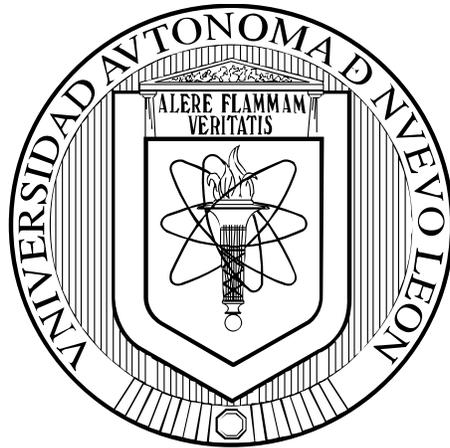


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**



**EMPLEO DE LA EUCRIPTITA (LiAlSiO_4) PARA EL CONTROL DE LA
EXPANSIÓN TÉRMICA DE GEOPOLÍMEROS FABRICADOS A PARTIR DE
RESIDUOS VÍTREOS Y CENIZA VOLANTE, PARA SER UTILIZADOS COMO
SOPORTE DE PELÍCULAS DE FOTOCATALIZADORES**

POR

ING. MÓNICA VIVIANA VÁZQUEZ LÓPEZ

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
MAestrÍA EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN
INGENIERÍA AMBIENTAL**

AGOSTO, 2018

TESIS DE MAESTRÍA

Empleo de la Eucryptita (LiAlSiO₄) para el control de la expansión térmica de geopolímeros fabricados a partir de residuos vítreos y ceniza volante, para ser utilizados como soporte de películas de fotocatalizadores.

DR. DR. ISAÍAS JUÁREZ RAMÍREZ
Director de Tesis

DRA. MARÍA ELVIRA ZARAZÚA MORÍN
Evaluador de Tesis

DR. VÍCTOR JESÚS GALLEGOS SÁNCHEZ
Evaluador Externo de Tesis

DR. CESAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, N.L., a 13 de agosto del 2018.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FIC



FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL
INSTITUTO DE INGENIERÍA CIVIL

San Nicolás de los Garza, N.L., a 27 de junio del 2018

DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO
SUBDIRECTOR DE ESTUDIOS DE POSGRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL-UANL
Presente.-

Estimado Dr. Juárez Alvarado:

Por este medio le comunico que la Ing. **Mónica Viviana Vázquez López**, pasante de la Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, ha concluido satisfactoriamente la parte experimental y escritura de su trabajo de tesis, titulada **“EMPLEO DE LA EUCRIPTITA (LiAISiO₄) PARA EL CONTROL DE LA EXPANSIÓN TÉRMICA DE GEOPOLÍMEROS FABRICADOS A PARTIR DE RESIDUOS VÍTREOS Y CENIZA VOLANTE, PARA SER UTILIZADOS COMO SOPORTE DE PELÍCULAS DE FOTOCATALIZADORES”**. Por lo anterior, solicito amablemente su apoyo para que la Ing. Vázquez López pueda continuar con los trámites necesarios para dar de alta la solicitud del Examen de Grado y a su vez, cumplir con cada uno de los requisitos que exige el Reglamento de Exámenes Profesionales de nuestra institución.

Agradeciendo de antemano la atención brindada a la presente, me despido quedando a sus órdenes

ATENTAMENTE,

DR. ISAÍAS JUÁREZ RAMÍREZ

DIRECTOR DE TESIS



*“Educación de clase mundial,
un compromiso social”*

Ave. Universidad S/N Ciudad Universitaria
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México. C.P. 66455
Tel.: 1442 4400 Fax: 1442 4443
<http://www.fic.uanl.mx>



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FIC



FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL
INSTITUTO DE INGENIERÍA CIVIL

San Nicolás de los Garza, N.L., a 02 de julio del 2018

DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO
SUBDIRECTOR DE ESTUDIOS DE POSGRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL-UANL
Presente.-

Estimado Dr. Juárez Alvarado:

Por este medio, hago de su conocimiento que después de haber revisado el documento de tesis titulada "EMPLEO DE LA EUCRIPTITA (LiAlSiO_4) PARA EL CONTROL DE LA EXPANSIÓN TÉRMICA DE GEOPOLÍMEROS FABRICADOS A PARTIR DE RESIDUOS VÍTREOS Y CENIZA VOLANTE, PARA SER UTILIZADOS COMO SOPORTE DE PELÍCULAS DE FOTOCATALIZADORES", que presenta la Ing. Mónica Viviana Vázquez López, como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, dictamino que el mismo es **APROBADO**. Asimismo, manifiesto que estoy de acuerdo que el examen de grado sea programado para el día 13 de agosto del 2018.

Sin otro particular por el momento, me despido quedando a sus órdenes

ATENTAMENTE,

DR. ISAÍAS JUÁREZ RAMÍREZ
DIRECTOR DE TESIS



"Educación de clase mundial,
un compromiso social"

Ave. Universidad S/N Ciudad Universitaria
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México. C.P. 66455
Tel.: 1442 4400 Fax: 1442 4443
<http://www.fic.uanl.mx>

San Nicolás de los Garza, N.L., a 02 de julio del 2018

DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO
SUBDIRECTOR DE ESTUDIOS DE POSGRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL-UANL
Presente.-

Estimado Dr. Juárez Alvarado:

Por este medio, hago de su conocimiento que después de haber revisado el documento de tesis titulada **“EMPLEO DE LA EUCRIPTITA (LiAlSiO₄) PARA EL CONTROL DE LA EXPANSIÓN TÉRMICA DE GEOPOLÍMEROS FABRICADOS A PARTIR DE RESIDUOS VÍTREOS Y CENIZA VOLANTE, PARA SER UTILIZADOS COMO SOPORTE DE PELÍCULAS DE FOTOCATALIZADORES”**, que presenta la **Ing. Mónica Viviana Vázquez López**, como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, dictamino que el mismo es **APROBADO**. Asimismo, manifiesto que estoy de acuerdo que el examen de grado sea programado para el día trece de agosto del dos mil diez y ocho.

Sin otro particular por el momento, me despido quedando a sus órdenes

ATENTAMENTE,

Dr. Víctor Jesús Gallegos Sánchez

EVALUADOR DE TESIS



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



FIC

FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL
INSTITUTO DE INGENIERÍA CIVIL

San Nicolás de los Garza, N.L., a 02 de julio del 2018

DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO
SUBDIRECTOR DE ESTUDIOS DE POSGRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL-UANL

Presente.-

Estimado Dr. Juárez Alvarado:

Por este medio, hago de su conocimiento que después de haber revisado el documento de tesis titulada "EMPLEO DE LA EUCRIPTITA (LiAlSiO_4) PARA EL CONTROL DE LA EXPANSIÓN TÉRMICA DE GEOPOLÍMEROS FABRICADOS A PARTIR DE RESIDUOS VÍTREOS Y CENIZA VOLANTE, PARA SER UTILIZADOS COMO SOPORTE DE PELÍCULAS DE FOTOCATALIZADORES", que presenta la Ing. Mónica Viviana Vázquez López, como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, dictamino que el mismo es APROBADO. Asimismo, manifiesto que estoy de acuerdo que el examen de grado sea programado para el día trece de agosto del dos mil diez y ocho.

Sin otro particular por el momento, me despido quedando a sus órdenes

ATENTAMENTE,

Dra. Ma. Elvira Zarazúa Morín

EVALUADORA DE TESIS



"Educación de clase mundial.
un compromiso social"

Ave. Universidad S/N Ciudad Universitaria
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México. C.P. 66455
Tel.: 1442 4400 Fax: 1442 4443
<http://www.fic.uanl.mx>

RESUMEN

Tesista: Mónica Viviana Vázquez López **Fecha de graduación: Julio de 2018**

Maestría: Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Civil

Título del estudio: Empleo de la Eucryptita (LiAlSiO_4) para el control de la expansión térmica de geopolímeros fabricados a partir de residuos vítreos y ceniza volante, para ser utilizados como soporte de películas de fotocatalizadores

Número de páginas: 105

Candidato para el grado de Maestría en

Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental

Propósito y método del estudio:

DEDICATORIA

A mi prometido y futuro esposo, quien durante este proceso ha estado a mi lado, que me ha brindado su apoyo incondicional confiando siempre en mí y mis capacidades. Gracias, porque este camino no hubiera sido fácil sin tus palabras de aliento.

A mi madre, por haberme forjado y brindarme las bases para convertirme en la persona que soy en la actualidad y por motivarme constantemente para alcanzar mis sueños.

AGRADECIMIENTOS

Mi más sincero agradecimiento al Dr. Isaías Juárez Ramírez, por su confianza y apoyo en el desarrollo de esta investigación, quien creyó en mí y me dio su voto de confianza.

Agradezco el apoyo de la Jefa del Departamento de Ecomateriales y Energía, Dra. Leticia M. Torres Guerra, por el apoyo técnico-científico y por las facilidades otorgadas para el uso de sus instalaciones y equipo para la ejecución de esta investigación.

Mi agradecimiento es también para la Dirección de la Facultad de Ingeniería Civil, para la Subdirección de Estudios de Posgrado e Investigación de la misma Facultad, y para la Universidad Autónoma de Nuevo León por el apoyo real y decidido a la formación académica y a todas las personas que contribuyeron, de una u otra forma, en la realización de este trabajo.

Al personal del laboratorio de Ecomateriales y Energía del Instituto de Ingeniería Civil FIC-UANL, coordinado por la Dra. Leticia Torres Guerra, por el apoyo otorgado en la realización de mi proyecto.

A mis compañeros de generación: Aurora Soto, Sebastián Galindo, Mitzy Gervacci y Glenda Martínez, quienes hicieron que este camino fuera más fácil, por la ayuda y la amistad sincera que me brindaron.

Un agradecimiento especial a mi compañera de Departamento de Ecomateriales y Energía, Tere Montalvo, por brindarme de manera desinteresada su ayuda y por compartir sus conocimientos conmigo.

A la Dra. Ana Fernández Jiménez, por recibirme en el Instituto de Ciencias de la Construcción de Eduardo Torroja, durante una estancia quien aportó significativamente en el desarrollo de esta investigación, así como al equipo técnico y a los compañeros de trabajo, por brindarme sus conocimientos y su amistad desinteresada: Joao, Lupe, Eloy, Paty, Paco, Héctor, Sarah, Paula, infinitas gracias.

Al CONACYT, por el apoyo económico durante estos dos años, con el número de becario 603074.

Contenido

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Aspectos generales	1
1.2. Geopolímeros como cementantes alternativos del futuro.	5
1.2.1. Activación mecanoquímica alcalina	6
1.2.2. Residuos vítreos como materia prima de cementantes alternos.	8
1.2.3. Reutilización de la ceniza volante	10
1.3. Propiedades de los geopolímeros.....	12
1.3.1. Propiedades mecánicas: resistencia mecánica.....	12
1.3.2. Propiedades térmicas: control de la expansión térmica.	13
1.3.3. Propiedades fotocatalíticas: degradación de contaminantes orgánicos	15
1.4. Hipótesis	18
1.5. Objetivos	18
1.5.1. Objetivo General	18
1.5.2. Objetivos Específicos	19
1.6. Justificación	20
CAPÍTULO 2. MÉTODOLÓGÍA EXPERIMENTAL	22
2.1. Preparación de los materiales cementantes alternos	22
2.2. Tratamiento del material de partida	22
2.3. Síntesis de la Eucryptita (LiAlSiO_4)	23
2.4. Proceso de activación mecano-química alcalina.	23
2.5. Preparación de las pastas para la obtención de los geopolímeros	24

2.6. Preparación de la pasta empleada para los recubrimientos fotocatalíticos	27
2.7. Depósito de recubrimientos sobre morteros	28
2.8. Caracterización de los materiales	30
2.8.1. Difracción de rayos-X en polvos (DRX)	30
2.8.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	31
2.8.3. Fluorescencia de rayos-X.....	31
2.8.4. Espectroscopía FTIR.....	32
2.9. Determinación de las propiedades de los geopolímeros.	34
2.9.1. Resistencia mecánica.....	34
2.9.2. Resistencia a la flexión.....	36
2.9.3. Expansión térmica	36
2.10. Pruebas fotocatalíticas.....	38
2.10.1. Pruebas fotocatalíticas con luz solar simulada.....	39
2.10.2. Pruebas fotocatalíticas con luz UV	40
CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	42
3.1. Caracterización Estructural y Morfológica.....	42
3.1.1. Análisis por Difracción de Rayos-X, método de polvos (DRX), de la materia prima.....	42
3.2. Análisis por difracción de rayos-X de los geopolímeros preparados.	45
3.3. Análisis morfológico de los geopolímeros por microscopía electrónica de Barrido con espectroscopía de dispersión de energía (MEB-EDS).....	48
3.4 Caracterización espectroscópica y mecanismo de formación del gel N-A-S-H en los geopolímeros fabricados.	53
3.5 Análisis por Infrarrojo (FTIR).....	53

3.6. Identificación del gel N-A-S-H por medio de la espectroscopía de Raman.....	57
3.7. Resistencia mecánica a diferentes edades.....	58
3.7.1. Pruebas de resistencia a compresión.....	58
3.7.2. Pruebas a flexión de los geopolímeros fabricados	62
3.8. Efecto de la Eucryptita en la expansión térmica de los geopolímeros	64
3.9.-Degradación fotocatalítica del colorante índigo carmín	69
3.9.1.-Irradiación con lámpara de luz UV de 254 nm	69
3.9.-Irradiación con lámpara de luz UV de 365 nm	71
3.10.-Irradiación con lámpara de luz solar simulada.	73
CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	80
Recomendaciones.....	82
Referencias	84

Índice de Tablas

Tabla 1. Relación de cantidades en peso empleadas en cada una de las pastas preparadas.....	24
Tabla 2. Compuestos identificados por DRX en las muestras de ceniza Nava y As Pontes.	44
Tabla 3. Composición química de los materiales	52
Tabla 4. Bandas de absorción correspondiente a los espectros de infrarrojo de los geopolímeros.	56
Tabla 5. Tabla de CTE de los geopolímeros preparados.	69
Tabla 6. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a irradiación de luz UV de 254 nm.	70
Tabla 7. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a lámpara de UV de 365 nm.....	72
Tabla 8. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a irradiación con luz solar simulada.	74
Tabla 9. Comparación de los resultados fotocatalíticos obtenidos con otros trabajos reportados.....	77

Índice de Figuras

Figura 1. Proceso de elaboración de las pastas cementantes (geopolímeros).	26
Figura 2. Depósito de película por la técnica de serigrafía	29
Figura 3. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier.....	34
Figura 4. Ensayos mecánicos de las probetas de los geopolímeros preparados.	35
Figura 5. Equipo de dilatometría marca Ortón 2010 C.....	38
Figura 6. Prueba fotocatalítica con luz UV con longitud de onda de 365 nm. ..	40
Figura 7. Difractograma teórico y experimental del LiAlSiO_4 sintetizado	42
Figura 8. Difractograma del vidrio borosilicato molido.....	43
Figura 9. Difractograma ceniza Nava.....	44
Figura 10. Difractograma ceniza As Pontes	44
Figura 11. Difractograma de geopolímero 1CM4 activado con NaOH 4 M.	46
Figura 12. Difractograma de geopolímero 2CC2 activado con NaOH 2 M.....	47
Figura 13. Difractograma muestra preparada con solución 8 M.....	48
Figura 14. Micrografía de geopolímero 2CC2 (a), y composición química elemental por EDS (b).	49
Figura 15. Micrografía de geopolímero 4YC2 (a) y composición química elemental por EDS (b).	50
Figura 16. Micrografía de geopolímero VBC8 (a) y composición elemental por EDS (b).	51

Figura 17. Espectros de IR de los geopolímeros formados: 1CM4, 2CC2, 3YM4y 4YC2. (a) Región de 3900-3200 cm^{-1} , y (b) Región de 1600-400 cm^{-1} .	55
Figura 18. Espectro de Raman para la muestra de geopolímero en un intervalo de 3000 a 400 cm^{-1} .	57
Figura 19. Geopolímeros preparados con solución 4 M.	59
Figura 20. Geopolímeros preparados con solución 2 M.	60
Figura 21. Geopolímeros preparados con solución 8 M.	61
Figura 22. Resistencia a la flexión de los geopolímeros preparados con solución 4 M.	62
Figura 23. Geopolímeros preparados con solución 2 M.	63
Figura 24. Gráfica de CTE del geopolímero 1CM4; rangos de temperatura de 25°C a 150°C.	65
Figura 25. Gráfica de CTE del geopolímero 2CC2; rangos de temperatura de 25°C a 150°C.	66
Figura 26. Gráfica de CTE del geopolímero 3YM4; rangos de temperatura de 25°C a 150°C.	67
Figura 27. Gráfica de CTE de los geopolímero 1CM4, 2CC2 y 3YM4 con Eucryptita; rangos de temperatura de 25°C a 150°C.	68
Figura 28. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO ₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz UV de 254 nm.	71
Figura 29. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO ₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz UV de 365 nm.	72

Figura 30. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz solar simulada. 74

Figura 31. Geopolímero impregnado y sin impregnar de SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación con luz solar simulada. 75

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

1.1. Aspectos generales

Los problemas de la contaminación ambiental han ido cada vez más en aumento debido a las actividades diarias del hombre, ya que se genera un gran número de contaminantes orgánicos e inorgánicos que terminan dañando los mantos acuíferos, las tierras de cultivo y el aire de la atmósfera. Esta situación ha generado un severo deterioro del medio ambiente, como: una erosión creciente por la sobreexplotación de los yacimientos de materias primas, un agotamiento de las fuentes de combustibles fósiles no renovables, contaminación ambiental por las emisiones producidas en los procesos industriales y acumulación de residuos en los alrededores de las ciudades [1]. Por lo antes mencionado, hoy en día la sociedad en general enfrenta el reto de disminuir o prevenir la contaminación del agua, del suelo y del aire, así como desarrollar y emplear fuentes renovables de energía. En este sentido, la mayoría de las investigaciones científicas y tecnológicas relacionadas con la purificación del agua, la disminución de NO_x y SO_x en el aire y la obtención de energías renovables están llamando considerablemente la atención por el gran impacto positivo que éstas tienen en la sociedad [2]. De igual manera, la reutilización de materiales ha cobrado un gran interés en los últimos años, destacando su uso en la producción de biogás y biomasa, su aplicación como fertilizantes orgánicos para el tratamiento de desechos orgánicos, en la fundición y recuperación de metales, el empleo de residuos vítreos para la obtención de cementantes

alternativos, y el reciclaje de papel para artesanías, entre otros. Por ello, algunos países desarrollados han enfocado sus políticas en la gestión, separación y recuperación de residuos, para la obtención de productos de valor agregado; principalmente de papel, compuestos orgánicos, metales ferrosos, metales no ferrosos, polímeros, vidrios y cerámicos, entre otros [3].

En particular, los residuos vítreos se han convertido en una alternativa en el área de la construcción, ya que es posible su reutilización como relleno en materiales de concreto, así como la obtención de un nuevo material cementante (geopolímero) a partir de la activación alcalina del vidrio [4]. Estos productos, considerados como los nuevos cementantes, se caracterizan por presentar resistencias mecánicas similares o más altas que los cementos convencionales, los bajos costos de procesamiento y una menor emisión de CO₂ a la atmósfera [5]. Sin embargo, a pesar de las ventajas que esto representa, aún hay varias áreas de oportunidad, puntos a considerar para que estos nuevos cementos alternativos y ecológicos sean considerados para su aplicación de manera masiva, por lo que se debe tomar en cuenta su disponibilidad, abundancia y su costo de operación durante el proceso de fabricación [6].

El cemento Portland es el material de construcción más empleado a nivel mundial, por su alta resistencia y durabilidad, así como también porque las materias primas necesarias para su elaboración son abundantes. Generalmente la producción de este conglomerante va acompañada de la emisión a la atmósfera de grandes cantidades de CO₂. La producción de clínker acarrea emisiones a la atmósfera de ~ 1 tonelada de CO₂/tonelada de cemento, lo que

posiciona a la industria del cemento en uno de los principales productores de manera secundaria de gases de efecto invernadero.

Dentro de las alternativas para reducir las emisiones de CO₂, la industria cementera ha intentado diversas mejoras en el proceso de producción de cemento, como es el empleo de combustibles alternativos y la sustitución parcial de clínker, por otros materiales o subproductos industriales que coadyuven a la reducción de las emisiones de CO₂, sin afectar el rendimiento mecánico y la durabilidad del cemento. Por otro lado, la mayoría de las emisiones de CO₂ derivadas de la fabricación de cemento provienen de la descarbonatación de las calizas necesarias para su fabricación. Considerando lo anterior, surge el área de oportunidad para la preparación de nuevos materiales que supongan una alternativa al empleo de cemento Portland, conservando, a su vez, propiedades mecánicas y durables similares a las que ofrece dicho material cementante [7].

Otra de las propiedades importantes a considerar en los materiales cementantes es su expansión térmica (CTE). En el caso particular del coeficiente de expansión térmica del concreto, su análisis se basa en las afectaciones que puedan tener el contenido de humedad en la mezcla durante el proceso de hidratación, la dilatación térmica del material, la contracción o expansión en edades tempranas, los cambios de humedad relativa, el CTE de los agregados, el volumen total, la edad del concreto, la temperatura ambiente, la relación agua/cemento y en general la composición de la mezcla, entre otros [8].

Controlar la expansión térmica es uno de los grandes retos de los investigadores hoy en día, y particularmente en el caso de los materiales cementantes es de gran importancia. Para lograr lo anterior, comúnmente se agrega un compuesto cuyo coeficiente de expansión térmica sea negativo, lo que puede generar que el material sea resistente al choque térmico. En el caso de los geopolímeros obtenidos a partir de residuos de vidrio y mediante activación alcalina, también es de gran importancia agregar un material que ayude a controlar su expansión térmica.

