

Evaluación y comparación de geopolímeros obtenidos de dos cenizas volantes mexicanas

Morales-Agundez C.G.^{1*}, Cruz-Enríquez A.¹, Rosas-Cásarez C.A.¹, Arredondo-Rea S.P.¹, Gómez-Soberón J.M.², Corral-Higuera R.¹,

¹Universidad autónoma de Sinaloa, Facultad de ingeniería Mochis. Fuente Poseidón y prolongación A. Flores S/N, fraccionamiento las fuentes, CU Los Mochis Sinaloa México.

²Departamento de Construcciones Arquitectónicas II, Av. Doctor Marañón 44-50, 08028. Barcelona. España.

*E-mail: est.catalina.morales@uas.edu.mx

RESUMEN

Esta investigación se realizó con el fin de determinar las diferencias existentes en los geopolímeros obtenidos de dos tipos de cenizas volantes, las cuales fueron caracterizadas mediante FRX, DRX, FT-IT, del mismo modo se determinaron sus propiedades físicas por pycnometría, adsorción de gases (método BET), DTP y MEB. El proceso de activación se llevó a cabo con NaOH 8M a 80°C por 3, 7, 14, 21, 28 y 90 días, realizando ensayos de compresión y módulo dinámico a los mismos, obteniendo una mejora en los resultados conforme aumenta el tiempo de curado, además se demostró que la variación de los contenidos óxidos y las propiedades físicas de las cenizas de partida, juegan uno de los factores más importantes en el desarrollo de los geles producto de reacción (determinado por TGA, FT-IR, DRX y MEB) y por ello la obtención de mejores propiedades mecánicas.

Palabras claves: geopolímero, ceniza volante, activación alcalina, propiedades mecánicas

ABSTRACT

This research was conducted in order to determine the differences in the geopolymer obtained from two types of fly ash, which were characterized by XRF, XRD, FT-IR, just as its physical properties were determined by pycnometry, gas adsorption (BET method), PSD and SEM. The activation process was conducted with NaOH 8M at 80°C for 3, 7, 14, 21, 28 and 90 days, to performing compression tests and dynamic module, obtaining a improved results with increasing cure time, also it showed that the variation of oxide content and the physical properties of the starting ash, play one of the most important factors in the development of the reaction product gels (determined by TGA, FT-IR, XRD and SEM) and thus obtaining better mechanical properties.

Keywords: geopolymer, fly ash, alkali activation, mechanical properties.

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Generalidades

En los últimos años el interés por crear nuevos materiales de construcción que sean amigables con el medio ambiente y que además tengan un bajo costo ha aumentado; lo anterior se debe principalmente a la explotación de recursos naturales para la fabricación de materiales de construcción que cumplan con la demanda para el desarrollo infraestructural que se tiene hoy en día y que ha contribuido a la generación de cambios en el medio ambiente[1], un ejemplo es el concreto, el cual es el material más empleado en el ámbito de la construcción, que se compone de una mezcla de agregados finos y gruesos, agua y cemento portland (CP)[2][3], este último definido como uno de los materiales más contaminantes del planeta debido a su proceso de fabricación, ya que para obtener el clínker (producto de la calcinación de las materias primas), se requieren altas temperaturas de hasta 1450°C, lo cual produce considerables cantidades de dióxido de carbono (CO₂) que es uno de los gases causantes del efecto invernadero, el cual es liberado al ambiente; por otra parte el consumo de energía para alcanzar la temperatura de clinkerización es alto y el consumo de materias primas para fabricar el CP son considerables; se calcula que para la fabricación de una tonelada de cemento portland son necesarias 1.5 toneladas de materias primas no renovables y además de la emisión de 0.8-1.1 toneladas de CO₂. [4–9]

Debido a lo anterior se ha incrementado la utilización de materiales cementantes suplementarios (MCS), entre los que destacan los materiales de desecho y subproductos industriales, tal es el caso de las cenizas volantes (CV)[10], o cenizas de combustible pulverizado[11], que son las cenizas precipitadas electrostática o mecánicamente de los ductos de escape de gases de las centrales carboeléctricas, éstas se han estado utilizando como sustitución parcial del cemento portland, con un porcentaje aproximado del 30%, tanto en pastas, morteros y concretos, ya que aumentan sus propiedades físico, químicas y mecánicas. [12, 13]

Las mezclas de CV libre de cemento Portland son de gran interés para las nuevas investigaciones por ser una gran potencial como una alternativa ambientalmente favorable, ya que con esto se podría producir un material cementante similar al CP pero con un costo más bajo ya que se reciclará un material que es considerado desecho industrial dándole así un valor añadido, y al mismo tiempo se tendrá una reducción en las emisiones del CO₂ a la atmósfera. [14]

Se estima que la producción anual mundial de CV es aproximadamente de 750 a 800 millones de toneladas y se espera que ésta producción aumente, ya que se predice la instalación de más plantas generadoras de energía a base de la combustión de carbón; con lo cual se tendrá mayor disponibilidad de CV. [15]

De acuerdo a lo expuesto anteriormente se considera necesario estudiar las CV producidas por las carboeléctricas mexicanas debido a que se han encontrado pocas investigaciones referentes a sus propiedades físicas y químicas, las cuales se requieren para determinar si son aptas para utilizarse con un material alternativo al CP en ámbitos ingenieriles; En México las cenizas volantes son solo un problema de contaminación debido a que son vertidas en ríos, lagos o son almacenadas en sitios que podría ser utilizados para otro tipo de actividad[16], considerando que México es un productor activo de cenizas volantes teniendo una producción diaria aproximada de 2700 toneladas es de gran interés determinar sus características para su aplicación, debido a esto ésta investigación compara dos tipos de cenizas volantes provenientes de planta carboeléctrica “José López Portillo” ubicada en Coahuila, y determinar si son aptas para utilizarse como un posible material alternativo al CP.

2 EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

2.1.1 Ceniza Volante

Los dos tipos de cenizas volantes; ceniza volante blanca (CVB) y ceniza volante negra (CVN) nombradas así debido al color que presentan, fueron caracterizadas mediante fluorescencia de rayos X (FRX), para determinar el contenido de óxidos presentes en cada una de ellas, los resultados se muestran en la Tabla 1 con base a ellos y a la norma ASTM C618, se estableció que ambas cenizas son del tipo F.

Tabla 1 Composición química de las cenizas volantes

Porcentaje de óxidos	CVN	CVB	Porcentaje de óxidos	CVN	CVB
MnO	0.0184	0.0937	SiO ₂	56.89	59.11
SrO	0.0476	0.1769	CaO	4.253	9.918
ZrO ₂	0.0522	0.05336	Fe ₂ O ₃	5.566	4.638
Na ₂ O	0.346	0.512	Al ₂ O ₃	26.24	20.31
SO ₃	0.704	0.336	PPI	2.47	-
MgO	0.718	1.74	P ₂ O ₅	-	0.11
TiO ₂	1.21	1.65	C	-	0.19
K ₂ O	1.49	1.17	-	-	-

2.1.2 Hidróxido de sodio

El hidróxido de sodio empleado en este trabajo fue adquirido comercialmente en forma de escamas con una pureza del 97%.

2.1.3 Agua

El agua destilada fue necesaria para hacer la solución activadora, así como también para el curado de las muestras, ésta también fue adquirida comercialmente.

2.2 Equipo menor

- ✓ Molino de bolas de acero.
- ✓ Bascula digital.
- ✓ Moldes estandarizados de 5cm x 5cm x 5cm
- ✓ Moldes estandarizados de 4cm x 4cm x 16cm
- ✓ Probetas.
- ✓ Recipientes de plástico.
- ✓ Espátulas.

