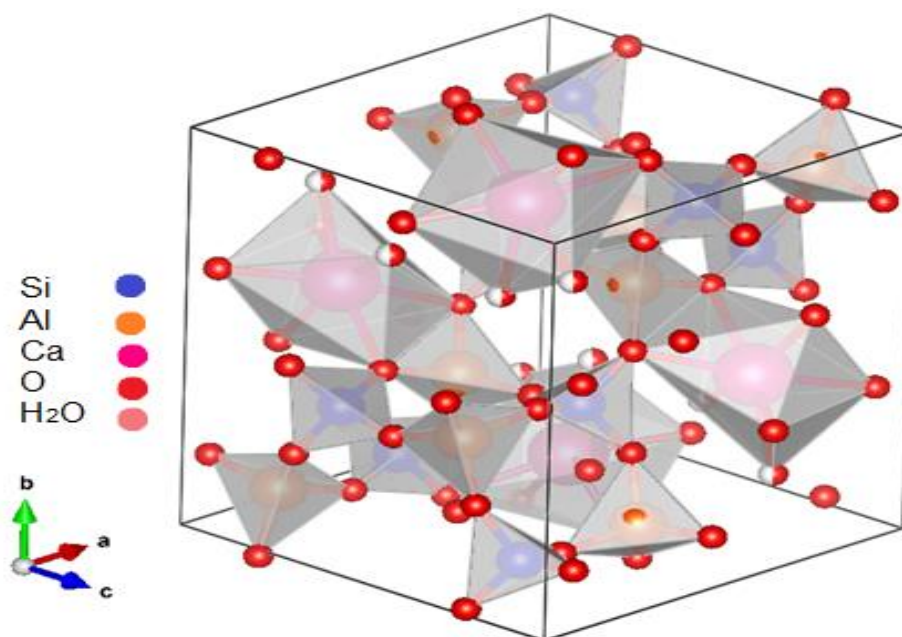
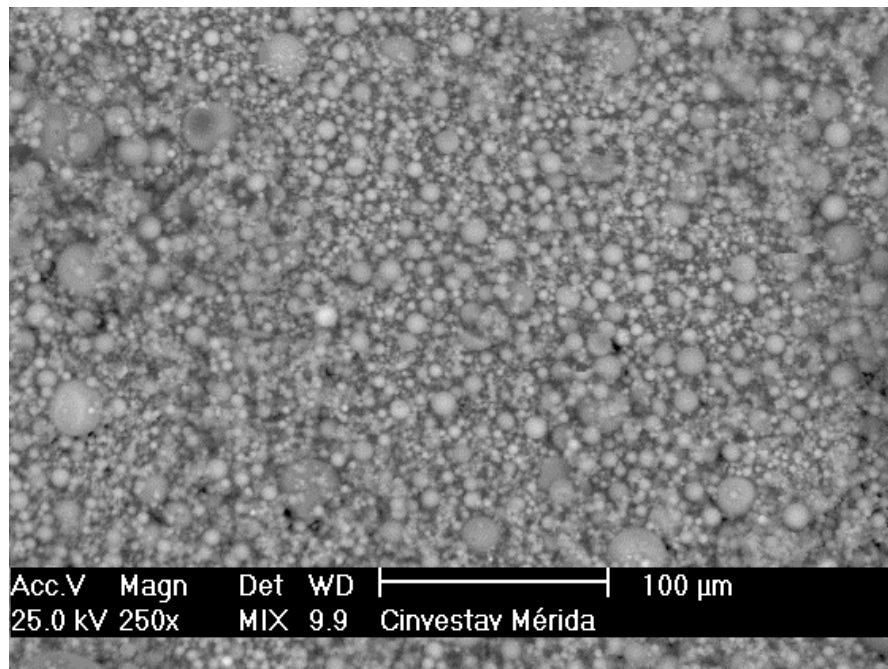


Figura 4.5 – Estructura cristalina de la Gismondina [25]

#### 4.1.5 Microscopio electrónico de barrido (MEB)

Los análisis realizados en el microscopio electrónico de barrido indican que en promedio la muestra tiene un tamaño de partícula de 7.5  $\mu\text{m}$ . Puede existir variación en el tamaño de partícula dependiendo de la fuente de la que sea extraído el FlyAsh. Es deseable que la muestra tenga un tamaño de partícula homogéneo para disminuir la porosidad. En la figura 4.6 se observa el resultado del análisis.



**Figura 4.6 – Fotografía del FlyAsh tomada con el MEB**

En la figura superior se puede observar que en su mayoría la morfología de las partículas es esférica.

## 4.2 Fase II : Análisis del diseño experimental

### 4.2.1 Resultados de las corridas experimentales

De acuerdo al diseño experimental se realizaron 16 corridas sin ninguna réplica, en cada uno de los experimentos se analizaron dos variables: flamabilidad del material y el tiempo en que la mezcla tarda en curar. Del total de especímenes analizados se obtuvieron 9 muestras que al ser expuestas a la flama de un mechero de bunsen no se propago el fuego. En cuanto al tiempo de curado, las muestras gelaron en un rango de tiempo que va desde una hora hasta tres horas dependiendo la cantidad de cada uno de los reactivos utilizados para la síntesis. En la figura que se muestra a continuación se puede observar el registro de los resultados obtenidos.

Experimento	A	B	C	D	E	Flamabilidad	Tiempo de curado
1	(-)	(-)	(-)	(-)	(+)	4	3.05
2	(+)	(-)	(-)	(-)	(-)	4	0.5
3	(-)	(+)	(-)	(-)	(-)	2	5.48
4	(+)	(+)	(-)	(-)	(+)	3	0.25
5	(-)	(-)	(+)	(-)	(-)	1	1.4
6	(+)	(-)	(+)	(-)	(+)	4	3.07
7	(-)	(+)	(+)	(-)	(+)	1	2.09
8	(+)	(+)	(+)	(-)	(-)	2	4.18
9	(-)	(-)	(-)	(+)	(-)	2	1
10	(+)	(-)	(-)	(+)	(+)	4	1.25
11	(-)	(+)	(-)	(+)	(+)	4	2.36
12	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)	3	0.55
13	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)	1	2.19
14	(+)	(-)	(+)	(+)	(-)	2	3.07
15	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)	1	2.07
16	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	2	1.13

Tabla 4.4 – Resultados registrados en cada corrida experimental

De acuerdo a la norma UL-94, cada muestra fue codificada con un valor del 1 al 4 dependiendo el comportamiento que se observó en los especímenes al ser expuestas a una flama. En la figura posterior se observa la codificación y descripción de cada categoría.

<b>Clasificación</b>	<b>Valor D.E.</b>
El fuego no se propaga.	1
El fuego se extingue en 10 segundos sin goteo.	2
El fuego se extingue en 30 segundos sin goteo.	3
El fuego se extingue en 30 segundos con goteo.	4

Con los resultados registrados en la tabla 4.4 se realizó un análisis ANOVA para cada una de las dos variables de respuesta con el objetivo de determinar cómo están influyendo los cinco factores en su capacidad de flamabilidad y en el tiempo que necesitan para poder gelar.

#### **4.2.2 ANOVA para capacidad de ignición**

En la siguiente tabla se muestran los valores de cada uno de los estadísticos que constituyen a la tabla ANOVA. Solo se están contemplando los factores principales, ya que son los que se interesa saber cómo es su influencia estadística en la variable de ignición.

Tabla ANOVA para evaluar ignición							
Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	Fo	F	¿Fo>F?	Conclusión
A	4	1	4	7.27	4.96	Si	Se rechaza Ho
B	1	1	1	1.81	4.96	No	Se acepta Ho
C	9	1	9	16.36	4.96	Si	Se rechaza Ho
D	0.25	1	0.25	0.45	4.96	No	Se acepta Ho
E	2.25	1	2.25	4.09	4.96	No	Se acepta Ho
Error	5.5	10	0.55				
Total	22	15					

$H_0: \mu_a = \mu_b = \dots = \mu_k = \mu$ $H_A: \mu_i \neq \mu_j$ para algún $i \neq j$	Ho : El factor <b>NO</b> influye para que el material sea ignífugo HA : El factor <b>SI</b> influye para que el material sea ignífugo
---	--

**Tabla 4.5 – Tabla ANOVA para evaluar influencia de los factores en la ignición del material**

Se plantearon dos hipótesis para el análisis de los resultados, hipótesis nula: el factor analizado no influye para que el material sea considerado como ignífugo y la hipótesis alternativa: el material si influye para que el material sea ignífugo. De acuerdo a los resultados de la tabla, la hipótesis nula fue rechazada para los factores de FlyAsh y la resina. Podemos concluir de acuerdo a los resultados del análisis de varianza que con una certeza del 95 % la resina y el FlyAsh tienen una influencia estadística significativa en la capacidad ignífuga del material, por lo cual dichos factores deben ser analizados para controlar la capacidad del material para ser ignífugo. Adicional a la tabla ANOVA, se puede hacer uso de criterios estadísticos más conservadores como el LCD para determinar si la diferencia entre los tratamientos es significativa.

En la tabla posterior se observa el cálculo de dicho criterio para evaluar la significancia entre cada uno de los de los tratamientos del diseño experimental.

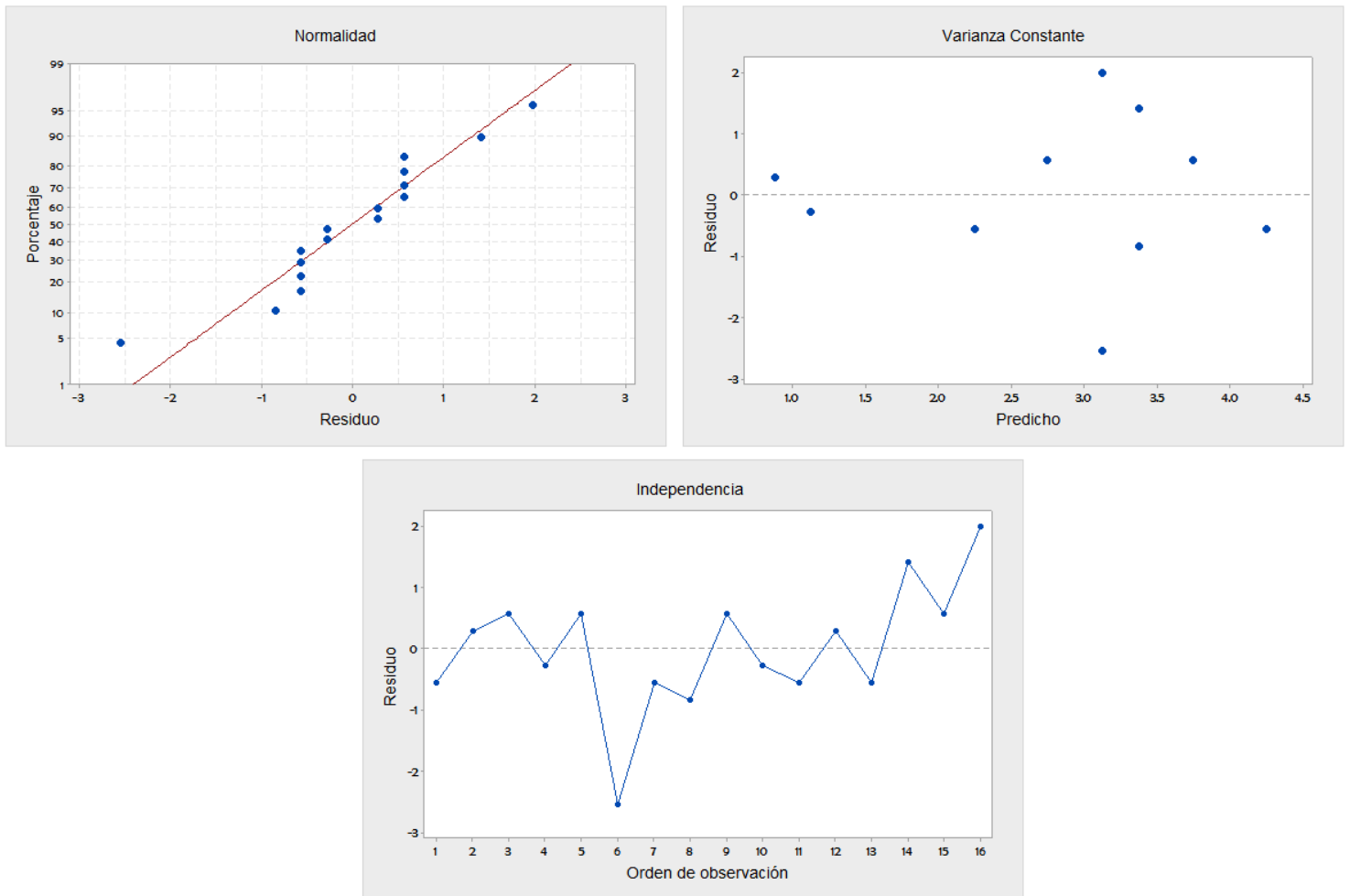
Criterio LCD					
LCD	Medias, $\mu$	Diferencia de medias, $ \mu_i - \mu_j $	Comparación con LSD		Decisión
3.080125	A = -0.5625	A-B  = 0.625	<	3.080125	No significativa
	B = 0.0625	A-C  = 1.25	<	3.080125	No significativa
	C = 0.6875	A-D  = 0.75	<	3.080125	No significativa
	D = 0.1875	A-E  = 0.375	<	3.080125	No significativa
	E = -0.1875	B-C  = 0.625	<	3.080125	No significativa
		B-D  = 0.125	<	3.080125	No significativa
		B-E  = 0.25	<	3.080125	No significativa
		C-D  = 0.5	<	3.080125	No significativa
		C-E  = 0.875	<	3.080125	No significativa
		D-E  = 0.375	<	3.080125	No significativa

**Tabla 4.6 – Tabla LCD para evaluar significancia estadística de ANOVA de ignición**

El criterio LCD consiste en la determinación de un valor que corresponde a la mínima diferencia que puede existir entre los factores de cada tratamiento para que su resultado sea considerado significativo en la variable de respuesta. Para el caso de la tabla 4.6 el valor LCD correspondiente es de 3.08 que es considerado “No significativo” para cada una de las medias de los tratamientos. Podemos observar que en la mayoría de los tratamientos la diferencia de medias no es mayor a 1, exceptuando la diferencia entre la resina y FlyAsh.

De acuerdo a los resultados mostrados en la tabla 4.6 podemos corroborar que no existe una diferencia significativa entre las medias analizadas como para considerar que otros factores estén contribuyendo en la variable de respuesta además de los factores ya considerados como significativos, por lo tanto se concluye que solo dos factores son significativos en la capacidad ignífuga del material. Además de LCD existen otros criterios menos conservadores que permiten diferencias más amplias entre las medias de los factores, para casos donde se evalúan diseños experimentales donde no hay réplica en los tratamientos es conveniente utilizar criterios donde la diferencia entre medias es

menor para evitar errores en a la hora de aprobar o rechazar hipótesis. La veracidad de los resultados en un análisis de varianza esta supedita a la verificación de supuestos del modelo estadístico, por lo cual a continuación se muestran los supuestos de normalidad, varianza constante e independencia de los



**Figura 4.7 – Verificación de supuestos del modelo para ANOVA de ignición**

En la figura 4.7 se puede observar que los tres supuestos del modelo estadístico han sido aprobados para el análisis ANOVA, en la gráfica de normalidad no se observa que los datos se estén agrupados siguiendo alguna tendencia, la variabilidad se ha distribuido uniformemente para todos los datos y no se observa ningún patrón en el gráfico de independencia que pueda estar afectando los resultados.

#### 4.2.3 Gráfico de Daniel's para evaluar ignición

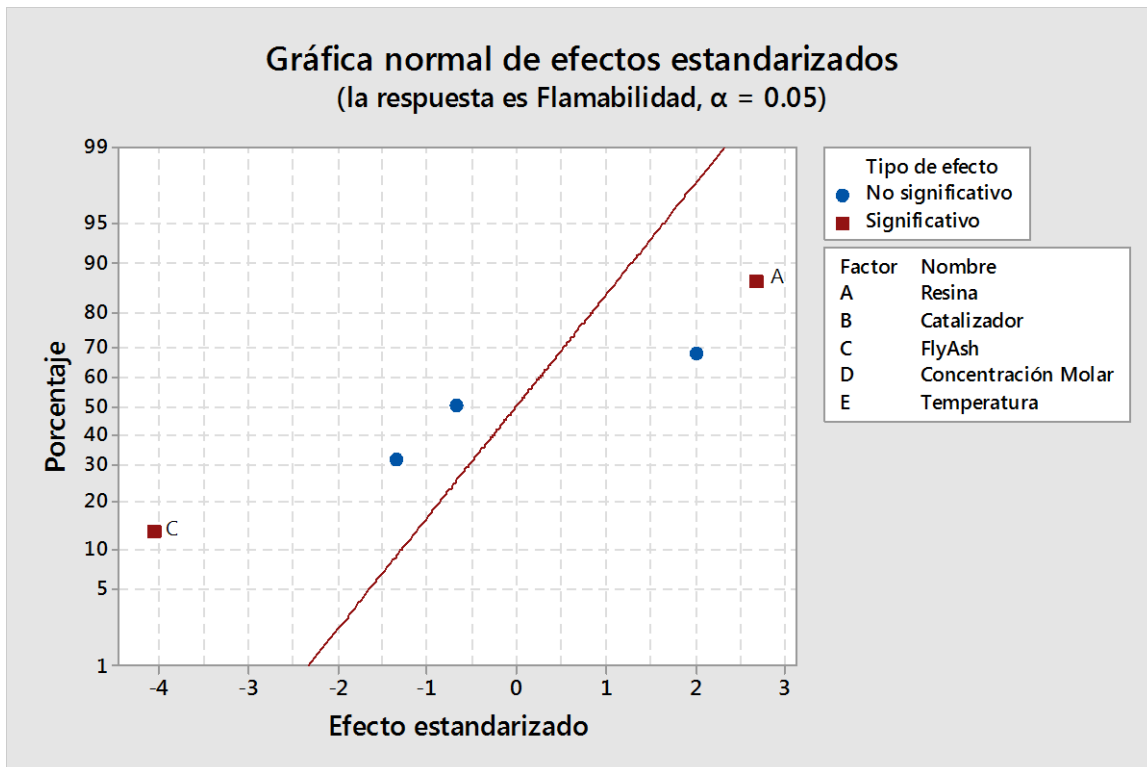
Como un complemento a los resultados del análisis de varianza se realizó una gráfica de papel probabilístico normal o comúnmente conocida como gráfico de Daniel's, de la misma manera que el análisis ANOVA este gráfico determina la significancia estadística de un factor respecto a una variable. En el eje de las abscisas se encuentra los valores de la variable de análisis mientras que en las ordenadas se encuentra los resultados de los factores. La interpretación de este estadístico consiste en observar cuales son los valores que al ser graficados salen de una tendencia normal en comparación a los demás, dichos valores tienen una significancia sobre la variable de respuesta. A continuación se muestra la tabla utilizada para la construcción del gráfico.

Factor	Sumatoria	Suma de Cuadrados	Efectos estimados	Porcentaje de contribución
A	-9	2.53125	-0.5625	28.22299652
B	1	0.03125	0.0625	0.348432056
C	11	3.78125	0.6875	42.16027875
D	3	0.28125	0.1875	3.135888502
E	-3	0.28125	-0.1875	3.135888502
AB	1	0.03125	0.0625	0.348432056
AC	7	1.53125	0.4375	17.07317073
AD	1	0.03125	0.0625	0.348432056
AE	1	0.03125	0.0625	0.348432056
BC	1	0.03125	0.0625	0.348432056
BD	-3	0.28125	-0.1875	3.135888502
BE	1	0.03125	0.0625	0.348432056
CD	1	0.03125	0.0625	0.348432056
CE	1	0.03125	0.0625	0.348432056
DE	1	0.03125	0.0625	0.348432056

**Tabla 4.7 – Porcentajes de contribución de cada factor a la variable de respuesta**

En la tabla 4.7 se puede observar que los factores con mayor contribución son la resina y FlyAsh, seguido por la interacción de segundo orden entre los valores mencionados. Los factores que aportan más contribución a la variable de respuesta coinciden con los resultados obtenidos del análisis ANOVA, en la siguiente figura se observa el gráfico de Daniel's con los valores de la tabla 4.7.





**Figura 4.9 – Gráfica normal de efectos estandarizados para ignición**

En la figura 4.8 se puede observar que para la variable de respuesta de ignición hay 2 factores principales y 3 interacciones de segundo orden que aportan mayor contribución a la ignición del material, se puede observar como estos factores se alejan de la recta con tendencia normal. Tomando en cuenta los resultados obtenidos por el análisis ANOVA, el criterio LCD y análisis Daniel's se puede concluir que estadísticamente la resina y FlyAsh tienen una influencia estadísticamente significativa sobre la capacidad ignífuga del material, por lo cual deben ser estudiados a detalle estos factores.

#### 4.2.4 ANOVA para tiempo de curado

Al igual que para la variable de respuesta de ignición, se realizó un análisis de varianza para determinar la contribución de cada factor sobre el tiempo en que tarda cada muestra en comenzar a gelar. En la siguiente tabla se observan los valores de cada estadístico que conforman la tabla ANOVA.