Dentro de los materiales con expansión térmica negativa más utilizados es posible encontrar el $ZrW_2O_8 = -9.0 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ y $LiAlSiO_4 = -6.2 \times 10^{-6}/^{\circ}C$. El primero ha sido empleado para reducir la expansión térmica de muchos materiales cerámicos, incluido el concreto; sin embargo, se requiere una cantidad mayor que el 60% para alcanzar un material cementante con expansión térmica cercana a cero [9] [10]. Por otro lado, el $LiAlSiO_4$ ha sido empleado para controlar la expansión térmica y producir materiales vítreos con muy baja expansión térmica.

Otra forma es mediante el dopado de algunos elementos en la estructura del material, o por selección de la estequiometría adecuada de materiales de partida [10] [11].

Derivado de lo anterior, en la presente investigación se buscó llevar a cabo el aprovechamiento de algunos materiales de deshecho, como el vidrio borosilicato y la ceniza volante, los que serán activados mediante molienda mecano-química alcalina y mezclados con la eucryptita ($LiAlSiO_4$), para obtener un geopolímero que sea capaz de alcanzar propiedades cementantes; con la ventaja de que, por contener un compuesto con expansión térmica negativa, se

logre controlar la expansión térmica de manera considerable, lo que abriría un gran número de potenciales aplicaciones de los geopolímeros en la industria de la construcción.

De esta manera, en este trabajo se preparará un material cementante alternativo, evaluando su microestructura y su comportamiento mecánico, para conocer sus propiedades cementantes, para poder aplicarlos en la industria de la construcción, sin necesidad del empleo adicional de energía que sería perjudicial para el medio ambiente. Además, incluir la presencia de un material con expansión térmica negativa permitirá desarrollar nuevos materiales cementantes basados en residuos vítreos y ceniza volante, con coeficientes de expansión térmica cercanos o iguales a cero.

1.2. Geopolímeros como cementantes alternativos del futuro.

Como se mencionó previamente, el concreto es el material más utilizado en la construcción en la actualidad, por sus excelentes propiedades físicas y mecánicas, además de tener un bajo costo de producción. Sin embargo, sus procesos de producción generan grandes daños a la naturaleza, ya que la materia prima que se utiliza para su fabricación es extraída de la tierra, y además, el clínker requiere grandes temperaturas de tratamiento, que llegan hasta los 1500°C, provocando altas emisiones de CO₂ [12].

Hoy en día se producen casi dos mil millones de toneladas/año de cemento Portland, por lo que se emiten casi dos mil millones de toneladas de CO₂ (alrededor de 7% de las emisiones totales de CO₂ del planeta en el proceso. A este ritmo, para 2025 la industria del cemento estará emitiendo CO₂ a una tasa de 3,500 millones de toneladas/año [13].

Uno de los principales problemas en la elaboración de los cementos tradicionales es la durabilidad (ataque por sulfato, corrosión, reacción álcali-agregado, baja resistencia al fuego, entre otros), lo cual hace que un 40-50% del presupuesto de la industria de la construcción esté generalmente destinado a arreglos o reparaciones [14].

Por lo anterior, para contribuir a un mejor equilibrio medioambiental y económico, siempre es necesaria la búsqueda de ahorros energéticos y menor producción de residuos. En este sentido, se pueden considerar distintas soluciones, como la fabricación de cementos alternativos, entre los que figuran los cementos alcalinos, los geopolímeros, los cementos con puzolanas, etc.

1.2.1. Activación mecanoquímica alcalina

La reacción de un aluminosilicato sólido con una disolución de hidróxido alcalino, produce un material mecánicamente resistente, generalmente llamado “geopolímero” [15]; aunque algunos otros autores los nombran “aluminosilicatos vítreos sintetizados a bajas temperaturas” [16], cementos activados

alcalinamente [17], “geocementos” [18], “hidrocerámicas” [19], “polímero inorgánico” [20], etc.

Sin embargo, a pesar de la diversidad de nombres, todas ellas describen materiales cerámicos sintetizados a partir de un proceso químico semejante, que puede interpretarse en términos de un sistema complejo de reacciones de disolución y precipitación en un sustrato acuoso de elevada alcalinidad.

Los geopolímeros alcalinos se obtienen mediante un proceso químico llamado activación alcalina, que permite la transformación de un determinado material de configuración parcial o totalmente amorfa o vítrea, en cementantes.

Los procesos de reacción que se llevan a cabo durante la activación alcalina son considerados como un grupo de transformaciones complejas del sólido de partida que en su estado final conducen a una estructura condensada con propiedades cementantes [21].

El principio en el que se basa la activación alcalina fue propuesto en 1940 por Purdon [22], pero fue en los años 60 cuando Glukhnovsky y colaboradores [23] desarrollaron los primeros cementos y hormigones de este tipo.

La activación alcalina es un proceso químico mediante el cual materiales de naturaleza silicoaluminosa, con configuración parcial o totalmente amorfa o vítrea, tras ser sometidos a la acción de un medio alcalino, y tras un proceso de curado, dan como resultado un material con propiedades cementantes.

El componente alcalino actúa como un elemento formador de la estructura química de estos nuevo productos cementantes. Un aporte de sílice soluble hace

que la microestructura desarrollada se parezca a muchos tipos de vidrio (ausencia de poros y una microestructura uniforme y compacta) [24].

El silicato de sodio es el activador más efectivo en cementos alcalinos; sin embargo, es el más costoso, pues su producción implica la fusión de Na_2CO_3 y arena de SiO_2 durante 12-16 horas, a 1350-1450°C. Por otro lado, el hidróxido de sodio y el silicato de sodio son los agentes alcalinos activadores más comúnmente usados [25] [26] y también se han empleado el hidróxido de potasio y el carbonato de sodio [26] [27].

Por lo anterior, el desarrollo de materiales cementantes alternativos trae consigo un sinnúmero de beneficios, que están relacionados con los aspectos ecológico, económico e ingenieril.

1.2.2. Residuos vítreos como materia prima de cementantes alternos.

El vidrio es uno de los materiales más utilizados por los seres humanos en sus actividades cotidianas; pues se emplea en forma de envases de vidrio, refractarios, utensilio de cocina, ventanas de vidrio, bombillas y tubos de rayos catódicos, entre otros. Sin embargo, estos materiales una vez empleados son desechados, por lo que deben ser reutilizados/reciclados para evitar problemas ambientales que pueden crearse, si se almacenan o se envían a vertederos.

Teóricamente, el vidrio es un material 100% reciclable, que puede ser reciclado indefinidamente sin ninguna pérdida de calidad [28]. Hay muchos

ejemplos del reciclaje exitoso de vidrio, pues se puede usar como un vidrio recuperado en la producción de vidrio, como materia prima para la producción de abrasivos, como un aditivo agregado o puzolánico en concreto, como materia prima para producir pellets de vidrio o perlas utilizadas en pintura reflectante para autopistas, también en voladuras de arena, en lechos de carreteras, en pavimentos o como materia prima para la producción de geopolímeros [29].

La industria de la construcción ha logrado grandes avances en el reciclaje de subproductos industriales y residuos, incluidos los residuos de vidrio. Con el reciclaje de este desperdicio no solo ayuda a los vertederos, también reduce la demanda de extracción de materias primas naturales.

El uso de vidrio reciclado en la fabricación de cementos alternativos reduce el consumo de energía y de materias primas, además de reducir el desgaste de la maquinaria. En los últimos años, el vidrio ha sido utilizado como agregado de concreto y cemento, ayudando a la reducción de bancos de este material y a las regulaciones ambientales, además de disminuir un poco los costos de fabricación del concreto [30]. De hecho, el uso combinado de otros materiales cementantes complementarios, tal como la ceniza volante, escoria de alto horno, meta-caolín, etc., ha permitido obtener materiales alternativos interesantes basados en la reacción álcali-agregado [31].

Aunque existe una gran preocupación por determinar el efecto que ocasionarán los álcalis del vidrio al concreto, el vidrio de residuo se ha utilizado

primero como remplazo de agregado, ya sea fino o grueso, para la fabricación de mampostería [32].

Por lo anterior, surge el interés, en este trabajo, de utilizar vidrio borosilicato reciclado, pero no solo como agregado de concreto, sino como materia prima para la fabricación de un material cementante (geopolímero), mediante la activación por molienda mecánica-química alcalina, para que pueda presentar propiedades cementantes. Lo anterior debido a que se considera que las resistencias mecánicas que desarrollan los cementos alcalinos, pueden llegar a ser superiores a las desarrolladas por los morteros de cemento Portland a la edad de 28 días [33].

1.2.3. Reutilización de la ceniza volante

Las cenizas volantes son un subproducto industrial de las centrales térmicas que utilizan carbón como combustible. En las centrales térmicas el carbón previo a su utilización como combustible, es molido hasta quedar convertido en un polvo muy fino. Como consecuencia del proceso de combustión del carbón se forman unas cenizas gruesas llamadas “Botton Ash”, y otras cenizas mucho más finas que son arrastradas por los gases de combustión y recogidas en unos precipitadores para evitar que se dispersen por la atmósfera. Estas cenizas son las llamadas “cenizas volantes”.

Las cenizas volantes presentan una morfología característica como esferas huecas o rellenas de otras cenizas de menor tamaño. Están formadas principalmente por una fase vítrea y como fases cristalinas minoritarias se puede encontrar cuarzo (entre un 5%-13%), mullita (8%-14%) y magnetita (3%-10%) [34].

La Norma ASTM C 618 define dos tipos de cenizas volantes, F y C. Las cenizas de clase F (contenido en $\text{CaO} \leq 10\%$) se producen por la calcinación de carbón antracítico o bituminoso, mientras que las cenizas de clase C ($\% \text{CaO} \geq 10\%$) son aquellas producidas por la calcinación de carbón sub-bituminoso o lignito.

Desde 1974 [35] [36], pero fundamentalmente desde finales de los años 90 [37] [38], algunos grupos de investigación han prestado especial atención a los sistemas cementantes basados en la activación alcalina de cenizas volantes del tipo F, observando no solo muy buenas propiedades mecánicas (60 MPa, tras 8 horas de curado térmico), sino también unas excelentes propiedades durables [39] [40].

En la activación alcalina de cenizas volantes los parámetros que influyen notablemente en el proceso de activación son: la composición físico-química de la ceniza, el contenido de vidrio, el pH, las condiciones de curado y el activador alcalino empleado.

1.3. Propiedades de los geopolímeros

Los materiales geopoliméricos son una nueva clase de aglomerantes que tienen la ventaja de ser un subproducto obtenido a partir de residuos reciclados. Estos aglutinantes se generan de la activación de una fuente de aluminosilicatos con una solución alcalina mediante un proceso de molienda. Su formación implica la disolución de las especies de aluminosilicatos en un entorno alcalino para formar un sistema amorfo tridimensional, de esta manera el geopolímero se forma por una reacción de policondensación. Basados en tal estructura, los geopolímeros pueden exhibir buenas propiedades mecánicas, químicas y propiedades térmicas que los convierten en una alternativa prometedora para diversas aplicaciones, principalmente en la industria de la construcción.

1.3.1. Propiedades mecánicas: resistencia mecánica

La resistencia a la compresión es de gran importancia en el área de los materiales cementantes, ya que permite conocer la cantidad de carga que puede soportar el material desarrollado. Las aplicaciones de estos materiales son comparables a las del cemento Portland, con la ventaja de que en su obtención no es necesario llevar a cabo ningún proceso de calcinación, por lo que hay una significativa reducción de las emisiones de los gases de efecto invernadero [41].

El gel de aluminosilicato sódico que se forma (N-A-S-H) durante la activación mecanoquímica alcalina, presenta un gran desorden estructural a largo y a mediano alcance, que lo hace amorfo a la difracción de rayos X. Dicho gel es el que confiere al material las propiedades cementantes (adherentes) y, consecuentemente, las propiedades mecánico-resistentes [42].

Estas propiedades resistentes dependen del tipo y la naturaleza de los productos de reacción. Un mayor contenido de este gel en el material implica mayores resistencias mecánicas. Sin embargo, un mayor contenido de zeolitas cristalinas en el material disminuye las propiedades mecánicas del material, afectando su resistencia y durabilidad [42].

Aunque el desarrollo de materiales geopoliméricos a partir de residuos vítreos se ha incrementado en los últimos años, aún existen muchos aspectos a cubrir, por mencionar alguno: el establecimiento de normas específicas para este tipo de cemento, pues no deben ser evaluados como el cemento Portland tradicional. De igual manera, no existe todavía alguna base de datos que incluya a estos nuevos materiales cementantes y sus propiedades.

1.3.2. Propiedades térmicas: control de la expansión térmica.

Como se mencionó anteriormente, otra de las propiedades de gran interés en los materiales es la expansión térmica. La expansión térmica es la tendencia

de la materia a los cambios en volumen, en respuesta de un cambio en la temperatura. Cuando una sustancia se calienta, sus partículas comienzan a moverse más y, por lo tanto mantienen una mayor separación media de sus partículas [43].

Los materiales que se contraen con el aumento de temperatura son inusuales; este efecto es limitado en tamaño, y sólo se produce dentro de los intervalos de temperatura limitadas. El grado de expansión dividido por el cambio en la temperatura se llama coeficiente de expansión térmica (CET) del material y, por lo general, varía con la temperatura.

No todos los materiales se expanden al calentarse; existen algunos que al sufrir un calentamiento tienden a contraerse; esto generalmente se llama la expansión térmica negativa, en lugar de "contracción térmica".

Como se mencionó anteriormente, algunos de los materiales que han llamado la atención desde hace varios años son los aluminosilicatos de litio (LAS), para su uso como material cerámico, ya que este alcanzó gran importancia a partir de los años cincuenta, con los estudios de Roy et al, en los que se establecieron las relaciones de fases y los diagramas de equilibrio para este sistema [44].

La fase β - eucryptita es la que muestra una mayor dilatación negativa con la temperatura en el sistema LAS. Su comportamiento expansivo está directamente relacionado con su estructura, el cual es negativo en un amplio intervalo de temperaturas.

El bajo coeficiente de dilatación térmica (CTE o α) en este sistema LAS, se debe principalmente a las singulares características de las estructuras de la

espodumena y de la eucryptita. Ambas son estructuras equivalentes a la estructura del cuarzo, en la que una porción de los iones Si han sido reemplazados por iones Al, con iones Li, compensando la carga en los canales principales de la estructura.

1.3.3. Propiedades fotocatalíticas: degradación de contaminantes orgánicos

En la actualidad, el uso de tecnologías avanzadas de oxidación ha cobrado gran importancia por su efectividad al ser empleadas como métodos complementarios para lograr eliminación de contaminantes orgánicos presentes tanto en el agua como en el aire, entre estos métodos destacan la fotocatálisis heterogénea. Esta técnica forma parte de los llamados procesos avanzados de oxidación (PAOS) [45] [46], ofrece la gran ventaja de ser amigable con el medio ambiente, ya que sólo requiere un material semiconductor y luz solar para activarse [47].

Desde hace varios años esta tecnología abrió el camino para numerosos estudios y patentes destinadas a la utilización de semiconductores empleados en diversos dispositivos para la limpieza del medio ambiente, entre los cuales se pueden mencionar los reactores para purificación de agua y los purificadores de aire. La necesidad de extender las aplicaciones fotocatalíticas a otros campos ha obligado a la realización de investigaciones que involucran el uso de materiales semiconductores en otras áreas, como es el caso de los materiales cementantes,

donde se busca obtener nuevos materiales con propiedades de auto-limpieza, desinfección y purificación, tanto del agua como del aire, los cuales pudieran ser empleados en las construcción de edificaciones sustentables [48].

Desde las primeras investigaciones acerca del empleo de fotocatalizadores en materiales de la construcción, en la década de los 90's, la mayoría de las investigaciones involucran al fotocatalizador mezclado con el material, siendo muy pocos trabajos los que han empleado el fotocatalizador como recubrimiento de los materiales.

Existen trabajos como el de Sánchez Díaz et. al. [49], donde prepararon morteros con base en cemento, para la degradación fotocatalítica de Rodamina B, utilizando como fotocatalizadores, TiO_2 P-25, ZnO, SiC- TiO_2 y SiC-ZnO. Estos materiales fueron mezclados por molienda mecánica en diferentes proporciones, 0.5%, 1% y 5%, donde se utilizó luz solar natural como fuente de irradiación. En este caso los mejores resultados de degradación fueron conseguidos con los morteros que contenían 1% de SiC- TiO_2 y 1% de SiC-ZnO, alcanzando la degradación de 80% de Rodamina B (5 ppm), después de 8 horas de reacción.

Por otra parte, Velázquez et. al. [50], llevaron a cabo la evaluación de placas de concreto recubiertas por el método de "painting-coating" con TiO_2 Degussa P-25. Los materiales fueron probados en la degradación fotocatalítica del colorante naranja de metilo, bajo luz UV, con una lámpara de 6 W. La mayor degradación

se obtuvo con la muestra impregnada por el método de “painting-coating”, logrando un 32% de degradación del colorante naranja de metilo (30 ppm).

Keren Zheng et. al. [51], trabajaron la estabilidad térmica de los geopolímeros sintetizados con ceniza volante y metacaolín como fuentes de aluminosilicato. Esto se realizó para explorar la viabilidad de usar geopolímeros como soportes para recubrimiento de película de TiO_2 , a través del proceso sol-gel. Descubrieron que los geopolímeros sintetizados con el contenido apropiado de cenizas volante poseen buena estabilidad térmica, debido a la alta permeabilidad que surge de la baja reactividad que presentan, así como la viabilidad de utilizar geopolímeros como soportes para el recubrimiento de película de TiO_2 , a través del proceso sol-gel.

M. Nava et. al. [52], realizaron la degradación del colorante Rodamina B (5 ppm) utilizando soportes de materiales con base en cemento. Utilizaron la técnica de “Screen-printing”, donde impregnaron el sustrato con el fotocatalizador SiC-TiO_2 , emplearon una lámpara UV y luz solar simulada, con una longitud de onda de 254 nm, obteniendo una degradación de hasta el 80% del colorante.

Por lo anterior, en el presente trabajo de investigación se empleará vidrio borosilicato reciclado para la fabricación de un material cementante (geopolímero), mediante la activación por molienda mecánica-química alcalina. También se prepararán materiales cementantes a partir de la reutilización de

ceniza volante. Estos materiales geopoliméricos se fabricaran además con aluminosilicato de litio, para controlar la expansión térmica de los mismos.

1.4. Hipótesis

Mediante la activación mecanoquímica alcalina de residuos vítreos de borosilicato, ceniza volante y la incorporación de Eucryptita, se obtendrán materiales con propiedades cementantes que soporten altas temperaturas, sin sufrir disminución en sus propiedades. Además, debido a su consistencia y sus características fisicoquímicas, estos materiales geopoliméricos podrán ser considerados como soportes de fotocatalizadores en sistemas de construcción auto-limpiante para edificaciones sustentables.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo General

Desarrollar materiales geopoliméricos a partir de residuos vítreos que presenten expansión térmica controlada, para que tengan una alta resistencia y una estabilidad, que los capacite para ser empleados como materiales

avanzados en la industria de la construcción, permitiendo desarrollar materiales que soporten altas temperaturas sin sufrir disminución en sus propiedades; así como también ser considerados como soportes de fotocatalizadores en sistemas de construcción auto-limpiante, para edificaciones sustentables.

1.5.2. Objetivos Específicos

- Caracterizar, mediante diversas técnicas analíticas, las materias primas a utilizar durante la investigación.
- Desarrollar materiales geopoliméricos a partir de residuos vítreos, mediante molienda Mecano-química alcalina.
- Determinar las propiedades de expansión térmica, dureza y resistencia, para proponer su posible aplicación.
- Identificar, mediante técnicas espectroscópicas, la formación del Gel N-A-S-H y su posible interacción con la Eucryptita.
- Establecer la cantidad óptima de la Eucryptita para la obtención de un material geopolimérico con expansión térmica cercana a cero.

- Evaluar el desempeño de los geopolímeros como soportes de fotocatalizadores en pruebas de degradación de contaminantes orgánicos en solución acuosa.

- Establecer la relación entre las propiedades de expansión térmica y el desempeño fotocatalítico de los soportes geopoliméricos obtenidos a partir de residuos vítreos.

1.6. Justificación

Los residuos de vidrio representan problemas ambientales graves, por lo que, para contribuir al desarrollo sostenible, una alternativa prometedora es la reutilización de este material, con lo cual se ayudará a minimizar los daños ocasionados a los recursos naturales. Por tal motivo, la activación mecano-química alcalina del vidrio para producir materiales cementantes alternativos ha cobrado gran importancia en los últimos años. Estos materiales pueden emplearse en diversas aplicaciones industriales, así como en la industria de la construcción. De esta manera, en el presente proyecto se preparará un material geopolimérico, al que se le evaluó su microestructura y su comportamiento mecánico, para conocer sus propiedades cementantes y así aplicarlos en la industria de la construcción.

Además, durante el proceso de activación Mecano-química alcalina del vidrio de reciclado se agregó un compuesto que permita controlar la expansión térmica del geopolímero preparado, para tener un material cementante con resistencia y estabilidad adecuadas para su uso en la industria de la construcción y que, a la vez, pudieran ser considerados como soportes de fotocatalizadores utilizados en sistemas de auto-limpieza.

CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Preparación de los materiales cementantes alternos

En el presente capítulo se describe el método de preparación de los geopolímeros. Los materiales utilizados como materia prima o material de partida en este trabajo fueron: a) residuo de vidrio borosilicato, que fue obtenido de una empresa del norte del país, ubicada en la ciudad de Monterrey, Nuevo León, b) ceniza volante, de la mina de Nava, Coahuila (México), y de la minera de As Pontes (España), c) cemento Portland comercial y d) yeso comercial.

La solución activadora utilizada se preparó a partir de hidróxido de sodio en forma de perlas (industrial), marca CTR SCIENTIFIC, con una pureza mayor que el 98%.