2.3 Equipo mayor

- ✓ Horno digital, marca Shel-Lab.
- ✓ Difractómetro de rayos X, marca PANalytical Modelo X'Pert PRO.
- ✓ Microscopio electrónico de barrido marca HITACHI, modelo SU3500.
- ✓ Equipo de análisis térmico SDT Q600 (TGA y DSC simultáneos), marca TA Instruments, Modelo: 961001 90.
- ✓ Espectrómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier, marca PerkinElmer, modelo Spectrum GX.
- ✓ Caracterizador superficial Autosorb-1, marca Quantachrome.
- ✓ Prensa Universal, marca INSTRON modelo 600DXR2081.
- ✓ Espectrómetro de Fluorescencia de rayos X, marca BRUKER Modelo S4 PIONEER, con el software SPECTRA plus.
- ✓ Analizador de tamaño de partícula Mastersizer 2000 Ver. 1.00 con número de serie 34027-21.

2.4 METODOLOGÍA

2.4.1 Molienda

La molienda de las cenizas volantes se realizó mediante un molino de bolas de acero, la cual consistió en dejar moler una hora cada kilogramo de ceniza, esto con el fin de aumentar el área de contacto (área superficial).

2.4.2 Tamizado

Terminada la molienda se pasó al tamizado de ambas cenizas el cual se realizó con la ayuda de una brocha haciendo pasar las cenizas volantes por el tamiz No. 325 como se muestra en la Figura 1.



Figura 1 Tamizado de CV.

2.4.3 Solución activadora.

La solución activadora se preparó a base del hidróxido de sodio en escamas y agua destilada, para obtener la solución de NaOH 8 molar se vertieron 320g de escamas de NaOH en un litro de agua destilada las cuales se agitaron hasta disolverse, dejando reposar la solución resultante durante 3 horas la Figura 2 muestra los materiales requeridos para la preparación de la muestra cabe señalar que este procedimiento se realizó a temperatura ambiente.



Figura 2 Preparación de la solución activadora.

2.4.4 Preparación de los especímenes.

Ya obtenida la solución activadora y la ceniza volante molida y tamizada, se pasó al diseño de mezclas para ambas mezclas se determinó una relación ceniza/solución de 0.5, las cuales se realizaron añadiendo la ceniza en un recipiente de plástico, añadiendo poco a poco la solución activadora y mezclando continuamente hasta obtener una mezcla uniforme, ya obtenidas las mezclas se vertieron en moldes estandarizados de 5cmx5cmx5cm éstos para realizar los ensayos a compresión y en moldes de 4cmx4cmx16cm para ser utilizados en las pruebas del módulo dinámico, todos los especímenes después de ser realizados se introdujeron al horno a 80°C con el fin que la pastas endureciera y poder ser desmoldados transcurridas 24 horas; en la Figura 3 se muestran los pasos que se siguieron para la fabricación de los especímenes.



Figura 3 Proceso de fabricación de especímenes.

2.4.5 Curado de los especímenes.

El proceso de curado se desarrolló para 3, 7, 14, 21, 28 y 90 días éste se llevó a cabo introduciendo los especímenes después de su desmolde en el horno a una temperatura constante de 80°C y manteniéndolos a una humedad relativa del 99%, para que esto se diera, los especímenes fueron forrados con plástico adherente e introducidos en bolsas herméticas, así mismo se colocaron en recipientes de aluminio (flanera) saturándolos con agua destilada, e introducidos en el horno como se muestra en la Figura 4., este procedimiento se realizó debido a que la ceniza volante activadas a temperatura ambiente no reaccionan, por lo que es necesario aumentar su temperatura lo que provoca la aceleración de la cinética de reacción para que se lleve a cabo la reacción.



Figura 4 Proceso de curado.

2.4.6 Caracterización

2.4.6.1 FRX

La caracterización de las cenizas volantes de partida (CVN y CVB) se realizó por método semicuantitativo en espectrometría FRX con dispersión de longitud de onda, para lo cual se utilizó un equipo Marca BRUKER S4 PIONEER, que consta de una fuente de excitación de 4kW y para su interpretación se utilizó el software SPECTRA plus.

Para las muestras se realizó un barrido al vacío de 71 elementos del sodio (Na) al uranio (U), con un % RSD aproximado para concentraciones >1% de 5 a 10 y para concentraciones <1% de 10 a 20 bajo las siguientes condiciones:

- ✓ Tubo de RX con ánodo de Rh
- ✓ Voltaje de excitación de 25 a 60 kv.
- ✓ Colimador de 0.46dg
- ✓ Máscara de colimador de 34mm

- ✓ Cristales LIF200(fluoruro de litio) y PET (pentaerithrit)

2.4.6.2 Distribución de tamaño de partícula (DTP)

El tamaño de partícula de las cenizas volantes se determinó mediante difracción láser utilizando un analizador de tamaño de partícula Mastersizer 2000 Ver. 1.00 mostrado en Figura 5, utilizando agua como el líquido en el cual fueron suspendidas con un índice de refracción (IR) de 1.33 y un IR para las cenizas igual a 1.41.



Figura 5 Equipo analizador DTP Mastersizer 2000

2.4.6.3 IR

El equipo empleado para la obtención de los espectros de IR de las CV de partida y de los geopolímeros fue mediante un espectrómetro de infrarrojo marca Perkin Elmer, modelo Spectrum GX FT-IR System como el mostrado en Figura 6, los espectros se consiguieron por reflectancia con ayuda del accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) marca Smiths modelo Quest con ventana de diamante de un paso; los análisis se llevaron a cabo en el rango espectral comprendido entre 470 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} .



Figura 6 Espectrómetro Perkin Elmer

2.4.6.4 TGA

Para la realización de esta técnica se utilizó el equipo de análisis térmico SDT Q600, TA Instruments, 961001 90 mostrado en la Figura 7 ; el gas de purga empleado fue nitrógeno, en un intervalo de calentamiento que va de temperatura ambiente hasta 1100°C con una velocidad de calentamiento de 20°C/min; para desarrollar esta técnica se requirió triturar las muestras hasta dejarlas finamente molidas, lo cual se realizó mediante un mortero de ágata, además fue necesario que las muestras estuvieran libres de humedad.



Figura 7 Equipo de TGA TA Instruments

2.4.6.5 Método BET

Para la obtención del área superficial se empleó el método de adsorción de nitrógeno a su temperatura de condensación (77.35°K), se tomaron 11 puntos de adsorción desde 0.05 hasta 0.3 de presión relativa (p/p_0) para la determinación del área superficial por el método BET se

realizó una isoterma completa de 24 puntos desde 0.05 hasta 0.995 p/p0 para la adsorción, y de 20 puntos desde 0.005 hasta 0.05 p/p0 para la desorción. El equipo usado fue el caracterizador superficial Autosorb-1, marca Quantachrome (Figura 8). Para limpiar la superficie se trató la muestra a 250°C por 12 horas con vacío.



Figura 8 Equipo Autosorb-1

2.4.6.6 DRX

El difractor utilizado fue un PANalytical X'Pert PRO (Figura 9) equipado con una fuente de rayos X que utiliza radiación $\text{CuK}\alpha$; la preparación de las muestras, consistió en moler una pequeña porción de los especímenes ya ensayados en un mortero de ágata, los polvos fueron montados en los porta muestras e introducidos en el difractor para su posterior caracterización, la cual consistió en examinar las muestras en el rango de 2θ comprendido entre 4° y 70° .