Tabla ANOVA para evaluar tiempo de curado							
Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	Fo	F	¿Fo>F?	Conclusión
A	1.9881	1	1.9881	0.847130108	4.96	No	Se acepta Ho
B	0.416025	1	0.416025	0.177268398	4.96	No	Se acepta Ho
C	1.4161	1	1.4161	0.603400707	4.96	No	Se acepta Ho
D	2.56	1	2.56	1.090816898	4.96	No	Se acepta Ho
E	0.511225	1	0.511225	0.217833152	4.96	No	Se acepta Ho
Error	23.46865	10	2.346865				
Total	30.3601	15					

$H_0: \mu_a = \mu_b = \dots = \mu_k = \mu$	Ho : El factor <b>NO</b> influye en el tiempo de curado
$H_A: \mu_i \neq \mu_j$ para algún $i \neq j$	HA : El factor <b>SI</b> influye en el tiempo de curado

**Tabla 4.8 - Tabla ANOVA para evaluar influencia de los factores sobre el tiempo de curado del material**

A diferencia de los resultados obtenidos en el ANOVA para evaluar la ignición del material, ninguno de los factores principales analizados está contribuyendo estadísticamente a que el tiempo de curado varíe si los niveles de cada uno de los factores cambian. Por lo tanto, con una certeza estadística del 95% podemos afirmar que ninguna fuente de variación contribuye al tiempo en que el material tarda en curar.

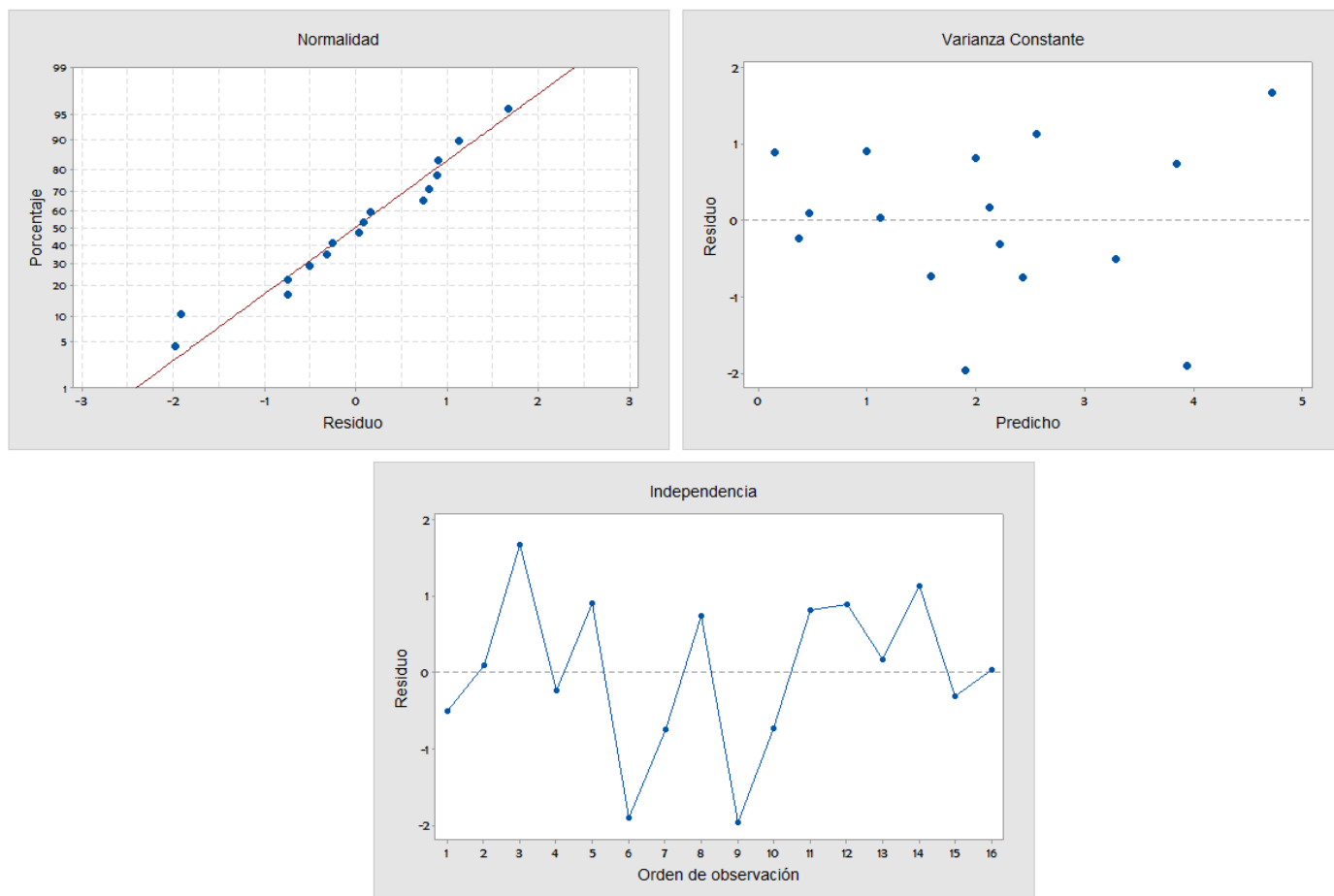
De igual manera se analizaron los resultados por medio del criterio LCD para corroborar que las diferencias entre cada uno de los tratamientos no sean significativas como para considerar que estén afectando a la variable de respuesta. Siempre es recomendable complementar un análisis ANOVA con otro criterio estadístico, con la finalidad de tener un panorama más amplio para poder determinar si un factor afecta o no a la variable de respuesta. En la tabla posterior se muestran los resultados de la diferencia de medias de cada uno de los tratamientos con el valor de LSD.

Criterio LCD					
LSD	Medias, $\mu$	Diferencia de medias, $ \mu_i - \mu_j $	Comparación con LSD		Decisión
4.809633971	A = -0.3525	A-B =0.51375	<	4.809633971	No significativa
	B = 0.16125	A-C =0.65	<	4.809633971	No significativa
	C = 0.2975	A-D =0.0475	<	4.809633971	No significativa
	D = -0.4	A-E =0.17375	<	4.809633971	No significativa
	E = -0.17875	B-C =0.13625	<	4.809633971	No significativa
		B-D =0.56125	<	4.809633971	No significativa
		B-E =0.34	<	4.809633971	No significativa
		C-D =0.6975	<	4.809633971	No significativa
		C-E =0.47625	<	4.809633971	No significativa
		D-E =0.22125	<	4.809633971	No significativa

**Tabla 4.9 – Valores de LCD para evaluar significancia estadística de ANOVA de tiempo de curado**

En la tabla 4.9 se observa el valor de LCD correspondiente a los resultados del tiempo de curado. Como se puede apreciar ninguna de las diferencias entre los tratamientos es mayor al valor de 4.8, lo que indica que no es significativa la diferencia como para considerar que algún tratamiento influye en el tiempo que duran las muestras en comenzar a gelar. A pesar de no ser significativo ningún factor, podemos notar que el resultado de la diferencia entre la resina (A) y FlyAsh (C) es mayor en comparación con los resultados de los demás factores, se pudiera pensar que de todos los factores son los que más influyen pero su no es suficientemente marcado el cambio que provocan en la variable de respuesta como para considerar que sean determinantes.

A continuación se muestra en la siguiente figura la gráfica de supuestos estandarizados para corroborar que el análisis estadístico realizado para la variable de respuesta de tiempo de curado se ha hecho de forma correcta.



**Figura 4.10 – Verificación de supuestos del modelo para ANOVA de tiempo de curado**

En la figura 4.9 no se observa ningún patrón en las gráficas de los tres supuestos, lo que indica que los datos para el análisis se han utilizado correctamente. En el gráfico de normalidad los puntos se agrupan siguiendo la línea de tendencia, la gráfica de varianza constante muestra una distribución de puntos sin ningún patrón sobre la horizontal y en la gráfica de independencia los puntos están totalmente dispersos.

#### 4.2.5 Gráfico de Daniel's para evaluar tiempo de curado

El análisis de varianza ANOVA y el criterio LCD para determinar la diferencia significativa entre medias ha demostrado que ningún factor analizado ha tenido una significancia estadística en el tiempo de curado. Sin embargo, por medio del análisis de Daniel's se puede saber cualitativamente como es la contribución que tiene cada factor en la variable de respuesta. La contribución de cada valor se

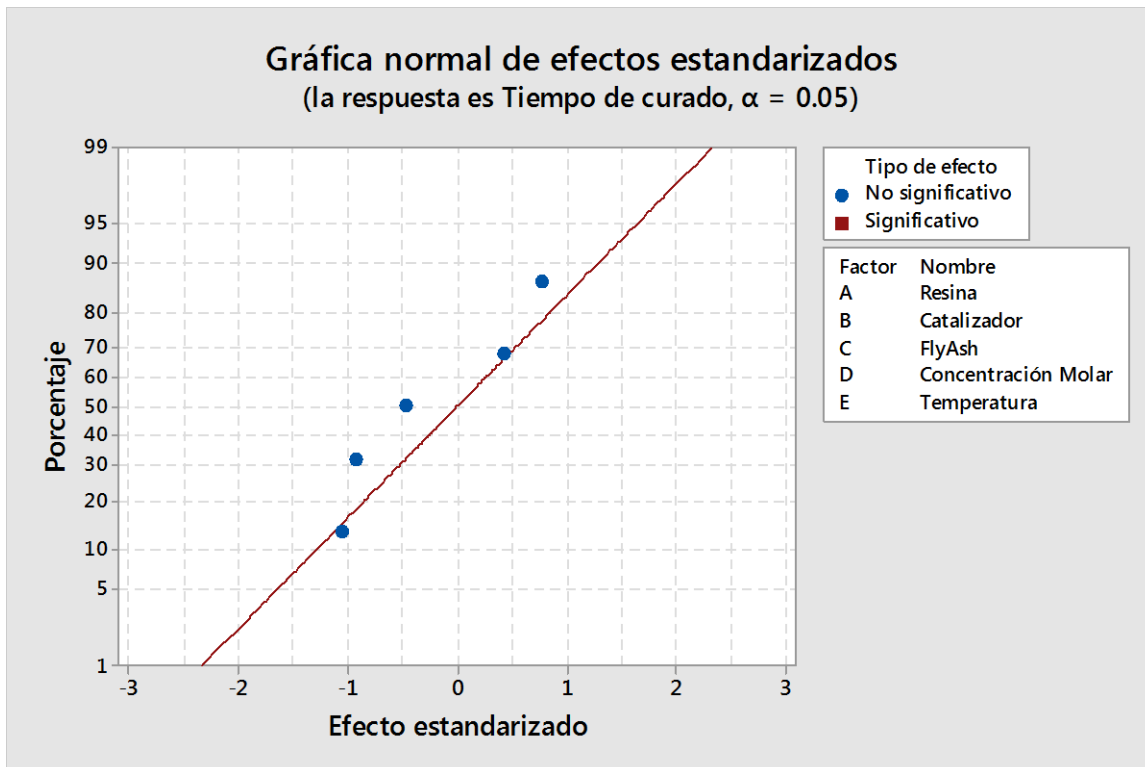
puede observar en una de las columnas de la tabla para construir el gráfico de Daniel's, que se muestra en la figura siguiente.

Factor	Sumatoria	Suma de Cuadrados	Efectos estimados	Porcentaje de contribución
A	-5.64	0.99405	-0.3525	6.5483974
B	2.58	0.2080125	0.16125	1.37030181
C	4.76	0.70805	0.2975	4.66434564
D	-6.4	1.28	-0.4	8.43211979
E	-2.86	0.2556125	-0.17875	1.68387127
AB	-6.14	1.1781125	-0.38375	7.76092635
AC	13.04	5.3138	0.815	35.0051548
AD	2.4	0.18	0.15	1.18576685
AE	-2.34	0.1711125	-0.14625	1.12721961
BC	-3.1	0.3003125	-0.19375	1.9783367
BD	-5.38	0.9045125	-0.33625	5.95856074
BE	-10.04	3.15005	-0.6275	20.7512492
CD	1.84	0.1058	0.115	0.6969674
CE	-1.62	0.0820125	-0.10125	0.54026502
DE	3.34	0.3486125	0.20875	2.29651747

**Tabla 4.10 – Porcentajes de contribución de cada factor al tiempo de curado**

En la tabla 4.10 se visualiza que los factores por separado no tienen una contribución importante sobre el tiempo de curado, sin embargo; cuando se evalúa la interacción de segundo orden de la resina con el FlyAsh se puede apreciar que tienen una aportación significativa en el curado del material. La interacción de segundo orden entre la concentración molar y la temperatura de curado también tienen un valor importante, físicamente se puede interpretar que al aumentar o disminuir la molaridad de NaOH y la temperatura hay ciertos puntos de interacción que estarían provocando un cambio en el tiempo que tarda en curar cada material.

La figura posterior muestra la gráfica de cada uno de los porcentajes contenidos en la tabla 4.10. De igual manera los puntos más alejados de la línea son los más significativos para el tiempo de curado.



**Figura 4.11 – Gráfico de Daniel's para el tiempo de curado**

#### 4.2.6 Caracterización de muestras ignífugas

Del total de muestras analizadas nueve de ellas resultaron ser ignífugas al ser expuestas a la flama de un mechero bunsen, para cada uno de los ejemplares la caracterización que se efectuó fue mediante dos análisis: termogravimétrico y de espectroscopia infrarroja. El rango de temperatura empleado para el análisis fue de 100 °C a 900 °C con una rampa de temperatura de 30 °C por minuto, se utilizó una atmósfera inerte de hidrógeno para prevenir la oxidación de las muestras. Se empleó el mismo termógrafo donde se realizó la caracterización de la materia prima.

Los resultados de los análisis permitirán decidir cuál es la concentración óptima de acuerdo a la capacidad ignífuga de cada muestra, en la siguiente tabla se muestra a detalle la composición de cada uno de las muestras analizadas

Experimento	A	B	C	D	E	Flamabilidad	Tiempo de curado
3	(-)	(+)	(-)	(-)	(-)	2	5.48
5	(-)	(-)	(+)	(-)	(-)	1	1.4
7	(-)	(+)	(+)	(-)	(+)	1	2.09
8	(+)	(+)	(+)	(-)	(-)	2	4.18
9	(-)	(-)	(-)	(+)	(-)	2	1
13	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)	1	2.19
14	(+)	(-)	(+)	(+)	(-)	2	3.07
15	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)	1	2.07
16	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	2	1.13

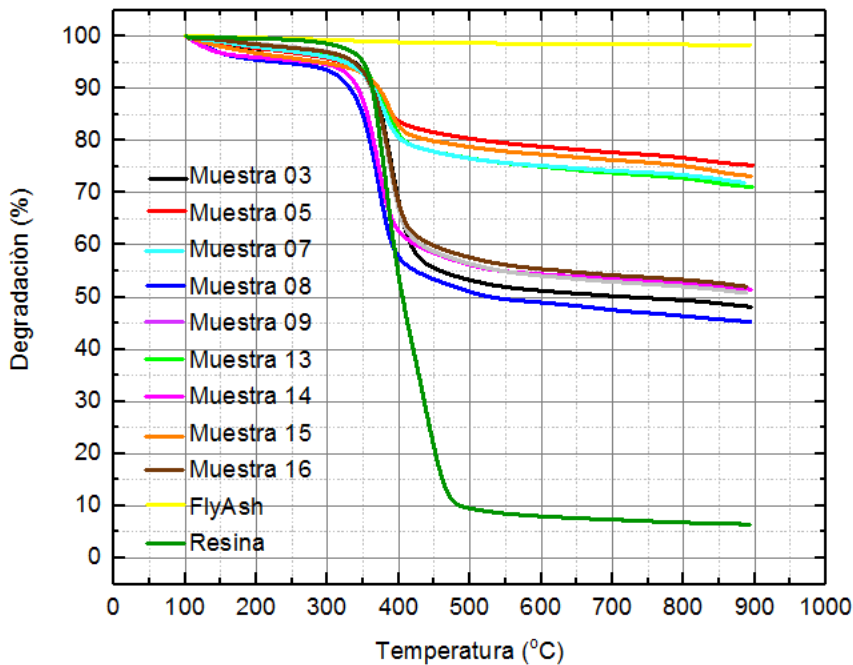
**Tabla 4.11 – Muestras ignífugas evaluados en el diseño de experimentos**

En la tabla 4.11 se puede observar que de las nueve muestras que resultaron ignífugas, seis de ellas fueron tratadas a una temperatura de 65 °C. En las muestras 05, 07, 13 y 15 predomina el porcentaje de geopolímero en relación con la resina, mientras que en el resto de las muestras los porcentajes de geopolímero y resina se encuentran en la misma proporción. El comportamiento de las muestras con la misma proporción de resina y geopolímero es un poco inusual, ya que al estar expuestas a la flama deben empezar a hacer combustión por la cantidad relativamente alta de un componente orgánico como la resina.

El análisis termogravimétrico e infrarrojo permitirán analizar cualitativamente y cuantitativamente si existe algún enlace químico entre la parte inorgánica e inorgánica de los componentes de la muestra. La existencia de un enlace químico permitirá ampliar el rango de temperatura a la cual la resina empieza a hacer combustión. En la siguiente figura se muestran los resultados del análisis termogravimétrico con los respectivos valores de pérdida de masa de cada muestra.

#### 4.2.7 Caracterización termogravimétrica

En la posterior figura se puede observar el Termograma de cada una de las nueve muestras y además también se encuentran graficados los resultados de la pérdida de masa de la resina y el FlyAsh.



Método : incremento de temperatura de 100 °C – 900 °C a 30 °C/min			
Muestra	M. Inicial (g)	M. Final (g)	Degradación (%)
03	13.87452	6.571742	52.634
05	11.092584	8.349292	24.73
07	11.4606	8.14585	28.92
08	10.652235	4.712194	55.7633
09	10.781453	5.384756	50.05
13	11.452652	8.042677	29.77
14	10.17287	5.16416	49.23
15	10.67747	7.67885	28.08
16	10.08917	5.24678	47.99
FlyAsh	10.18437	10.01198	1.69
Resina	10.17144	0.65730	93.53

Figura 4.12 – Termograma de muestras analizadas en el diseño de experimentos

Tabla 4.12 – Porcentajes de pérdida de masa para cada una de las muestras

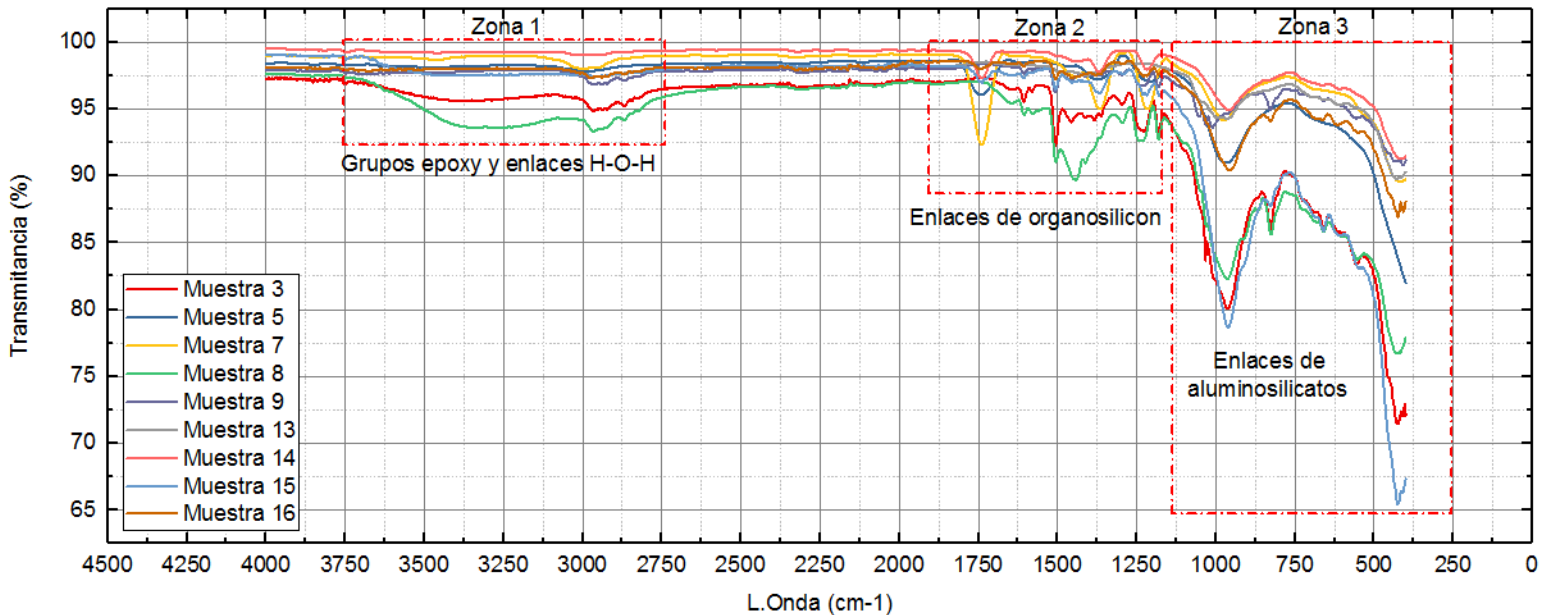
En la figura 4.11 se observa que las muestras analizadas en el diseño de experimentos tienen una pérdida de masa que se encuentra entre el rango de la resina y el geopolímero. El geopolímero tiene una tendencia estable a elevadas temperaturas, mientras que la resina a una temperatura aproximada de 300 °C tiene una caída muy abrupta y se estabiliza a los 400 °C donde ha perdido la mayoría de su masa. Las muestras 05, 07, 13 y 15 exhiben la menor degradación de todos los especímenes analizados, en la región de los 400 °C a los 500 °C experimentan una pérdida de masa importante y pasando los 500 °C la pérdida de masa se vuelve a estabilizar. En posteriores secciones se hace una correlación entre el análisis TGA, FTIR y el diseño para experimental para analizar el



comportamiento de las muestras en la región de los 400 °C a los 500 °C, se puede ver en el Termograma de las muestras que en esta región la curva de pérdida de masa tiene un comportamiento suave, esto puede indicar la presencia de un enlace químico ya que el cambio no es tan abrupto en comparación a la resina.