2.2. Tratamiento del material de partida

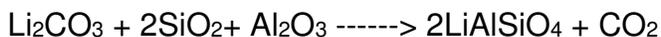
Primeramente se llevó a cabo el tratamiento del vidrio que se empleó en este estudio, debido a que se obtuvo en forma de pedacería de diversos tamaños. Este vidrio fue triturado y colocado en un molido de jarras, durante 9 horas, para reducir su tamaño.

En el caso de la ceniza volante, no fue necesario realizar ningún pre-tratamiento, ya que ésta viene en forma de polvo.

2.3. Síntesis de la Eucryptita (LiAlSiO₄)

La Eucryptita se sintetizó por reacción de estado sólido como se describe a continuación:

Se mezclaron cantidades estequiométricas de Li₂CO₃, SiO₂ y Al₂O₃ para producir el LiAlSiO₄, de acuerdo con la siguiente reacción:



Inicialmente, la mezcla se calcinó a 850°C, en una mufla eléctrica, para eliminar el CO₂. Posteriormente la muestra se molió en un mortero de ágata y después se calcinó a 1100°C, durante 12 horas, y 1200°C en otras 24 h, con moliendas intermitentes entre cada cambio de temperatura, para homogenizar la mezcla.

2.4. Proceso de activación mecano-química alcalina.

El proceso de activación mecano-químico alcalino se llevó a cabo de la siguiente forma:

Primeramente, en un vaso de precipitados se preparó una solución alcalina agregando un litro agua y, posteriormente, añadiéndole el NaOH en una cantidad que permitió tener una solución 4 M (160 gramos de NaOH por litro de solución). La solución se mantuvo en agitación magnética constante, para ayudar a la disolución de las escamas del NaOH.

De la misma manera se preparó una solución con una concentración de 2 M (80 gramos de NaOH por litro de solución).

Una vez preparada la solución alcalina, el siguiente paso consistió en pesar los materiales a utilizar en las pastas, para la obtención de los geopolímeros. En la tabla 1, se muestran las cantidades que se emplearon para la preparación de las diferentes pastas.

Tabla 1. Relación de cantidades en peso empleadas en cada una de las pastas preparadas.

Fuente de SiO ₂	Fuente de CaO		Fuente de Aluminio y SiO ₂		Eucryptita	Nombre
Vidrio	Cemento 52.5	Yeso	Ceniza Nava	Ceniza As Pontes		
9 gr	18 gr		63 gr		10 gr	1CM4
9 gr	18 gr			63 gr	10 gr	2CC2
9gr		18 gr	63 gr			3YM4
9gr		18 gr		63 gr		4YC2

Terminando el pesaje de los materiales se procedió a agregar la solución alcalina, para las pastas que contienen ceniza Nava se empleó una solución 4 M, con una relación Líquido/Sólido = 0.48; mientras que para las mezclas que contienen ceniza As Pontes se utilizó una solución 2 M, con una relación Líquido/Sólido = 0.45.

2.5. Preparación de las pastas para la obtención de los geopolímeros

El procedimiento de fabricación de las pastas para la obtención de los geopolímeros consistió en preparar una mezcla con el material y la solución activadora. En un recipiente se agregaron 48 ml de la solución activadora de

concentración 4 M, 100 g de material y se mezclaron a una velocidad constante durante tres minutos. Posteriormente la mezcla se vació en los moldes metálicos de 1.0 x 1.0 x 6.0 cm, en dos capas: cada capa se homogenizó con 60 golpes, con la ayuda de la mesa de fluidez. Después del llenado, el tiempo de curado fue de 24 h y posterior a este tiempo se desmoldó y las muestras se mantuvieron en una cámara húmeda (25°C con 98% HR) hasta alcanzar el tiempo determinado para las pruebas de resistencia mecánica (3 y 28 días).

En la figura 1 se describe el procedimiento de fabricación de las pastas para la obtención de las probetas de geopolímero que serán evaluadas en pruebas posteriores.

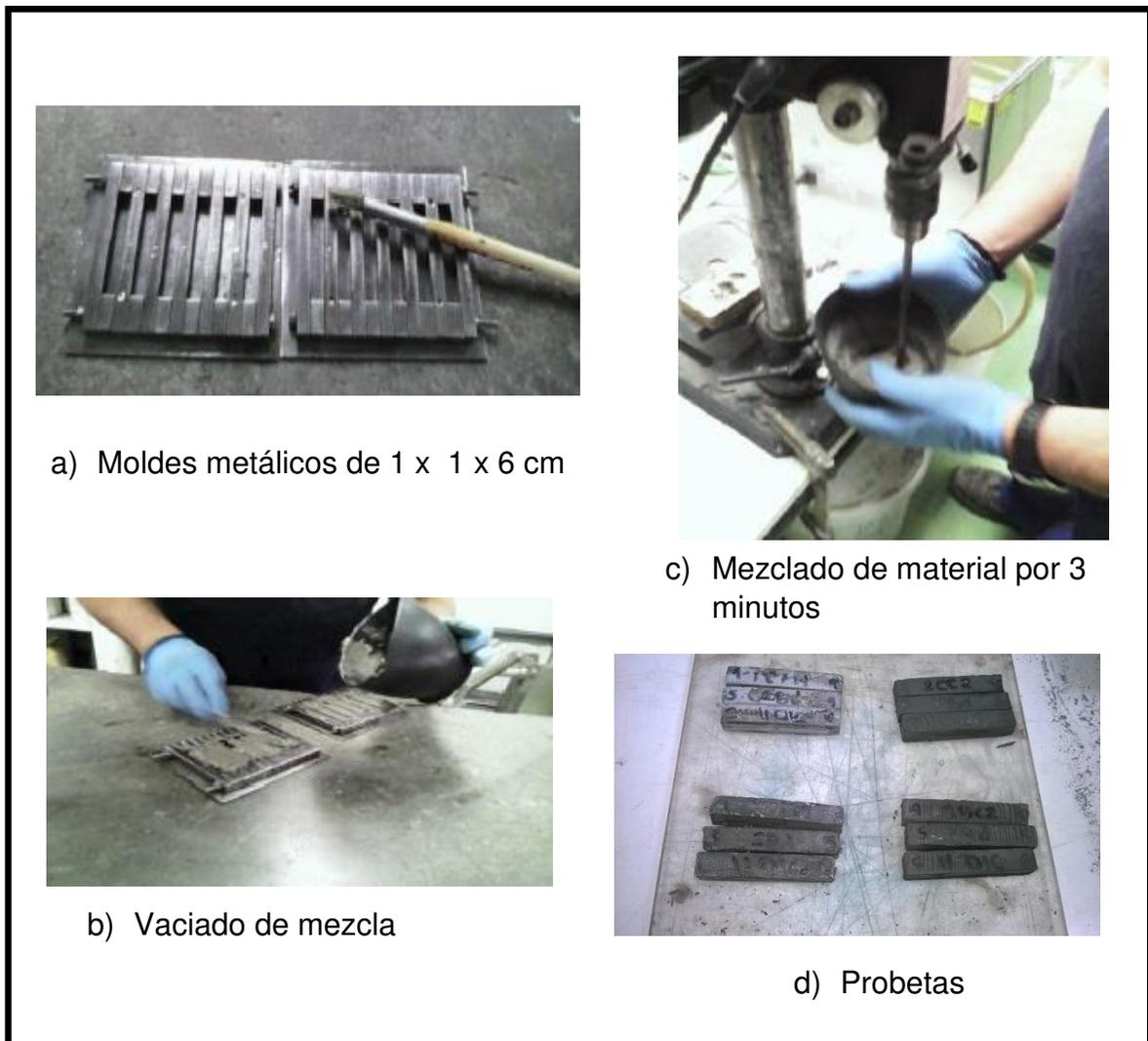


Figura 1. Proceso de elaboración de las pastas cementantes (Geopolímeros).

De igual manera, se repitió el mismo procedimiento para la elaboración de las pastas de geopolímeros, pero ahora utilizando la solución activadora de concentración 2 M.

De forma paralela se hicieron pastas con una concentración de 8 M, donde la variable fue la Eucryptita, agregando un 25% del peso total de la mezcla, un

10% de cemento y el resto del Vidrio borosilicato, para conocer el comportamiento que presenta en un medio más alcalino y sin la presencia de la ceniza como su principal producto de reacción.

2.6. Preparación de la pasta empleada para los recubrimientos fotocatalíticos

Los recubrimientos fotocatalíticos SiC-TiO₂, se llevaron a cabo mediante la extensión de una pasta sobre los geopolímeros. Primero se procedió a la preparación de las pastas de SiC-TiO₂ en la cual se utilizaron los siguientes componentes químicos: ácido acético, etanol, terpinol, etilcelulosa y el fotocatalizador SiC-TiO₂, donde se utilizó una relación de 80:20 en el orden señalado.

Se pesaron 2 gramos de polvo del fotocatalizador SiC-TiO₂, se colocaron en un mortero de ágata y se añadieron 0.3 ml de ácido acético, realizando una molienda manual durante 5 minutos. Al término, se añadieron 2 ml de agua y se continuó el proceso de molienda durante otros 6 minutos. Posteriormente, se agregaron 5 ml de etanol y se continuó la molienda durante 16 minutos más.

Finalmente, se añadieron 6 ml de etanol y se continuó la molienda 7 minutos más.

Después del proceso de molienda, la mezcla se transfirió a un vaso de precipitado, con 33 ml de etanol y se dejó en agitación en un baño de ultrasonido durante 30 minutos. Después se adicionaron 7 gr de terpinol y se continuó la agitación en ultrasonido durante 20 minutos más.

Posteriormente, se adicionó 1 gr de etilcelulosa, que fue previamente disuelto en 10 ml de etanol, y se dejó en agitación durante 20 minutos.

La mezcla obtenida se colocó en una plancha, a una temperatura de 100°C, durante unas 7 horas, esto con el fin de lograr la evaporación de los solventes empleados en la elaboración de la pasta. Después del proceso de evaporación, la mezcla se transfirió a un mortero de ágata y se realizó una vez más un proceso de molienda para obtener la consistencia deseada. Por último, la pasta preparada se colocó en recipientes cerrados, para su posterior aplicación.

2.7. Depósito de recubrimientos sobre morteros

Existen diversas técnicas para la preparación de recubrimientos, siendo la técnica de serigrafía una de las más sencillas y conveniente para la preparación de película, pues de todas las técnicas de recubrimientos, la de serigrafía tiene la más amplia gama de aplicaciones. Se pueden recubrir papel, textiles, polímeros, vidrio o cualquier otro material sólido, el principio sigue siendo el mismo [53]. Esta técnica consiste en la extensión de una pasta sobre un sustrato para el depósito del material, el cual se calcinó a una temperatura deseada para producir una película de un espesor determinado.

En este trabajo se emplearon muestras de pastas que se utilizaron como sustratos de soporte, los cuales se cortaron en piezas de dimensiones de 1.0 x 3.00 cm y de 1.00 ± 0.2 cm de espesor.

La pasta preparada se depositó directamente sobre los geopolímeros mediante la técnica de serigrafía, utilizando una malla de nylon [54]. La pasta de

SiC-TiO₂ se presionó a través de la pantalla, empleando la lámina de goma, como se muestra en la figura 2. Después de realizar los recubrimientos, los geopolímeros fueron calcinados a 400°C durante 2 horas, para la eliminación de los componentes orgánicos en la pasta.



Figura 2. Depósito de película por la técnica de serigrafía

2.8. Caracterización de los materiales

2.8.1. Difracción de rayos-X en polvos (DRX)

La difracción de rayos X se basa en la interferencia constructiva de rayos X monocromáticos y una muestra cristalina. Estos rayos X son generados por un tubo de rayos catódicos, filtrados para producir radiación monocromática, colimados para concentrarse y así dirigirse hacia la muestra. La interacción de los rayos incidentes con la muestra produce un rayo difractado y esto satisface las condiciones de la Ley de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$). Esta ley relaciona la longitud de onda de la radiación electromagnética con el ángulo de difracción y el espaciamiento reticular en una muestra cristalina.

La caracterización estructural de las pastas, así como de los materiales sintetizados se llevó a cabo mediante la técnica de difracción de rayos-X, utilizando para dicho propósito un difractómetro BRUKER ADVANCED X-RAY SOLUTIONS D8 con radiación de Cu k_{α} ($\lambda_{RX} = 1.5418 \text{ \AA}$), equipado con un detector Vantec de alta velocidad. La muestra fue colocada en un portamuestras de acrílico, y las mediciones se realizaron en un intervalo 2θ de 20 a 70 grados o de 5 a 60 grados, con un tamaño de paso de 0.05° y un tiempo de 0.5 segundos por cada paso.

2.8.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La técnica de microscopía electrónica de barrido es una técnica utilizada para la visualización y caracterización de superficies. Proporciona información morfológica, topográfica y composicional de las superficies de los materiales. Además, con este análisis se logra obtener información acerca de la forma y el tamaño de las partículas, así como detectar la presencia de poros o grietas en las pastas fabricadas.

Mediante este análisis se busca conocer la morfología del material utilizando un equipo JOEL modelo JSM 6490LV, que cuenta con un filamento de tungsteno y que, además, está equipado con una sonda de microanálisis de dispersión de energía de Rayos X (EDS), que permite obtener la composición química de los materiales. Mediante el análisis por EDS se podrán determinar los diferentes elementos químicos que se encuentran presentes y en qué proporción están distribuidos en el geopolímero.

2.8.3. Fluorescencia de rayos-X.

La fluorescencia de rayos X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación generada al excitar una muestra con una fuente de radiación. La radiación incidente expulsa electrones de capas interiores del átomo. Los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa

en forma de fotones, radiación, fluorescente o secundaria, con una longitud de onda característica que depende del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, a una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra. [55]

La FRX tiene como finalidad principal el análisis químico elemental, tanto cualitativo como cuantitativo, de los elementos comprendidos entre el flúor (F) y el uranio (U) de muestras sólidas (filtros, metales, rocas, muestras en polvo, tejidos, etc.) y líquidas porque permite hacerlos sin preparación de la muestra. El único requisito es que ésta tenga un tamaño inferior al del portamuestras. [56]

Esta técnica se utilizó para determinar la composición química de los materiales. El análisis de la muestra se llevó a cabo en muestra de polvo y se utilizó un espectrofotómetro Bruker S8 Tiger.

2.8.4. Espectroscopía FTIR

Este análisis de espectroscopía se fundamenta en la absorción de la radiación IR por las moléculas en vibración. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula. Cada molécula presenta un espectro IR característico (huella dactilar), debido a que todas las moléculas tienen algunas vibraciones que, al activarse, provocan la absorción de una determinada longitud de onda en la zona del espectro electromagnético correspondiente al infrarrojo.

Esta técnica se empleó para determinar la formación del Gel N-A-S-H, que es el principal producto de reacción procedente de la activación alcalina, como sus iniciales lo indican, N = Sodio, A = Aluminio, S = Sílice y H = Hidrato, ya que por el proceso utilizado se espera que este gel sea el precursor de la formación de un material con propiedades cementantes. [57]

Los análisis de FTIR se realizaron en un espectrómetro Thermo Scientific Nicolet 600, a frecuencias de 4000 a 400 cm^{-1} y una resolución espectral de 4 cm^{-1} . Las muestras se prepararon como gránulos de bromuro de potasio, con 0.09 mg de muestra por 0.11 mg de KBr; tal como se muestra en la figura 3.

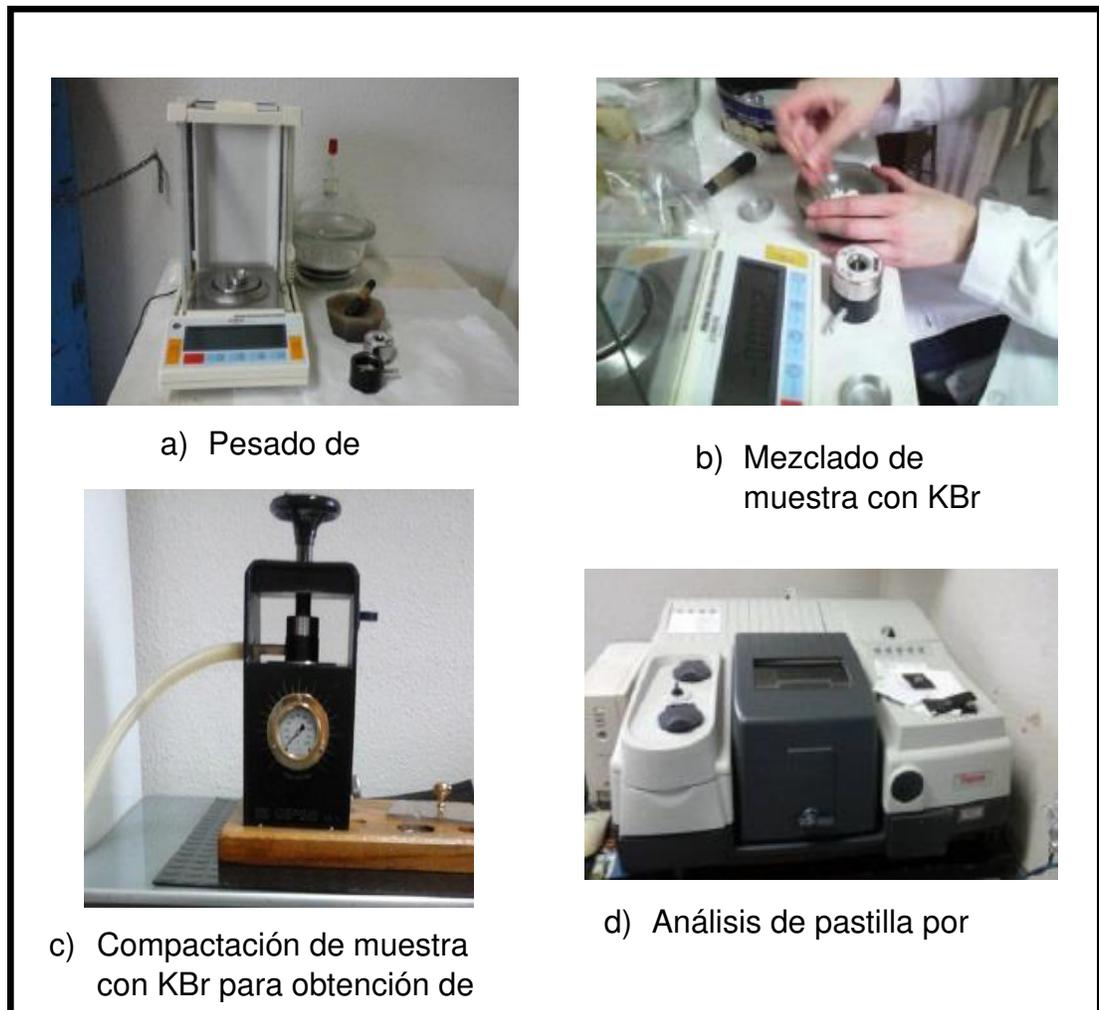


Figura 3. *Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier*

2.9. Determinación de las propiedades de los geopolímeros.

2.9.1. Resistencia mecánica.

Las pruebas mecánicas son pruebas destructivas en las que los materiales de estudio son sometidos a esfuerzos mediante la aplicación de una fuerza externa hasta su deformación y/o ruptura.

Esta prueba se basa en un sistema que aplica cargas controladas, que permiten conocer la resistencia, a compresión y flexión, del material, debido a la carga al momento de la ruptura del geopolímero. La máquina funciona con un sistema hidráulico, que se utiliza para presionar al dispositivo y que aplique la carga, tal como se muestra en la figura 4.

Todas las pastas se sometieron a ensayos por flexión y compresión, después de 3 y de 28 días, con una prensa IBERTEST AUTOTEST-200/10 SW.

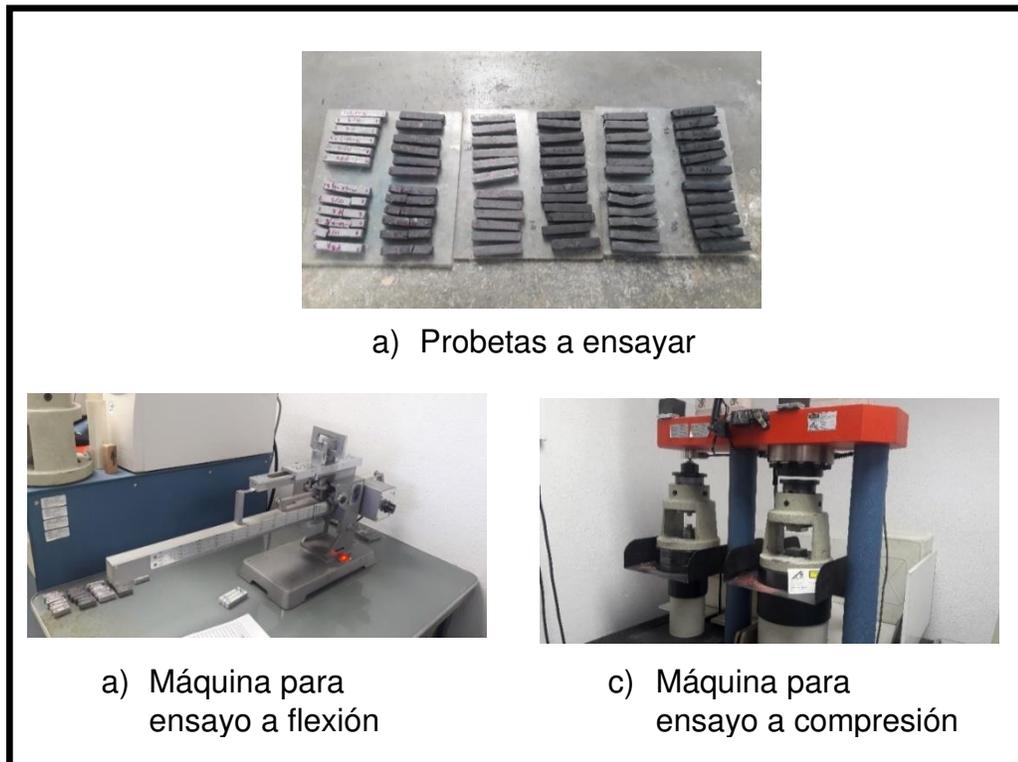


Figura 4. Ensayos mecánicos de las probetas de los geopolímeros preparados.