Figura 9 Difractómetro PANalytical X'Pert PRO

2.4.6.7 MEB

Para la determinación de la morfología de las CV de partida y de los geopolímeros se utilizó un microscopio electrónico de barrido HITACHI SU3500 (Figura 10), la preparación de las muestras consistió en poner la muestra sobre una pequeña cinta de cobre ya que este tipo de material no es conductor y que es necesario para que se efectúe el estudio; se trabajaron resoluciones de 1000x para las CV de partida y de 1500x para los geopolímeros.



Figura 10 Microscopio electrónico de barrido HITACHI SU3500

2.4.6.8 Picnometría

La densidad de las CV se obtuvo bajo la norma UNE 103-302-94 “Determinación de la densidad relativa de las partículas de suelo”, según indica esta norma la muestra debe estar libre de humedad y poseer un tamaño menor a 400 μ m; para llevar a cabo esta prueba se

requiere de un picnómetro Gay-Lussac, una balanza de precisión 0.001g, agua destilada y 10gr de muestra.

Para determinar la densidad se toman cuatro medidas (M_1 , M_2 , M_3 y M_4) para posteriormente ser sustituidos en la $\text{¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.}$, el proceso se muestra en Figura 11.

$$G_T = \frac{M_3 - M_2}{(M_3 - M_2) + (M_1 - M_4)} \quad (1)$$

Ecuación 1 Determinación de densidad

Donde:

M_1 = Picnómetro con agua hasta la línea de enrase.

M_2 = Picnómetro con agua hasta $\frac{1}{2}$ sin cuello.

M_3 = M_2 + muestra.

M_4 = M_1 + muestra.



Figura 11 Proceso para determinación de la densidad de las CV

2.4.7 Pruebas mecánicas

2.4.7.1 Ensayos a compresión

Los ensayos a compresión fueron realizados cumplidos los días de curado establecidos anteriormente y basados en la norma ASTM-C109 utilizada para morteros debido a que aun no se cuenta con una normativa para las cenizas volantes, estas pruebas se llevaron a cabo en una prensa universal INSTRON modelo 600DX (Figura 12).



Figura 12 Prensa universal INSTRON

2.4.7.2 Módulo de elasticidad dinámico

La determinación del módulo de elasticidad dinámico, módulo de rigidez dinámico y la relación de Poisson, se realizaron en base a los ensayos de Frecuencia de Resonancia por Impacto descritos en la norma ASTM C215, este método determina la velocidad de propagación de pulsos longitudinales de ondas de esfuerzos a través del concreto, para este caso se dichos ensayos se realizaron a los GCVB y GCVN curados a 7, 1, 21 y 28 días, estos ensayos son considerados no destructivos debido a que los especímenes no son deformados en las mediciones.

Para la realización de este ensayo se requiere un impactador, un amplificador de señal, un acelerómetro y en analizador de onda, en la Figura 13 se muestra un esquema del equipo necesario para realizar el ensayo, el principio de este método es generar pulsos de ondas longitudinales de esfuerzos por un transductor electro-acústico que se mantiene en contacto con una superficie del espécimen. Después de atravesar el espécimen, los pulsos son recibidos

y convertidos en energía eléctrica por un segundo transductor localizado a una distancia L del transductor transmisor, el tiempo de transito se mide electrónicamente.

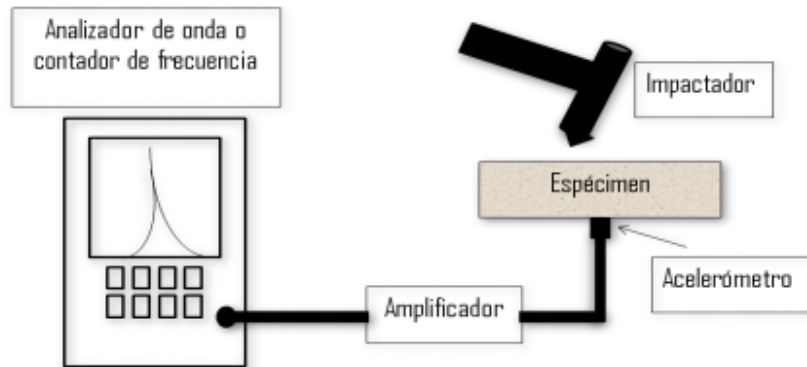


Figura 13 Equipo necesario para ensayo de frecuencia de resonancia por impacto

Como se mencionó anteriormente, este ensayo determina las resonancias transversales, longitudinales y torsionales de las vigas, para lograr esto es necesario ubicar de manera diferente el punto de impacto y el acelerómetro, la Figura 14 ilustra el acomodo de cada uno de ellos.

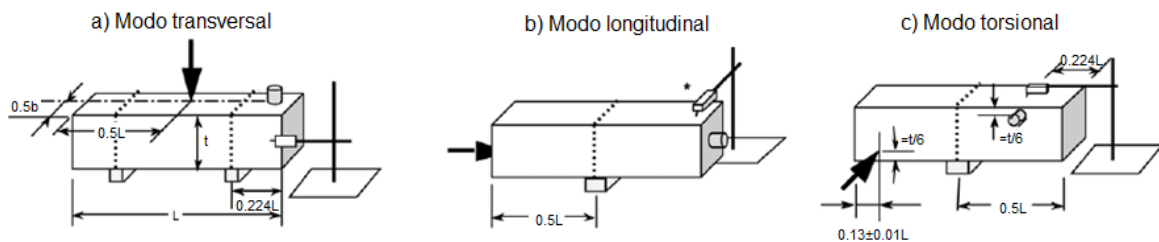


Figura 14 Representación de modos: a) transversal, b) longitudinal y c) torsional

Realizadas las diferentes medidas y tomadas las frecuencias se pasa a la obtención de los distintos módulos a través de una serie de ecuaciones, las cuales están relacionadas con la masa y dimensión de los especímenes, para el cálculo del módulo de elasticidad (E_d) se aplica la

Ecuación 2, para el módulo de rigidez la Ecuación 3 y para la relación de Poisson la Ecuación 4:

Ecuación 2: Determinación del E_d

$$E_d = CM(n')^2 \quad (2)$$

Donde:

$C = 0.9464(L^3T / br^3)$, donde: L=longitud del espécimen, $T=t/3.464$, t= altura, b= base y r= peralte del espécimen en m.

M=Masa de la muestra (Kg)

n' = Frecuencia longitudinal de resonancia (Hz)

Ecuación 3: Determinación del Gd

$$Gd = BM(n'')^2 \quad (3)$$

Donde:

$B = (4LR/A) (m^{-1})$, R=1.183 para secciones cuadradas, A= área de sección transversal de la probeta

M= Masa de la muestra (Kg)

n'' = Frecuencia torsional de resonancia (Hz)

Ecuación 4: Determinación de la relación de Poisson

$$\mu = \frac{Ed}{2Gd} - 1 \quad (4)$$

3 RESULTADOS

3.1 Resultados de cenizas de partida

3.1.1 Morfología de CVN y CVB

La morfología observada mediante los resultados del MEB (Figura 15) muestra la forma típica de las cenizas volantes, las cuales son de geometría esférica, adoptando esta forma debido a que estas partículas son arrastradas por los tubos de escape de las centrales carbóelectricas[17][18]. También se observa que la CVB posee partículas más definidas y de menor tamaño que la CVN, lo cual se puede atribuir a la temperatura de combustión, ya que si

ésta temperatura es baja por lo general se tienen formas irregulares, y a la inversa, si la temperatura es alta su forma es más definida (esférica) y regular, [19]; otra particularidad que se aprecia es que ambas cenizas poseen partículas de diferentes tamaños, lo cual se puede corroborar con los resultados obtenidos por el análisis de distribución de tamaño de partícula (Figura 16), demostrando que la CVB tiene partículas de menor tamaño en comparación con la CVN.