#### 4.2.8 Caracterización por espectroscopia infrarroja de muestras sin calcinar

En los espectros de las muestras se identificaron tres diferentes zonas, las cuales se muestran en la siguiente figura.

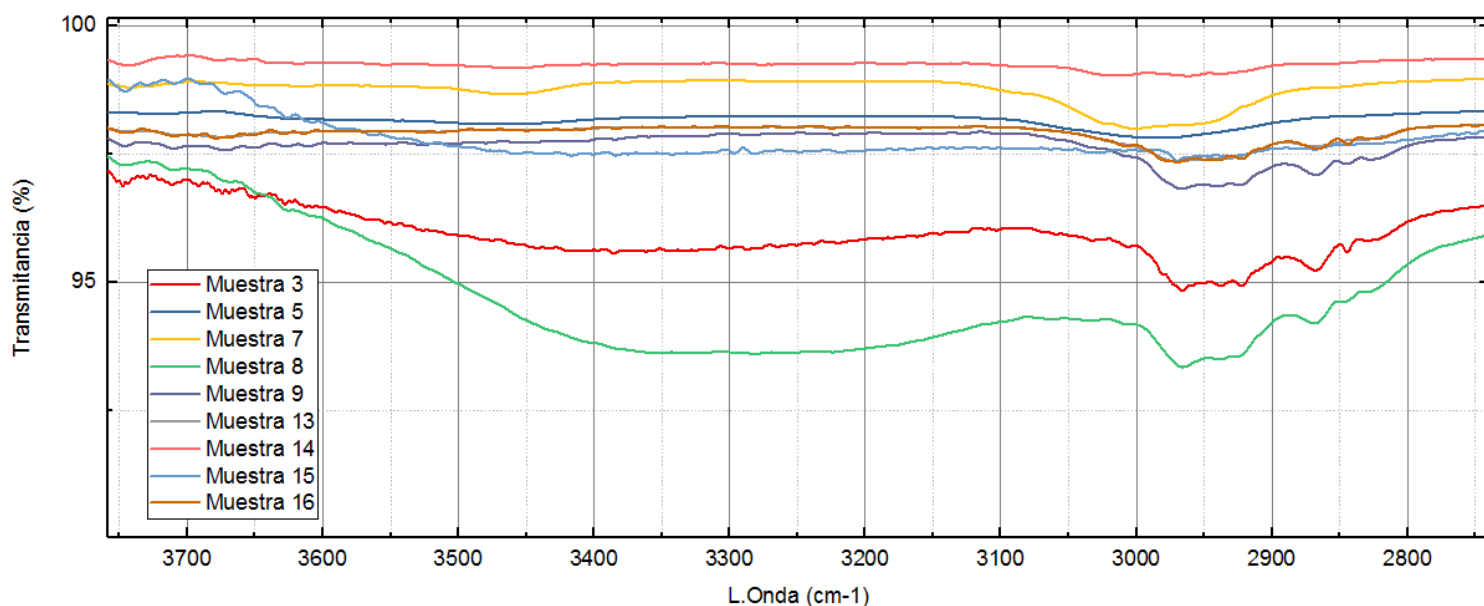


**Figura 4.13 – Caracterización infrarroja de muestras sin calcinar**

En una rápida inspección de la figura 4.12 se pueden identificar en la zona 1 enlaces presentes de la parte orgánica contenida en las muestras y enlaces hidratación. En la zona 3 se encuentran las vibraciones de los enlaces presentes en la parte geopolimérica de las 16 muestras, en cuanto a la zona 2 que se encuentra en la parte intermedia del espectro representa a enlaces formados entre la parte orgánica e inorgánica que compone a cada espécimen. En las siguientes líneas se especificará más a detalle cada uno de los enlaces encontrados en las tres zonas.

## Zona 1

En esta zona se presentan las vibraciones de los enlaces contenidos en la parte orgánica de las muestras y enlaces O-H, se puede observar que la intensidad de cada banda es variable dependiendo el contenido de resina y H<sub>2</sub>O que hay en cada una de las muestras. En la figura 4.13 se presenta una ampliación de la zona 1 y debajo de la figura se anexa una tabla con los detalles de cada enlace.



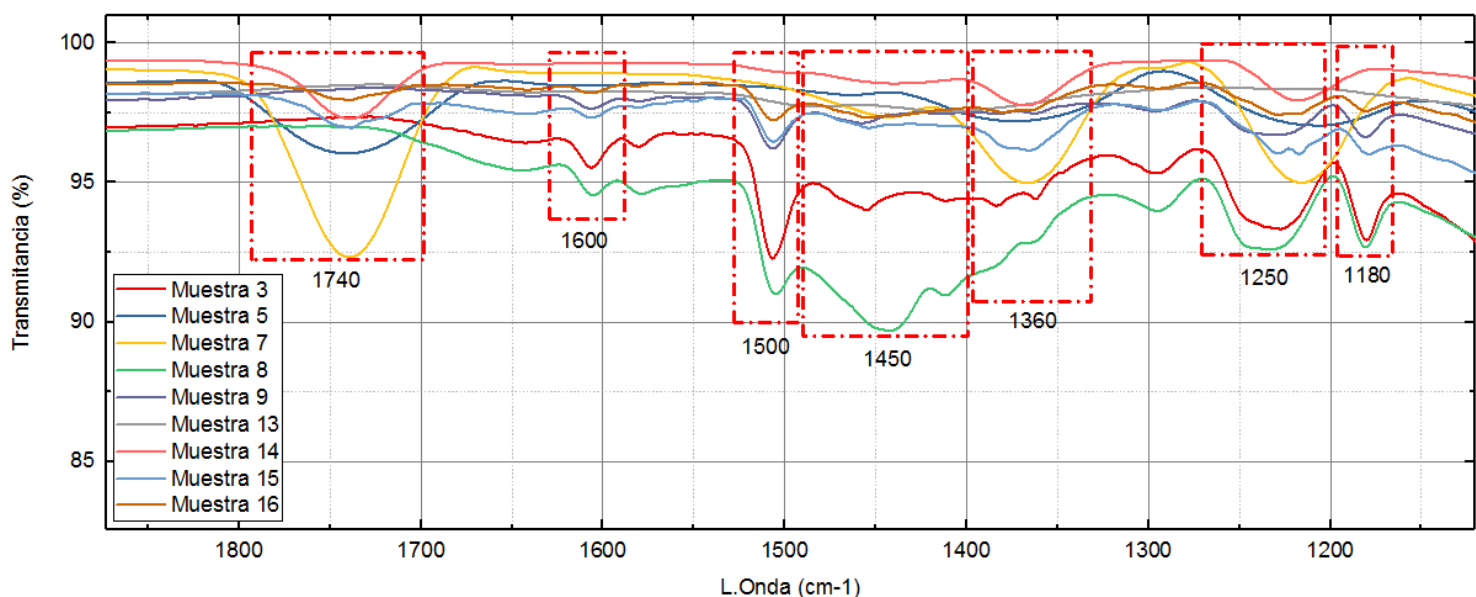
**Figura 4.14 – Espectro de la zona 1 de muestras sin calcinar**

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
3600-3000	H-O-H	Variable	Balanceo	03,05,08,15	[26]
3000-2800	CH <sub>2</sub>	Débil	Estiramiento simétrico y asimétrico	03,05,08,09,13,14	[27]

**Tabla 4.13 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 1**

## Zona 2

En esta zona se encuentran los enlaces que se formaron entre la parte orgánica e inorgánica de las muestras, este tipo de enlaces son conocidos como organosilicon y se forman mediante la unión del silicio contenido en el geopolímero y el carbón de la resina, su mecanismo de unión es mediante los grupos OH. En la zona 2 también se observan vibraciones de enlaces contenidos en la resina y el geopolímero.



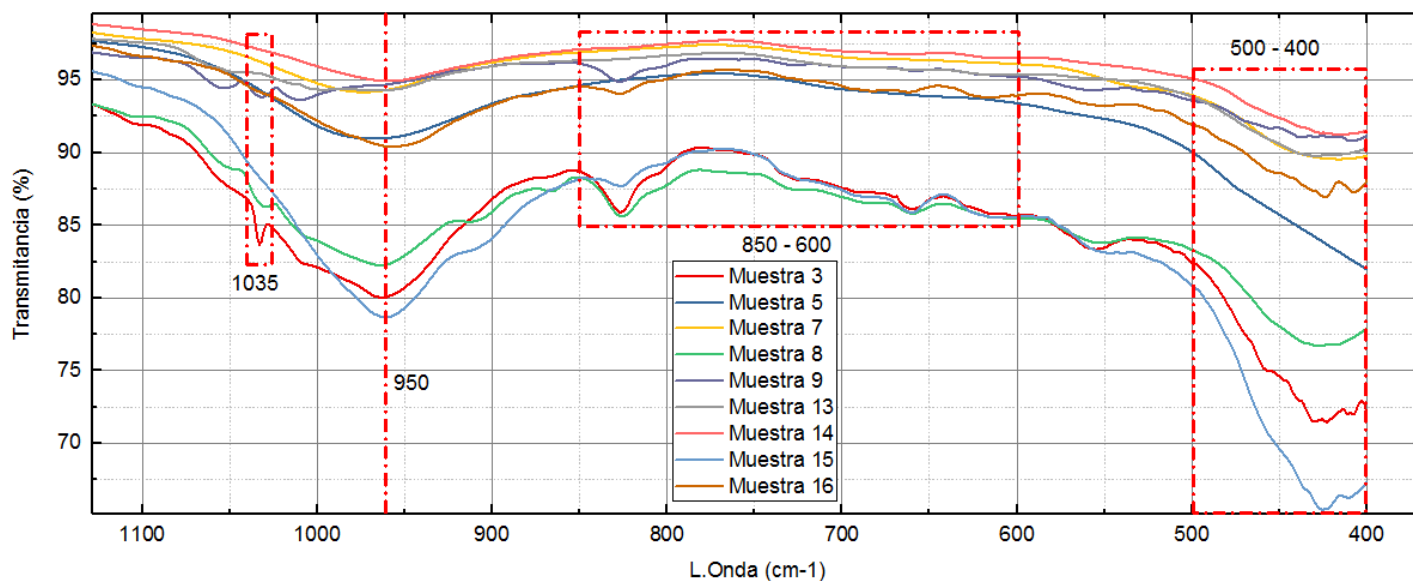
**Figura 4.15 – Espectro de la zona 2 de muestras sin calcinar**

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
1740	C=O	Fuerte	Estiramiento simétrico	05,07,14,15,16	[27]
1450	C=N	Intermedia	Estiramiento asimétrico	03,07,08,09,13	[27]
1600 y 1500	C=C	Débil	Estiramiento simétrico	03,08,09,14,13,15,16	[28]
1360	Si-O-Al	Intermedia	Estiramiento asimétrico	03,05,08,07,14,15	[26]
1150-1250	C-O	Intermedia	Estiramiento asimétrico	03,05,07,08,09,14,13,15,16	[26]
1180	Si-O-C	Intermedia	Estiramiento asimétrico	03,08,09,14,13,15,16	[26]

**Tabla 4.14 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 2**

### Zona 3

La última zona del espectro se caracteriza por la presencia de las vibraciones de los enlaces en los geopolímeros. La mayoría de este tipo de enlaces se encuentra en un rango de longitud de onda de  $1000\text{ cm}^{-1} - 500\text{ cm}^{-1}$ . A continuación se muestra una ampliación del espectro y una tabla con los detalles de cada enlace.



**Figura 4.16 – Espectro de la zona 3 de muestras sin calcinar**

Longitud de Onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
1035	Si-O	Débil	Estiramiento simétrico	03,08,09,13,14	[27]
1200-950	T-O-Si(T: Si o Al)	Fuerte	Estiramiento asimétrico	03,05,07,08,15,16	[29]
850-600	Si-O-Al	Intermedia	Balanceo	03,08,09,13,14,15	[27]
500 - 400	Si-O-Si	Fuerte	Balanceo	03,08,09,13,14	[29], [26]

**Tabla 4.15 – Especificaciones de los enlaces presentes en la zona 3**

## 4.2.9 Caracterización por espectroscopia infrarroja de muestras calcinadas

La siguiente caracterización por espectroscopia corresponde a las muestras que fueron analizadas por termogravimetría, en la siguiente figura se observa las diferentes zonas que se encontraron en las muestras.

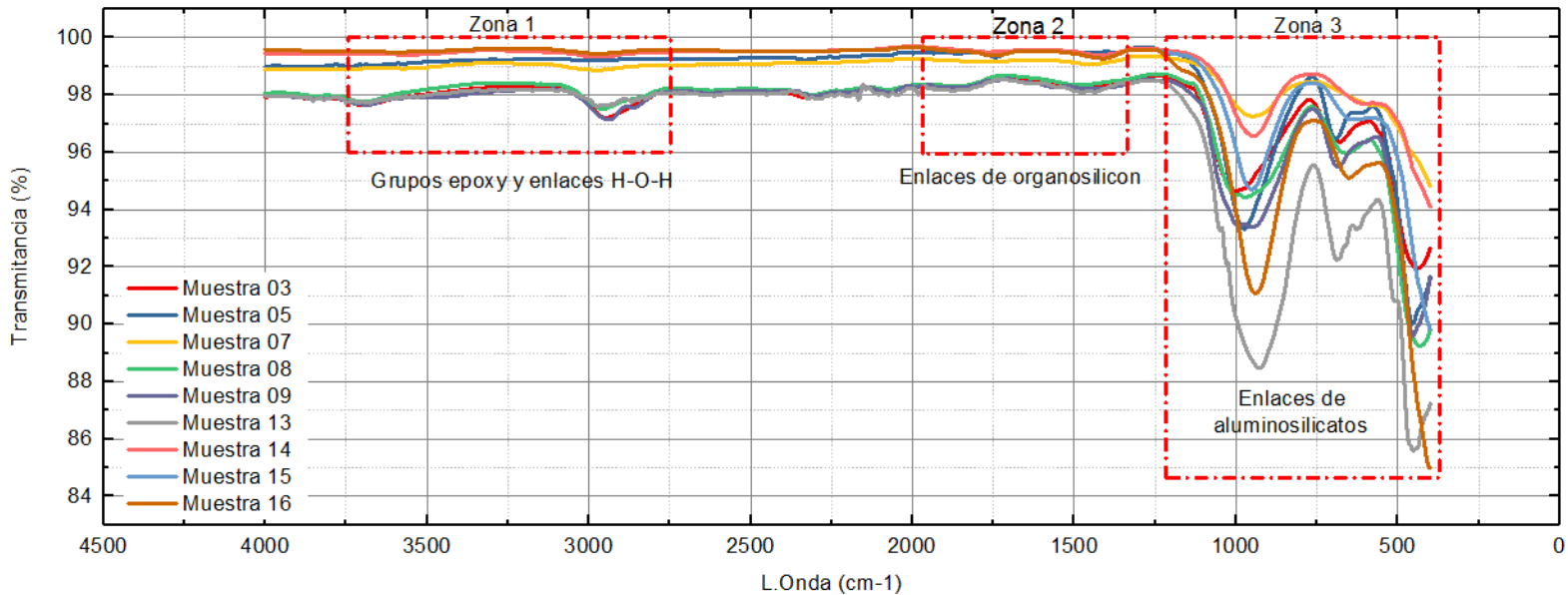
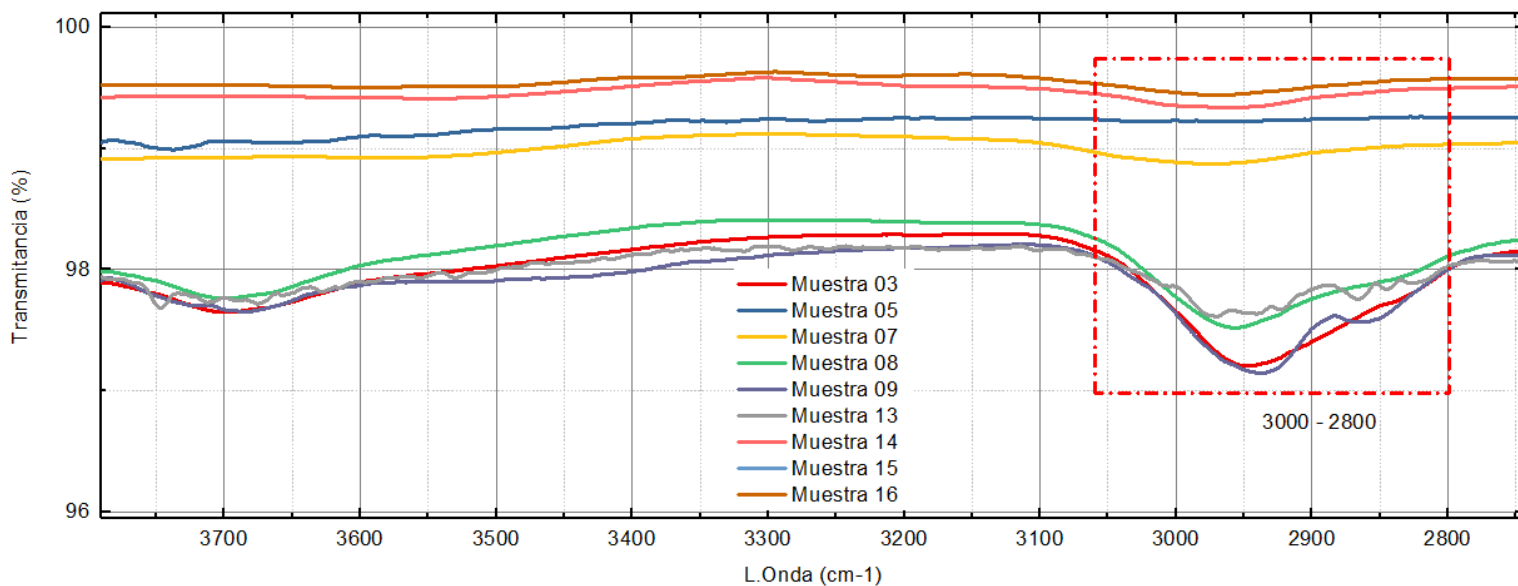


Figura 4.17 – Caracterización infrarroja de muestras calcinadas

En la figura 4.16 se puede ver que los enlaces de organosilicon en la zona 2 se han perdido debido a la temperatura que fueron expuestas las muestras durante el proceso de análisis TGA. Los grupos OH presentes en las muestras antes de ser calcinadas también han desaparecido por acción de la temperatura, en algunas muestras han quedado enlaces de la resina. La única zona que se ha mantenido después de la temperatura es la zona 3, debido a que estos enlaces son más estables al ser expuestos a altas temperaturas.

## Zona 1

Después del análisis termogravimétrico los enlaces H-O-H han desaparecido debido a la deshidratación de la muestras, en las muestras con la misma proporción de resina y geopolímero se ha conservado algunos enlaces CH<sub>2</sub>, los cuales se pueden observar en la siguiente figura.



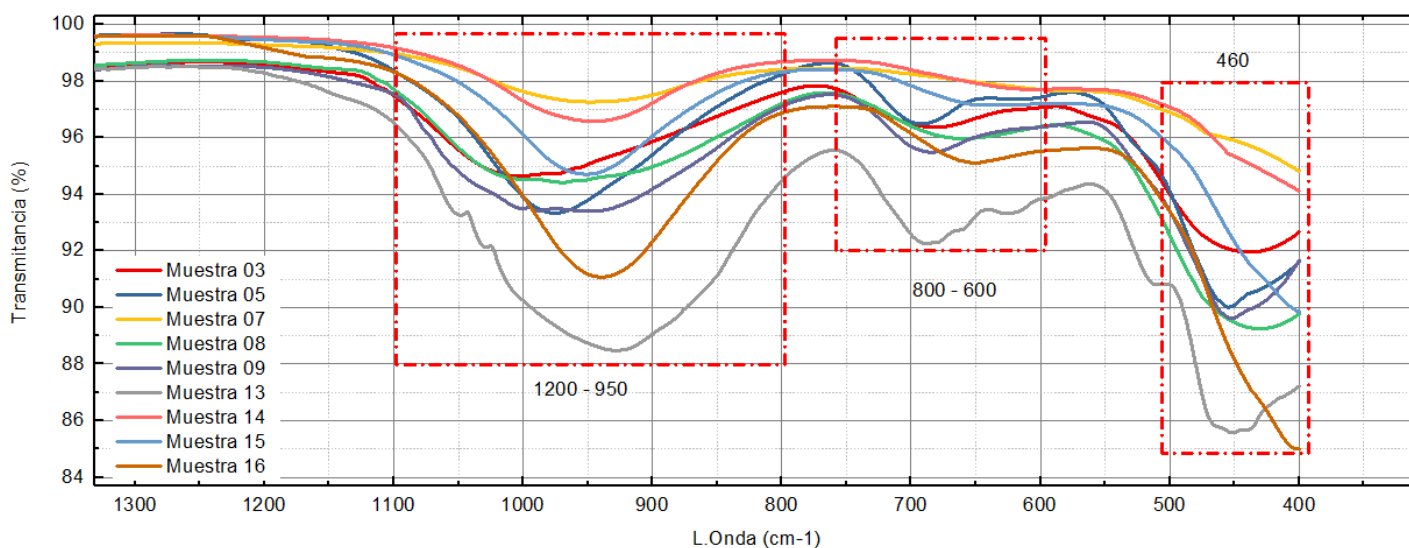
**Figura 4.18 – Espectro de la zona 1 de muestras calcinadas**

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
3600-3000	H-O-H	Variable	Balanceo	03,08,09,13,15	[26]
3000-2800	CH <sub>2</sub>	Débil	Estiramiento simétrico y asimétrico	03,07,08,09,13,14,15	[27]

**Tabla 4.16 – Detalle de los enlaces presentes en cada muestra de la zona 1**

### Zona 3

En esta zona podemos identificar que hay vibraciones de enlaces presentes en los geopolímeros, la mayoría de estos enlaces corresponden a Si-O-Si ya que son más estables a la temperatura que los enlaces que contienen aluminio.