2.9.2. Resistencia a la flexión

La resistencia a la flexión es una medida de la resistencia a la tracción del concreto. Estrictamente hablando, es una medida de resistencia a la falla de una viga o losa de concreto que no está reforzada. La resistencia a la flexión se formula como el Módulo de Rotura (MR) en MPa y se determina mediante los métodos de ensayos establecidos ASTM C78 (cargada en los puntos tercios) o ASTM C293 (cargada en el punto medio), este último empleado en la presente investigación [19]. En general, se dice que el módulo de rotura es cerca del 10% al 20% de la resistencia a compresión.

2.9.3. Expansión térmica

La materia se constituye de átomos o moléculas. Estas partículas experimentan los efectos de la temperatura en forma de agitación.

Generalmente, cuando la temperatura aumenta, la mayor parte de los materiales aumentan su volumen. Esta expansión, en el nivel microscópico, corresponde a una mayor distancia entre las moléculas. Es a este incremento en el volumen al que se llama “expansión térmica”. Inversamente, una reducción en temperatura resulta en una contracción. Esta propiedad ocurre en todos los estados de la materia; sin embargo, en la mayoría de los casos es a menudo imperceptible.

La expansión térmica es el incremento, en el volumen, de un material, a medida que aumenta su temperatura; por lo general, se expresa como un cambio fraccionario en las medidas por unidad de cambio de temperatura y se define

como “Coeficiente de Expansión Térmica” (CTE). Cuando el material es sólido, la expansión térmica se describe en términos de cambio de longitud, altura o grosor. Si el material es líquido, por lo general se describe como un cambio de volumen. Este fenómeno se conoce como expansión térmica (α) y el parámetro que representa el valor de un material al ser sometido a un proceso de calentamiento está dado por la siguiente fórmula:

$$\alpha = (L_f - L_i) / [L_i * (T_f - T_i)]$$

Donde:

L_f = Longitud final

L_i = Longitud inicial

T_f = Temperatura final

T_i = Temperatura inicial

En este trabajo, para la medición del CTE se cortaron muestras de 2.54 cm X 0.6 m X 0.6 cm, de las probetas fabricadas. La medición se llevó a cabo en un equipo de dilatometría Marca Orton 2010 C, utilizado para medir el porcentaje de cambio lineal (PLC) de las muestras según los cambios de temperatura programados, tal como se muestra en la figura 5.

Para el caso de este trabajo, las piezas evaluadas se midieron en un intervalo de temperatura ambiente de 25°C a 150°C, con una rampa de calentamiento de 5°C por minuto.

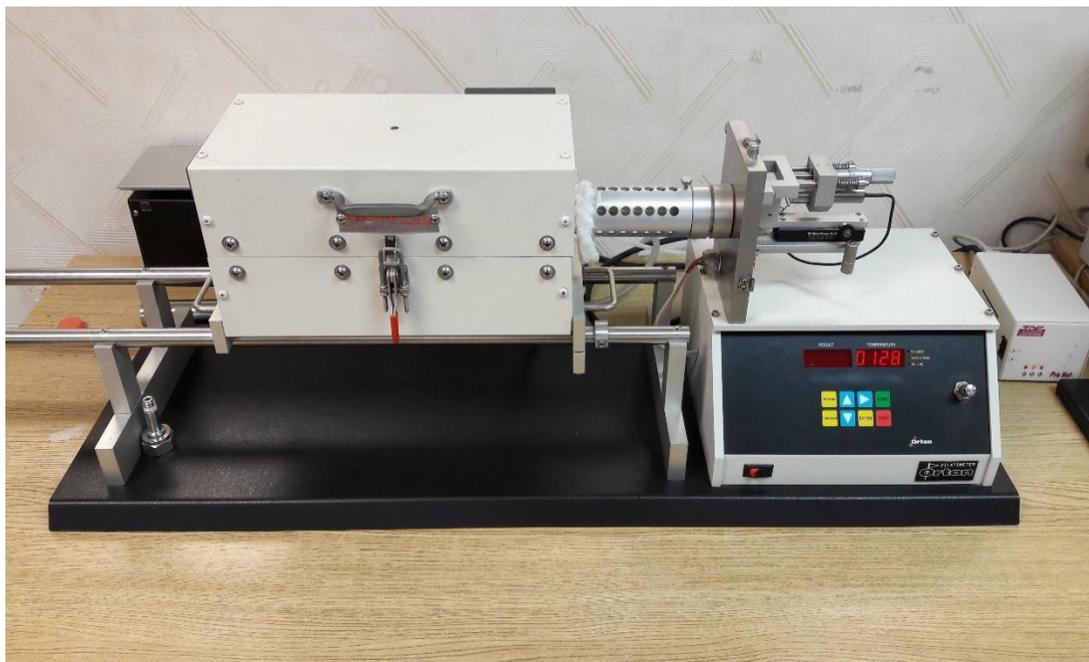


Figura 5. Equipo de dilatometría marca Ortón 2010 C.

2.10. Pruebas fotocatalíticas

La actividad fotocatalítica de los geopolímeros recubiertas con SiC-TiO₂ se evaluó mediante la degradación del colorante índigo carmín, que fue empleado como colorante modelo. Los experimentos se llevaron a cabo con una concentración inicial de 15 ppm, a temperatura ambiente.

Para evaluar la eficiencia de las propiedades de autolimpieza de los materiales, se emplearon dos tipos de radiaciones: luz solar simulada y también luz ultravioleta.

2.10.1. Pruebas fotocatalíticas con luz solar simulada

Los experimentos de degradación con luz solar simulada se realizaron empleando un simulador solar Oriel Instruments modelo 69920, equipado con una lámpara de Xenón de 450 W, que produce un espectro uniforme que simula la luz solar real.

Para cada uno de los experimentos se colocó una muestra de geopolímero recubierta con SiC-TiO₂ en un reactor de cuarzo, donde se agregaron 100 ml de solución acuosa del colorante índigo carmín, con una concentración de 15 ppm. El sistema se dejó en obscuridad durante 1 hora, hasta alcanzar el equilibrio adsorción-desorción. Posteriormente se inició la irradiación, proporcionada por el simulador solar, colocándose a una distancia aproximada de 10 centímetros, de manera que incidiera la radiación en la muestra de forma horizontal. El seguimiento se llevó a cabo en un espectrómetro Ultravioleta-Visible Perkin Elmer Lambda 35, empleando una celda de cuarzo para análisis de líquidos, tomando alícuotas de la solución cada 30 minutos, durante 4 horas. La actividad fotocatalítica de las muestras se calculó mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Degradación} = [(C_0 - C) / C_0] \times 100$$

Dónde: C_0 es la concentración inicial del índigo carmín y C es la concentración final después de un tiempo definido de irradiación.

2.10.2. Pruebas fotocatalíticas con luz UV

La evaluación fotocatalítica bajo irradiación ultravioleta se llevó a cabo empleando una lámpara UV con una longitud de onda de 254 nm y 365 nm. Los experimentos fotocatalíticos se realizaron empleando 100 ml de colorante índigo carmín, con una concentración inicial de 15 ppm. Para asegurar el equilibrio de adsorción-desorción de la molécula en la suspensión, se colocó una pieza de geopolímero, que se dejó en obscuridad durante 1 hora. Posteriormente, la solución se colocó perpendicularmente, para ser irradiada por la lámpara, como se muestra en la figura 6.



Figura 6. Prueba fotocatalítica con luz UV con longitud de onda de 365 nm.

Al igual que en el caso anterior, el grado de avance de la degradación fotocatalítica del contaminante fue monitoreado mediante la técnica de espectroscopía UV-Vis, para ello, se tomaron alícuotas de la suspensión con un volumen de 1 ml en intervalos de 30 minutos durante un tiempo total de 4 horas, las cuales fueron analizadas en un espectrómetro Ultravioleta-Visible Perkin Elmer Lambda 35.

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización Estructural y Morfológica

3.1.1. Análisis por Difracción de Rayos-X, método de polvos (DRX), de la materia prima.

En la figura 7, se muestra el difractograma correspondiente a una de las materias primas, la Eucryptita (LiAlSiO_4), la cual fue sintetizada por reacción en estado sólido a 1200°C . Donde, se puede apreciar que se ha conseguido la síntesis de la fase pura, y que corresponde con la información reportada para el LiAlSiO_4 en la tarjeta ICSD 01-075-2330, con estructura cristalina hexagonal, similar también a lo reportado por Juárez et al. [58] y González [59].

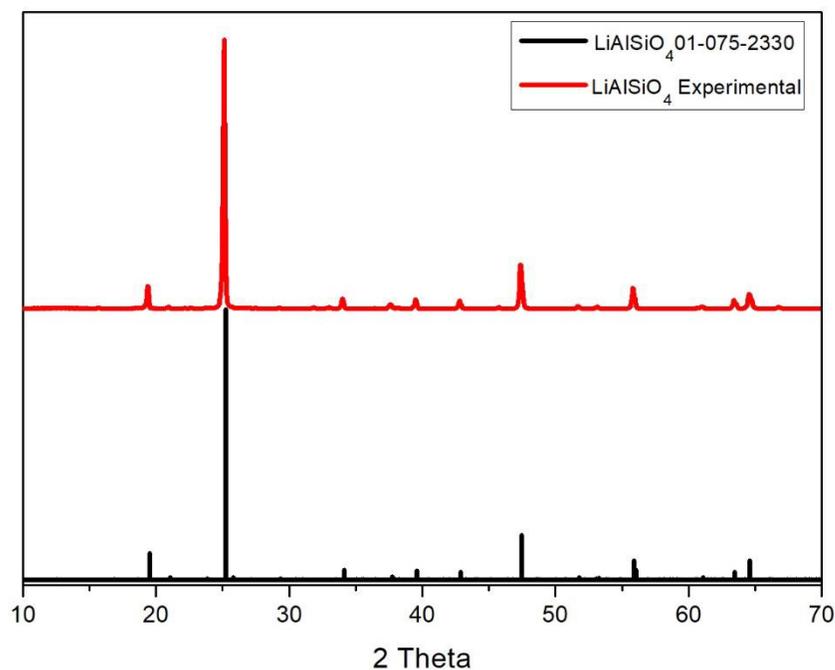


Figura 7. Difractograma teórico y experimental del LiAlSiO_4 sintetizado

Asimismo, con la finalidad de conocer las características estructurales de las demás materias primas como son: vidrio, cenizas, yeso y cemento Portland, se realizó el análisis por difracción de rayos X en polvos. En la figura 8, se muestra el difractograma del vidrio, donde se aprecia que no presenta picos atribuidos a ningún grupo cristalino, lo que se puede observar es una banda ancha y de alta intensidad que se atribuye al SiO_2 , presente en la fase vítrea, y que es una característica de los sólidos amorfos en ángulos de 2θ , de entre 20° y 30° [60] [61] [62].

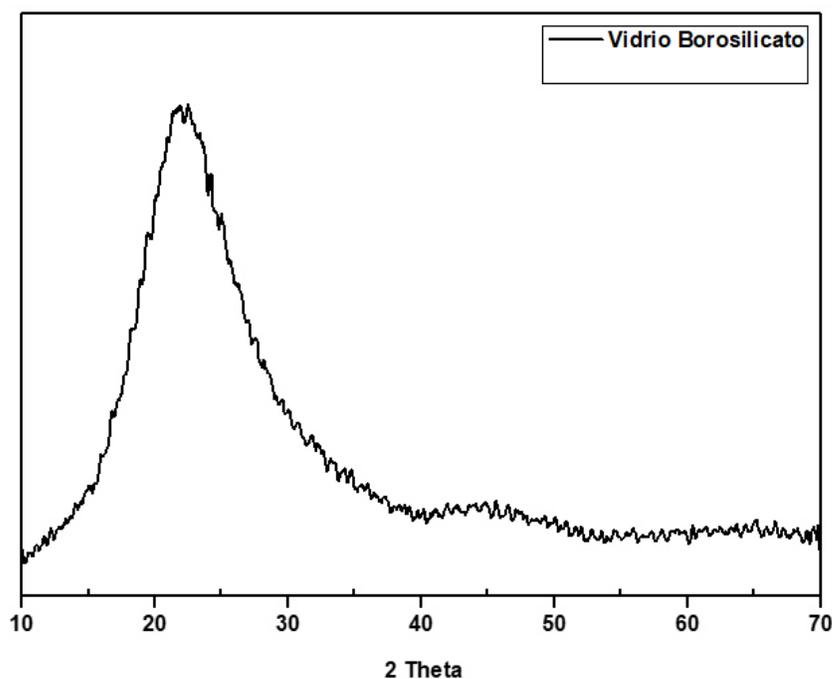


Figura 8. Difractograma del vidrio borosilicato molido.

De igual manera, se realizó la prueba de difracción de rayos X para la ceniza Nava (México) y As Pontes (España), figuras 9 y 10, donde se puede observar una mayor cantidad de picos que indican que el material está constituido por una

gran cantidad de fases cristalinas, y también por fase vítrea; tal como ha sido previamente reportado [63].

En la tabla 2 se muestra la lista de las fases detectadas en los patrones y las abreviaciones con que se designaron a cada una de las deflexiones encontradas en los diferentes difractogramas.

Tabla 2. Compuestos identificados por DRX en las muestras de ceniza Nava y As Pontes.

Abreviación	Compuesto	Fórmula
Q	Cuarzo	SiO ₂
h	Hematita	Fe ₂ O ₃
Ca	Calcita	Calcita
c	Óxido Fosfato de Calcio	Ca ₃ (PO ₄) ₂
m	Mullita	Al ₆ Si ₂ O ₁₃
F	Faujasita	Na ₂ Al ₂ Si ₂ O ₈
E	Eucryptita	LiAlSiO ₄
M	Montmorillonita	Na,Ca) _{0.3} (Al,Mg) ₂ Si ₂ O ₁₀

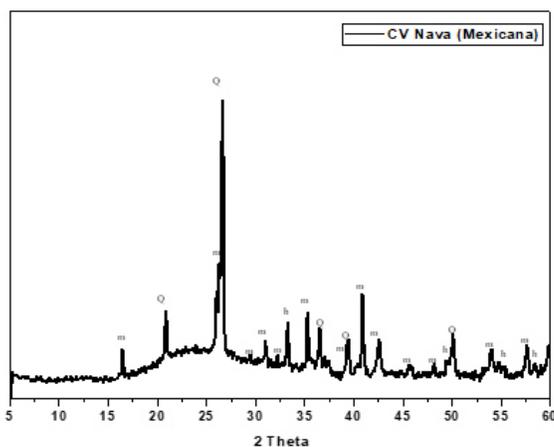


Figura 9. Difractograma Ceniza Nava.

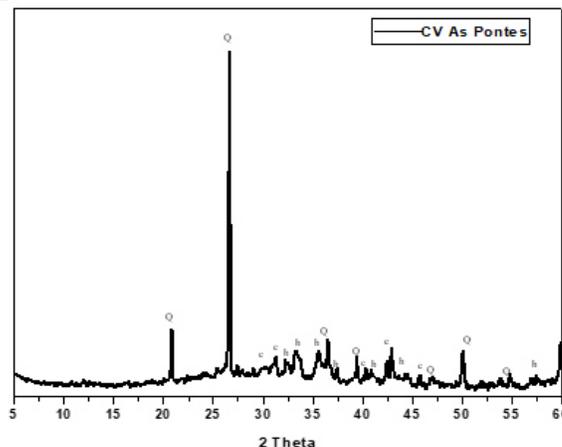


Figura 10. Difractograma Ceniza As Pontes.

La diferencia presentada entre ambas cenizas volantes se debe al proceso del cual se obtienen. En el caso de la ceniza de Nava, Coahuila, México, ésta proviene de la Industria Carboeléctrica, mientras que la ceniza de As Pontes, proviene de la Central térmica de Puentes de García Rodríguez en la Cureña, España.

3.2. Análisis por difracción de rayos-X de los geopolímeros preparados.

Por otro lado, con la finalidad de conocer el comportamiento de la Eucryptita y la interacción que tiene en un medio alcalino, se llevó a cabo el análisis por difracción de rayos-X de los geopolímeros preparados, teniendo como variables la ceniza y la concentración molar de la solución alcalina.

En este caso se utilizó para la ceniza Nava una concentración de 4 M (1CM4-3YM4) y para la ceniza As Pontes una concentración 2 M (2CC2-4YC2).

En la Figura 11, se puede apreciar el patrón de difracción de rayos-X del geopolímero 1CM4, que es la mezcla que contiene cemento Portland, ceniza Nava, vidrio borosilicato y Eucryptita, el cual está activado con una solución alcalina de concentración 4 M, y tiempo de curado de 3 días.

En el difractograma se puede apreciar que prácticamente se mantienen las reflexiones correspondientes a la Eucryptita, por lo que se puede decir que este geopolímero está siendo atacado en menor medida por la sosa. De igual manera,

se observa que las fases cristalinas minoritarias (cuarzo, mullita y hematita), detectadas en el material inicial permanecieron aparentemente inalteradas.

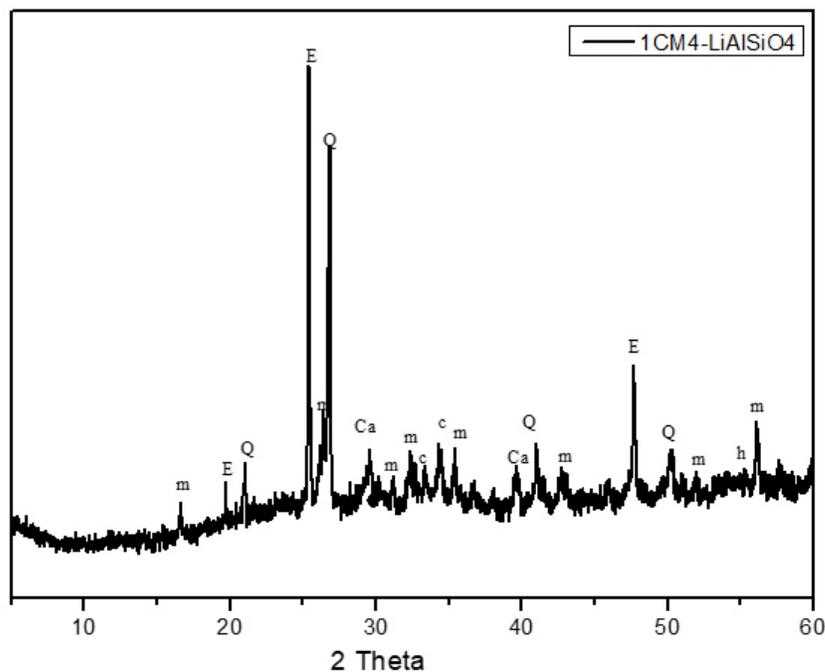


Figura 11. Difractograma de geopolímero 1CM4 activado con NaOH 4 M.

En la figura 12 se muestra el difractograma del geopolímero que contiene ceniza As Pontes, cemento Portland, vidrio borosilicato y Eucryptita, donde, al igual que en el caso anterior, se observa que no hay una disminución en las reflexiones correspondientes a la Eucryptita, manteniéndose también las reflexiones correspondientes a las fases minoritarias detectadas previamente.

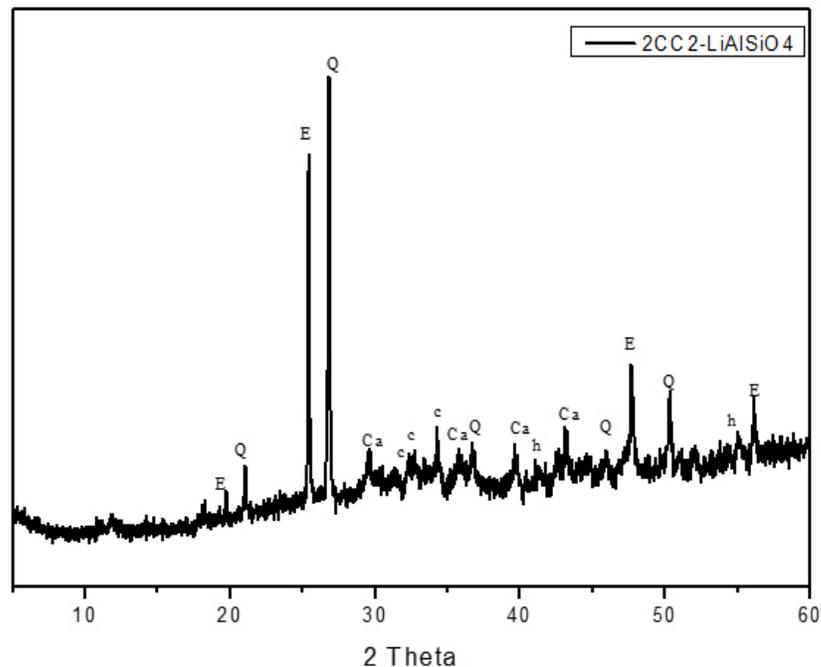


Figura 12. Difractograma de geopolímero 2CC2 activado con NaOH 2 M.

Por otra parte, a manera de comparación, se realizó la preparación de geopolímeros, utilizando vidrio orosilicato, cemento Portland, Eucryptita, y sin adición de ceniza volante; éstos fueron activados con NaOH de concentración 8 M. A continuación se muestra el patrón de difracción de rayos-X obtenido (figura 13), donde se pudo apreciar que, en comparación con los resultados anteriores, las reflexiones características de la Eucryptita se siguen manteniendo; sin embargo, las reflexiones de las fases minoritarias son menos intensas. Por lo anterior, se puede asumir que en este caso el geopolímero tampoco está siendo atacado por la activación alcalina del NaOH.