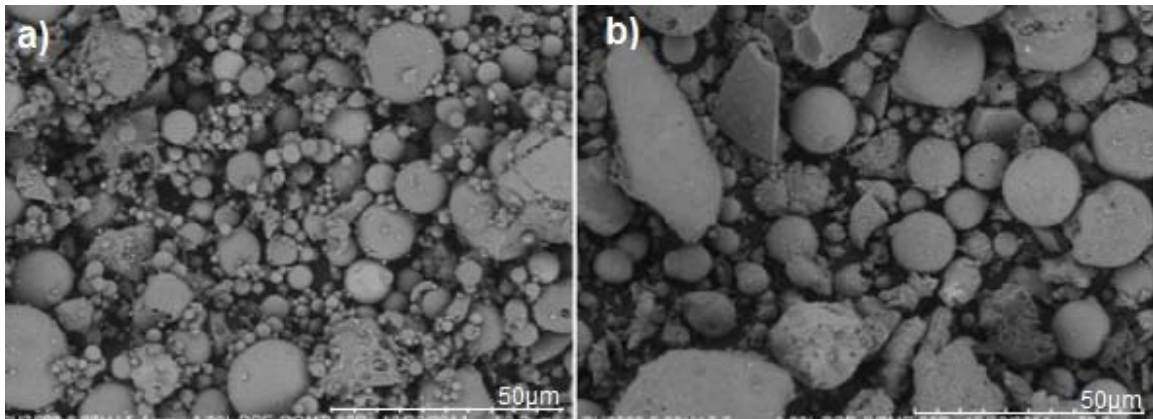


Figura 15 Micrografías de CVB (a) y CVN (b)

3.1.1.1 Distribución de tamaño de partícula (DTP)

Con la realización de esta técnica se pudo determinar los tamaños de las partículas que conforman cada una de las cenizas volantes de partida, con base a los resultados obtenidos (Figura 16), se observa que para ambas cenizas la distribución de tamaño oscila dentro de los rangos esperados y similares a los de encontrados en otras investigaciones con tamaño de partículas $< 45\mu\text{m}$, debido al tamizado y a la molienda previa a la obtención de los geopolímeros. En ambas CV se tiene más del 96% con partículas menores a $45\mu\text{m}$, el resto de las partículas que pasan este tamaño promedio, se atribuye también al tamizado como ya se había mencionado anteriormente, para llevar a cabo se utilizaron brochas, las cuales pudieron facilitar el paso de partículas de mayor tamaño, además de esto, se pudo determinar que la CVB tiene un porcentaje mayor del 13% en partículas de menor tamaño que se encuentran en el intervalo de $0.3\mu\text{m}$ a $10\mu\text{m}$, en contraparte la CVN contiene 15% de partículas con tamaños que van de los $10\mu\text{m}$ a los $60\mu\text{m}$. La variación de tamaños de partículas se ve relacionado también con la temperatura de incineración del carbón de dónde provienen las CV, ya que a mayor temperatura se obtiene menor tamaño de partículas, lo cual se observó en el MEB.[20]

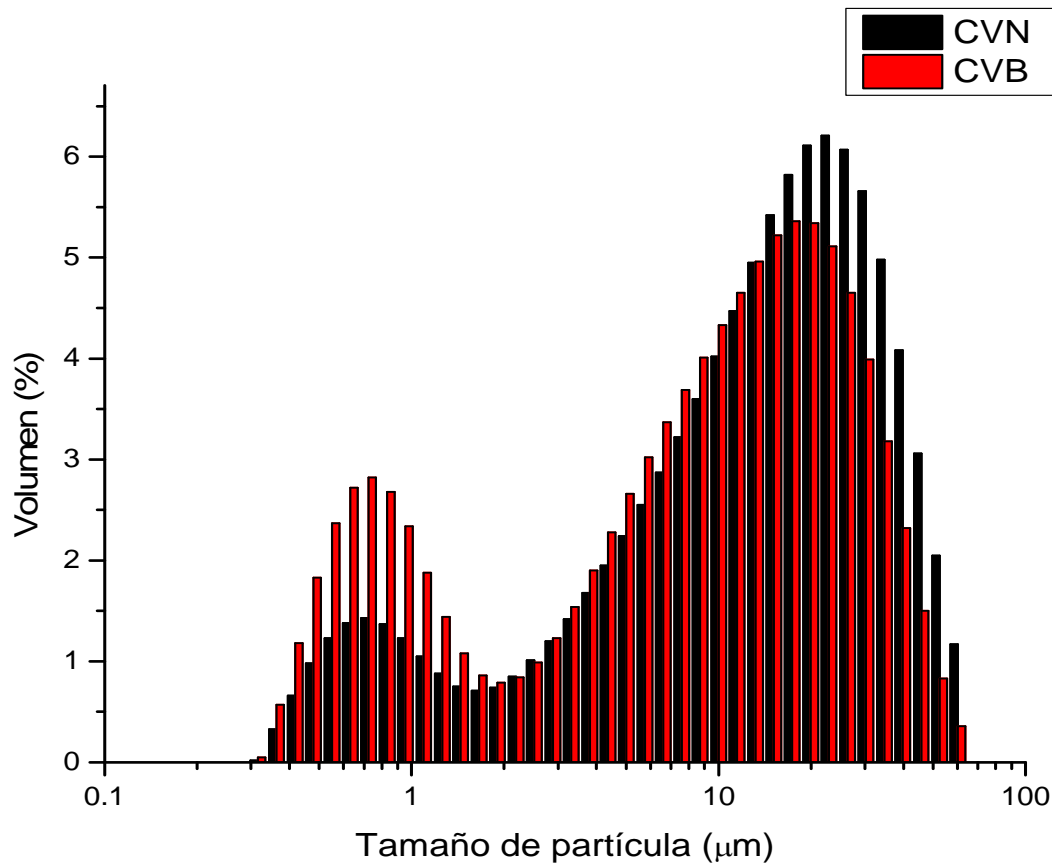


Figura 16 Distribución de tamaño de partícula de CVN y CVB.

3.1.1.2 Densidad

La Tabla 2 muestra los valores de densidad obtenidos por la prueba de picnometría con base a la norma UNE 103-302-94 “Determinación de la densidad relativa de las partículas de un suelo” dicho resultados se encuentran en el intervalo de las cenizas volantes que comprende 2 a 2.9 g/cm³[21], además, como se puede observar la densidad de CVB es mayor en 0.5 g/cm³ respecto a la CVN, lo cual se esperaba por el menor tamaño de partícula que presentó. La densidad se relaciona por una parte con el tamaño de partícula del material, siendo para un tamaño de partícula menor (en este caso la CVB) una mayor densidad, debido a que al poseer menor tamaño de partícula, tienden a tener un mejor acomodo en determinado volumen, ya que por tener menor tamaño el espacio existente entre las partículas es menor, además de esto, este tipo de material tiene la peculiaridad de ser huecas, algunas de ellas contener partículas de menor tamaño o en su defecto albergar carbón en estado amorfo, lo cual también afecta directamente la densidad del material [22].

Tabla 2 Densidades de las cenizas de partida.