**Figura 4.19 – Espectro de la zona 3 de muestras después de calcinar**

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
1200-950	T-O-Si (T: Si o Al)	Fuerte	Estiramiento asimétrico	Calcinadas	[30]
800-600	Si-O-Al	Intermedia	Balanceo	Calcinadas	[27]
460	Si-O-Si	Fuerte	Balanceo	Calcinadas	[30], [26]

**Tabla 4.17 – Detalles de los enlaces presentes en las muestras de la zona 3**

#### 4.2.10 Correlación de TGA y FTIR con el diseño de experimentos

Mediante la correlación de las dos técnicas de caracterización y el diseño de experimentos es posible identificar la proporción y temperatura a la que los enlaces de cada componente de las muestras han sido degradados. En la siguiente figura se muestran las curvas de caracterización de la muestra 05.

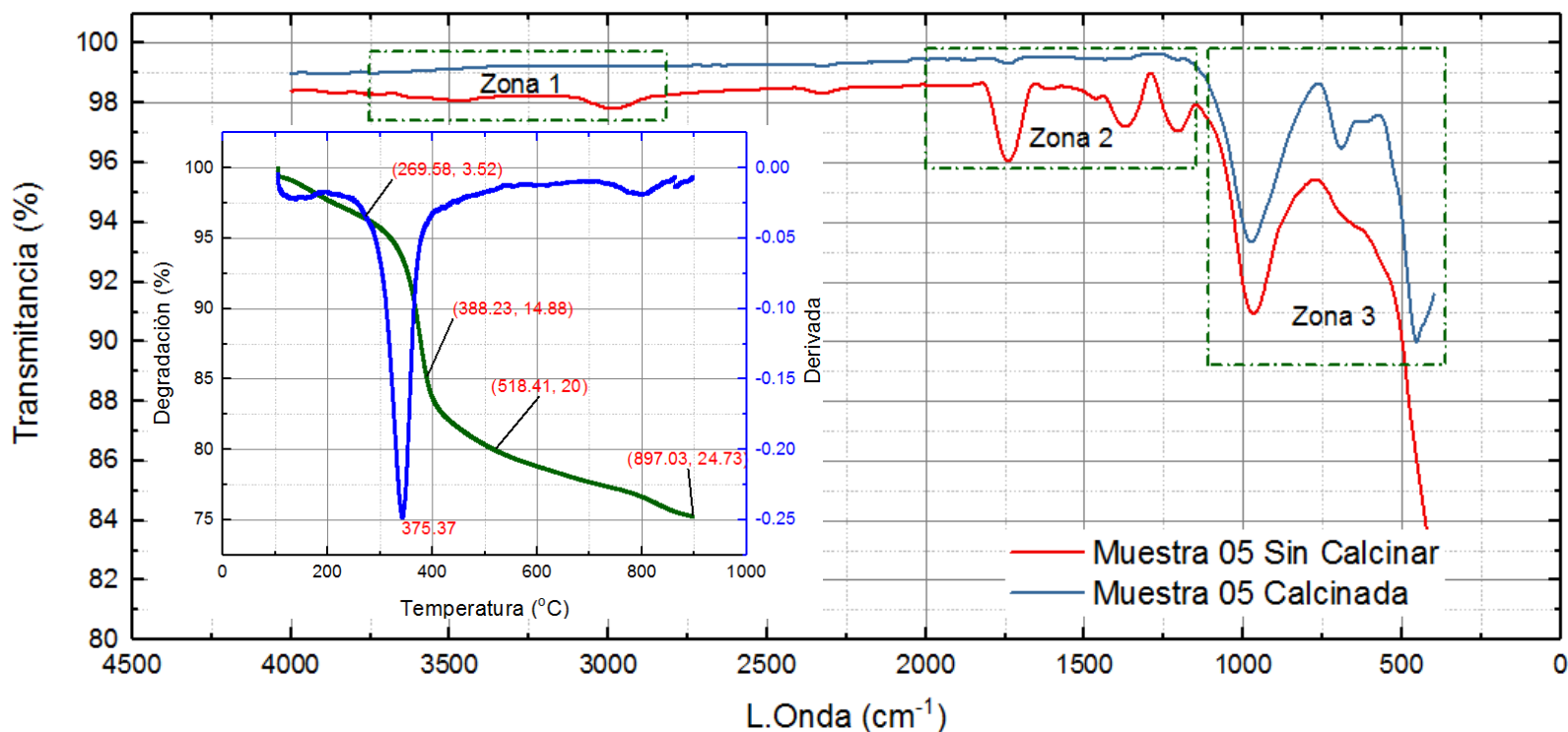


Figura 4.20 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 05

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-269.58	3.52	H-O-H	1
		CH <sub>2</sub>	1
269.58-388.23	11.16	C=O	2
		C-O	2
388.23-518.41	5.32	Si-O-C	2
518.41-897.03	4.73	Si-O-A	2
		T-O-Si	3

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	20%	20%	0%
Geopolímero	80%	10.05%	69.35%
Temperatura	60°C		

Tabla 4.18 – Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 05



Del total de muestras analizadas, la muestra 05 registró la menor pérdida de masa. En la figura 4.19 se encuentra el espectro de FTIR antes y después de que la muestra fuera calcinada. El espectro de color azul refleja que después de la exposición a la temperatura se perdieron los enlaces de la zona 1 y 2, permaneciendo solamente enlaces en la zona 3. En un rango de temperatura de los 100 °C – 269.58 °C comienza la evaporación de los enlaces OH que corresponde al 3.52% del total de la pérdida de la masa.

Pasando los 269.58 °C se tiene un cambio muy abrupto en la pérdida de masa del material, en esta sección de la curva se pierden los enlaces contenidos en la parte orgánica los cuales representa un 11.16%. En el Termograma de la muestra 05 se observa en color azul la derivada de la masa respecto a la temperatura, esta curva indica a que temperatura la muestra tiene el cambio más significativo en la cantidad de masa. Para la muestra analizada a los 375 °C se observa un cambio notable en la pérdida de masa. Cuando la temperatura de la muestra ha alcanzado aproximadamente los 400 °C, ya se ha perdido la mayoría de los enlaces presentes en la resina.

Podemos observar que en el rango de temperatura de los 380 °C a los 520 °C la gráfica presenta una curva muy suave, en esta sección podemos ver la pérdida de los enlaces formados entre la parte orgánica e inorgánica de los componentes de la muestra, lo cual se puede deducir por el comportamiento de la curva. Si observamos el Termograma de la pérdida de masa de la resina en la figura 4.11 y lo cotejamos con el Termograma de la muestra 05, pasando los 400 °C ambas gráficas tienen un comportamiento diferente. En la resina se observa un cambio muy abrupto en la pérdida de masa debido a que sus enlaces no son estables a temperaturas mayores a los 400 °C, mientras que en la muestra 5 al formarse un enlace entre el silicio y el carbono el material adquiere cierta estabilidad térmica que a pesar de comenzar a degradarse lo hace paulatinamente. Este enlace entre el silicio y el carbón es conocido como organosilicon, Xiao Chen, et al [26]; afirma que el enlace se forma por medio de la unión del grupo carboxilo presente en la resina con los OH unidos al silicio.

Se puede observar la presencia de este enlace por la vibración molecular en la banda de  $1180\text{ cm}^{-1}$  aproximadamente. Acorde a la tabla 4.18 podemos saber que del total de la cantidad de la resina que se utilizó para la muestra 05, un 5.32% se ha enlazado con el geopolímero. Cotejando ahora el Termograma de la muestra 05 con el Termograma del FlyAsh podemos observar que en ambas muestras pasando los  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  el comportamiento de la pérdida de masa se presenta en forma de una recta, por lo tanto se deduce que los enlaces perdidos en la zona 3 pertenecen únicamente al geopolímero y en su mayoría son enlaces compuestos por aluminio.

Con el desglose de ambas caracterizaciones se observa que el 20% de los enlaces contenidos en la resina se han perdido y si lo cotejamos con los porcentajes del diseño experimental la muestra 05 contiene 20% de resina, lo cual indica que se ha perdido la masa de la resina por completo y del total de enlaces de geopolímero solo se han perdido un 10%.

De la misma manera que se hizo para la muestra 05 se analizaron las siguientes ocho muestras. La muestra 07 y 15 registraron una pérdida de masa del 28% y la cuarta muestra en perder menos masa es la 13. El contenido de resina en las cuatro muestras ha sido el mismo, sin embargo hay algunas diferencias por remarcar. La temperatura de curado a la cual han sido expuestas las tres primeras muestras (05, 07, 15) fue de  $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ , mientras que la temperatura de curado para la muestra 13 fue de  $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Todas las muestras han perdido por completo el porcentaje de resina empleado para la síntesis, excepto por la muestra 13 0.06%. Las cuatro muestras tiene un porcentaje de enlaces entre la parte orgánica e inorgánica en un rango del 11% al 14%. La muestra 05 tiene el menor porcentaje de enlaces, por esa razón tiene la menor degradación de masa de todas las muestras. En cuanto a las 5 muestras restantes la pérdida de masa es mucho mayor debido a que la proporción de geopolímero – resina es la misma, los porcentajes están en un rango de 47% a 55% que coinciden con la cantidad de resina utilizada para la síntesis. Los porcentajes de enlace entre la parte orgánica e inorgánica de las muestras están por debajo de 10 %, excepto la muestra 14.

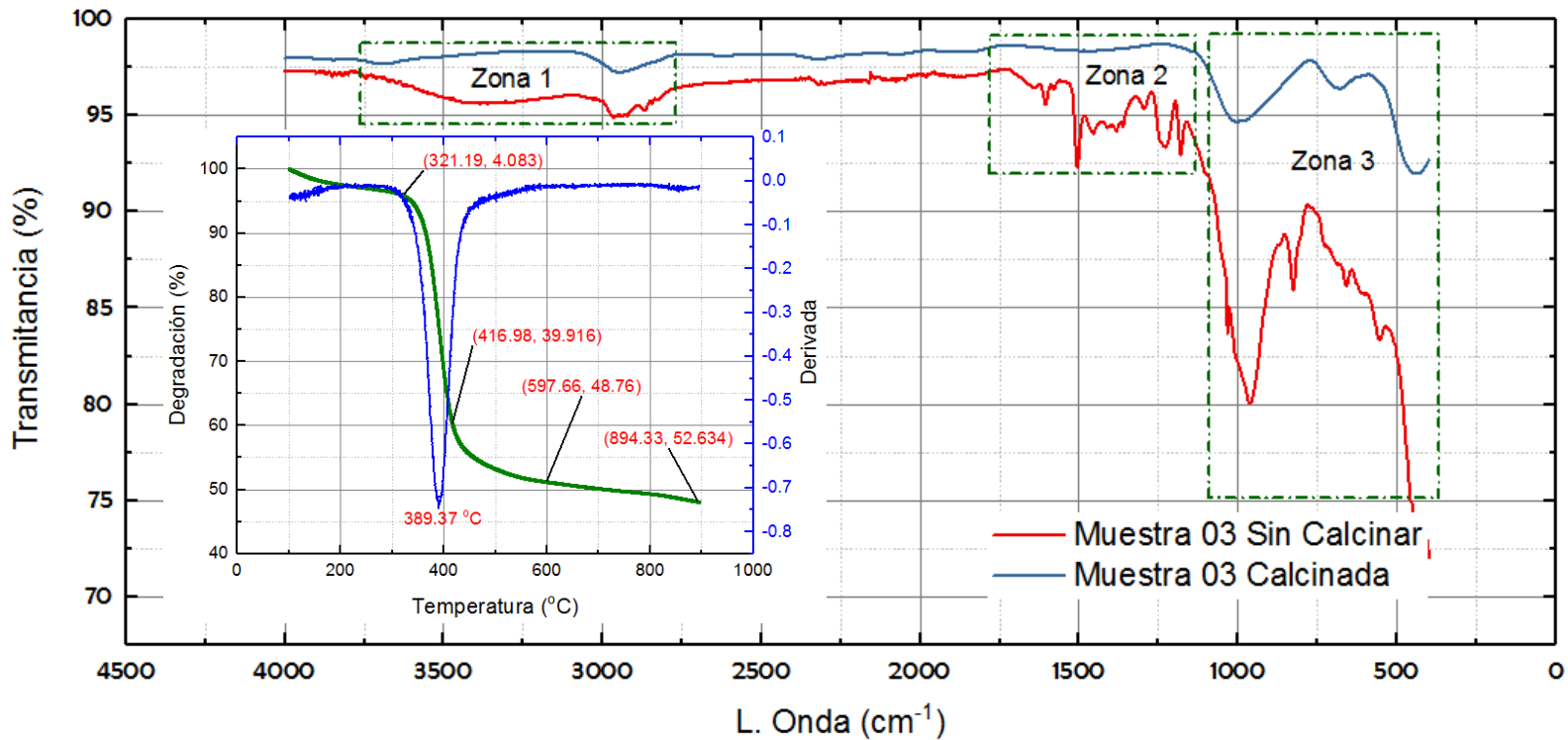


Figura 4.21 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 03

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-321.19	4.083	H-O-H	1
321.19-416.98	35.833	CH2	1
		C=N	2
		C=C	
416.98-597.66	8.844	C-O	2
		Si-O-C	
597.66-894.33	3.874	Si-O-Al	2
		Si-O	3
		T-O-Si	
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	50%	48.76%	1.24%
Geopolímero	50%	12.71%	37.29%
Temperatura	65 °C		

Tabla 4.19 – Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 03

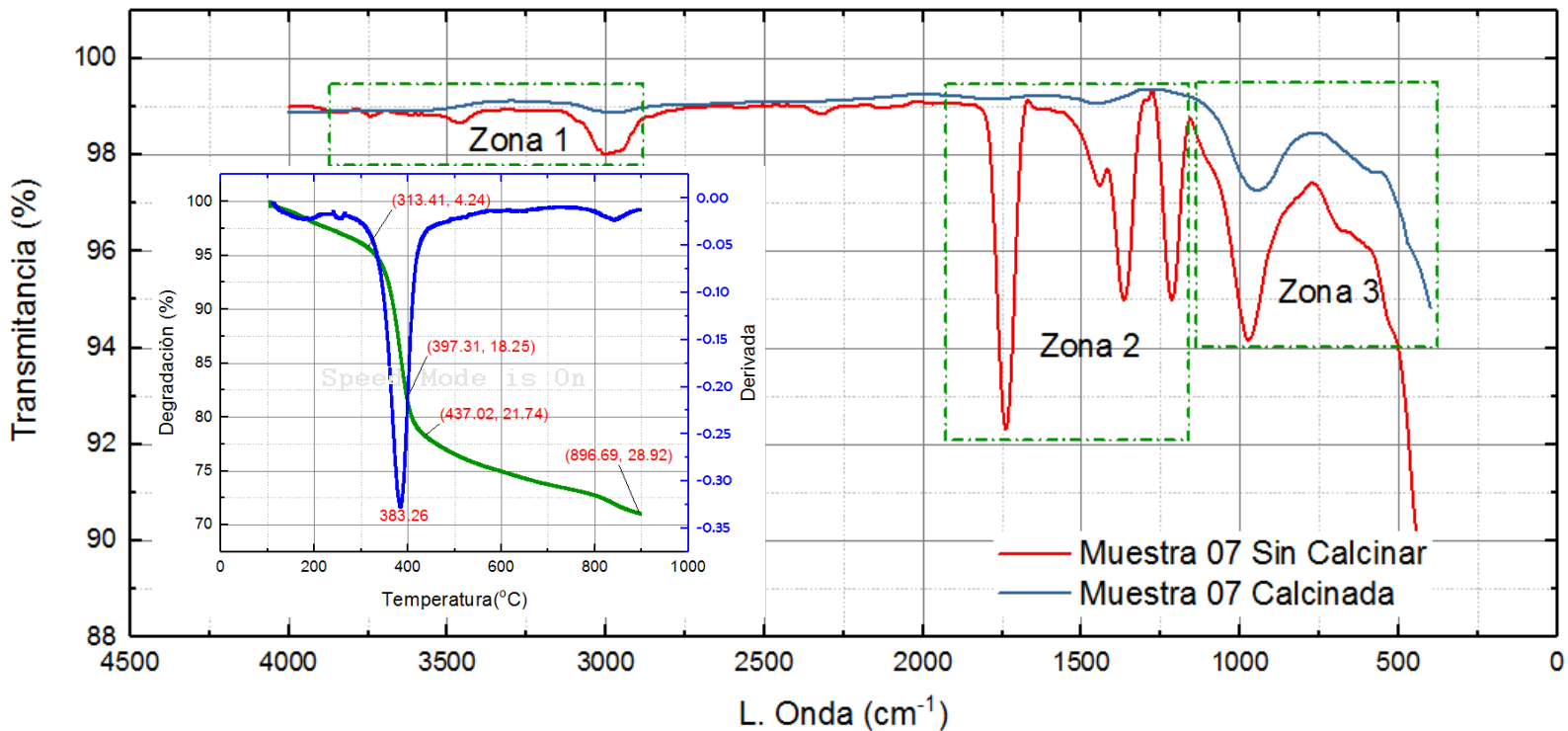


Figura 4.22 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestras 07

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-313.41	4.24	O-H-O	1
313.41-402.01	14.01	CH <sub>2</sub>	1
		C=O	2
		C=N	
		C-O	
402.01-439.04	3.49	Si-O-C	2
439.04-896.69	7.18	Si-O-Al	2
		T-O-Si	3
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	20	20%	0%
Geopolímero	80	8.92%	71.08%
Temperatura	60°C		

Tabla 4.20 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 07

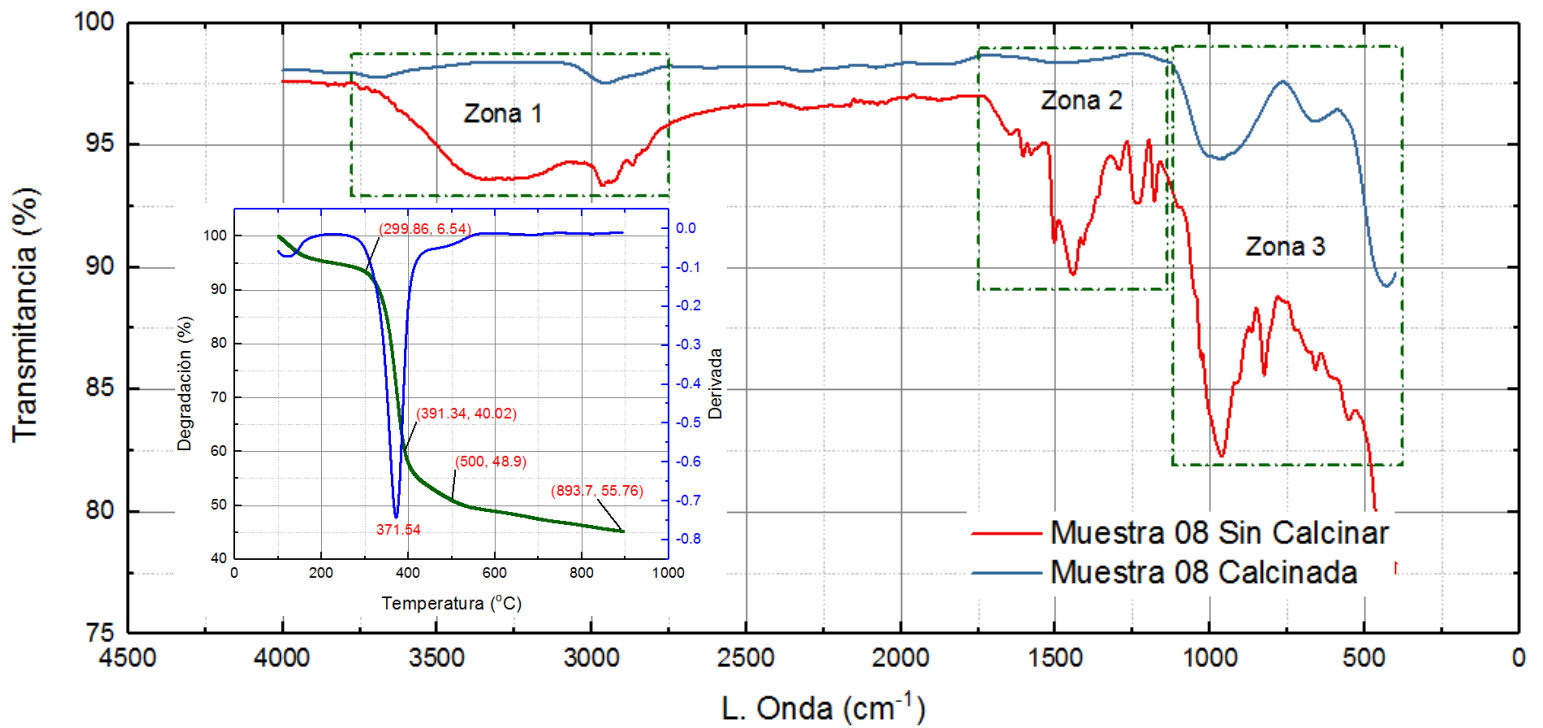


Figura 4.23 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 08

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-299.86	6.54	H-O-H	1
299.86-391.34	33.48	CH <sub>2</sub>	1
		C=N	2
		C=C	
391.34-500	8.88	C-O	2
		Si-O-C	
500-893.7	6.86	Si-O-Al	2
		Si-O	
		T-O-Si	3
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	50%	48.9%	1.1%
Geopolímero	50%	15.74%	34.26%
Temperatura	60 °C		