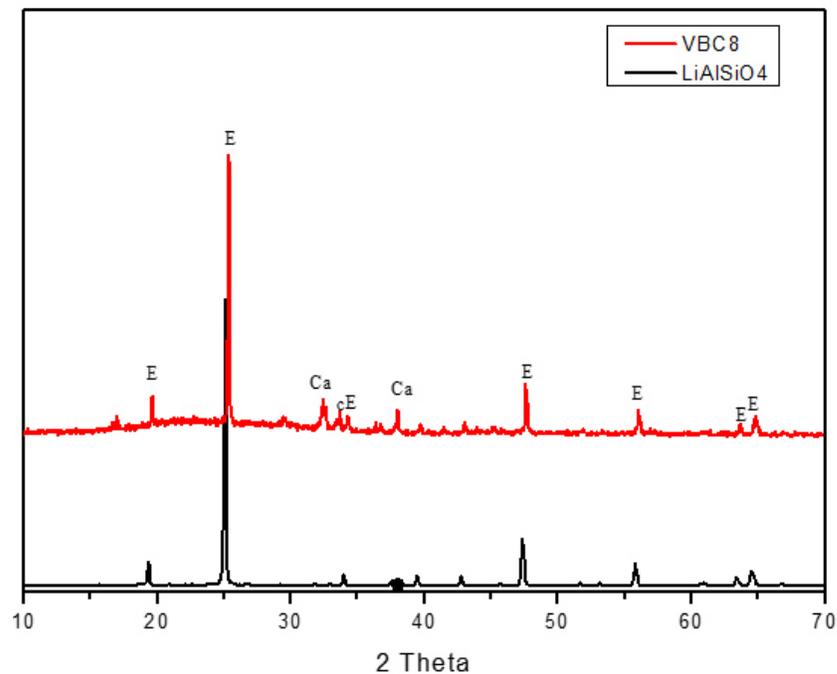


Figura 13. Difractograma de la muestra preparada con solución 8 M.

3.3. Análisis morfológico de los geopolímeros por microscopía electrónica de Barrido con espectroscopía de dispersión de energía (MEB-EDS).

Para observar la morfología de los geopolímeros preparados se analizó cada una de las muestras por MEB-EDS. A continuación se muestran algunas de las micrografías de los materiales preparados. En la Figura 14 se muestra el geopolímero 2CC2, donde se aprecia en primer plano lo que parece ser una partícula de vidrio que no reaccionó del todo al ser activado. También se observan pequeñas microesferas que corresponden a la ceniza volante [64]. Es

interesante observar cómo unas partículas de ceniza están cubiertas al parecer por una especie de telaraña, que podría ser el producto de la reacción de activación del vidrio, lo que lleva a suponer que se está formando una especie de gel.

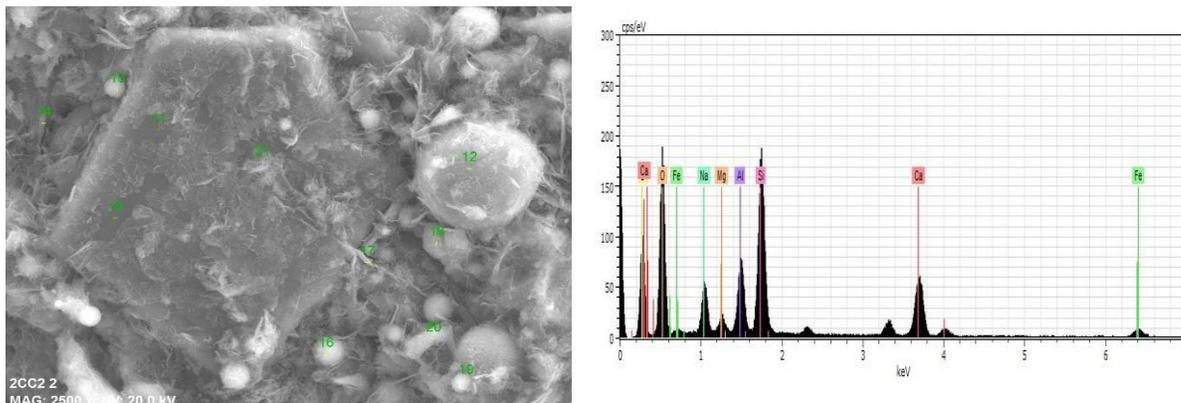


Figura 14. Micrografía de geopolímero 2CC2 (a), y composición química elemental por EDS (b).

En la micrografía de la figura 15 se muestra la morfología del geopolímero identificado como 4YC2, el cual está conformado por yeso, ceniza As Pontes, vidrio y Eucryptita. Esta muestra presenta una microestructura diferente a lo observado anteriormente, ya que se aprecia lo que parece una especie de lajas que se forman por encima y alrededor de la ceniza y el vidrio. En este caso, se puede decir que, al cambiar la fuente de CaO, se modifica la microestructura, ya que el proceso de reacción es diferente a una mezcla que tiene presente el cemento Portland.

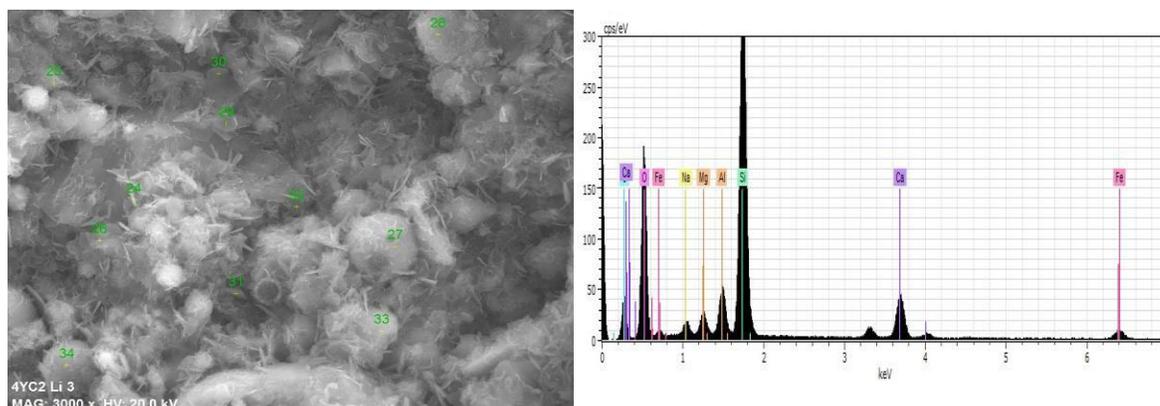


Figura 15. Micrografía de geopolímero 4YC2 (a) y composición química elemental por EDS (b).

Por otro lado, se hicieron micrografías al geopolímero que fue activado con solución 8 M que contiene Eucryptita, vidrio borosilicato y cemento Portland, donde se puede observar una morfología completamente diferente a las que se mostraron anteriormente, incluso en la micrografía aún se pueden apreciar trozos de vidrio que reaccionaron parcialmente (figura 16). Un punto importante a destacar de estos resultados, es que el grado de reacción de la materia prima decrece con el aumento de la molaridad empleada en la solución alcalina. En este caso, los compuestos formados únicamente con silicatos se disuelven al estar en contacto con el agua, por lo que, no en todos los casos, se pudo obtener un material 100% consolidado.

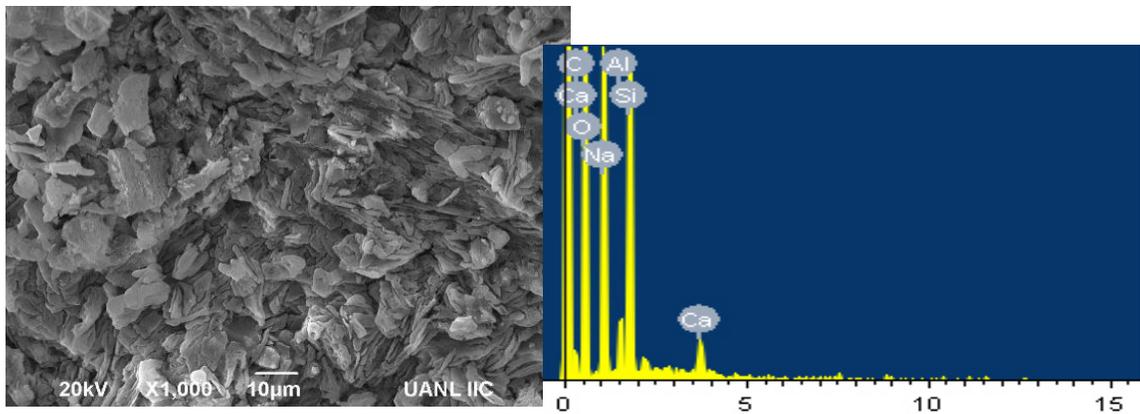


Figura 16. Micrografía de geopolímero VBC8 (a) y composición elemental por EDS (b).

Con la finalidad de realizar un análisis comparativo sobre las diferencias entre los distintos materiales empleados como materia prima para la fabricación de los geopolímeros, se realizó el análisis por fluorescencia de rayos-X, que es una técnica empleada para determinar el contenido y la composición elemental de la materia prima. En la tabla 4.1 se muestran estos resultados, donde se puede ver la composición química del vidrio borosilicato (VBO), ceniza Nava, ceniza As Pontes, cemento Portland (OPC) y yeso.

Tabla 3. Composición química de los materiales.

Oxidos	Ceniza Nava	Ceniza As Pontes	OPC	VBO	Yeso
SiO ₂	60.47	35.61	16.94	89.50	0.38
Al ₂ O ₃	25.52	14.84	3.62	2.64	0.15
CaO	1.86	14.52	67.79	0.59	98.67
Fe ₂ O ₃	5.08	12.56	2.94	0.05	0.13
K ₂ O	1.58	1.36	0.95	0.27	0.01
Na ₂ O	0.78	1.14	0.11	5.55	0.07
MgO	0.88	4.03	1.40	0.03	0.49
SO ₃	0.40	1.66	3.84	0.03	0.04
TiO ₂	1.10	0.95	0.26	0.03	
CrO/ Cr ₂ O ₃	0.015	-	0.03		
BaO	0.05	-	-		
MnO	0.01	-	-		
ZnO/ ZnO ₂	0.03	-	0.03	0.05	0.005
P ₂ O ₅	0.06	-	-	-	
Otros	0.16	0.96	-	0.31	
P.F	-	12.30	-	-	
L.O.I	2.10	-	-	-	
P ₂ O ₅	-	-	0.08		0.014
Cl	-	-	0.08	0.15	0.01
MnO	-	-	0.06		
CuO	-	-	0.03		
Rb ₂ O	-	-	0.00		
SrO	-	-	0.06		0.032
ZrO ₂	-	-	0.01		
BaO	-	-	0.21		
PbO	-	-	0.06		
P.C.	-	-	1.50		
Total	100.00	99.94	100.00	99.20	100.00

3.4 Caracterización espectroscópica y mecanismo de formación del gel N-A-S-H en los geopolímeros fabricados.

El gel de aluminosilicato sódico (gel N-A-S-H), es el principal producto de reacción de todos los sistemas cementantes desarrollados en el presente trabajo: sistemas de ceniza volante y vidrio borosilicato, activados alcalinamente. Dicho gel, es el que le confiere al material las propiedades cementantes (adherentes) y, consecuentemente, las propiedades mecánico-resistentes.

3.5 Análisis por Infrarrojo (FTIR)

De acuerdo con los reportes en la bibliografía, desde el punto de vista nanoestructural, el gel N-A-S-H presenta dos bandas características en IR: una banda ancha que aparece en torno a 1000 cm^{-1} - 1100 cm^{-1} , asignada a la tensión asimétrica de los enlaces T-O (T = Si, Al) y otra banda que aparece a 460 cm^{-1} , correspondiente a las vibraciones de deformación de los enlaces T-O-T. A su vez, se ha observado que la banda de tensión asimétrica está constituida por dos tipos de enlaces Si-O: enlaces puente Si-O (Si) y enlaces terminales Si-O [65].

En este caso, al analizar los resultados obtenidos por la técnica espectroscopia infrarroja de los productos formados en la activación alcalina, se corroboró la presencia de los enlaces antes mencionados.

Los espectros de IR se representan en dos gráficas en las figura 17a y 17b. En la primera (figura 17a), el intervalo va desde 3900 a 3200 cm^{-1} , donde se observan las bandas de vibración del agua y de los grupos hidroxilo; mientras que en la segunda (figura 17b), está comprendido entre 1600 y 400 cm^{-1} , donde se localiza el resto de las bandas de vibración de los distintos grupos que constituyen los geopolímeros.

Estos materiales están formados por ceniza volante y vidrio, que aún no ha reaccionado (fase vítrea + fases cristalinas), y por los productos de reacción (gel de aluminosilicato sódico N-A-S-H como producto mayoritario y zeolitas cristalinas como fases minoritarias). Es importante mencionar que, la interpretación de los espectros FTIR puede llegar a ser muy difícil, dado que las vibraciones de los enlaces de estos compuestos se pueden solapar entre sí y, por lo tanto, dificultar la interpretación de los resultados.

De acuerdo con los resultados, se puede suponer que, en los primeros momentos de la reacción, la ceniza volante, al contacto con la disolución alcalina activadora, disuelve su componente vítreo e inmediatamente después precipita un producto de reacción, gel de aluminosilicato sódico, con un relación Si/Al cercana a la unidad, tal como ha sido reportado la bibliografía [66] [67] [68]. Este hecho se justifica porque los enlaces Al-O son más débiles que los enlaces Si-O y, por lo tanto, se rompen más fácilmente. Cuando la reacción progresa, la fuente de aluminio se agota, pero el silicio se sigue incorporando al medio. De esta forma, el gel de aluminosilicato formado, a medida que la reacción avanza, se

enriquece gradualmente en silicio. Este proceso se manifiesta en los espectros IR en un desplazamiento de la banda de tensión asimétrica de los enlaces T-O hacia frecuencias superiores, lo cual ha sido previamente reportado por Fernández-Jiménez [69].

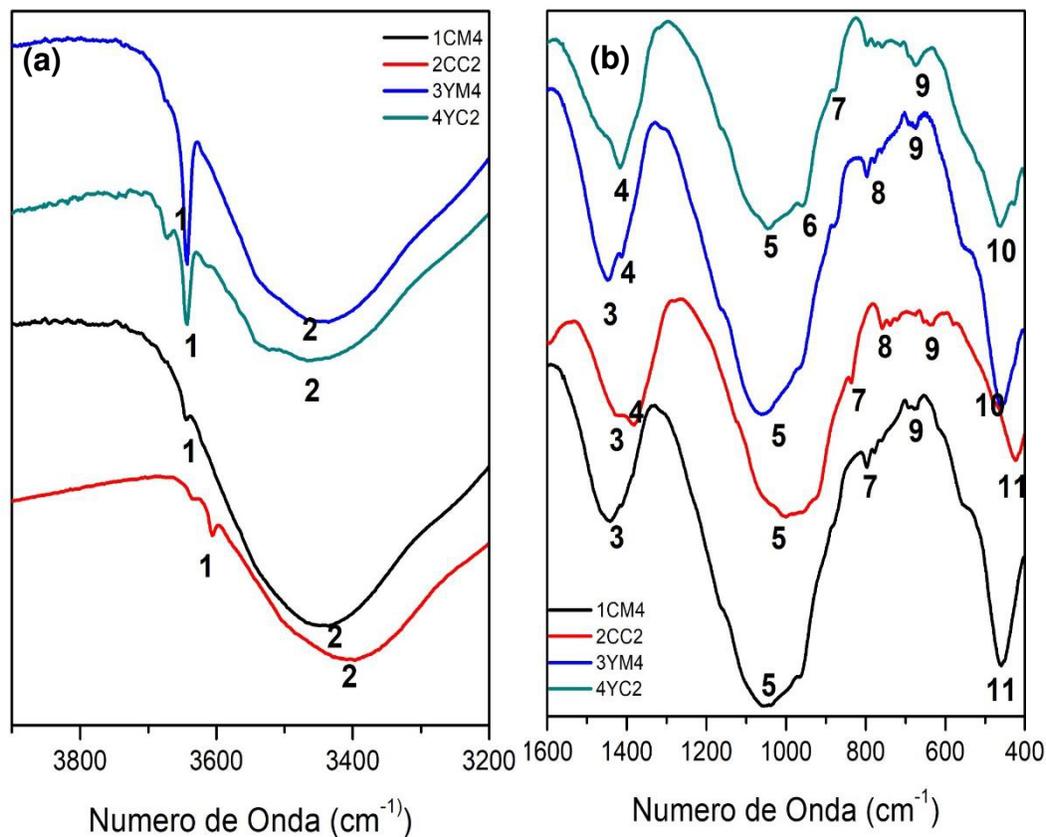


Figura 17. Espectros de IR de los geopolímeros formados: 1CM4, 2CC2, 3YM4 y 4YC2. (a) Región de 3900-3200 cm^{-1} , y (b) Región de 1600-400 cm^{-1} .

A continuación se muestra la tabla con la asignación del grupo vibracional de las muestras analizadas por FTIR.

Tabla 4. Bandas de absorción correspondiente a los espectros de infrarrojo de los geopolímeros. [70]

Banda	Número de Onda (cm ⁻¹)	Asignación
1	3400-3500	Tensión asimétrica H ₂ O
2	3000-2850	Deformación H ₂ O
3	1600-1650	Deformación H ₂ O
4	1410-1450	ν_3 C-O
5	1000-1050	Tensión asimétrica de los enlaces T-O (T=Si,Al)
6	945-955	Tensión asimétrica Si-O ⁻
7	870-900	ν_2 C-O
8	780-800	Tensión asimétrica de los enlaces Si-O (Q)
9	700	Tensión asimétrica de los enlaces Si-O (Q)
10	680-690	Deformación de los enlaces Si-O
11	460	Deformación de los enlaces ⁻ O-Si-O ⁻

En primera instancia, hay que destacar que en los diferentes sistemas se observa un movimiento pendular que presentan los desplazamientos de la citada banda, en función del tiempo de curado; primero se desplaza hacia frecuencias más bajas, para luego desplazarse hacia el lado opuesto. Este movimiento pendular ha sido asociado con la formación consecutiva de dos geles diferentes: un gel primario (Gel 1) rico en Al, que evoluciona hacia la formación de un gel

más rico en Si (Gel 2) responsable del desarrollo mecánico resistente del material [71].

3.6. Identificación del gel N-A-S-H por medio de la espectroscopía de Raman

Por otro lado, la presencia del gel N-A-S-H también se corroboró mediante el análisis por espectroscopía de Raman, que se utiliza comúnmente en la identificación de compuestos del área química, ya que la información vibracional es muy específica para los enlaces químicos de las moléculas presentes. Por lo tanto, proporciona una huella dactilar de la molécula que puede ser fácilmente identificada.

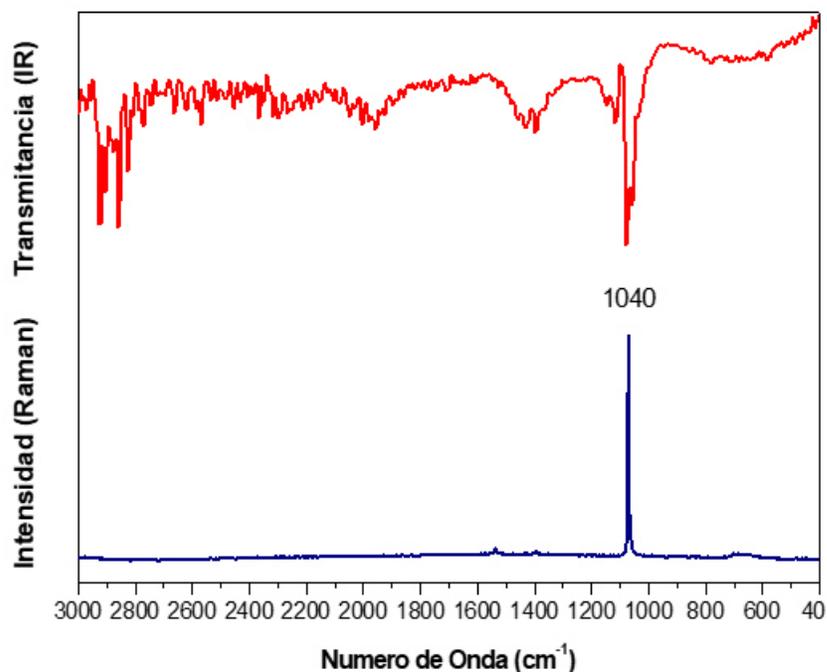


Figura 18. Espectro de Raman para la muestra de geopolímero en un intervalo de 3000 a 400 cm^{-1} .

En este caso, la banda asociada al gel N-A-S-H fue detectada a un número de onda cercano a 1040 cm^{-1} . Con este resultado se confirma que los geopolímeros preparados presentarán las características de un material cementante y presentarán resistencias mecánicas considerables.

3.7. Resistencia mecánica a diferentes edades

3.7.1. Pruebas de resistencia a compresión

En las figuras 19 y 20 se presentan las resistencias mecánicas a compresión que se obtuvieron con los geopolímeros desarrollados a diferentes tiempos de curado, a 3 días y a 28 días, a una temperatura de 25°C , y activados con una solución alcalina 4 M.

A simple vista se observa en la Figura 19 un aumento en la resistencia a compresión de las muestras curadas a 3 y a 28 días, donde el mayor valor lo obtiene la mezcla a 28 días, conformada por ceniza Nava (México), cemento Portland y vidrio (1CM4), obteniendo un valor de 18 MPa. De igual manera, hay un incremento significativo en la mezcla donde se sustituyó el cemento por el yeso, obteniendo valores de 13 MPa.