Muestra	Densidad (g/cm ³)
CVN	1.993
CVB	2.464

3.1.1.3 Área superficial

El área superficial de las CV de origen se obtuvo mediante el método físico de adsorción de gases (método BET), los resultados se muestran en la Tabla 3, en donde se determinó que la CVB presenta un 48% más de área superficial que la CVN, lo anterior es coherente con la distribución de tamaño de partícula, ya que a menor tamaño de partícula mayor área superficial se espera del material analizado. Lo anterior ayuda a que se lleve a cabo el proceso de síntesis del geopolímero con más rapidez en la CVB que en la CVN, porque la primera tiene un área de contacto mayor y una superficie más grande, lo que facilita la disolución iónica y el proceso de geoplimerización.[23]

Tabla 3 Área superficial de las cenizas de partida.

Muestra	Área superficial (m ² /g)
CVN	1.609
CVB	3.093

3.1.2 Propiedades químicas

3.1.2.1 Análisis Térmico

El análisis termogravimétrico se realizó para conocer el porcentaje de pérdida de masa de las CV de partida, y así, determinar la cantidad de contaminantes presentes en cada una de ellas, los resultados obtenidos muestran en la Figura 17, como se puede observar, la CVB presentó menor pérdida en peso, teniendo dos caídas, la primera de ellas va de temperatura ambiente (23°C) a los 85°C aproximadamente, atribuida a la pérdida de humedad presente y la segunda va de los 85°C a los 1100°C, asignada al carbón amorfo, a los carbonatos y a la oxidación del Fe₂O₃; con respecto a la CVN, en ella se aprecian 3 caídas la primera de 23°C a 110°C, debido

a la humedad presente en la muestra, la segunda pérdida de que va de los 110°C a los 690°C aproximadamente, con la descomposición de los carbonatos y con la pérdida de carbón no incinerado, la tercer y ultima pérdida de peso, que se presenta entre 690°C y 1100°C, es asignada a la oxidación de óxidos Fe_2O_3 y la descomposición de restos de carbón sin quemar, en la Tabla 4 se muestra los porcentajes de pérdida así como la pérdida total para cada cenizas, con lo cual se puede también determinar que la CVB tiene una menor pérdida por ignición (PPI) que la CVN, lo que se corrobora con la técnica de FRX, además que ambas cenizas tienen porcentajes menores de pérdida por ignición a los permitidos en la norma ASTM C618 ($PPI < 6\%$) [16, 20][24][25].

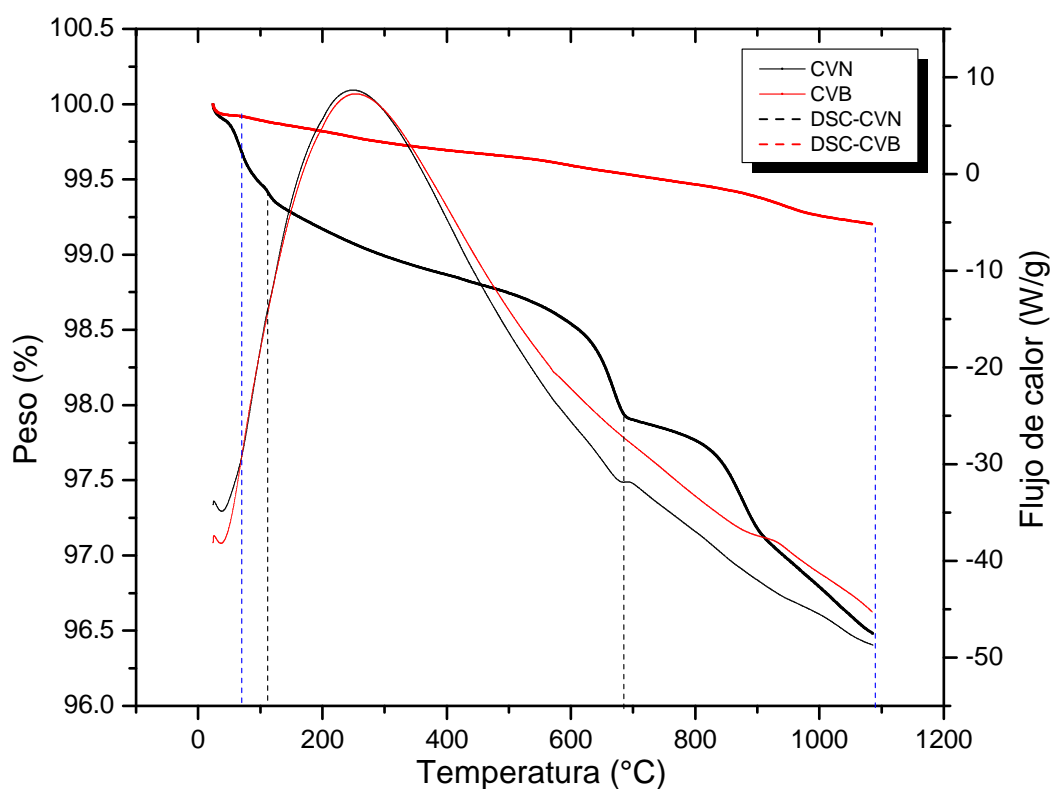


Figura 17 TGA-DSC de CVN y CVB

Tabla 4 Pérdidas por termogravimetría

Rango de temperatura (°C)	Pérdida
CVB	
23-85	0.076
85-1100	0.720
Pérdida total	0.796
CVN	
23-110	0.560
110-690	1.482
690-1100	1.454
Pérdida total	3.496

3.1.2.2 FT-IR

La realización de esta técnica se hizo con la finalidad de determinar los enlaces existentes en las cenizas de partida, como se puede observar en la Figura 18 los espectros de IR obtenidos muestran patrones similares para ambas CV, destacando en ellos 4 bandas de absorción características de este tipo de material, la banda número uno aparece con bajo porcentaje de transmitancia entre 3300 cm^{-1} y 3700 cm^{-1} , debido a las vibraciones de tensión de los enlaces de hidrógeno, relacionados a la humedad de las muestras, la banda señalada con el número 2, la cual es denominada como la banda principal y la más característica de las CV, se registra en 1090 cm^{-1} , y está relacionada con las vibraciones de tensión asimétrica de los enlaces Si-O y Al-O pertenecientes al óxido de silicio y óxido de aluminio, componentes mayoritarios en ellas, la anchura de esta banda se ve relacionada con la amorficidad del material, por ende se puede determinar que la CVB contiene cantidades mayores de material amorfo, lo que se puede comparar con los resultados de DRX (Figura 19), la siguiente banda (número 3) aparece en 790 cm^{-1} , esta es atribuida a las vibraciones de los enlaces O-Si-O del doblete característico del cuarzo y por último esta la banda 4 que se aprecia entre 560 cm^{-1} y 570 cm^{-1} la cual está ligada a las vibraciones Al-O del aluminio presente de la mullita, fase que al igual que la del cuarzo fueron determinadas por medio de DRX (Figura 19); en la Tabla 5 se resumen los resultados obtenidos por FT-IR.[26][27].