Tabla 4.21 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 08

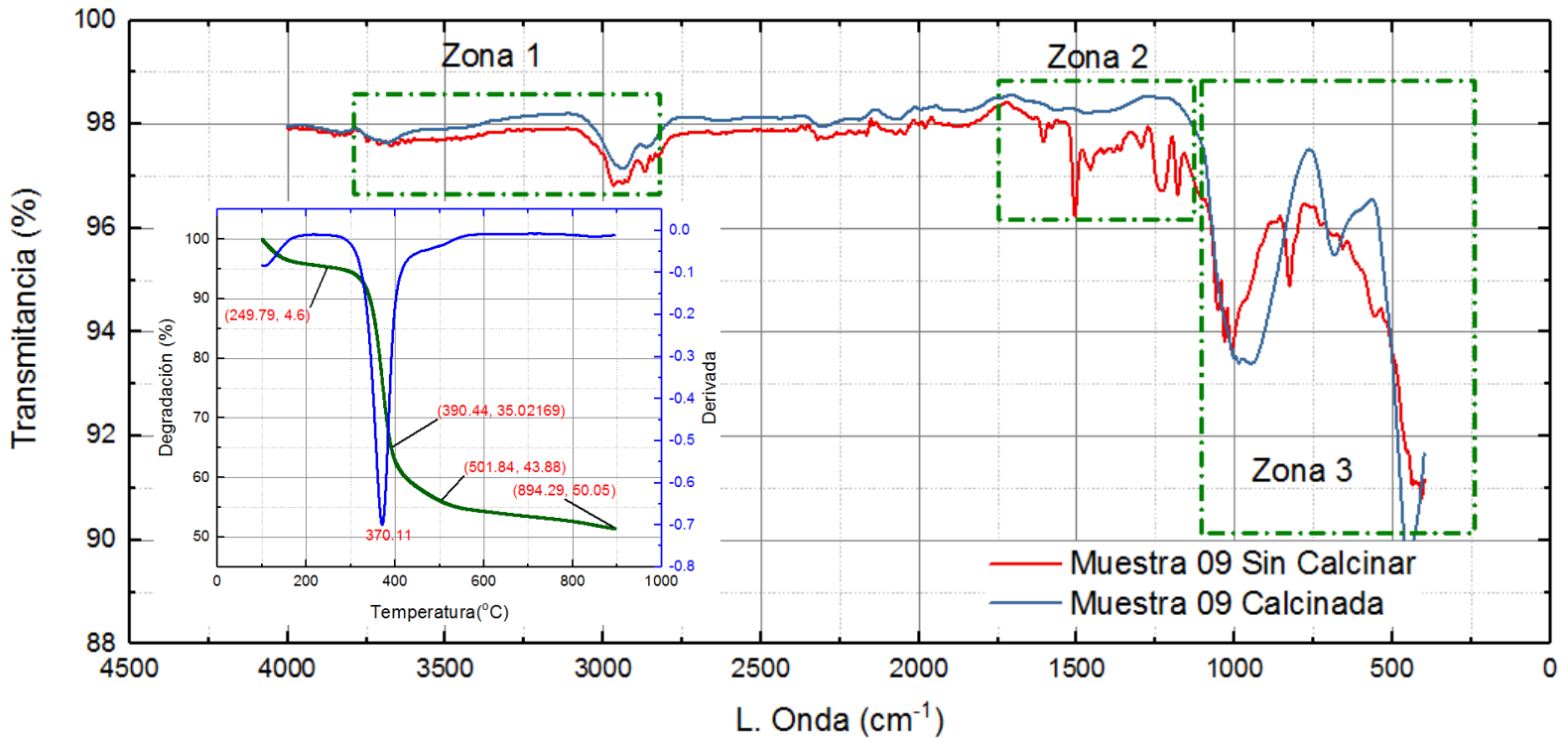


Figura 4.24 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 09

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-249.79	4.6	H-O-H	1
249.79-390.4	30.42	CH2	1
		C=N	2
		C=C	
390.4-501.84	8.85	Si-O-C	2
510.84-894.29	6.17	Si-O	3
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	50%	43.87%	6.13%
Geopolímero	50%	15.02%	34.98%
Temperatura	60 °C		

Tabla 4.22 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 09

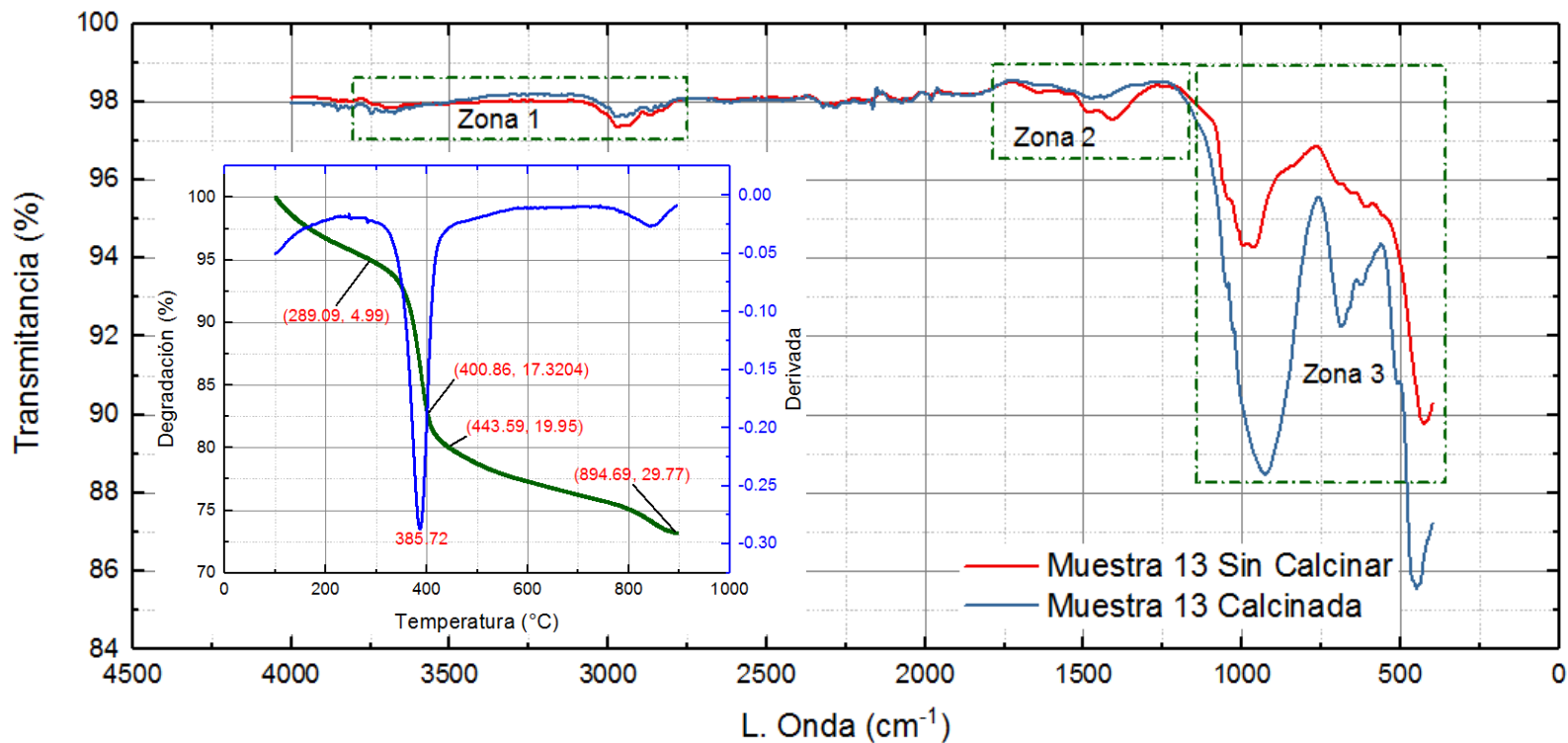


Figura 4.25 – Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 13

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-289.09	4.99	H-O-H	1
289.09-400.8	12.33	CH2	1
		C=N	2
		C=C	
400.8-443.59	2.62	C-O	2
443.95-894.6	9.82	Si-O-C	3
		Si-O	
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	20%	19.94%	0.06%
Geopolímero	80%	12.44%	67.56%
Temperatura	100		

Tabla 4.23 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 13

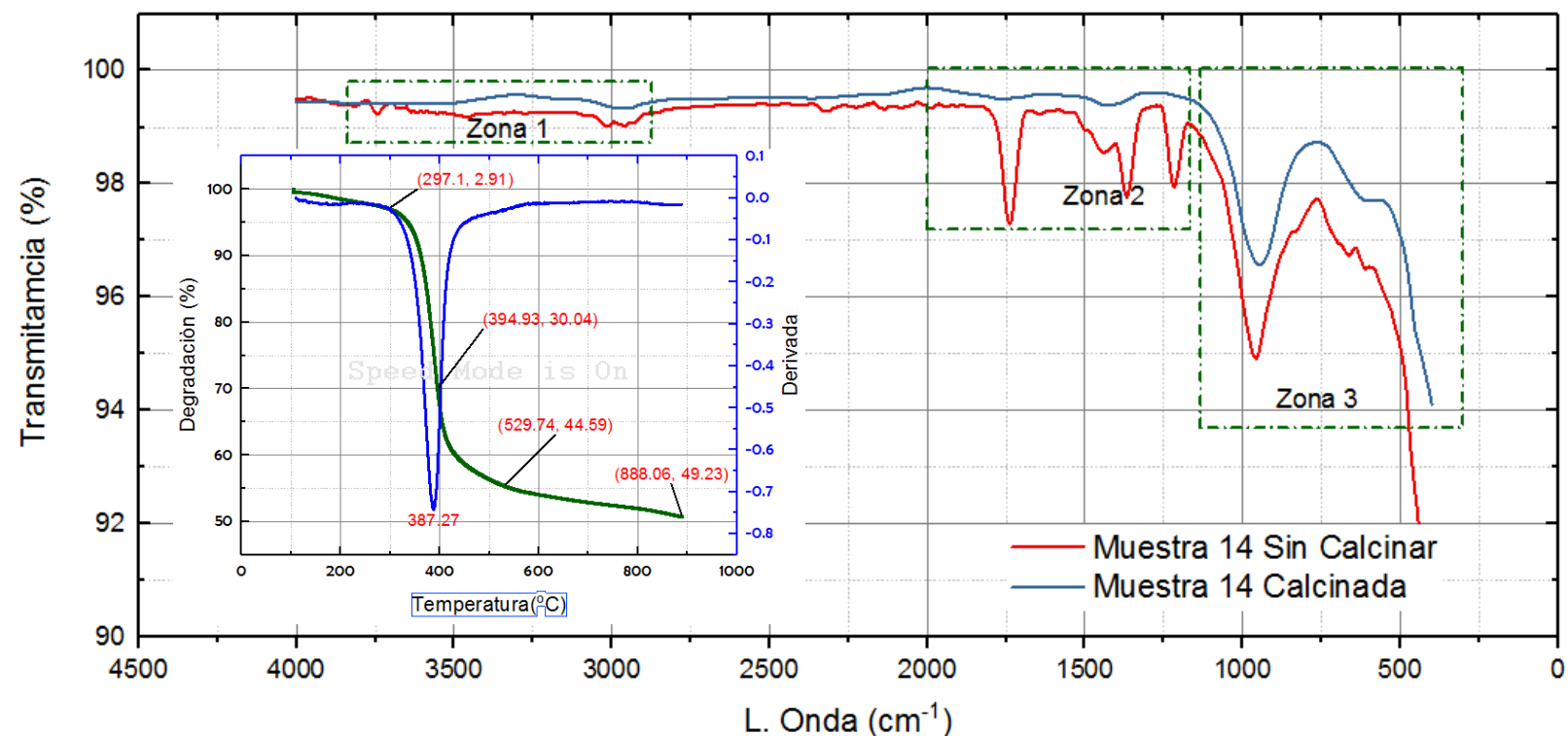


Figura 4.26 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 14

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-297.1	2.91	H-O-H	1
297.1-394.93	27.13	CH <sub>2</sub>	1
		C=O	2
		Si-O-Al	2
		C=N	2
394.93-529.7	14.55	Si-O-C	2
529.74	4.64	Si-O	3
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	50%	44.59%	5.41%
Geopolímero	50%	19.19%	30.81%
Temperatura	60 °C		

Tabla 4.24 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 14



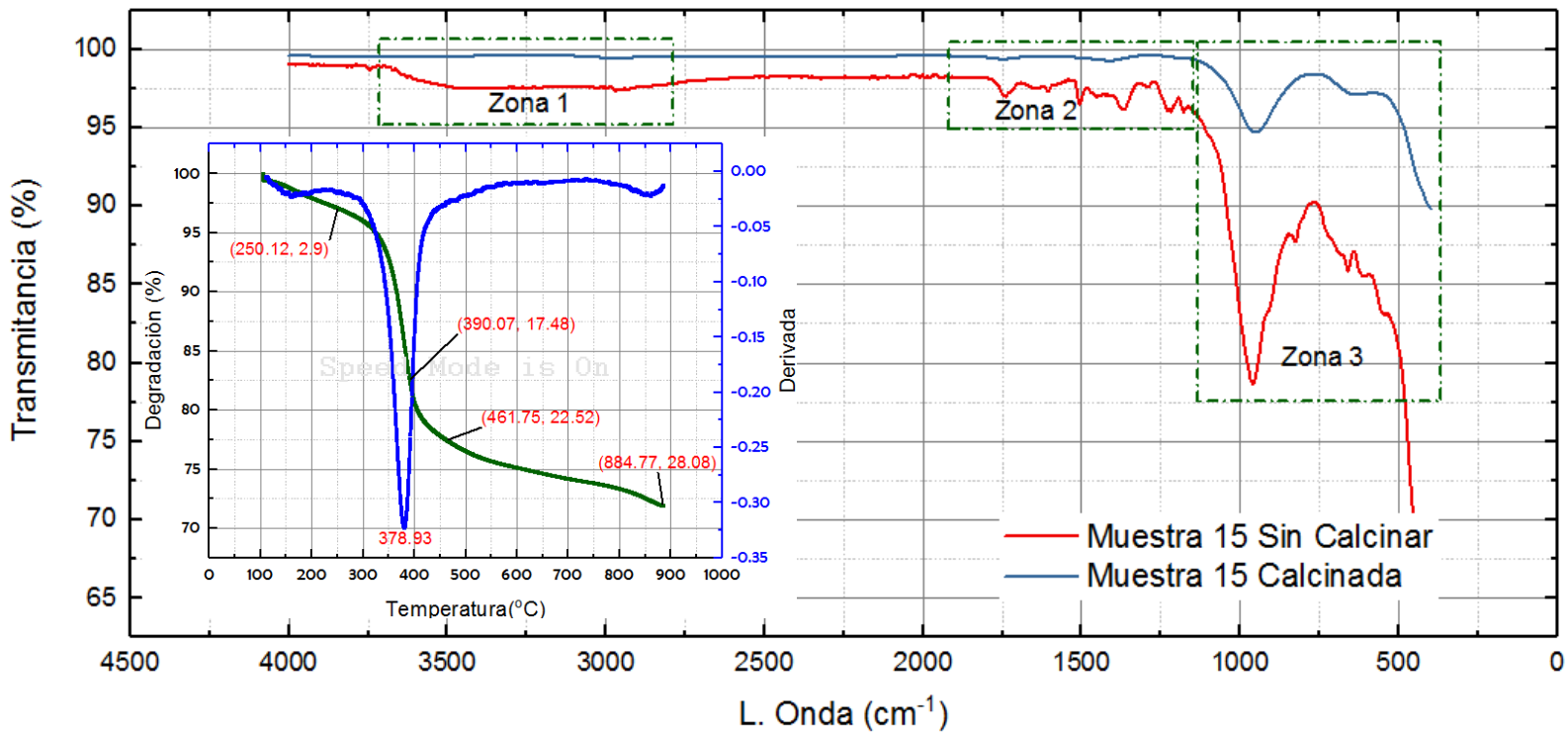


Figura 4.27 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 15

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-250.12	2.9	H-O-H	1
250.12-390.07	14.58	C=O	2
		C=C	
		C-O	
390.07-461.75	5.04	Si-O-C	2
461.75-884.77	5.56	T-O-Si	3
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	20%	20%	0%
Geopolímero	80%	8.08	71.92%
Temperatura	60 °C		

Tabla 4.25 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 15

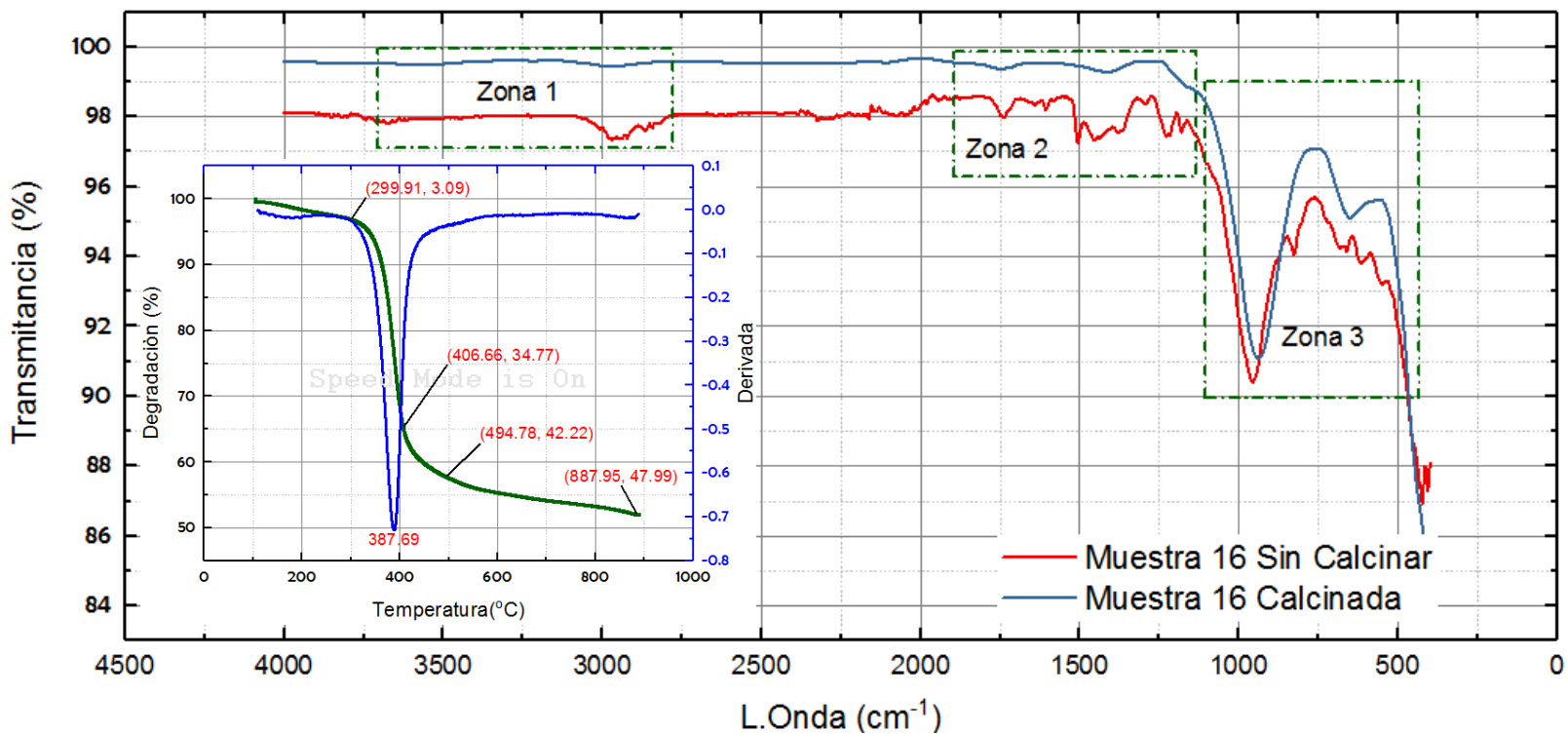


Figura 4.28 - Curvas de caracterización por TGA y FTIR para la muestra 16

T. (°C)	D. (%)	Enlace	Zona
100-299.91	3.09	H-O-H	1
299.91-406.66	31.68	CH2	1
		C=O	2
		C=C	
406.66-494.78	7.45	Si-O-C	2
494.78-887.95	5.77	T-O-Si	3
		Si-O-Al	
		Si-O-Si	

Diseño de Experimentos		Análisis TGA/FTIR	
		Degradación	Conservación
Resina	50%	42.22%	7.78%
Geopolímero	50%	13.22%	36.78%
Temperatura	100°C		

Tabla 4.26 - Correlación de caracterización y D. experimental de la muestra 16

### 4.3 Fase III : Síntesis de geopolímeros reforzados con fibras

#### 4.3.1 Proceso de síntesis de las muestras

De acuerdo a resultados reportados en la literatura [31] y a los obtenidos en la etapa II del proyecto, se optó por utilizar una concentración molar de 14M para realizar la síntesis de geopolímeros ya que a esta concentración se observan resultados favorables en relación a la pérdida de masa y resistencia a la compresión. Para la etapa III se sintetizaron dos grupos de muestras, cada uno compuesto por 4 tipos de mezclas utilizando la misma proporción: Geopolímero, Geopolímero / fibra de vidrio, Geopolímero / resina epóxica, y Geopolímero / fibra de vidrio / resina epóxica. La única diferencia entre los dos grupos es la temperatura de curado, el primer grupo fue curado a una temperatura de 85 °C durante 24 h y el segundo fue curado a 65 °C por 5 días. Para ambos grupos se realizaron pruebas de compresión, pérdida de masa, FTIR, XRD y absorción de agua. El objetivo de esta etapa es determinar si hay una diferencia significativa en los resultados de las pruebas físicas y químicas de las muestras que contienen únicamente geopolímero con los otros tres tipos de mezclas. En la siguiente tabla se muestra la formulación para cada tipo de muestra.