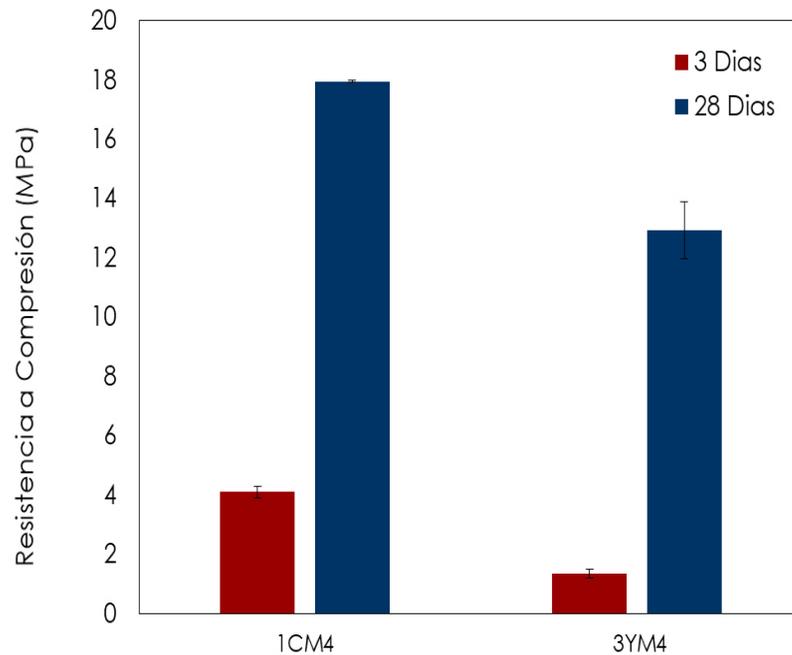


Figura 19. Geopolímeros preparados con solución 4 M.

Por otro lado, en los geopolímeros preparados con una solución alcalina 2 M, se observó un aumento en la resistencia a compresión con el paso del tiempo, obteniendo valores de 15 MPa en la pasta que contiene ceniza As Pontes (España), cemento Portland y vidrio (2CC2), ver Figura 20. En cambio, con las pastas donde se utilizó yeso en lugar del cemento Portland, se obtuvieron valores de 13 MPa, igual que los geopolímeros activados con la solución 4 M.

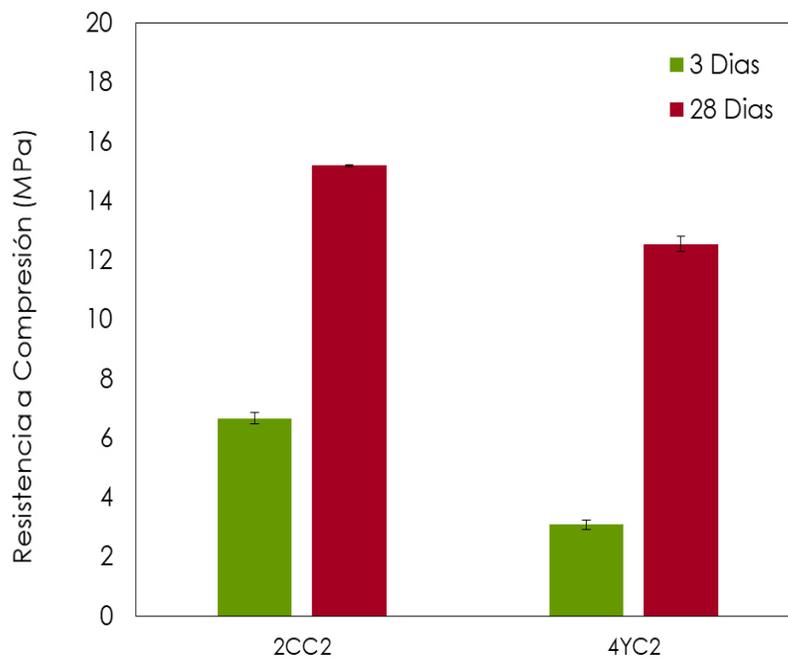


Figura 20. Geopolímeros preparados con solución 2 M.

Con base en los resultados anteriores, se puede decir que el tiempo de curado juega un papel muy importante en cuanto el desarrollo de la resistencia mecánica de materiales geopoliméricos. Por otro lado, Criado [70] señala que un incremento del contenido de sílice soluble favorece el desarrollo de altas resistencias iniciales a compresión en el material, como lo que sucedió en este caso. Del mismo modo, un curado térmico es un factor fundamental en el desarrollo mecánico de este tipo de materiales, así como también la disolución activadora.

A manera de comparación, se hizo la prueba de compresión a los geopolímeros que contienen vidrio, cemento y Eucryptita, y que fueron activados con una solución alcalina 8 M (Figura 21), donde se vio que a edades tempranas se obtienen valores de 2 MPa, pero hay un aumento importante en la resistencia

al paso de los días, hasta llegar a los 18 MPa; valores similares a los obtenidos para las pastas preparadas con solución 4 M; sin embargo, estas pastas tienen la desventaja de que, al estar en contacto con el agua, se empiezan a desmoronar. Es importante recalcar que el empleo de una mayor cantidad de activador alcalino implica la incorporación de una mayor cantidad de sodio en el sistema, lo que, obviamente también puede influir en el desarrollo de la resistencia mecánica de estos materiales [72] [73]. El sodio no fijado en los productos de reacción (exceso de sodio), se carbonata rápidamente al entrar en contacto con el CO₂ atmosférico, tal como han constatado varios autores. Provocan la carbonatación de la pasta da lugar a una caída de la resistencia a compresión.

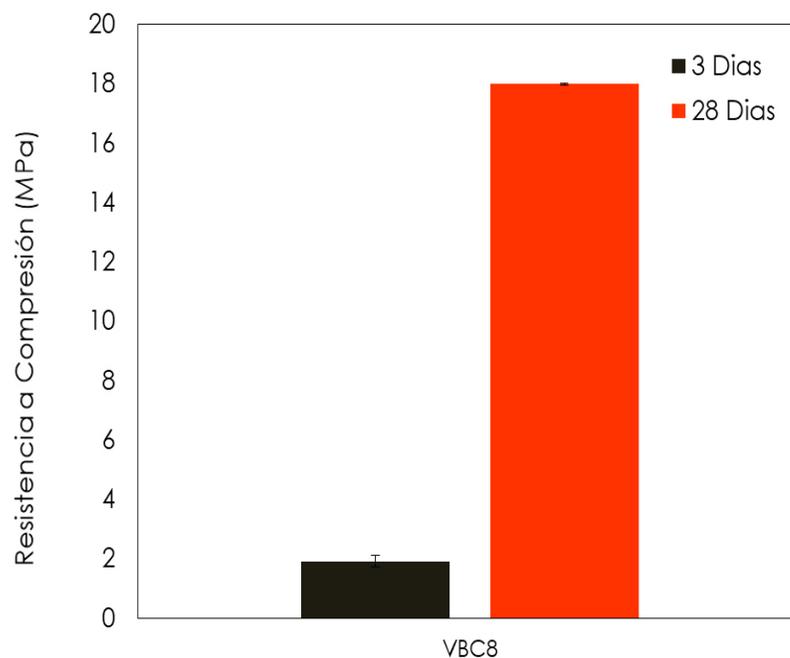


Figura 21. Geopolímeros preparados con solución 8 M.

3.7.2. Pruebas a flexión de los geopolímeros fabricados

A continuación se muestran los resultados obtenidos de los geopolímeros probados por resistencia mecánica a flexión. En la Figura 22 se muestran los resultados de los geopolímeros curados a 3 y a 28 días, donde se utilizó una solución alcalina de 4 M, utilizando la ceniza Nava (México), donde en ambos casos se pudo observar un aumento en la resistencia de las pastas preparadas. Esta variación es más notoria en la mezcla que contiene yeso en lugar de cemento Portland, con un incremento de 0.60 MPa a 4 MPa, ya que de alguna manera el comportamiento de unión que los productos de reacción, es decir, hidrato de silicato de calcio (C-S-H) e hidrato de aluminosilicato de calcio (C-A-S-H), aumentaron, mientras que el hidrato de aluminosilicato de sodio (N-A-S-H) disminuyó, tal como se ha reportado previamente en la bibliografía [74].

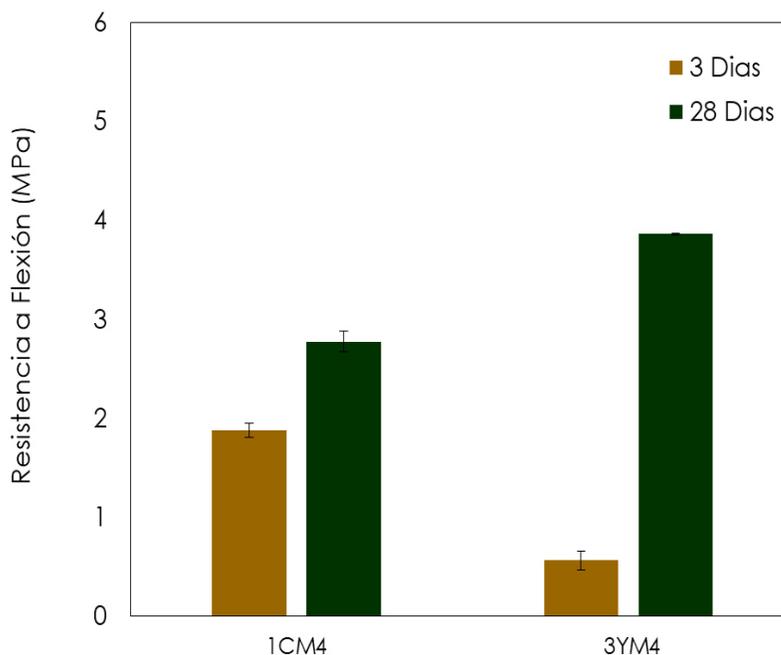


Figura 22. Resistencia a la flexión de los geopolímeros preparados con solución 4 M.

Por otro lado, en los geopolímeros activados con una solución alcalina 2 M, se observó un incremento en los valores de resistencia a flexión que presentan ambas matrices, ver Figura 23. En este caso, el valor más alto que se obtuvo fue de 3 MPa en la probeta (2CC2), que contiene ceniza As Pontes, cemento Portland, vidrio y Eucryptita. Aunque los valores de resistencia a flexión son más bajos que los obtenidos en resistencia a compresión, entran dentro del intervalo de valores aceptables para este tipo de materiales [74].

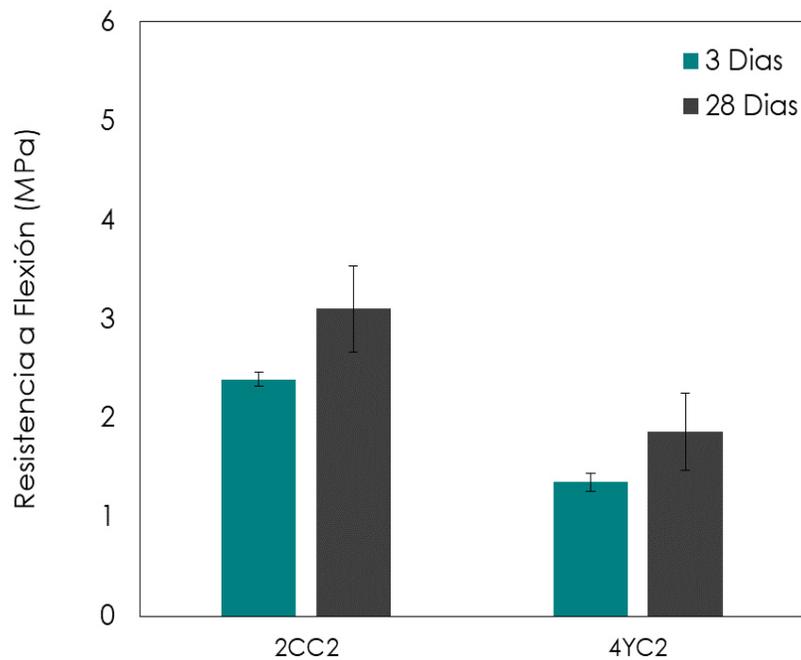


Figura 23. Geopolímeros preparados con solución 2 M.

3.8. Efecto de la Eucryptita en la expansión térmica de los geopolímeros

El aluminosilicato de litio presenta una característica peculiar en sus propiedades, siendo la dilatación térmica una de las más importantes, ya que este compuesto presenta una expansión térmica negativa. Como se mencionó en la parte experimental, en el presente trabajo se adicionó la Eucryptita a los geopolímeros para, controlar el coeficiente de expansión térmica de los mismos.

En la Figura 24 se muestran las curvas de expansión térmica de los geopolímeros preparados con ceniza mexicana, vidrio borosilicato y cemento Portland (1CM4), en el intervalo de temperatura de 30 a 150°C. Se prepararon 2 mezclas, una con Eucryptita y otra sin ella, donde se pudo observar que, al adicionar la Eucryptita en un 10% del peso total de la mezcla, se aprecia un comportamiento muy similar en su expansión hasta los 100°C. Sin embargo, al sobrepasar esta temperatura y llegar a 150°C, se observa que la muestra comienza a contraerse, disminuyendo su expansión térmica. En general, se observó una disminución en sus valores de CTE, obteniendo un valor de $2.118 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ vs $3.153 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ que presentó la mezcla que no contiene el aluminosilicato de litio.

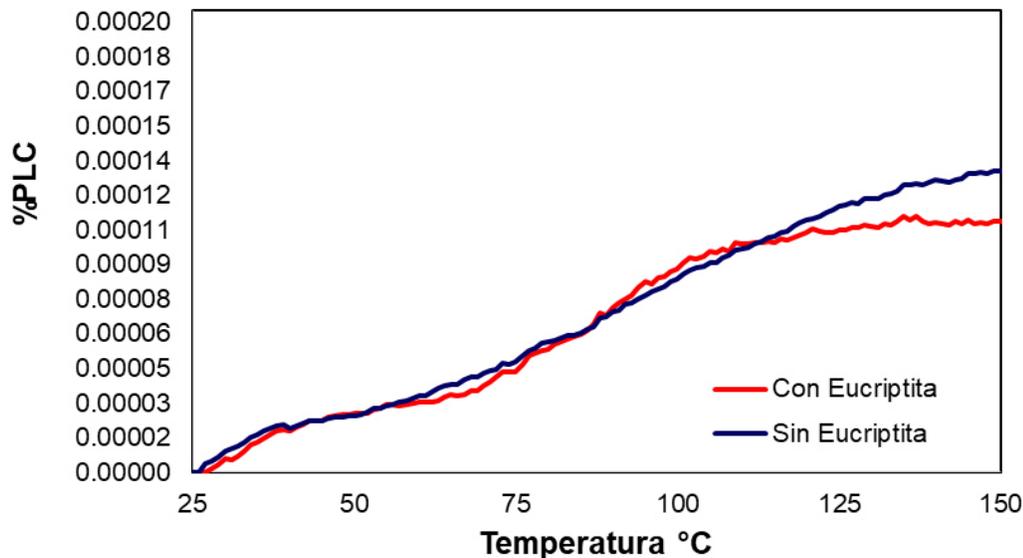


Figura 24. Gráfica de CTE del geopolímero 1CM4; intervalos de temperatura de 25°C a 150°C.

Del mismo modo, se midió la expansión térmica del geopolímero 2CC2, donde se utilizó la ceniza Española de As Pontes. En la figura 25, se observa que las curvas obtenidas presentan un comportamiento similar al mostrado por el geopolímero preparado con la ceniza mexicana de Nava. Sólo que, en este caso, se observó que la presencia de la Eucryptita causa un efecto favorable en la disminución de la expansión térmica desde el inicio del calentamiento. No obstante, el valor de expansión térmica es muy cercano al obtenido por la muestra 1CM4. Lo anterior, indica que esto se debió a la naturaleza de la ceniza, independientemente de su composición química. El valor de expansión térmica obtenido fue de $2.027 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, para la mezcla donde se adicionó Eucryptita; mientras que, para la mezcla sin Eucryptita, se obtuvieron valores de $3.078 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.

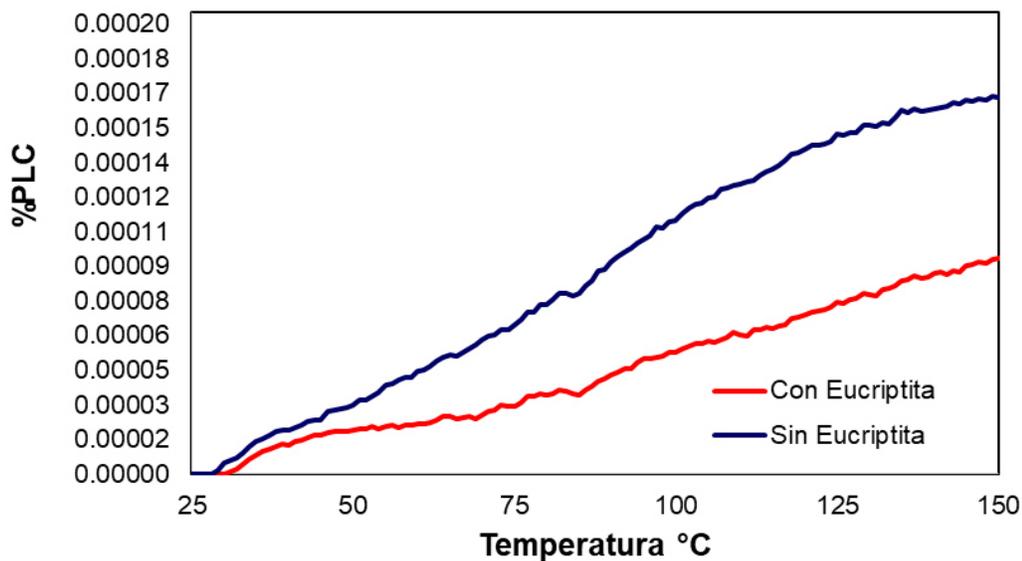


Figura 25. Gráfica de CTE del geopolímero 2CC2; intervalos de temperatura de 25°C a 150°C.

Por otro lado, en la figura 26 se muestran las curvas de expansión térmica de los geopolímeros preparados con yeso, ceniza Mexicana y vidrio borosilicato (3YM4), donde se pudo observar que ambas muestras presentan un comportamiento similar al de las muestras anteriormente analizadas. Sin embargo, en este caso, al calentar la muestra que contiene Eucryptita por encima de los 135°C, la muestra comienza a contraerse de manera más drástica, por lo que el valor de la expansión disminuyó hasta $1.262 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ vs $3.199 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ del geopolímero, que no contiene Eucryptita.

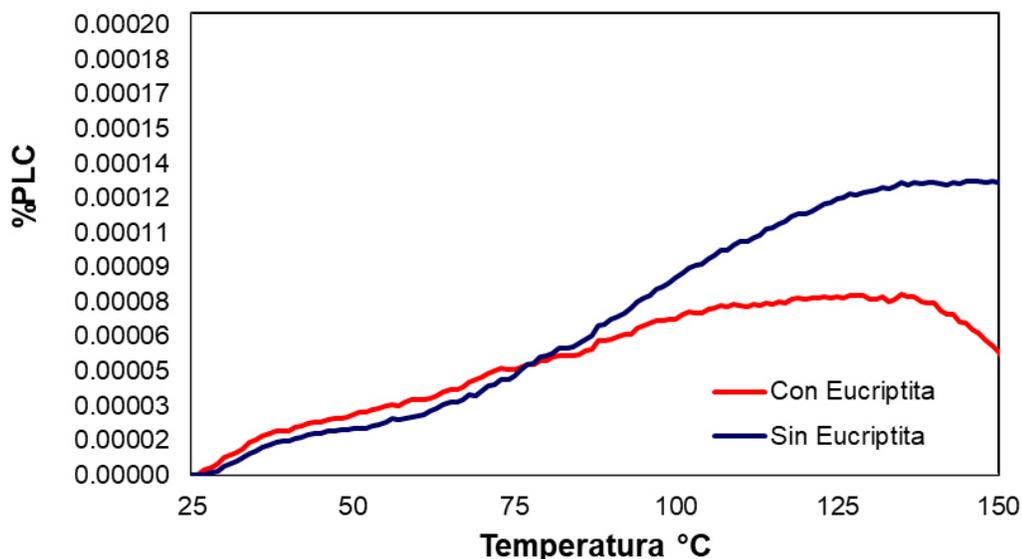


Figura 26. Gráfica de CTE del geopolímero 3YM4; intervalos de temperatura de 25°C a 150°C.

En la figura 27 se muestran de manera comparativa las curvas de expansión de los geopolímeros que contienen Eucryptita en su matriz. Se aprecia claramente que comienzan con una expansión térmica positiva, y al sobrepasar los 100°C, las 3 curvas dejan de expandirse y comienzan a contraerse, por lo que sus valores de expansión disminuyen, tendiendo hacia cero. En este caso, la tendencia de los valores de expansión térmica es como sigue: 3YM4 < 2CC2 < 1CM4. De manera general, se puede concluir que la presencia de la Eucryptita favorece la disminución de la expansión térmica en los geopolímeros preparados con residuos de vidrio borosilicato, ceniza volante y cemento. Además, se puede concluir que la Eucryptita está ayudando a controlar este comportamiento lineal que presentan los materiales al calentarse.