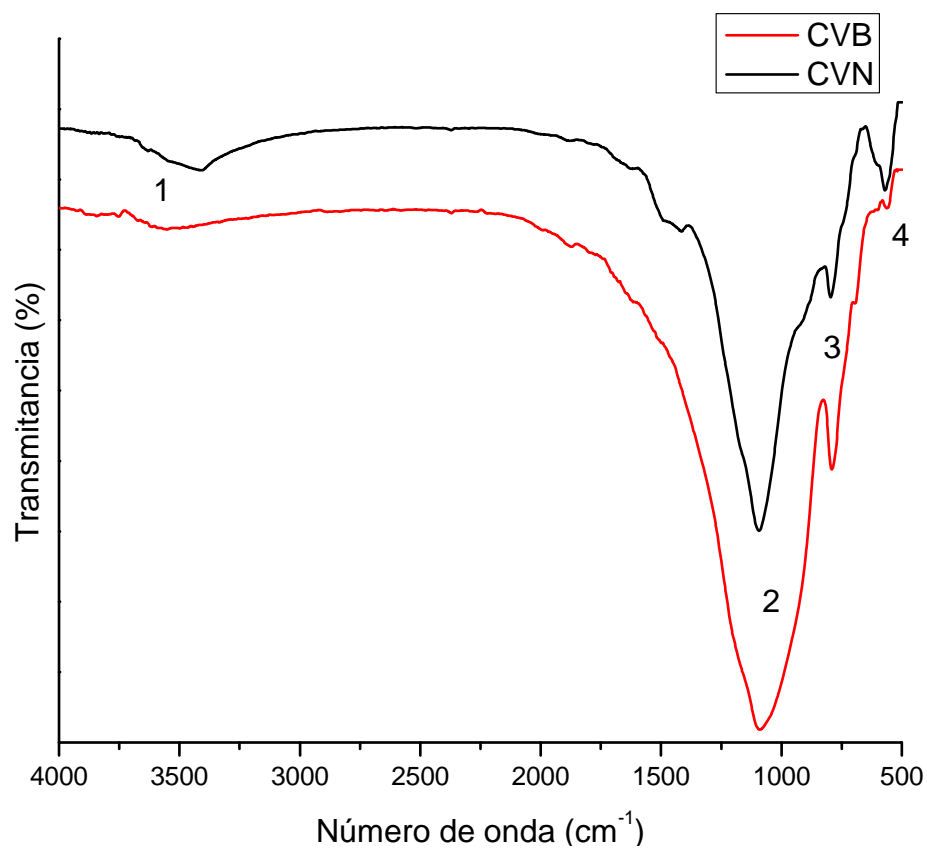


Figura 18 Espectros de IR de CVN y CVB.

Tabla 5 Bandas características de las cenizas de partida

Número de banda	Longitud de onda (cm ⁻¹)	Tipo de enlace	Atribución
1	3600-3400	O-H	H ₂ O
2	1090	Si-O y/o Al-O	SiO ₂ y Al ₂ O ₃
3	790	O=Si=O	Cuarzo
4	570-560	Al-O	Mullita

3.1.2.3 DRX

Para la determinación de las fases presentes en las CV de partida se realizó por medio de esta técnica, los resultados obtenidos se muestran en la Figura 19, observando que ambos difractogramas muestran un picos similares, que son atribuidos a las presencia de fases de cuarzo y mullita en su totalidad, fases características de las cenizas volantes con bajo contenido de calcio (menor de 10%) como lo son las cenizas de este estudio, destacando con una mayor intensidad alrededor de los 26° de 2θ el pico atribuido al cuarzo, además de esto se observa en el intervalo de 18° a 30° la presencia de un halo (relieve), el cual indica que parte de la composición de las cenizas es material amorfo, sobresaliendo éste para la CVB como se pudo determinar por FT-IR[28][29][61,64]

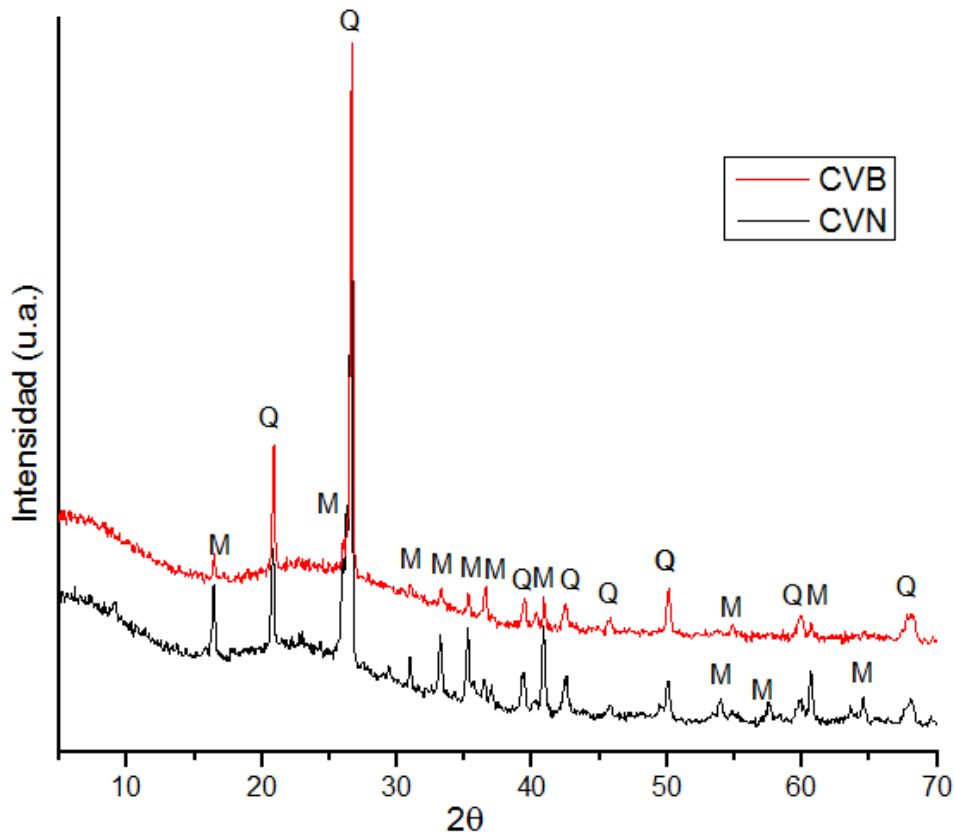


Figura 19 Difractograma de CVB y CVN

3.2 Caracterización de geopolímeros

3.2.1 Propiedades estructurales

3.2.2 Espectroscopía de infrarrojo FT-IR

En la Figura 20 se muestran los espectros de IR de las cenizas volantes de partida y los geopolímeros obtenidos de cada una de ellas, para ambos casos se presentan una similitud en los cambios debido a la activación alcalina, en estos cambios destacan los desplazamientos y ensanchamientos que se tienen de las bandas características de modo tensión asimétrico de los enlaces Si-O-Al y Si-O-Si las cuales están presentes alrededor 1090cm^{-1} para la cenizas de origen, y de 1000cm^{-1} a 1010cm^{-1} para los geopolímeros, esto se puede atribuir a la transformación que sufren los aluminosilicatos ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) a ion ortosialato por la presencia de la solución alcalina, la cual los disocia en iones aluminatos ($\text{Al}(\text{OH})_4^-$) y iones monosílicos ($\text{OSi}(\text{OH})_3$), que son los formadores del monómero ($n(\text{OH})_3\text{-Si-O-Al}(\text{OH})_3$) encargados de generar la policondensación para dar inicio a la formación de los geles producto de reacción, otra atribución que se le puede dar a este desplazamiento es a consecuencia de la penetración del Al en la estructura original del Si-O-Si, observando también que conforme aumentan los días de curado, las bandas tienden a regresar a su posición inicial, esto se puede ser debido a la formación de nuevos enlaces de los geles, los cuales conforme avanzan los días de curado se reestructura y se fortalecen, otra de las diferencias existentes es la aparición de la banda en aproximadamente 3500 cm^{-1} , relacionada con las vibraciones de tensión de los grupos OH presentes en el agua al igual que la banda que se generó en 1600cm^{-1} , asignada a la vibraciones de flexión del agua químicamente ligada, en ambas se aprecia la misma tendencia, que conforme aumentan los días éstas también van aumentando haciéndose más notorias a edades de curado mayores (28 y 90 días de curado), lo anterior es consisten con otros autores que han estudiado geopolímeros base CV[31][32][33][34].