	Formulación
Geopolímero	NaOH 14M
Geopolímero, Fibra de Vidrio	NaOH 14M / 5% Fibra de Vidrio
Geopolymer, Resina Epóxica	NaOH 14M / 15% Resina Epóxica
Geopolímero, Fibra de Vidrio Resina Epóxica	NaOH 14M / 5% Fibra de Vidrio / 15% Resina Epóxica

**Tabla 4.27 – Concentración para cada muestra**

Para la síntesis de las muestras se utilizaron moldes de caucho de silicón, los cuales se muestran en la figura 4.28



**Figura 4.29 – Moldes para la síntesis de muestras**

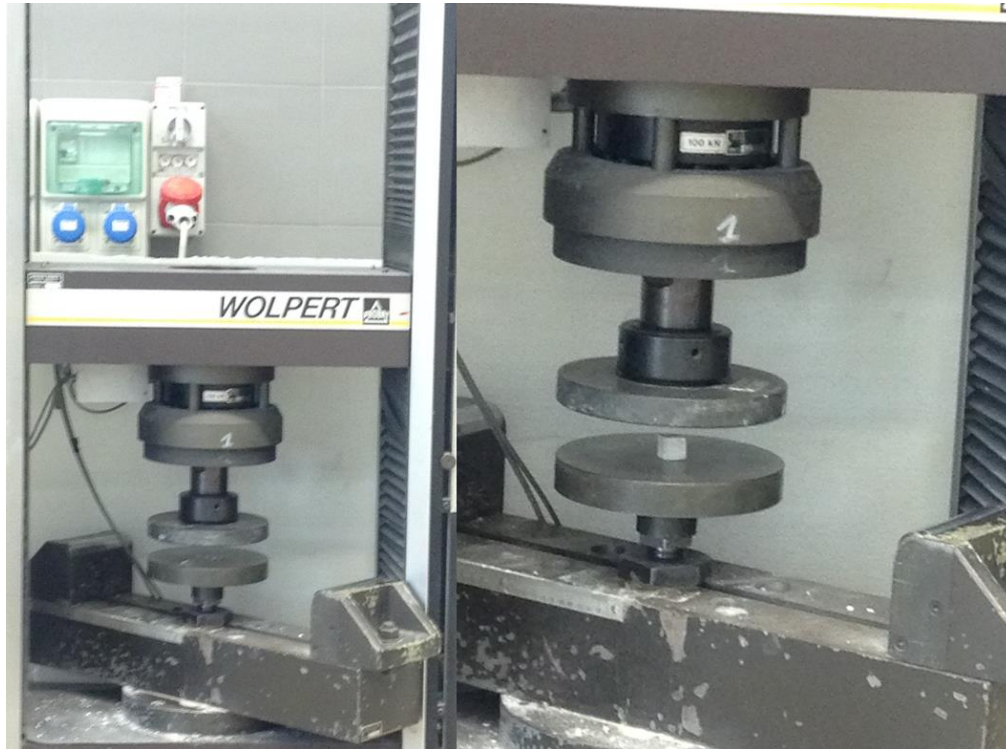
Para cada tipo de formulación se fabricó un molde con cinco cavidades para ser cubiertos por la mezcla. Se fabricaron un total de 40 especímenes: 20 para cada proceso de curado con cinco muestras para cada una de las diferentes concentraciones. Las dimensiones de cada espécimen son cubos de 20 mm de arista, las cuales se obtuvieron de investigaciones previas donde reportan haber realizado pruebas de compresión a muestras de Fly-Ash [32]. En la figura 4.29 se observan las muestras después de ser sometidas al proceso de curado. Se utilizaron tres muestras por cada mezcla para ser sometidas a pruebas de compresión, los residuos fueron utilizados para los análisis de FTIR y pérdida de masa por temperatura. Las muestras restantes se utilizaron para pruebas de absorción de agua y difracción de rayos X.



**Figura 4.30 – Muestras después del proceso de curado**

### 4.3.2 Pruebas de compresión

Las pruebas de compresión se llevaron a cabo en una máquina universal de la marca Wilson Wolpert® con un avance de 25 mm/min. En la figura posterior se observa la máquina utilizada para los ensayos.



**Figura 4.31 – Ensayo de compresión para las muestras**

La prueba consiste en aplicar una carga perpendicular a una de las caras de la muestra hasta que esta ceda a un determinado peso. Para cada tipo de muestra se realizaron 3 ensayos de compresión con el objetivo de detectar si hay alguna variación entre los valores arrojados en cada prueba. Se realizaron un total de 24 ensayos de compresión, en la tabla que se muestra a continuación se observa a detalle los resultados de cada prueba.

		ID de la Muestra	Longitud de la superficie (mm)		Carga (kN)	Esfuerzo de Compresión (MPa)	Desviación Estándar (MPa)	Promedio (MPa)
24 h en el horno 85°C	Geopolímero	A.1	18.55	18.6	2.51	7.27472973	0.50939438	6.55440699
		A.2	19.5	19.4	2.34	6.18556701		
		A.3	18.5	18.3	2.1	6.20292424		
	Geopolímero Fibra de Vidrio	B.1	19.26	18.2	3.52	10.0418792	1.41869915	8.06861665
		B.2	19.63	18.39	2.67	7.396209983		
		B.3	19.12	19.32	2.5	6.76776077		
	Geopolímero Resina Epóxica	C.1	19.58	19.34	2.43	6.41707502	0.48475952	6.04781771
		C.2	19.19	19.49	2.38	6.36341347		
		C.3	19.49	19.23	2.01	5.36296465		
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	D.1	19.13	19.58	3.69	9.85141714	1.76219523	9.07104992
		D.2	18.83	19.45	3.93	10.7305659		
		D.3	19.13	19.55	2.48	6.63116675		
5 días en el horno a 65°C	Geopolímero	E.1	19.8	19.37	2.5	6.51846289	1.66356463	8.36735271
		E.2	19.33	19.17	3.91	10.5517086		
		E.3	20.4	19.53	3.2	8.03188659		
	Geopolímero Fibra de Vidrio	F.1	19.06	19.4	5.27	14.25233392	0.0989	14.3339532
		F.2	19.04	18.87	5.2	14.47319786		
		F.3	19.26	19.25	3.81	14.27632803		
	Geopolímero Resina Epóxica	G.1	19.23	19.99	2.21	5.749104401	0.32996232	5.38469717
		G.2	19.06	19.14	1.99	5.454918253		
		G.3	19.2	19.36	1.84	4.950068871		
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	H.1	19.24	19.91	3.03	7.90981454	0.20300335	8.11736885
		H.2	19.62	19.19	3.16	8.39292041		
		H.3	19.81	19.19	3.06	8.04937158		

**Tabla 4.28 – Resultados obtenidos de las pruebas de compresión**

En la tabla 4.28 se observan los resultados de las pruebas de compresión para cada una de las mezclas de los dos procesos de curado. En relación al geopolímero y al geopolímero reforzado con fibra de vidrio encontramos que los valores más altos se obtienen cuando las muestras son expuestas durante cinco días a 65 °C. Comparando en ambos tratamientos térmicos el geopolímero con resina epóxica y la mezcla de los tres componentes, se observa que aunque la diferencia es poco menos de 1 MPa, los valores más altos se obtienen en las muestras con un proceso de curado a 85 °C durante 24 h. En este caso se podría decir que el proceso de curado al que son sometidas las muestras no influye de manera significativamente en términos de resistencia a la compresión, ya que la diferencia entre los resultados de ambos tratamientos térmicos es mínima. En el

caso de las muestras de geopolímero y geopolímero reforzado con fibras la diferencia entre los resultados de los tratamientos térmicos si es significativa, en los valores registrados para el tratamiento a 65 °C tenemos una diferencia de 5 MPa en las muestras donde se utilizan fibras y en la muestra sin fibras la diferencia es de 2 MPa. Finalmente comparando los resultados de los 24 ensayos de compresión, los valores más altos se registraron en las muestras de geopolímero reforzado con fibras y curadas con un tratamiento térmico de 65 °C durante 5 días. Los resultados muestran que a una temperatura baja durante un tiempo prolongado se puede obtener una mejor cohesión entre la matriz geopolimérica y el refuerzo de fibra de vidrio, reflejando mejores resultados en las pruebas de compresión.

#### **4.3.3 Prueba de absorción de agua**

Debido a que los materiales utilizados en la industria aeronáutica están sometidos a diversas condiciones atmosféricas como la humedad, es necesario calcular el porcentaje de absorción de agua, ya que esta promueve la degradación del material y aumenta la porosidad.

Para la prueba de absorción de agua se tomó una muestra de cada tipo de composición y se dejó en el horno durante una hora a una temperatura de 85 °C, con el objetivo de retirar la humedad que hayan absorbido las muestras y realizar una mejor medición. Después de retirar la humedad se midió la masa de cada espécimen y se colocaron las muestras en un recipiente con agua. Las muestras se dejaron en el agua por un periodo de 24 h para finalmente medir la masa y calcular la cantidad de agua absorbida. En la tabla 4.29 se pueden ver los porcentajes de absorción de agua para cada muestra, como se observa la cantidad de agua varía de 17% a 22%. En los resultados no se observa un cambio significativo en la cantidad de agua que está absorbiendo cada muestra, por lo tanto se puede afirmar que el porcentaje de agua no está ligado al proceso de curado.



Figura 4.32 – Muestras inmersas en agua

		ID de la Muestra	Masa después del horno (g)	Promedio (g)	Desviación Estandar (g)	Masa después del agua (g)	Promedio (g)	Desviación Estandar (g)	Absorción de agua (%)
24 h en el horno 85°C	Geopolímero	A	9.4 9.36 9.37	9.37666667	0.01699673	11.38 11.35 11.35	11.36	0.01414214	21.1517952
	Geopolímero Fibra de Vidrio	B	9.37 9.36 9.37	9.36666667	0.00471405	11.38 11.33 11.34	11.35	0.02160247	21.1743772
	Geopolímero Resina Epóxica	C	9.72 9.7 9.72	9.71333333	0.00942809	11.6 11.62 11.6	11.6066667	0.00942809	19.4921071
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	D	9.7 9.71 9.72	9.71	0.00816497	11.53 11.5 11.48	11.5033333	0.02054805	18.4689324
5 días en el horno a 65°C	Geopolímero	E	10.05 10.04 10.03	10.04	0.00816497	12.19 12.18 12.15	12.1733333	0.01699673	21.24834
	Geopolímero Fibra de Vidrio	F	10.46 10.46 10.46	10.46	0	12.85 12.83 12.83	12.8366667	0.00942809	22.7214786
	Geopolímero Resina Epóxica	G	10.14 10.15 10.15	10.1466667	0.00471405	11.91 11.9 11.9	11.9033333	0.00471405	17.3127464
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	H	9.43 9.43 9.44	9.43333333	0.00471405	11.32 11.3 11.29	11.3033333	0.01247219	19.8233216

Tabla 4.29 – Porcentajes de absorción de agua



#### 4.3.4 Pérdida de masa por temperatura

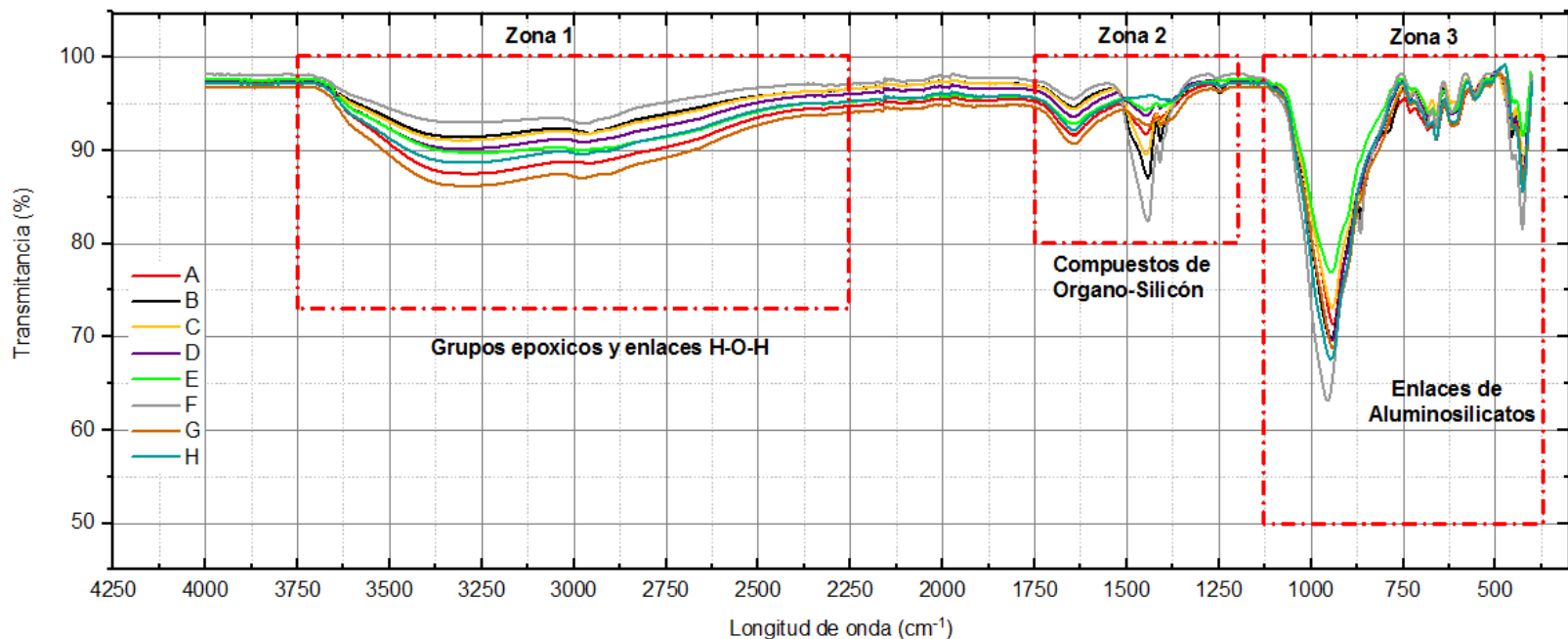
Para extraer la humedad de las muestras se colocaron en el horno durante una hora a 100 °C. Posteriormente se midió la masa en una balanza de precisión y se colocaron las muestras en el horno en un rango de temperatura de 100 °C a 900 °C con un incremento de temperatura de 30 °C por minuto. Finalmente se dejaron enfriar las muestras y se registró la masa. Para ambos tratamientos térmicos la menor pérdida de masa se registró en las muestras que contenían geopolímero y geopolímero con fibras. La muestra que registró menor pérdida de masa fue el geopolímero sometido al proceso de curado de 65 °C. En la tabla 4.30 se observan los resultados de las pruebas.

	ID de la Muestra	Masa antes del horno			Masa después del horno			Pérdida de masa (g)	
		Masa (g)	Promedio (g)	Desviación Estándar	Masa (g)	Promedio (g)	Desviación Estándar		
24 h en el horno 85°C	Geopolímero	A	10.745 10.747 10.749	10.747	0.001632993	9.121 9.121 9.12	9.12066667	0.000471405	15.1329053
	Geopolímero Fibra de Vidrio	B	9.37 9.372 9.373	9.37166667	0.001247219	7.952 7.951 7.951	7.95133333	0.000471405	15.1556109
	Geopolímero Resina Epóxica	C	10.007 10.008 10.008	10.0076667	0.000471405	7.63 7.63 7.628	7.62933333	0.000942809	23.7651134
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	D	10.017 10.018 10.019	10.018	0.000816497	7.732 7.733 7.733	7.73266667	0.000471405	22.8122712
5 días en el horno a 65°C	Geopolímero	E	9.731 9.736 9.735	9.734	0.002160247	8.581 8.581 8.581	8.581	0	11.8450791
	Geopolímero Fibra de Vidrio	F	9.705 9.707 9.709	9.707	0.001632993	8.462 8.461 8.458	8.46033333	0.001699673	12.8429656
	Geopolímero Resina Epóxica	G	11.296 11.298 11.297	11.297	0.000816497	8.002 7.994 7.994	7.99666667	0.003771236	29.2142457
	Geopolímero Fibra de Vidrio Resina Epóxica	H	8.725 8.729 8.729	8.72766667	0.001885618	6.785 6.786 6.785	6.78533333	0.000471405	22.2548982

Tabla 4.30 – Resultados de la pérdida de masa en las muestras

### 4.3.5 Espectroscopia Infrarroja

En los espectros de las muestras antes ser introducidas al horno se pueden identificar tres zonas de análisis: en la primera se encuentran las vibraciones de los enlaces presentes en la resina y enlaces O-H. La zona intermedia del espectro está compuesta por enlaces entre la parte orgánica e inorgánica de la muestras y finalmente en la zona tres se encuentran las vibraciones de los enlaces del geopolímero. En las siguientes figuras se pueden apreciar los espectros de cada zona



**Figura 4.33 – Zonas del espectro infrarrojo de las muestras antes del horno**

En la figura 4.32 se puede ver que los espectros de todas las muestras son parecidos, solo varía un poco la intensidad de la transmitancia. A simple vista se observa en la zona 1 que las muestras B y F contiene menos grupos O-H, las cuales pertenecen a los geopolímeros reforzados con fibras. En la zona 2 las bandas que se encuentran entre la longitud de onda de  $1500\text{ cm}^{-1}$  y  $1400\text{ cm}^{-1}$  son bastante intensas y en la zona 3 los enlaces de aluminosilicatos se pueden distinguir en la longitud de onda de  $900\text{ cm}^{-1}$ . En las siguientes figuras se analiza a detalle cada una de las zonas.

## Zona 1

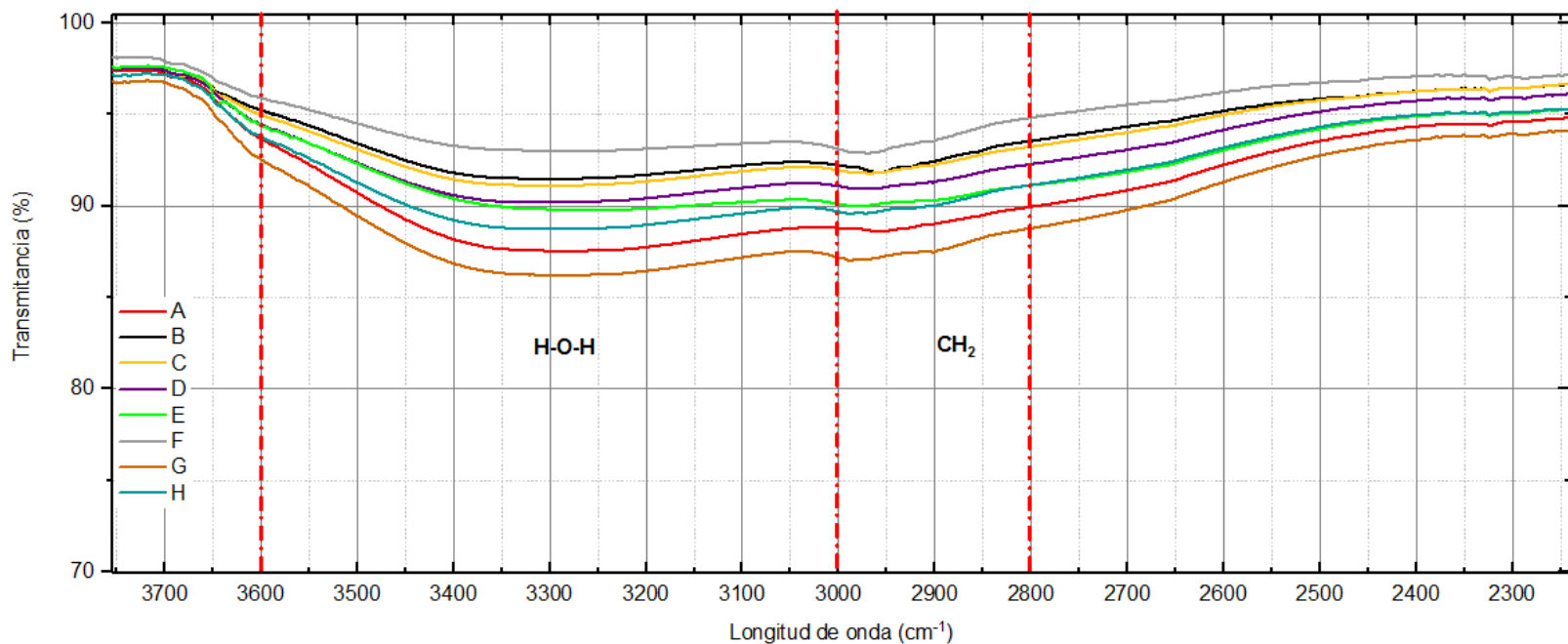


Figura 4.34 – Espectro de la zona 1

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
3600-3000	H-O-H	Variable	Balaceo	A,B,C,D,E,F,G,H	[26]
3000-2800	CH <sub>2</sub>	Débil	Estiramiento simétrico y asimétrico	C,D,G,H	[27]

Tabla 4.31 – Detalles del espectro de la zona 1

Aunque todas las muestras contienen grupos O-H, las bandas menos intensas se encuentran en las muestras que reforzadas con fibra de vidrio. En las muestras que se utilizó resina los enlaces de agua aparecen más intensos en comparación de las demás muestras.