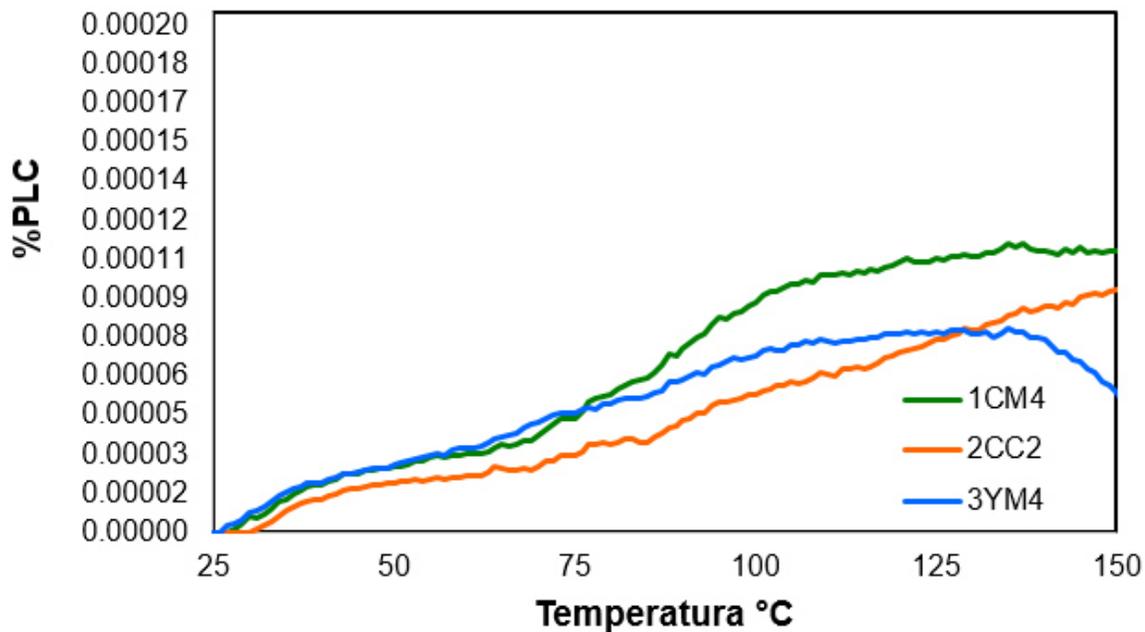


Figura 27. Gráfica de CTE de los geopolímeros 1CM4, 2CC2 y 3YM4 con Eucryptita; intervalos de temperatura de 25°C a 150°C.

En la siguiente tabla se resumen los valores de expansión térmica obtenidos de las diferentes mezclas preparadas. Se puede observar claramente que los valores de expansión térmica disminuyen entre 20 y 50%, con respecto a los valores de las muestras que no contienen Eucryptita.

A partir de estos resultados, se puede concluir que la presencia de Eucryptita en los geopolímeros preparados a partir de residuos de vidrio borosilicato, permite controlar la expansión térmica de estos materiales, sin afectar sus propiedades mecánicas.

Tabla 5. Tabla de CTE de los geopolímeros preparados con y sin Eucryptita.

Muestras	CTE	
	Con LiAlSiO ₄	Sin LiAlSiO ₄
1CM4	2.118x10 ⁻⁶ /°C	3.153x10 ⁻⁶ /°C
2CC2	2.027x10 ⁻⁶ /°C	3.078x10 ⁻⁶ /°C
3YM4	1.262x10 ⁻⁶ /°C	3.199x10 ⁻⁶ /°C

3.9.-Degradación fotocatalítica del colorante índigo carmín

La evaluación de los geopolímeros recubiertos con pastas de SiC-TiO₂ se llevó a cabo para determinar su actividad fotocatalítica en la reacción de degradación del colorante índigo carmín. Para las pruebas fotocatalíticas se emplearon 1 y 2 piezas de geopolímero totalmente recubiertas con SiC-TiO₂ como fotocatalizador. Las dimensiones de las piezas fueron de 5 x 5 cm².

3.9.1.-Irradiación con lámpara de luz UV de 254 nm

Para iniciar con pruebas fotocatalíticas de los geopolímeros impregnados con el fotocatalizador SiC-TiO₂, se realizó la prueba de fotólisis, la cual se hizo con el objetivo de ver el efecto de la radiación emitida por la lámpara sobre el colorante. En la figura 28 se puede observar el comportamiento de las curvas de fotólisis obtenidas después de 2 horas de irradiación. En esta misma figura se muestran las curvas de degradación del índigo carmín en un tiempo de 4 horas,

al utilizar los geopolímeros recubiertos con SiC-TiO₂ como fotocatalizador. De acuerdo con los resultados obtenidos, se observa que el efecto de la fotólisis es mínimo bajo este tipo de irradiación, por lo que la actividad fotocatalítica que presentan los geopolímeros puede ser atribuida directamente a la presencia del fotocatalizador SiC-TiO₂.

Es importante mencionar que antes de encender la lámpara para iniciar las pruebas fotocatalíticas, el colorante se dejó en contacto con el material durante 1 hora, bajo condiciones de obscuridad, para que el sistema alcanzara el equilibrio de adsorción-desorción.

Como se aprecia en la figura, al utilizar dos piezas de geopolímeros recubiertos con SiC-TiO₂ como fotocatalizador, se logra una mayor decoloración después de 4 horas de exposición continua. Este comportamiento se atribuye principalmente al aumento del área de exposición del material con el colorante.

En la tabla 6 se presentan los porcentajes de decoloración de la solución, al emplear 1 y 2 piezas de geopolímero. En este caso se logró un 20% de decoloración cuando se utilizaron 2 piezas de geopolímeros y 10% para la solución que contenía una pieza.

Tabla 6. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a irradiación de luz UV de 254 nm.

Tipo de Recubrimiento	Número de piezas	% de decoloración
SiC-TiO ₂	1	10%
	2	20%

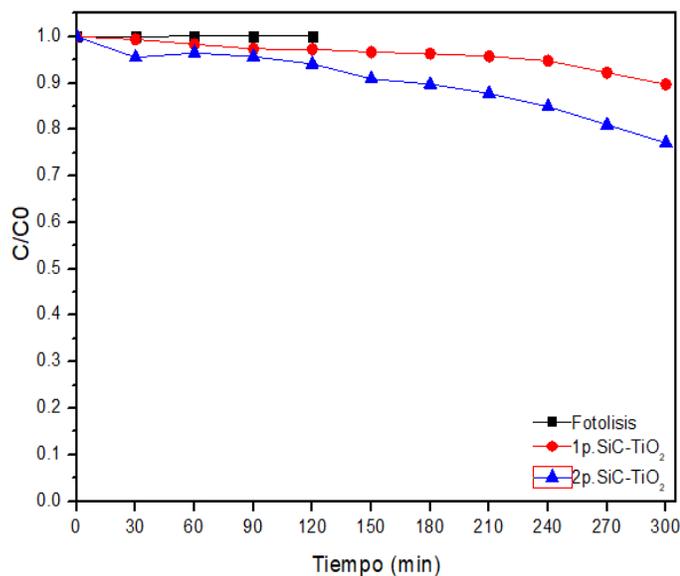


Figura 28. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz UV de 254 nm.

3.9.-Irradiación con lámpara de luz UV de 365 nm

Con la finalidad de determinar si los geopolímeros recubiertos con fotocatalizador eran capaces de ser activados empleando una fuente de luz de menor intensidad, se llevó a cabo la prueba de degradación del colorante índigo carmín bajo irradiación de una lámpara de UV de 365 nm. En la figura 29 se puede observar el comportamiento de las curvas de degradación, así como la correspondiente curva de fotólisis. En este caso, se logró un porcentaje de decoloración cercano a 45% con 2 piezas impregnadas, mientras que con una

pieza se alcanzó una decoloración del 15%, después de 4 horas de irradiación, ver la Tabla 7.

Es importante hacer notar que el empleo de una lámpara de menor intensidad provocó un aumento de la actividad fotocatalítica para la degradación del colorante índigo carmín (luz UV de 365 nm vs luz UV de 254 nm), lo que permite concluir que el material puede ser activado con una fuente de luz cercana al visible.

Tabla 7. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a lámpara de UV de 365 nm.

Tipo de Recubrimiento	Número de piezas	% de decoloración
SiC-TiO ₂	1	15%
	2	45%

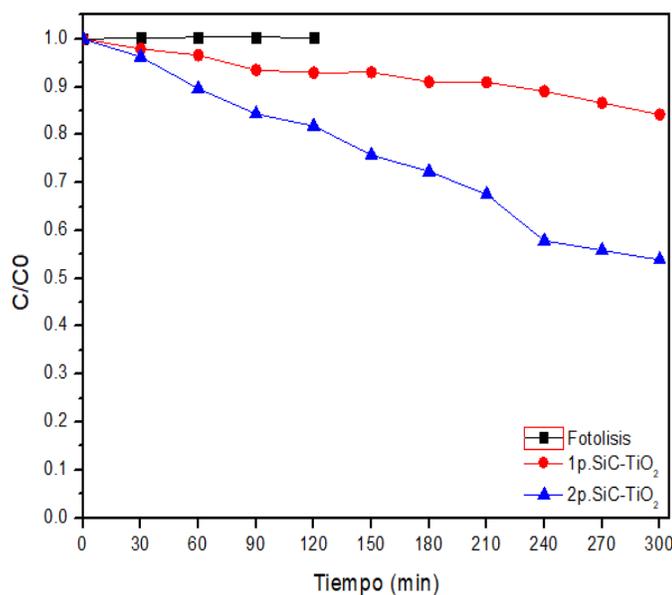


Figura 29. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz UV de 365 nm.

3.10.-Irradiación con lámpara de luz solar simulada.

Considerando que los geopolímeros impregnados con fotocatalizador presentaron una mayor actividad al ser irradiados con una fuente de luz cercana al visible, se llevó a cabo la evaluación de los materiales en la degradación de índigo carmín, bajo irradiación con luz solar simulada, ver figura 30. De acuerdo con los resultados obtenidos, se observó que, al colocar el geopolímero impregnado con fotocatalizador y encender la lámpara del simulador solar, la solución comienza a decolorarse de inmediato, alcanzando un porcentaje de decoloración, cuando se utilizan dos piezas de geopolímero, cercano al 45% después de 4 horas de irradiación.

En la tabla 8 se presentan los porcentajes de decoloración de la solución al emplear 1 y 2 piezas de geopolímero impregnadas con SiC-TiO₂ como fotocatalizador. Estos valores son muy similares a los obtenidos anteriormente cuando se utilizó la lámpara de luz UV de 365 nm, situación que permite concluir que este comportamiento puede ser atribuido a la sinergia producida entre el SiC y el TiO₂; ya que, de acuerdo con reportes en bibliografía, el TiO₂ solamente es activo bajo luz UV, mientras que el SiC no muestra una actividad fotocatalítica importante bajo cualquier tipo de irradiación [75] [76].

Tabla 8. Porcentajes de decoloración de índigo carmín expuestas a irradiación con luz solar simulada.

Tipo de Recubrimiento	Número de piezas	% de decoloración
SiC-TiO ₂	1	10%
	2	45%

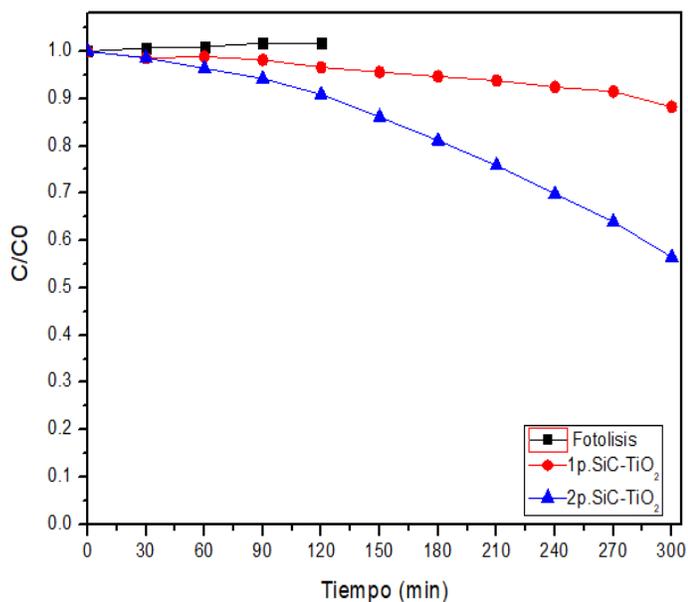


Figura 30. Decoloración de índigo carmín recubiertos con SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación bajo luz solar simulada.

En general, se encontró que los geopolímeros recubiertos con SiC-TiO₂ como fotocatalizador, presentan una importante actividad fotocatalítica para llevar a cabo la decoloración del índigo carmín. En este caso, se encontró que su actividad se ve influenciada por el área de exposición y por el tipo de luz irradiada, siendo más favorable al emplear luz cercana al visible.

Con la finalidad de corroborar el efecto de la presencia del fotocatalizador SiC-TiO₂ en los geopolímeros, se llevaron a cabo algunas pruebas con los geopolímeros sin recubrir, para determinar la actividad fotocatalítica de éstos. La prueba se llevó a cabo tomando como referencia las condiciones experimentales con las cuales se obtuvieron los mejores valores de degradación del colorante índigo carmín, es decir, utilizando 2 piezas e irradiando con una lámpara de luz solar simulada. En la figura 31 se puede observar que se presenta un ligero aumento en el porcentaje de decoloración con el geopolímero sin recubrir, con respecto al que contiene el fotocatalizador, lo que se puede atribuir a la adsorción del colorante en el material geopolimérico

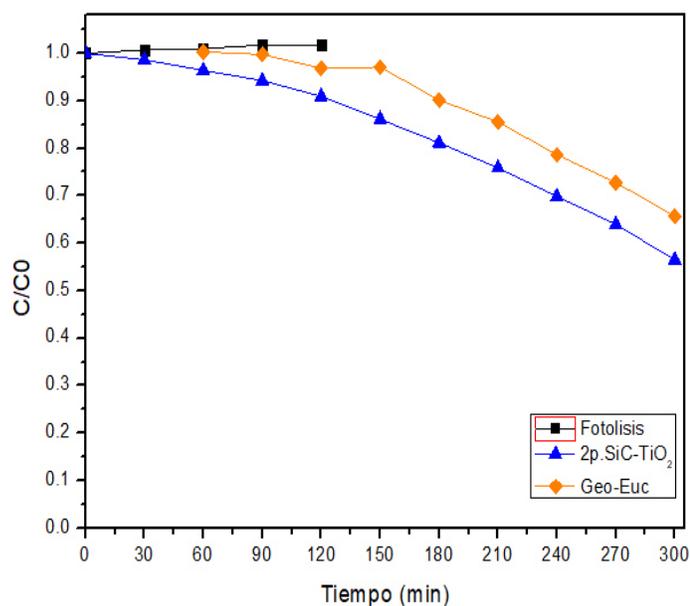


Figura 31. Geopolímero impregnado y sin impregnar de SiC-TiO₂ en un periodo de 4 horas de irradiación con luz solar simulada.

De igual manera, se realizaron algunas pruebas fotocatalíticas con los geopolímeros preparados sin Eucryptita. En la figura 32 se aprecian los resultados que se obtuvieron, donde se observa que después de 4 horas bajo irradiación de luz solar simulada se alcanza una decoloración cercana al 100 %. Este resultado hace suponer que la presencia de la Eucryptita actúa de manera negativa en la actividad fotocatalítica de los geopolímeros, por lo que es necesario que se lleven a cabo pruebas más detalladas para establecer hasta qué punto se puede emplear la Eucryptita en este tipo de materiales.

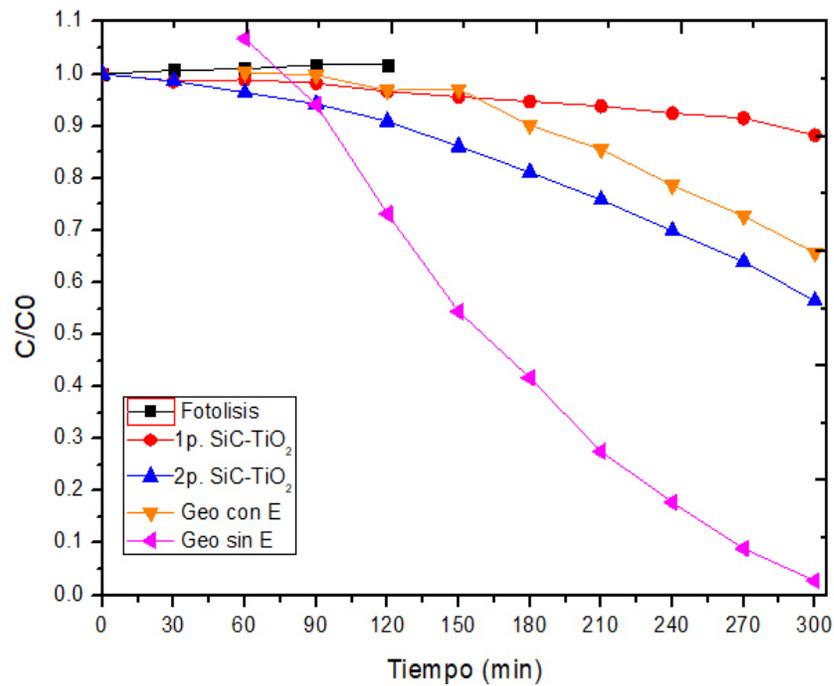


Figura 32. Geopolímeros recubiertos con y sin SiC-TiO₂. geopolímero sin Eucryptita en su matriz.

A manera de resumen, en la siguiente tabla se presenta una comparación de diversos sistemas fotocatalíticos, donde se utilizaron morteros como soporte

de fotocatalizadores, los que fueron empleados para llevar a cabo pruebas de decoloración de la Rodamina B. Se puede apreciar que se reportan porcentajes máximos de alrededor de 70 a 80%, después de 8 horas de irradiación. En este caso, las pruebas se realizaron durante 4 horas, logrando un 45% de decoloración, por lo que, si se considera el doble de tiempo, es muy probable que se tengan valores similares a los reportados.

Tabla 9. Comparación de los resultados fotocatalíticos obtenidos con otros trabajos reportados

Material	Método de adición fotocatalizador	Colorante	Tipo lámpara	Tiempo de exposición (horas)	% Degradación	Ref.
Mortero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Rodamina B	Simulador solar	8	80%	[52]
Mortero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Rodamina B	UV-254	8	40%	[52]
Mortero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Rodamina B	Luz Natural	8	60%	[52]
Mortero con SiC-TiO ₂	Mezcla	Rodamina B	Luz Natural	8	70%	[49]
Mortero con SiC-TiO ₂	Mezcla	Rodamina B	Luz Natural	8	60%	[49]
Geopolímero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Índigo carmín	Simulador solar	4	45%	Este trabajo
Geopolímero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Índigo carmín	UV-254	4	20%	Este trabajo
Geopolímero con SiC-TiO ₂	Recubrimiento	Índigo carmín	UV-365	4	45%	Este trabajo

En la figura 33 se hace una comparación entre dos parámetros que son: el coeficiente de expansión térmica y la degradación del colorante índigo carmín. De esta manera, lo que se observa es que, para este caso, la degradación se mantuvo constante con valores de coeficientes muy cercanos a cero, pudiendo asumir que existe una sinergia entre ambos parámetros, que ayudan a que la degradación se lleve a cabo de manera satisfactoria.

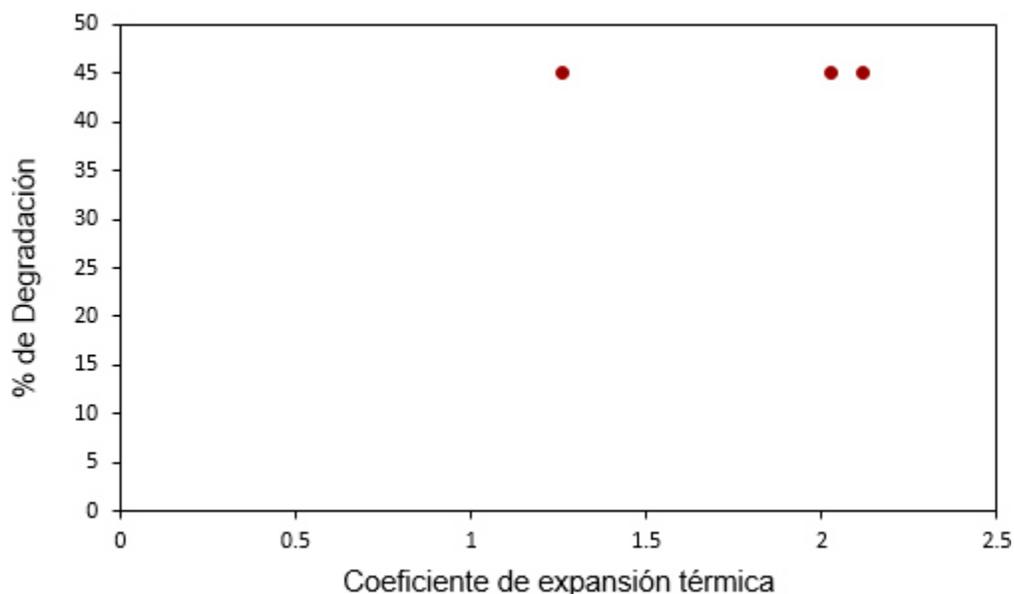


Figura 33. Expansión térmica & Decoloración

Finalmente, se puede concluir que bajo condiciones de luz solar simulada y luz UV, los geopolímeros con recubrimientos de SiC-TiO₂, son capaces de eliminar contaminantes orgánicos en solución acuosa. La actividad fotocatalítica mostrada por los geopolímeros con fotocatalizador depositado en forma de

película se debe a que la presencia del fotocatalizador en la superficie del geopolímero causa una mayor exposición de sitios activos, los que son necesarios para llevar a cabo la reacción fotocatalítica. Esta afirmación se corrobora con lo reportado por Chen [77] donde emplearon geopolímeros como soporte de películas de TiO_2 en la degradación del colorante azul de metileno bajo luz UV, obteniendo valores de hasta 70% de degradación del colorante después de un tiempo de exposición de 8 horas.

CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

A partir de la discusión de los resultados del presente trabajo, se puede concluir lo siguiente sobre el empleo de la eucryptita (LiAlSiO_4) para el control de la expansión térmica de geopolímeros fabricados a partir de residuos vítreos y ceniza volante, para ser utilizados como soporte de películas de fotocatalizadores.