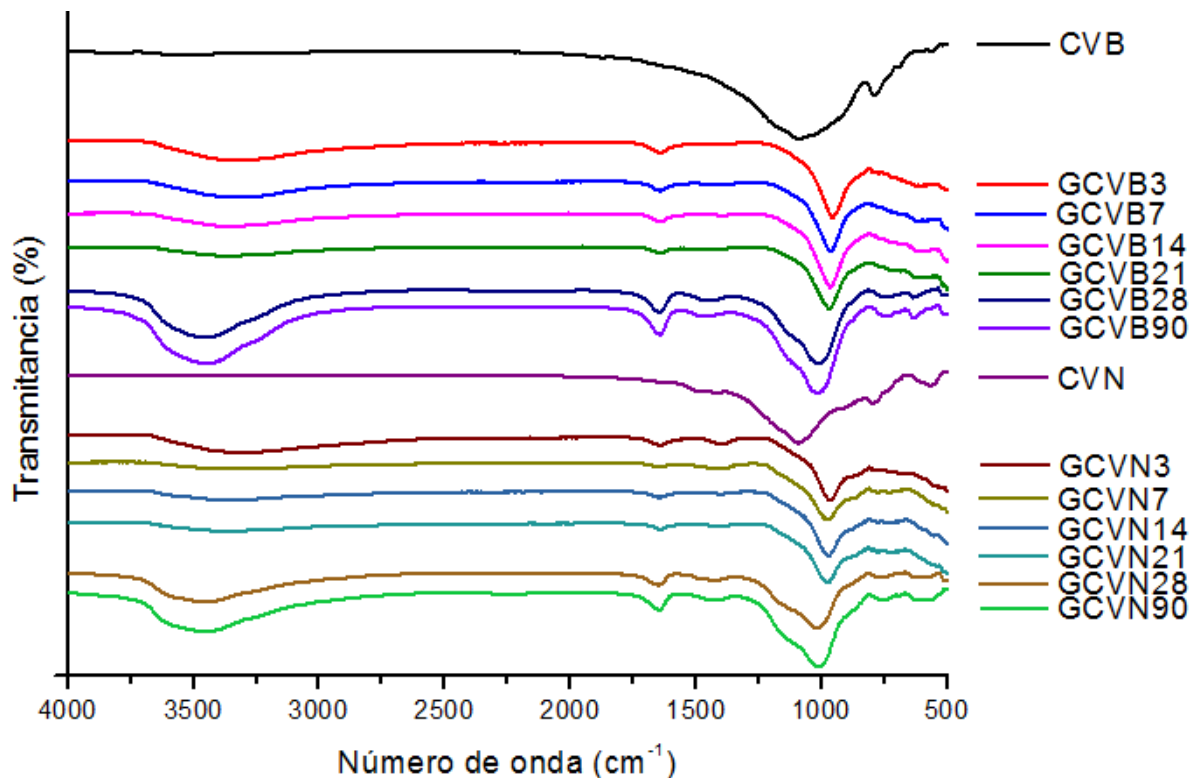


Figura 20 Resultados de FT-IR de las CV de partida y los geopolímeros a todas las edades de curado.

3.2.3 DRX

La Figura 21 muestra los resultados obtenidos por DRX que incluyen a las CV de origen como un patrón de referencia para observar los cambios generados mediante la activación, así como los resultados de los geopolímeros obtenidos a todas las edades de curado, destacando la formación de nuevas fases atribuidas al proceso de activación, como también el desplazamiento en el halo del material amorfo de la CV, que se presentó para este caso alrededor de 18° a 30° de 2θ y para el caso de los geopolímeros, éste se sitúa a valores mayores de 2θ , entre 22° a 40° . Este desplazamiento se genera debido a la disolución del material silicoaluminoso presente en la ceniza de partida, ya que al entrar en contacto con la solución activadora, ésta promueve la formación de los geles producto de reacción, lo anterior puede observarse, debido a que la generación de éstos fue mayor en los GCVB, lo cual se determinó, debido a la presencia de una nueva fase que corresponde al pico que aparece en 9° y 13° 2θ , el cual está relacionado con la formación de Ca-chabazita. La Ca-chabazita está

relacionada con la generación de gel de aluminosilicato de calcio hidratado (gel CASH), en la Figura 21 se muestra la evolución de esta fase, ya que conforme transcurren los días de curado se incrementa la intensidad de este pico, con lo cual se puede también determinar que, a medida que avanza el tiempo de curado la generación de este gel es mayor. En los GCVN este pico no se presentó, y esto se atribuye a las diferencias que existen en el contenido de calcio, entre las cenizas de partida, ya que la CVN contiene menor porcentaje de CaO que la CVB. Aproximadamente a los 18° y 31° de 2θ se observa la formación de picos para GCVN y GCVB, los cuales están relacionados a la formación de la fase Na-chabazita (gel de aluminosilicato de sodio hidratado) y la formación de productos de reacción (gel NASH), respectivamente, destacando que para los GCVB estos picos se forman al tercer día de curado, en cambio para los GCVN estos aparecen hasta los 7 días de curado, además, en el caso de los GCVB se aprecia una mayor intensidad y mejor definición, lo que significa una mayor cristalinidad, una última diferencia que se observó en los GCVN fue la aparición del pico de carbonato de sodio presente a 28° de 2θ [28][35][36][37][38].

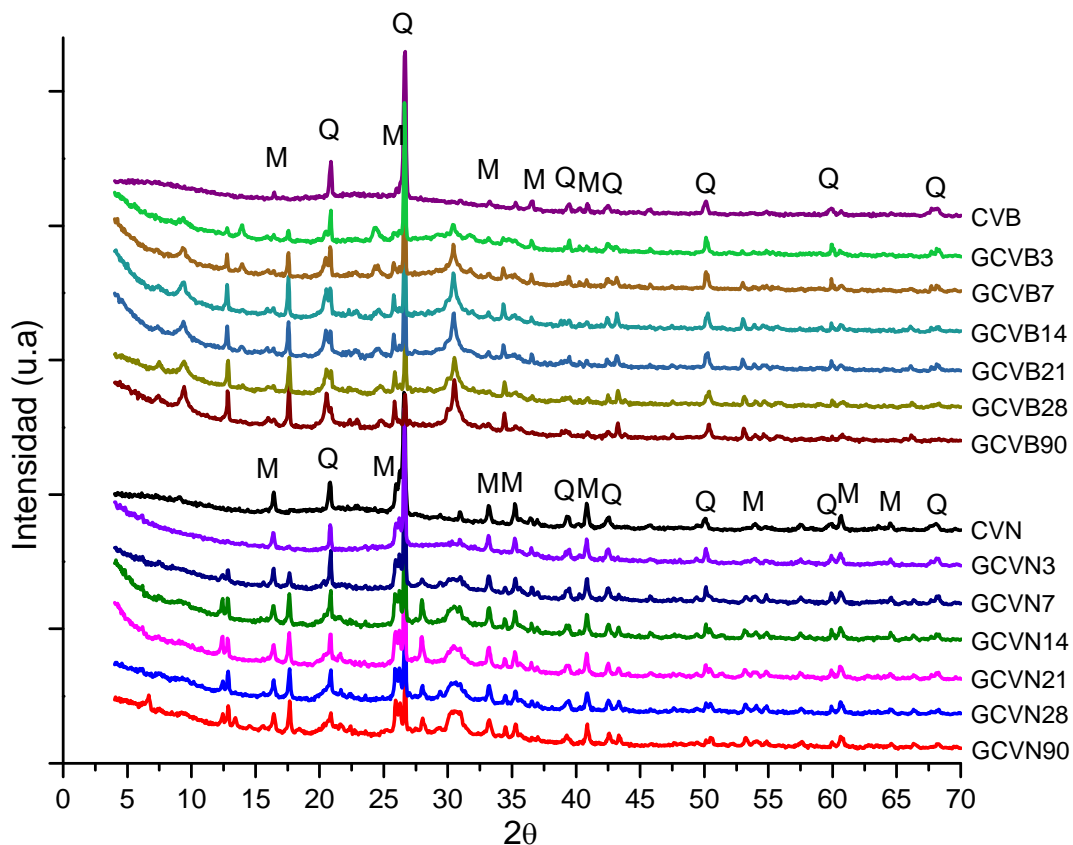


Figura 21 Difractogramas de las CV de origen y de geopolímeros a todas las edades de curado.