## Zona 2

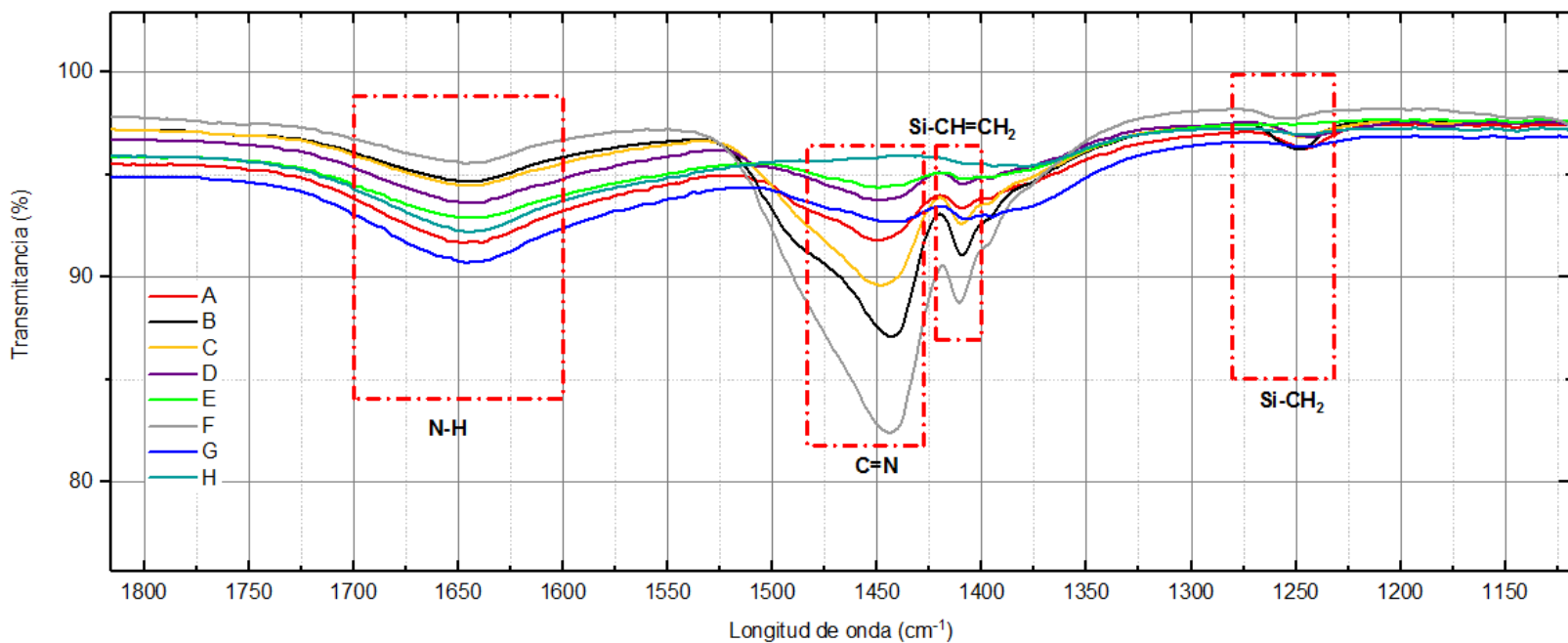


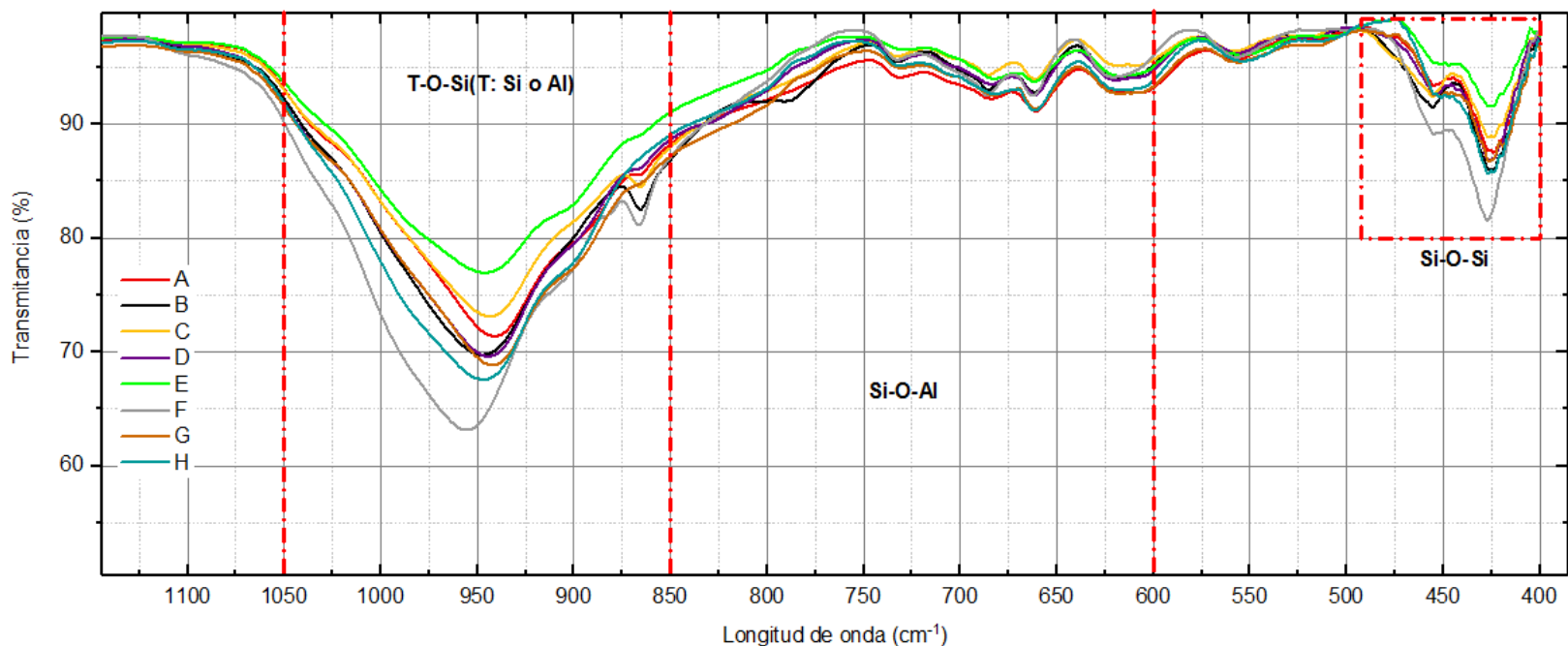
Figura 4.35 – Enlaces en el espectro de la zona 2

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
1650	N-H	Media	Aleteo	C,D,G,H	[28]
1450	C=N	Media	Estiramiento asimétrico	A,B,C,F,G,H	[27]
1410	Si-CH=CH <sub>2</sub>	Variable	Estiramiento asimétrico	B,C,F,G	[33]
1250-1220	Si-CH <sub>2</sub>	Fuerte	Estiramiento asimétrico	A,B,C,D	[33]

Tabla 4.32 – Detalles del espectro de la zona 2

En el espectro podemos identificar algunos enlaces contenidos en la resina epóxica. En la longitud de onda comprendida entre 1400 cm<sup>-1</sup> y 1250 cm<sup>-1</sup> podemos detectar enlaces entre el silicio y el carbón, posiblemente se trate de enlaces conocidos como organosilicon. El mecanismo de unión se podría dar a través de los OH contenidos en la resina y el geopolímero.

### Zona 3



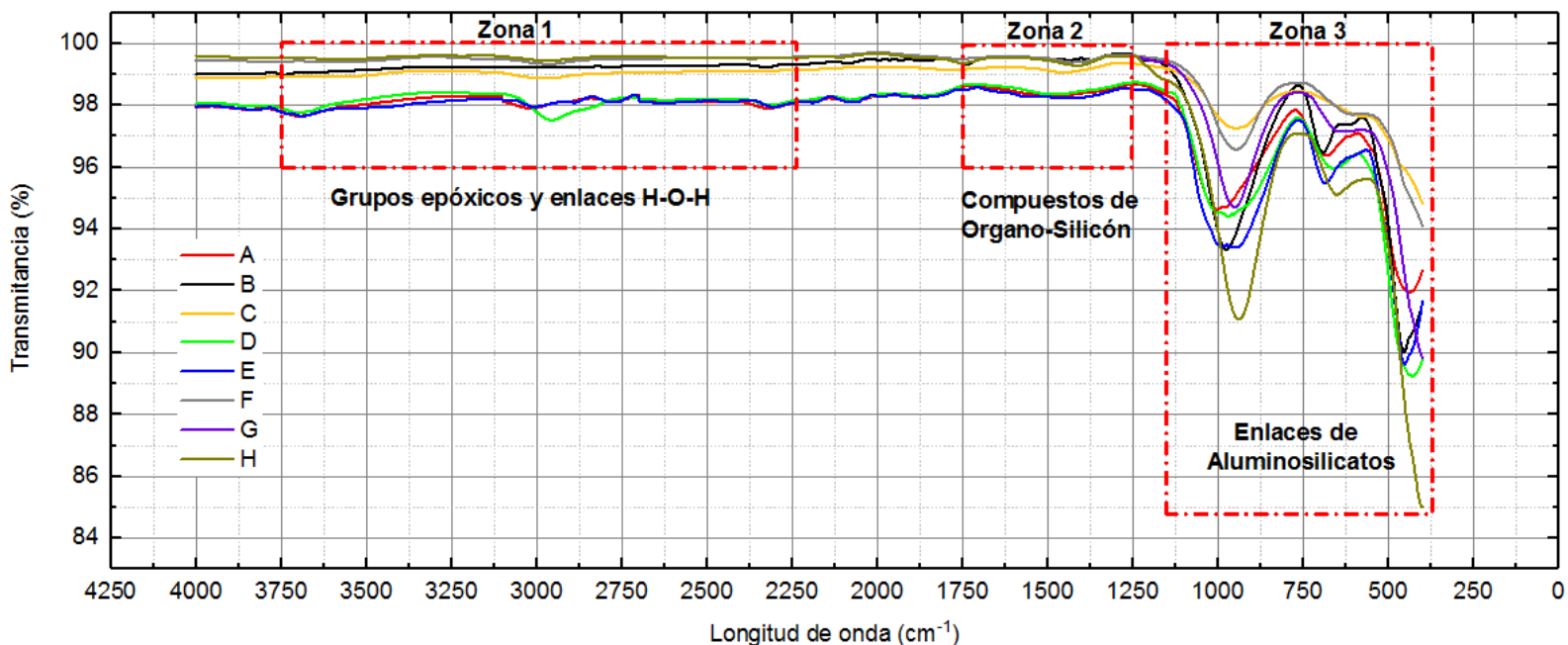
**Figura 4.36 – Enlaces en el espectro de la zona 3**

Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Enlace	Intensidad	Modo vibracional	Muestra	Fuente
1200 - 950	T-O-Si(T: Si o Al)	Fuerte	Estiramiento asimétrico	Todas las muestras	[29]
850 - 600	Si-O-Al	Media	Balanceo	Todas las muestras	[27]
500 - 400	Si-O-Si	Fuerte	Balanceo	Todas las muestras	[30]

**Tabla 4.33 – Detalles del espectro de la zona 3**

En la zona 3 se identifican las vibraciones de las cadenas presentes en los geopolímeros. Como se observa en la figura los espectros de cada muestra prácticamente son los mismos, solo varía un poco intensidad de la transmitancia.

En la figura 4.36 se presentan los espectros de las muestras después ser introducidas en el horno a 900 °C. Se puede observar claramente que los enlaces de las zonas 1 y 2 han desaparecido completamente por acción de la temperatura y solo han permanecido los enlaces de la parte inorgánica de la muestra.



**Figura 4.37 - Zonas del espectro infrarrojo de las muestras después del horno**

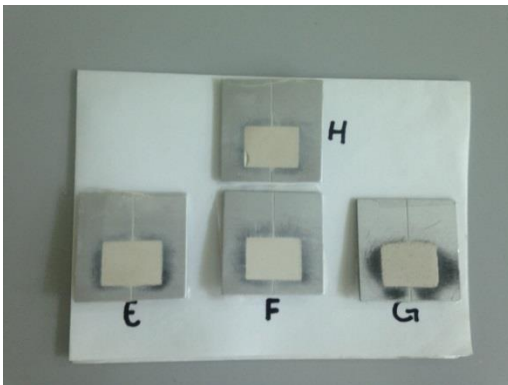
#### **4.3.6 Difracción de rayos X**

Para identificar las fases cristalinas presentes en las muestras se realizaron análisis de difracción de rayos X. Para el análisis se eligieron cuatro muestras de un tratamiento térmico antes ser introducidas al horno y las mismas muestras fueron analizadas después de ser expuestas a 900 °C. Previo a comenzar la prueba se prepararon las muestras triturando cada una hasta obtener un polvo lo suficientemente fino para que esté aglomerado en un porta objetos, en la posterior imagen se observa la muestra cuando es triturada en el mortero.



**Figura 4.38 – Preparación de muestras para análisis de DRX**

Cuando el polvo es lo suficientemente fino el material se coloca en un porta muestras procurando que la superficie este lo más uniforme y compacta posible para obtener resultados precisos al momento de realizar el análisis. En la figura posterior se observan las portas objetos con las muestras ya preparadas.

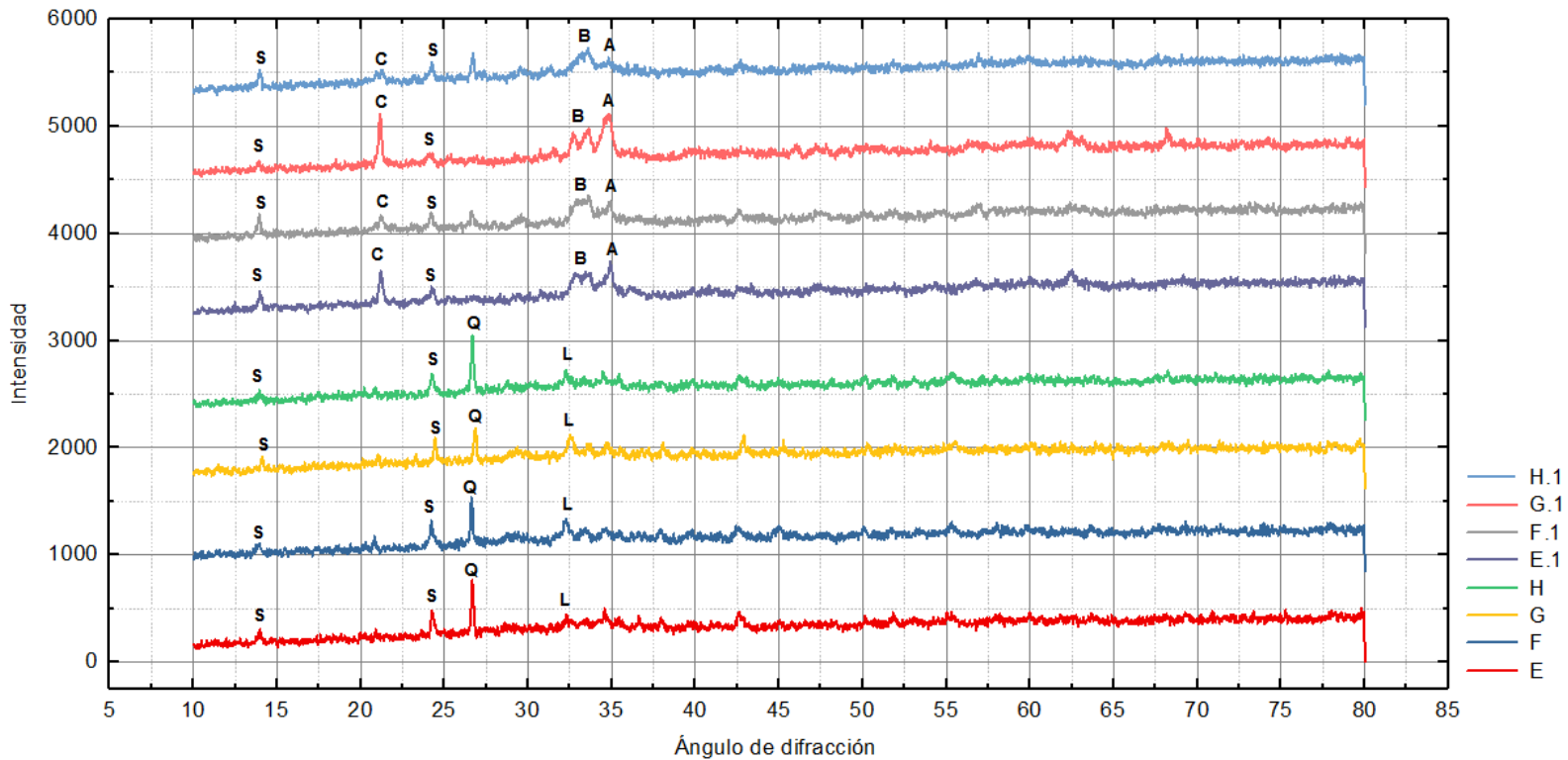


**Figura 4.39 - Porta muestras con el material para el análisis de DRX**



**Figura 4.40 – Muestra colocada en el difractómetro**

Finalmente como se observa en la figura 4.39 se coloca cada muestra en el difractómetro para comenzar con el análisis. En la imagen posterior se observan los espectros de cada una de las muestras y sus picos más representativos. Las muestras con nomenclatura E, F, G y H no fueron introducidas en el horno, mientras que las cuatro restantes fueron tratadas térmicamente.



**Figura 4.41 – Estructuras encontradas en las muestras: S (Sodalita), C (Cuarzo), L (Larnita), Q (Cristobalita), B (Bredigita), A (Almandita)**

Las muestras que no fueron expuestas a un tratamiento térmico (E, F, G, H) presentan picos similares de difracción, se identificaron la presencia de estructuras de sodalita, cuarzo y larnita. Posteriormente las mismas muestras fueron expuestas a un tratamiento térmico y podemos identificar cambios en las estructuras cristalinas: los picos pertenecientes al cuarzo se disociaron y dieron lugar a la cristobalita, mientras que en el lugar de la larnita se encuentran estructuras de bredigita y almandita. La única estructura que se conserva después de la exposición a la temperatura es la sodalita, la cual se puede identificar en los cuatro espectros.



## Estructuras antes del tratamiento térmico

### Sodalita

La sodalita es un silicato perteneciente al grupo de los Tectosilicatos con fórmula química  $\text{Na}_8 (\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}) \text{Cl}_2$ , podemos identificar que esta estructura está presente en las muestras antes y después de ser expuestas a la temperatura. J. Luo, et al [34], han estudiado la aparición de estructuras cristalinas de sodalita en la síntesis de geopolímeros base Fly-Ash. Dentro de la sodalita existen tres tipos: sodalita ( $\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Cl}_2$ ), nosean ( $\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{SO}_4$ ), y hauyne ( $(\text{Na},\text{Ca})_{4-8} \text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{SO}_4,\text{S})_{1-2}$ ). Cada una de las tres estructuras se obtiene a diferentes temperaturas, por lo tanto se podría afirmar que las muestras después del tratamiento térmico sufren un cambio de fase cristalina y por esa razón la sodalita se mantiene [35]. En la siguiente figura se muestra la estructura cristalina de la sodalita.