1. Se logró la obtención de materiales geopoliméricos con baja expansión térmica mediante el proceso de moliendo mecanoquímica alcalina. En este caso, la solución de NaOH está atacando al vidrio borosilicato y también reaccionando parcialmente con el cemento, la ceniza volante y la Eucryptita, provocando la destrucción de los enlaces Si-O y Al -O, para dar paso a la formación del Gel N-A-S-H.
2. Se determinó la presencia del Gel N-A-S-H por FTIR, encontrando que ésta se debe al ataque del vidrio por la solución alcalina, provocando la solubilidad de los principales componentes del vidrio, Si y Al, identificados por la técnica de ICP.
3. Todos los geopolímeros preparados mostraron valores de resistencia mecánica comparables con los resultados de trabajos previamente reportados de cementantes alternativos, con la diferencia de que en este caso se utilizaron vidrio borosilicato y ceniza volante como materias

primas. Los valores de resistencia a la compresión que se obtuvieron oscilan entre los 6 y 20 Mpa, para las muestras curadas a 28 días, con y sin Eucryptita.

4. Se determinó que la ceniza mexicana tiene una mejor activación con la solución de NaOH 4M, mientras que activación de la ceniza española se favorece con la solución de NaOH 2M, debido a que la primera presenta una mayor cantidad de SiO_2 y Al_2O_3 en su composición química.
5. Se encontró que los geopolímeros preparados en este trabajo presentaron una baja expansión térmica, debido al uso de residuos de vidrio borosilicato y a la presencia de la Eucryptita. La presencia de esta última permite tener el control de esta propiedad en los materiales geopoliméricos.
6. Se determinó que los geopolímeros fueron empleados de manera exitosa como soporte del fotocatalizador SiC-TiO_2 , mostrando importante actividad fotocatalítica bajo Luz UV (254 nm y 365 nm) y bajo luz solar simulada, en la decoloración del colorante índigo carmín. Los resultados fueron comparables a los obtenidos por otros sistemas fotocatalíticos donde se utilizaron morteros como soporte de fotocatalizadores. Sin

embargo, se determinó que la presencia de la Eucryptita en los geopolímeros no favorece la actividad fotocatalítica.

7. En general, se puede concluir que la presencia de la Eucryptita tiene un efecto favorable en la disminución de la expansión térmica de los geopolímeros preparados a partir de residuos de vidrio borosilicato, ceniza volante y cemento, no así en su actividad fotocatalítica. Sin embargo, el uso de la Eucryptita permite controlar la expansión térmica sin afectar de manera considerable la resistencia mecánica.

Recomendaciones

1. Realizar pruebas de fluidez, para encontrar la cantidad exacta de relación agua sólido de las pastas.
2. Jugar con los porcentajes de adición de la Eucryptita de 5 % a 10% para poder estudiar con qué porcentaje se logra una mayor disminución del CTE sin verse afectada las propiedades mecánicas de los geopolímeros.
3. Realizar pruebas fotocatalíticas con luz solar natural de los geopolímeros impregnados del fotocatalizador SiC-TiO₂.

4. Buscar un espesor idóneo del fotocatalizador SiC-TiO₂ para las pruebas de degradación.

5. Realizar pruebas fotocatalíticas con los geopolímeros recubiertos del fotocatalizador, para la degradación de un contaminante emergente, como son los fármacos.

REFERENCIAS

- [1] J. M. a. D. C. J. D. Dios, «Decontamination through Photocatalytic TiO₂ Additions -Past, Present and Future,» pp. 30-31, 2014.
- [2] J.-M. Herrmann, «Titania-based true heterogeneous photocatalysis,» *Environ. Sci. Pollut. Res*, pp. 3655-3665, 2012.
- [3] A. C. H. d. W. C. S. J. M. C. E. A. Mari, «El vidrio: Reciclado en la Fabricación de Envases,» de *Red Iberoamericana sobre Ciencia y Tecnología de Materiales Vítreos*, 2000.
- [4] P. T. S. I. K. Sobolev, «Utilization of waste glass in ECO-cement: Strength properties and microstructural observations,» *El Sevier*, vol. 27, pp. 917-972, 2006.
- [5] S. M.-R. S. A. T. V. F. Puertas, «Alkali-activated fly ash/slag cement Strength behaviour and hydration products,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 1625-1632, 2000.
- [6] A. F.-J. A. P. C. Ruiz-Santaquiteria, «Alternative prime materials for developing new cements:Alkaline activation of alkali aluminosilicate glasses,» *Ceramics International*, nº 42, pp. 9333-9340, 2016.
- [7] A. F. J. Á. P. S. M. M. M. A. T. A. J. T. P. Q. Mariela Rendón Belmonte, «Desarrollo de nuevos cementos: “Cementos alcalinos y cementos híbridos”,» SECRETARÍA DE COMUNICACIONES Y

TRANSPORTES - INSTITUTO MEXICANO DEL TRANSPORTE ,
Sanfandila, Qro, 2015.

- [8] G. T. H. y. R. W. Poston, «Joints in Concrete Construction,» ACI Committee, 2201.
- [9] M. K. y. S. Rodriguez, «A preliminary study of thermal expansion compensation in cement by ZrW₂O₈ additions,» *Scripta Materialia*, vol. 45, pp. 369-374, 2001.
- [10] D. K. A. a. H. A. M. Rustum Roy, « Very Low Thermal Expansion Coefficient Materials,» 1989, pp. 59-81.
- [11] V. M. J. M. T. L. N. S. K. a. A. M. U. BASAVARAJ ANGADI, «Synthesis and Thermal Expansion,» *Bull. Mater*, vol. 25, nº 3, pp. 191-196, 2002.
- [12] «Diseño y Control de mezclas de concreto,» de PCA, Primera Edicion, pp. 22-56.
- [13] A. F. J. A. P. Caijun Shi, «New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement,» *Cement and Concrete Research*, nº 41, pp. 750-763, 2011.
- [14] A. P. Ana Fernández-Jiménez, «Propiedades y aplicaciones de los cementos alcalinos,» *Ingeniería de Construcción*, vol. 24, nº 3, pp. 213-232, 2009.
- [15] J. Davidovits, «Geopolymers: inorganic polymeric new materials,» *J. Thermal Anal*, nº 37, pp. 1633-1656, 1991.

- [16] B. V. M. M. B. J. W. X. W. H. Rahier, «Low-temperature synthesized aluminosilicate glasses,» *J. Mater. Sci*, nº 31, pp. 71-79, 1996.
- [17] J. L. L. d. I. F. A. Palomo, «Alkali-activated cementitious materials: Alternative matrices for the immobilisation of hazardous wastes: Part I. Stabilisation of boron,» *Cem. Concr. Res*, nº 33, pp. 281-288, 2003.
- [18] P. V. Krivenko, «Alkaline cements,» de *First Int. Conf. on Alkaline Cements and Concrete*, Kiev, Ukraine, 1994, pp. 11-129.
- [19] M. W. G. Y. Bao, «Preparation and properties of hydroceramic waste forms made with simulated Handford low-activity waste,» *J. Am. Ceram. Soc*, nº 88, pp. 3287-3302, 2005.
- [20] J. R. V. Wazer, «Equilibria and kinetics in inorganic polymerizations,» *Inorg. Macromol*, nº 1, pp. 89-99, 1970.
- [21] E. Gartner, «Industrially interesting approaches to “low-CO₂” cements,» *Cem. Concr. Res*, nº 34, pp. 1489-1498, 2004.
- [22] A. O. Purdon, «The action of alkalis on blast-furnace slag,» *Journal of the Society of the Chemical Industry*, nº 59, pp. 191-202, 1940.
- [23] V. Glukhovsky, «High strength slag-alkaline cements,» de *VII ICCO*, Paris, Francia, 1980, pp. 164-168.

- [24] R. B. Hardjito D, «Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete.,» de *Curtin research report*.
- [25] S. J. A. A. L. E. Yang KH, «Properties of cementes mortars activated by sodium silicate,» *Constr Build Mater*, nº 22, pp. 1981-1989, 2009.
- [26] C. P. P. K. S. A, «Workability and strength of lignite bottom ash geopolymer mortar,» 2009.
- [27] S. J. K. DLY, «Damage behavior of geopolymer composites exposed to elevated temperatures,» *Cem Concr Res*, nº 35, pp. 1233-1246, 2005.
- [28] T. P. S. S. I. G. Sobolev K, «Utilization of waste glass in ECO cement, strength properties and microstructural observations.,» *Waste Manage*, vol. 7, nº 27, pp. 971-976, 2006.
- [29] L. H. Y. K. Y. P. W. A. T. T. Chen G, «Glass recycling in cement production – an innovative approach.,» *Waste Manage*, vol. 7, nº 22, pp. 747-753, 2002.
- [30] G. W. S. E. B. McLellan, *Glass Engineering Handbook*, 1984.
- [31] K. Z. C. Shi, «A review on the use of waste glasses in the production of cement and concrete,» *Resources Conservation and Recycling*, nº 52, pp. 234-247, 2007.

- [32] C. D. K. G. P. JC, «Reuse glass aggregate en Portland cement concret,» de *Proceeding of the third mineral waste utilization*, Chicago, 2010.
- [33] P. A. F. A. C. M., «Nuevos materiales cementantes basados en ceniza volantes. Influencia de los aditivos en las propiedades reológicas,» *Monografía del Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja*, pp. 11-49, 2006.
- [34] A. P. Ana Fernández-Jiménez, «Characterization of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements,» *Fuel*, nº 82, pp. 2259-2265, 2003.
- [35] V. V. Chirkova, «Materials based on glass-like calcium free aluminosilicates and sodium compounds,» Russian, 1974.
- [36] a. J. V. S. P.V. Krivenko, «Fly ash containing geocements.,» de *International Conference om the utilization of fly ash and other coal combustion by-products*, Shanghai, 1991.
- [37] P. V. K. a. D. R. C. Shi, «Alkali-activated cements and concretes,» Francia, 2006.
- [38] I. S. a. J. S. A. Fernández-Jiménez and A. Palomo, «The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes,» *Microporus and Mesoporus Materials*, nº 91, pp. 111-119, 2006.

- [39] A. F.-J. a. A. P. G. Kovalchuk, «Alkali activated fly ash: Effect of thermal curing conditions on mechanical and microstructural development- Part II,» *Fuel*, vol. 3, nº 86, pp. 315-322, 2007.
- [40] I. G.-L. a. A. P. A. Fernández-Jiménez, «Durability of alkali-activated fly ash cementitious materials,» *Journal of Materials Science*, vol. 9, nº 42, pp. 3055-3065, 2007.
- [41] E. Gartner, «Industrially interesting approaches to “low-CO₂” cements,» *Cem. Concr. Res*, nº 34, pp. 1489-1498, 2004.
- [42] C. S., «Nuevos materiales cementantes basados en la activación alcalina de ceniza volantes. Caracterización de geles N-A-S-H en función del contenido de sílice soluble. Efecto del Na₂SO₄.,» Tesis doctoral, 2007, pp. 8,58-68,227-230.
- [43] M. H. F. Cardarelli, «A Concise Desktop Reference,» Tucson, Arizona, 2000.
- [44] J. M. G. Peña, «Materiales cerámicos de bajo coeficiente de dilatación a base de silicoaluminatos de litio,» de *VIII Reunión Anual de la Sociedad Española de Cerámica*, Sevilla, España, 1967.
- [45] N. B. a. M. Castellote, «“Heterogeneous photocatalysis on construction materials : effect of catalyst properties on the efficiency for degrading NO_x and self cleaning,» vol. 64, nº 314, 2014.

- [46] D. S. a. A. R. K. N. Daneshvar, «Photocatalytic degradation of azo dye acid red 14 in water : investigation of the effect of operational parameters,» vol. 157, pp. 111-116, 2003.
- [47] F. Arab, «First Arab International Conference and Exhibition on The Uses of White Cement,» Cairo, Egypt, 2008.
- [48] Q. L. Y. a. H. J. H. B. M. M. Ballari, «Experimental study of the NO_x and NO₂ degradation by photocatalytically active concrete,» *Catal. Today*, vol. 161, n^o 1, pp. 175-80, 2011.
- [49] E. Sanchez, Elaboración de materiales base cemento, auto-limpiantes y con baja expansión térmica a temperatura ambiente, Nuevo León: Tesis Maest. FiC-UANL, 2013.
- [50] J. A. Velásquez, «Modification of concrete plates with TiO₂ to photocatalytic degradation of water pollutants,» n^o 36, pp. 965-970, 2007.
- [51] L. C. M. G. Keren Zheng, «Thermal stability of geopolymers used as supporting materials for TiO₂ film coating through sol-gel process: Feasibility and improvement,» *Construction and Building Materials*, n^o 125, pp. 1114-1126, 2016.
- [52] M. N. Nuñez, Cerámica tradicional con tecnología de auto-limpieza, Nuevo León: Tesis Maestria FIC-UANL, 2015.
- [53] N. K. G. V. M. P. Dragoljub Novaković, «Screen Printing,» de *Printing on Polymers*, Serbia, William Andrew, 2016, pp. 247-261.

- [54] M. A. Soto-Borbón, «CHARACTERIZATION OF TiO₂/ALGINATE SCREENPRINTING FILMS,» de *Rev. Mex. Ing. Química*, 2014, pp. 227-236.
- [55] U. d. Alicante, «ESPECTROSCOPÍA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X,» Carretera de San Vicente del Raspeig s/n, 2010.
- [56] G. P. Diego Morata C., «Fluorescencia de Rayos-X (EDX-XRF),» Santiago de Chile , 2016.
- [57] A. F. J. A. P. Caijun Shi, «New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement,» *Cement and Concrete Research*, nº 41, 2011.
- [58] K. M. a. K. I. Isaías Juárez Ramirez, « Development of a Zero Thermal Expansion Porous Material,» *Journal of the ceramic society of Japan* , vol. 12, nº 114, pp. 1111-1114, 2006.
- [59] M. G. Peña, «Materiales cerámicos de bajo coeficiente de dilatación a base de silicoaluminatos de litio,» de *VIII Reunión Anua] de la Sociedad Española de Cerámica*, Sevilla, 1967.
- [60] D. S., «On the glass present in low-calcium and high-calcium fly ashes,» *Cem Concr Res* , vol. 13, nº 3, pp. 459-463, 1983.
- [61] S. K. S. S. McCarthy GJ, « X-ray diffraction analysis of fly ash.,» *Adv X-Ray Anal* , vol. 31, pp. 331-342, 1988.

- [62] D. E. H. R. Van Roode M, « X-ray diffraction measurement of glass content in fly ash and slags.,» *Cem Concr Res*, vol. 17, nº 2, pp. 183-197, 1987.
- [63] A. P. A. Fernández-Jiménez, «Characterisation of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements,» *Science Direct* , nº 83, pp. 2259-2265, 2003.
- [64] A. F.-J. M. C. A. Palomo, «Geopolymers: same basic chemistry, different microstructures,» Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (CSIC), España, 2004.
- [65] A. F.-. J. Angel Palomo, «Alkali Activation of fly ashes: Mechanisms of reaction. Part I. Applications,» de *2nd Inter. Symposium NON-TRADITIONAL CEMENT & CONCRET* , Czech Republic, 2005.
- [66] S. A. A. F.-J. I. S. J. S. “. A. Palomo, «Alkaline activation of fly ashes: NMR study of the reaction products,» *Ceram. Soc.*, nº 87, pp. 1141-1145, 2004.
- [67] A. P. I. S. J. S. A. Fernández-Jiménez, «The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes,» *Microp. Mesop. Mat*, nº 91, pp. 111-119, 2006.
- [68] A. P. A. Fernández-Jiménez, «Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator,» *Cem. Con. Res*, nº 35, pp. 1984-1992, 2005.

- [69] A. P. Ana Fernández-Jiménez, «Mid-infrared spectroscopic studies of alkali-activate fly ash structure,» *Microp. Mesop. Mat.*, nº 86, pp. 207-214, 2005.
- [70] M. C. Sanz, «UEVOS MATERIALES CEMENTANTES BASADOS EN LA ACTIVACIÓN ALCALINA DE CENIZAS VOLANTES. CARACTERIZACIÓN DE GELES N-A-S-H EN FUNCIÓN DEL CONTENIDO DE SÍLICE SOLUBLE. EFECTO DEL Na₂SO₄,» Madrid, 2007.
- [71] A. P. A. Fernández-Jiménez, «Mid-infrared spectroscopic studies of alkali-«Mid-infrared spectroscopic studies of alkaliactivated,» *Microp. Mesop. Mat.*, nº 86, pp. 207-214, 2005.
- [72] B. O. M.R. Rowles, «Chemical and structural microanalysis of aluminosilicate geopolymers synthesized by sodium silicate activation of metakaolin.,» *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 10, nº 92, pp. 2354-2361, 2009.
- [73] J. E.-G. R. A.-A. A. G. O. Burciaga-Díaz, «Statistical analysis of strength development as a function of different parameters on activated metakaolin/slag cements,» *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 2, nº 93, pp. 541-547, 2010.
- [74] S. H. C. S. J. T. J. S. TanakornPhoo-ngernkham, «Flexural strength of notched concrete beam filled with alkali-activated binders

under different types of alkali solutions,» *Construction and Building Materials*, vol. 127, pp. 673-678, 30 November 2016.

[75] E. M. M. T.-M. C. G.-S. Isaías Juárez-Ramírez, «Short time deposition of TiO₂ nanoparticles on SiC as photocatalysts for the degradation of organic dyes,» *Research on Chemical Intermediates*, vol. 39, pp. 1523-1531, Abril 2013.

[76] I. J.-R. E. M. L. M. T.-M. Christian Gómez-Solís, «Photodegradation of indigo carmine and methylene blue dyes in aqueous solution by SiC–TiO₂ catalysts prepared by sol–gel,» *Journal of Hazardous Materials*, nº 217-218, pp. 194-199, Marzo 2012.

[77] K. Z. Y. L. Lou Chen, «Geopolymer-supported photocatalytic TiO₂ film: Preparation and characterization,» *Construction and Building Materials*, nº 151, pp. 63-70, 2017.

[78] A. F.-J. A. d. I. T. M. A. A. P. M. Criado, «An XRD study of the effect of the SiO₂/Na₂O ratio on the alkali activation of fly ash,» *Cement and Concrete Research*, nº 37, pp. 671-679, 2007.

[79] N. R. M. C. Association, «CIP 16 Resistencia a Flexión del Concretp».

[80] D. K. A. a. H. A. M. R. Roy, «Very Low Thermal Expansion Coefficient Materials,» *Ann. Rev. Mater*, nº 19, pp. 59-81, 1989.

[81] f. y. u. a., «Vidrio: Historia. [En línea].,» Available: <http://www.abcpedia.com/construccion/materiales/vidrio.html..>

- [82] The slump flow, flow ratio, and V-funnel of recycled glass SCC mixes increases with the increase of recycled glass content. The flow ratios varied from 0.83 to 0.89..
- [83] S. C. L.M. Federico, «Waste glass as a supplementary cementitious material in concrete- Critical review of treatment methods.,» de *Cement and Concrete Composites* (, 2009.
- [84] P. A. F. A. Criado M, «Nuevos materiales cementantes basados en ceniza volantes. Influencia de los aditivos en las propiedades reológicas,» de *Monografía del Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja*, 2006, pp. 11-49.
- [85] P. J. P. F. Fernandez A., «Alkali-activated slag mortars mechanical strength behavior,» *Cement Concr. Res*, vol. 29, nº 1312-1321, 1999.
- [86] A. F.-. J. M. C. A. Palomo, «Geopilimeros: una unica base y diferentes microestructuras,» *Instituto de ciencias de la construcción Eduardo Torroja (CSIC)*, vol. 54, nº 275, pp. 78-81, 2004.

**FICHA BIBLIOGRÁFICA (RESUMEN DE CV)
CURRICULUM VITAE**

I. Datos Personales

Nombre Completo: Mónica Viviana Vázquez López
Lugar de Nacimiento: Durango, Dgo.
Fecha de Nacimiento: 20 de Octubre de 1990
Género: Femenino
Correo Electrónico: monicaviviana.vazquez@gmail.com

II. Grados Académicos

Nombre de la Escuela: Escuela Primaria "Fanny Anitúa"
Lugar: Durango, Dgo.
Fecha: 1995 – 2001

Nombre de la Escuela: Escuela Secundaria "Técnica No. 19"
Lugar: Durango, Dgo.
Fecha: 2001-2004

Nombre de la Escuela: Escuela Preparatoria "CBTIS 89"
Lugar: Durango, Dgo.
Fecha: 2004 – 2007

Nombre de la Escuela: Instituto Tecnológico de Durango
Grado: Ing. Civil Titulado
Fecha: 2008-2013

Nombre de la Escuela: Posgrado, Facultad de Ingeniería Civil, Universidad Autónoma de Nuevo León

Grado: Maestría en Ciencias con Orientación: en Ingeniería Ambiental

Fecha: 2016-2018

III. Experiencia Laboral

Nombre de la Empresa: Pavimentos y Revestimientos S.A de C.V

Puesto: Control de obra y estimaciones

Duración: 2 años

Motivo de Separación: Cuestiones Académicas

Nombre de la Empresa: Laboratorio de topografía integral S.A de C.V

Puesto: Auxiliar de proyectista

Duración: 6 meses

Motivo de Separación: Falta de financiamiento

Nombre de la Empresa: Visión y Proyecto S.A de C.V

Puesto: Auxiliar de residente

Duración: 7 meses

Motivo de Separación: Final de proyecto

LOGROS O PRODUCTO DE LA TESIS

- Se presentó un poster en el congreso “Vitrification and geopolymerization of wastes for immobilization or recycling.” Vitrogeowastes, Septiembre 2017 en Elche España.
- Redacción de un manuscrito para la publicación de un artículo científico.
- Divulgación en seminarios de la Facultad de Ingeniería Civil, en la Universidad Autónoma de Nuevo León, Mayo 2017.