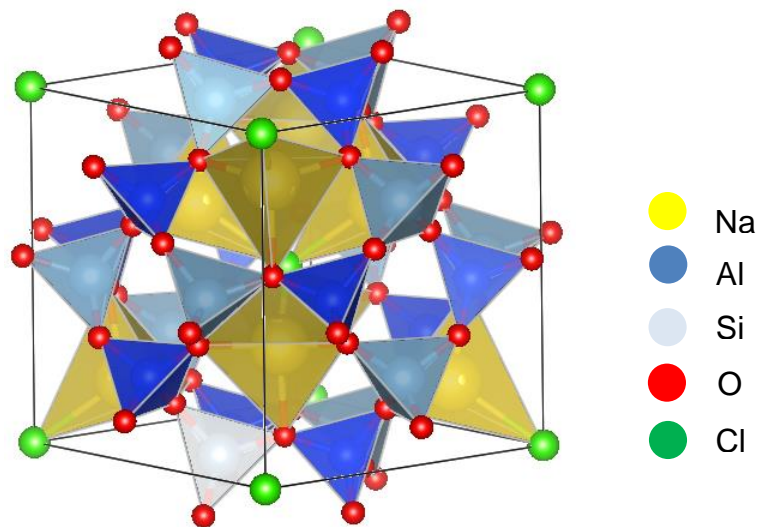
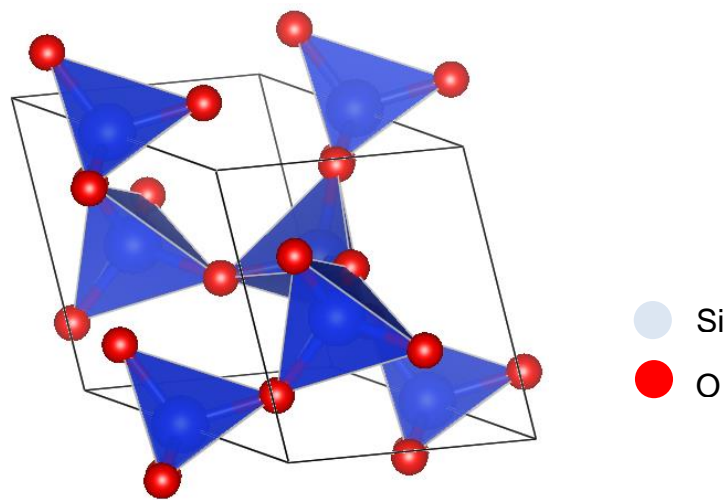


Figura 4.42 – Estructura cristalina de la Sodalita

## Cuarzo

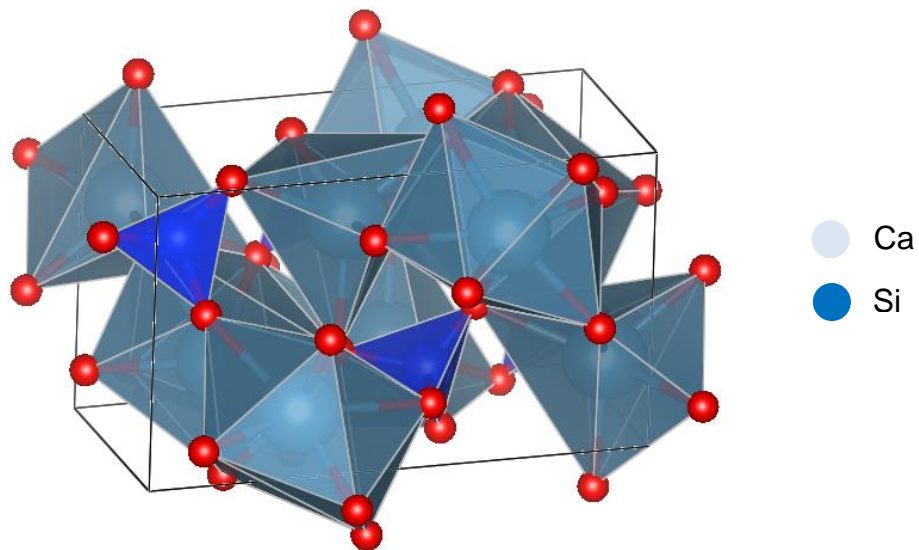
El cuarzo es un mineral compuesto de óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) que se encuentra en gran parte de la corteza terrestre. Es una estructura cristalina muy común en la síntesis de geopolímeros, algunas investigaciones han estudiado la relación entre la resistencia a la compresión de los geopolímeros y la formación de cuarzo en su estructura cristalina [36]. El cuarzo puede presentar distintos tipos según a la temperatura que haya sido expuesto, en la siguiente figura se muestra la estructura cristalina del cuarzo.



**Figura 4.43 – Estructura cristalina del cuarzo**

## Larnita

La larnita o también conocida como berlita es un mineral de silicato de calcio con fórmula química  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ , este tipo de estructura cristalina se forma comúnmente en geopolímeros donde la fuente de aluminosilicato contiene alto contenido de calcio [37]. Este tipo de temperatura es estable en un rango de temperatura de  $520\text{ }^\circ\text{C}$  a  $670\text{ }^\circ\text{C}$  [38], posiblemente la estructura se haya disociado después de someter los materiales a  $900\text{ }^\circ\text{C}$ . En la siguiente figura se puede ver la estructura cristalina de la larnita.

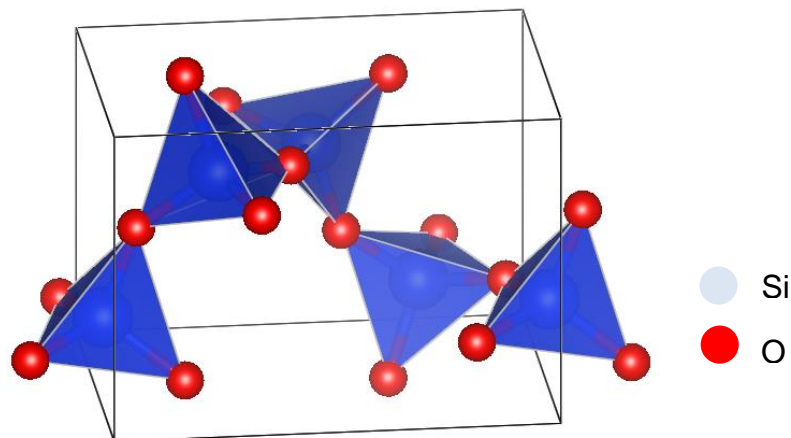


**Figura 4.44 – Estructura cristalina de la larnita**

### **Estructuras antes del tratamiento térmico**

#### **Cristobalita**

La cristobalita es un mineral que pertenece a la clase de los minerales óxidos con fórmula química  $\text{SiO}_2$ . La cristobalita es estable por encima de los  $1470\text{ }^\circ\text{C}$  hasta llegar a su punto de fusión en  $1700\text{ }^\circ\text{C}$  aproximadamente [39]. La cristobalita es una transición de fase del cuarzo que ocurre a los  $800\text{ }^\circ\text{C}$ , la cual es una transformación reconstructiva que se da lenta en un estado meta estable con rotura de enlaces y nueva reconstrucción de las estructuras. En la siguiente figura se muestra la estructura cristalina de la cristobalita.



**Figura 4.45 – Estructura cristalina de cristobalita**

## Bredigita

La bredigita es un mineral de silicato de calcio que ha sufrido una hidratación para convertirse en un gel, su fórmula química es  $\text{Ca}_7\text{Mg}(\text{SiO}_4)_4$ . Este mineral es una transformación de fase de la larnita, la cual se puede dar a temperaturas menores a los 900 °C. La bredigita reporta una estabilidad térmica en aproximadamente los 1300 °C [40]. En la posterior figura se muestra la estructura cristalina de este mineral.

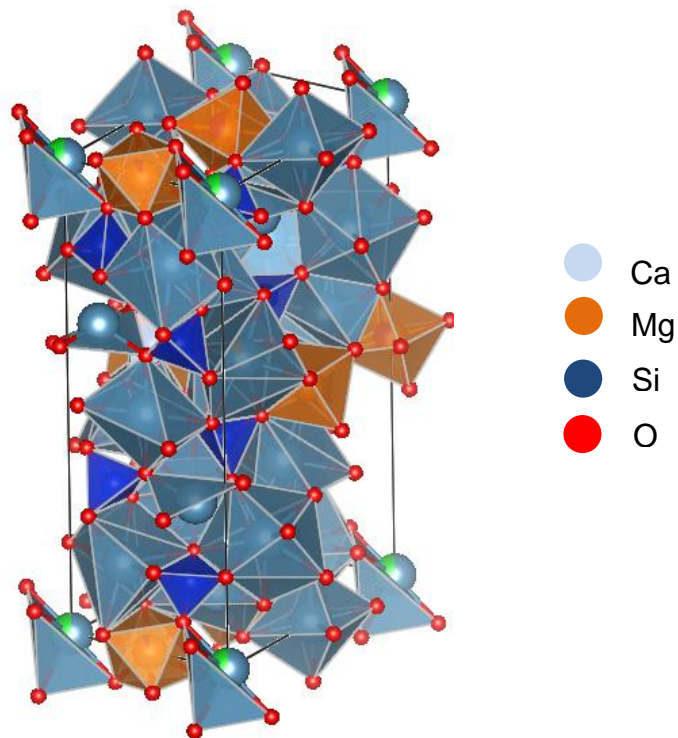
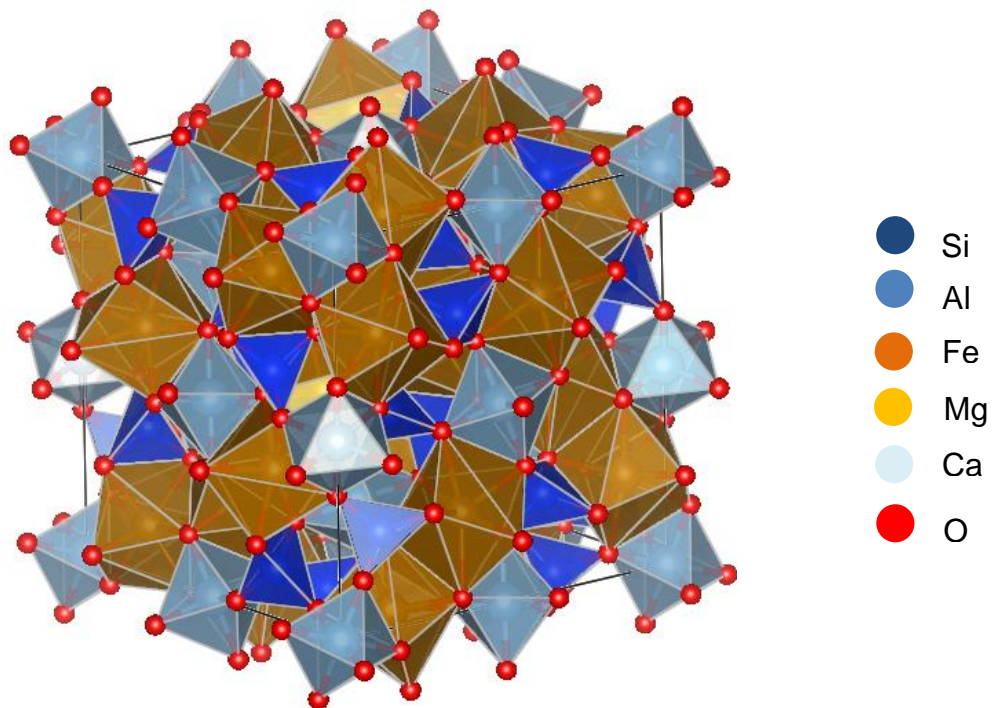


Figura 4.46 – Estructura cristalina de la Bredigita

## Almandita

La almandita forma parte de los minerales conocidos como granates, los cuales son un grupo de los silicatos. Estos minerales están formados por tetraedros de  $\text{SiO}_4$  y octaedros de  $\text{AlO}_6$ , los cuales pueden estar unidos a Fe, Mg, Mn o Ca. En el caso de la almandita se encuentran cationes de hierro y su fórmula química es  $\text{Fe}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$  [41]. En la posterior figura se muestra la estructura cristalina de la almandita.



**Figura 4.47 – Estructura cristalina de la almandita**

## **5. CAPÍTULO V: CONCLUSIONES**

## **Conclusiones**

### **Caracterización de la materia prima**

- El Fly-Ash utilizado para la síntesis de geopolímeros presenta una estabilidad térmica aproximadamente en los 700 °C, pasada esta temperatura se observó una pérdida de masa de 1.67 %.
- De acuerdo al EDS se trata de un Fly-Ash clase C debido al alto porcentaje de calcio. Debido a que es un material de desecho se detectaron otros elementos como Fe, Mg y C.
- En la caracterización por espectroscopia infrarroja se observaron en su mayoría vibraciones de enlaces de Si-O, lo cual influye a que el material tenga estabilidad de su masa a elevadas temperaturas como se pudo observar en el análisis termogravimétrico.

### **Diseño de Experimentos**

- En el diseño experimental se evaluaron 5 factores (resina, catalizador, FlyAsh, concentración molar y temperatura) respecto a dos variables de respuesta: ignición y tiempo de curado. De acuerdo al estudio estadístico la resina y el FlyAsh tiene una influencia estadística significativa en la propiedad ignífuga de las muestras, mientras que en el tiempo de curado ninguno de los factores tuvieron una influencia significativa como para considerar que la variación de su concentración este afectando.
- Mediante la espectroscopia infrarroja se observó la existencia de un enlace entre la parte orgánica e inorgánica del material (Si-O-C), a pesar de este enlace la estabilidad térmica del material sufrió un decremento ya que de acuerdo al análisis termogravimétrico las muestras con alto de contenido de resina sufrieron mayor pérdida de masa.
- En la correlación del diseño experimental, termogravimetría y espectroscopia se observó que la mayor pérdida de masa se registró a partir de los 400 °C ya que en esta temperatura se presenta la mayor caída en la termograma del TGA debido a los enlaces presentes en la resina. Del

porcentaje total de cada una de las muestras entre el 5% y el 8% son enlaces de Si-O-C, los cuales comienzan a perderse entre los 500 °C y 550 °C. A partir de los 600 °C comienzan a perderse algunos enlaces de orgánicos.

- Considerando la caracterización a cada una de las muestras se recomienda el uso de un geopolímero compuesto por resina solo en aplicaciones donde la temperatura del entorno es por debajo de los 400 °C.

### **Geopolímero compuesto**

- De acuerdo a los resultados de la etapa dos y a estudios reportados en la literatura, la concentración ideal de NaOH para la síntesis de geopolímeros es de 14M. Por lo cual fue utilizada para las muestras de la etapa tres.
- Debido a que los valores más altos en las pruebas de compresión se registraron en geopolímeros reforzados con fibra de vidrio y tratados con proceso de curado a 65 °C por 5 días, se asume que existe una mejor cohesión entre matriz y refuerzo a temperaturas bajas lo cual se ve reflejado en valores más altos de resistencia a la compresión.
- En las pruebas de pérdida de masa los valores más bajos se registraron en las muestras de geopolímero y geopolímero reforzado tratadas a 65 °C. Aunque el valor más bajo en la pérdida de masa se observó en las muestras que solo contienen geopolímero, la diferencia con el geopolímero reforzado fue de menos de 1%; por lo tanto se asume que la fibra de vidrio incrementa la resistencia a la compresión de los geopolímeros y no afecta significativamente la estabilidad térmica.
- Se pudo observar mediante DRX la presencia de 3 estructuras cristalinas (sodalita, cuarzo y larnita) en las muestras antes de ser sometidas a las pruebas de pérdida de masa. Posterior a la exposición de la temperatura las estructuras cristalinas presentaron transformaciones de fase (cristobalita y bredigita) y apareció una nueva estructura cristalina debido a la existencia de hierro en las muestras (almandita).



## REFERNCIAS

- [1] K. J. MacKenzie, M. E. Smith, A. Wong, J. V. Hanna, B. Barry y M. W. Barsoum, «Were the casing stones of Senefru's Bent Pyramid in Dahshour cast or carved?,» *Materials Letters*, p. 3, 2010.
- [2] J. Davidovits y M. Morris, *The Pyramids: An Enigma Solved*, France: Hippocrene Books, 1988.
- [3] H. Khul, «Slag cement and process of making the same». USA Patente US900939 A, 13 Octubre 1908.
- [4] A. Purdon, «The action of alkalis on blast-furnace slag,» *Journal of the Society of Chemical Industry*, p. 12, 1940.
- [5] A. Buchwald, M. Vanooteghem, M. Gruyaert, H. Hilbig y N. Belie, «'Purdocement: application of alkali-activated slag cement in Belgium in the 1950s,» DOI 10.1617/s11527-013-0200-8.
- [6] V. Glukhovskiy, «Gruntosilikaty (Soil Silicates).,» *Goskomizdat*, 1959.
- [7] P. Krivenko, «Alkaline cements,» *Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes*, pp. 11-129, 1994.
- [8] J. Davidovits, *Geopolymer chemistry and applications*, Saint-Quentin, France: Institut Géopolymère, 2008.
- [9] M. Mohd Salahuddin, M. Norkhajunnisa y F. Mustapha, «A review on thermophysical evaluation of alkali-activated geopolymers,» *Ceramics International*, vol. 41, nº 4273–4281, pp. 4274-4275, 9 Diciembre 2014.
- [10] C. Montes , K. Broussard, M. Gongre, N. Simicevic, J. Mejia, J. Tham, E. Allouche y G. Davis, «Evaluation of Lunar Regolith Geopolymer Binder as a,» *Advances in Space Research*, 30 Mayo 2015.
- [11] K. Komnitsas y D. Zaharaki, «Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry,» *Minerals Engineering*, p. 1261–1277, 14 Septiembre 2007.
- [12] «Hazelwood Mine Fire Inquiry,» 2014. [En línea]. Available: <http://report.hazelwoodinquiry.vic.gov.au/index.html>. [Último acceso: 4 Mayo 2017].
- [13] CEDEX, «www.cedex.es,» Asociación Española de la Industria Eléctrica, Diciembre 2011. [En línea]. Available: <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/B01FDCCB-AC8E-4089-9699-FA6413FBEE7C/119905/CENIZASVOLANTESDECARBONYCENIZASDEHOGAR.pdf>. [Último acceso: 19 Junio 2018].
- [14] Royal Society of Chemistry, «www.rsc.org,» 1980. [En línea]. Available: <http://www.rsc.org/periodic-table/>. [Último acceso: 19 Junio 2018].
- [15] G. Görhan y G. Kürklü, «The influence of the NaOH solution on the properties of the fly ash-based,» *Composites: Part B*, vol. 58, pp. 371-377, Noviembre 9 2013.
- [16] C. Klein y C. Hurlbut, *Manual of mineralogy (after James D. Dana)*, New York, NY: John Wiley & Sons, 1993.

- [17] D. G. Schulze, «An Introduction to Soil Mineralogy,» *Soil Mineralogy with Environmental Applications*, nº 7, 2002.
- [18] . G. Gökhan y K. Gökhan, «The influence of the NaOH solution on the properties of the fly ash-based,» *Composites: Part B*, pp. 371-377, 2014.
- [19] Y. Z. a. Xiao , L. Chen a, K. Sridhar , . Z. Chun Hui , T. Dong Shen , . Y. Hui Min y Y. Wei Hua , «Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications,» *Journal of Cleaner Production*, pp. 253-267, 2016.
- [20] D. E.I., A. E.I. y E. E.N., «Factors affecting the suitability of fly ash as source material of geopolymers,» *Fuel*, vol. 89, nº 5, pp. 992-996, 2010.
- [21] H. Gutierrez Pulido y R. De la Vara Salazar , «Análisis y diseño de experimentos,» 2a Edición ed., McGraw-Hill, p. 564.
- [22] S. Samal, T. NhanPhan, I. Petříková y B. Marvalová, «Correlation of microstructure and mechanical properties of various fabric,» *Ceramics International*, p. 15, 2015.
- [23] I. Low, «Advances in ceramic matrix composites,» *Advances in Ceramic Matrix Composites (Second Edition)*, pp. 1-7, 2018.
- [24] W. Lee y J. Van Deventer, «Use of Infrared Spectroscopy to Study Geopolymerization of Heterogeneous Amorphous Aluminosilicates,» *Langmuir*, vol. 13, 2003.
- [25] «American Mineralogist Crystal Structure Database (AMCSD)».
- [26] X. Chen, G. Rui Zhu, J. Wang y Q. Chen, «Effect of polyacrylic resin on mechanical properties of granulated blast furnace slag based geopolymer,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, p. 6, 2 Julio 2017.
- [27] G. Roviello, L. Ricciotti, C. Ferone, F. Colangelo y O. Tarallo, «Fire resistant melamine based organic-geopolymer hybrid composites,» *Cement & Concrete Composites*, p. 11, 17 Marzo 2015.
- [28] W. Reusch, «Infrared Spectroscopy,» Michigan State University, 05 Mayo 2013. [En línea]. Available: <https://www2.chemistry.msu.edu>. [Último acceso: 31 Enero 2018].
- [29] D. Zaraharaki, K. Komnitsas y V. Perdikatsis, «Use of analytical techniques for identification of inorganic polymer gel composition,» *Springer*, p. 11, 03 Febrero 2010.
- [30] H. Xiao, H. Tao y S. Li, «Immobilization of chromite ore processing residue with alkali-activated blast furnace slag-based geopolymer,» *Ceramics International*, p. 12, 05 Marzo 2016.
- [31] S. Kiatsuda , J. Chai , K. Puangrat y C. Prinya , «NaOH-activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature,» *Fuel*, pp. 2118-2124, 2011.
- [32] G. Xiaolu , S. Huisheng y D. Warren A. , «Compressive strength and microstructural characteristics of class C fly ash geopolymer,» *Cement & Concrete Composites*, vol. 32, p. 142–147, 2010.
- [33] P. J. Launer y B. Arkles, «INFRARED ANALYSIS OF ORGANOSILICON COMPOUNDS: SPECTRA-STRUCTURE CORRELATIONS,» *Silicon Compounds: Silanes & Silicones*, pp. 215-547-1015, 2013.

- [34] L. Jie , Z. Haijun y Y. Jian , «Hydrothermal synthesis of sodalite on alkali-activated coal fly ash for removal of lead ions,» *The Tenth International Conference on Waste Management and Technology (ICWMT)*, pp. 605-614, 2016.
- [35] M. Welch, *Encyclopedia of Geology*, vol. MINERALS | Feldspathoids, Elsevier, 2005.
- [36] T. Linan , F. Wuwei , M. Hongwen , Z. Shaogang y . S. Hao , «Investigation on the microstructure and mechanism of geopolymer with different proportion of quartz and K-feldspar,» *Construction and Building Materials*, vol. 147, p. 543–549, 2017.
- [37] A. Rungchet, C. Poon, P. Chindaprasirt y K. Pimraksa, «Synthesis of low-temperature calcium sulfoaluminate-belite cements from industrial wastes and their hydration: Comparative studies between lignite fly ash and bottom ash,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 83, pp. 10-19, 2017.
- [38] Hudson Institute of Mineralogy, «Mineral Data,» mindat.org, 1993-2018. [En línea]. Available: <https://www.mindat.org/min-2333.html>. [Último acceso: 04 Agosto 2018].
- [39] Q. Wan, F. Rao, S. Song y C. A. León-Patiño, «Geothermal clay-based geopolymer binders: Synthesis and microstructural characterization,» *Applied Clay Science*, vol. 146, pp. 223-229, 2017.
- [40] D. Moseley y F. Glasser, «Identity, composition and stability of bredigite and phase T,» *Cement and Concrete Research*, vol. 11, pp. 559-565, 1981.
- [41] . H. Shu y J. Chen, «Equation of state of pyrope–almandine solid solution measured using a diamond anvil cell and in situ synchrotron X-ray diffraction,» *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, vol. 228, pp. 88-91, 2014.