3.2.4 TGA

Mediciones de TGA y DSC se realizaron en los geopolímeros a todas las edades de curado, la Figura 22 y Figura 23 muestran las curvas obtenidas, en las que se puede observar la similitud entre ellas, teniendo semejanzas entre las pérdidas de peso así como también para las curvas de DSC mostrando los mismos cambios, lo cual es coherente con otros autores.

Las pérdidas mostradas para estos materiales oscilan desde temperatura ambiente (23°C) a los 100°C, las cuales están relacionadas con la eliminación del agua físicamente ligada, que es el agua presente en la superficie de la muestra y en los poros entre los geles producto de reacción (gel NASH y gel CASH en el caso de los GCVB), donde se produce un cambio endotérmico, debido a la absorción de energía requerida para dicha evaporación. Se puede apreciar un comportamiento similar tanto en los GCVN y GCVB curados a 3, 7, 14, 21 y 28 días, de lo cual se puede determinar que se mantiene constante con pérdidas del 11% y 12% respectivamente, teniendo un decremento significativo para los geopolímeros de mayor edad (90 días), observando pérdidas del 8.65% para los GCVN y de 2.50% para los GCVB siendo éste el más notorio, lo anterior puede atribuirse a que los GCVB poseen una matriz más densa y compacta, como pudo observarse en las micrografías del MEB, lo cual representa una menor cantidad de espacios en los cuales el agua físicamente ligada pueda depositarse; la siguiente pérdida que se puede observar va de los 100°C a los 600°C, ésta se atribuye a la deshidratación de los geles producto de reacción y a la eliminación del agua químicamente ligada, en su mayoría, y a una pequeña proporción de agua físicamente ligada, ya que ésta puede llegar a estar presente hasta una temperatura de 300°C, para este intervalo de temperatura se obtuvieron pérdidas mayores para los GCVB por arriba del 2% más que los GCVN, lo que se puede relacionar con la mejora en las propiedades mecánicas, y debido a la generación de mayores fases como fue determinado por DRX, teniendo mayor formación de geles producto de reacción entre ellos la Ca-chabazita (encargados de generar estas mejoras en las propiedades), que deriva en mayor cantidad de agua químicamente ligada. Las pérdidas que se observan por encima de los 600°, están relacionadas con la presencia de diferentes formas estructurales de carbonatos, como se muestra en la Tabla 6 y Tabla 7, estas pérdidas fueron casi depreciables para los GCVB (<0.8%), en tanto para los GCVN se tiene mayor presencia, lo que se puede atribuir a la formación del carbonato de sodio, fase que se detectó mediante DRX. [23][39][40][41][42][43]

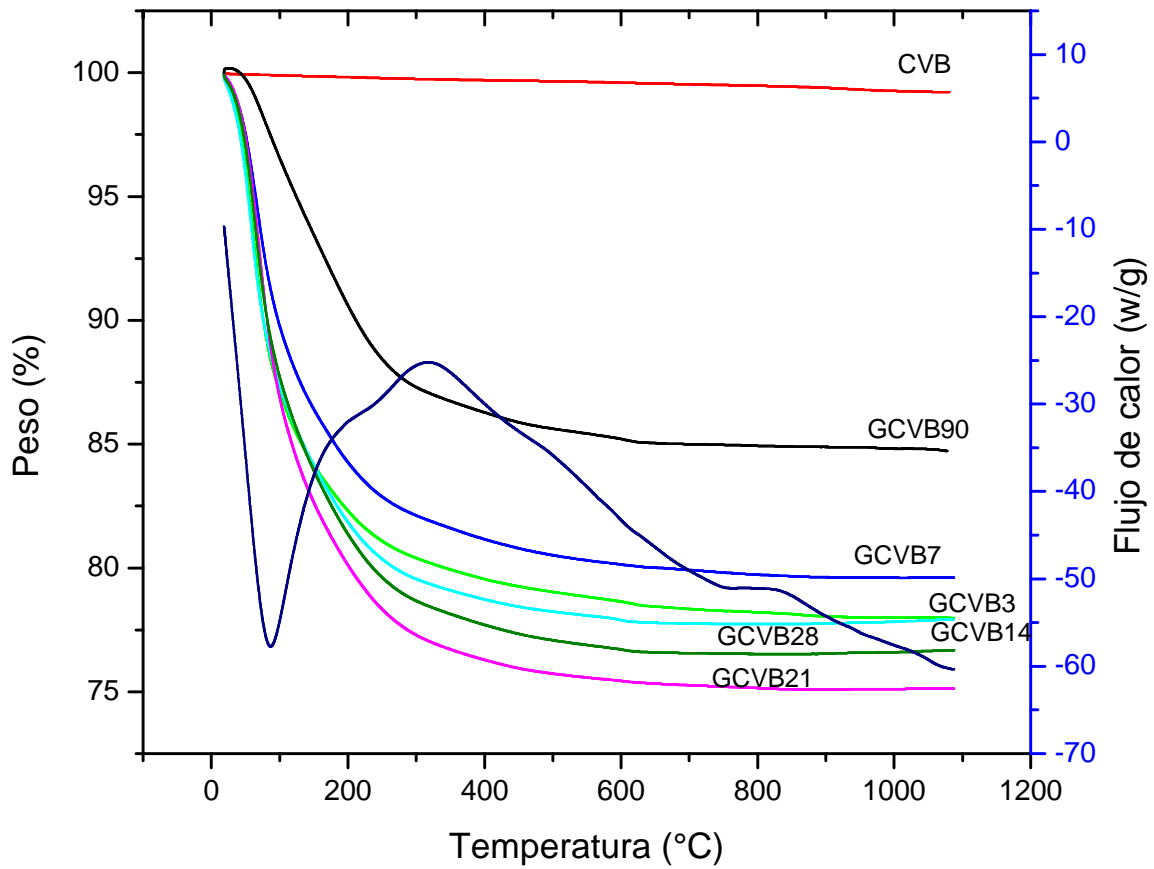


Figura 22 TGA y DSC de geopolímeros base CVB

Tabla 6 Pérdidas de peso de GCVB

Muestra	Pérdida en peso (%) de 23°C a 100°C	Pérdida en peso (%) de 100°C a 600°C	Pérdida en peso (%) de 600°C a 1100°C	Pérdida total (%)
GCVB3	12.70	8.65	0.67	22.01
GCVB7	10.06	9.80	0.54	20.38
GCVB14	12.30	9.82	0.03	22.06
GCVB21	13.08	11.49	0.32	24.85
GCVB28	12.36	10.95	0.02	23.30
GCVB90	2.52	12.23	0.54	15.28

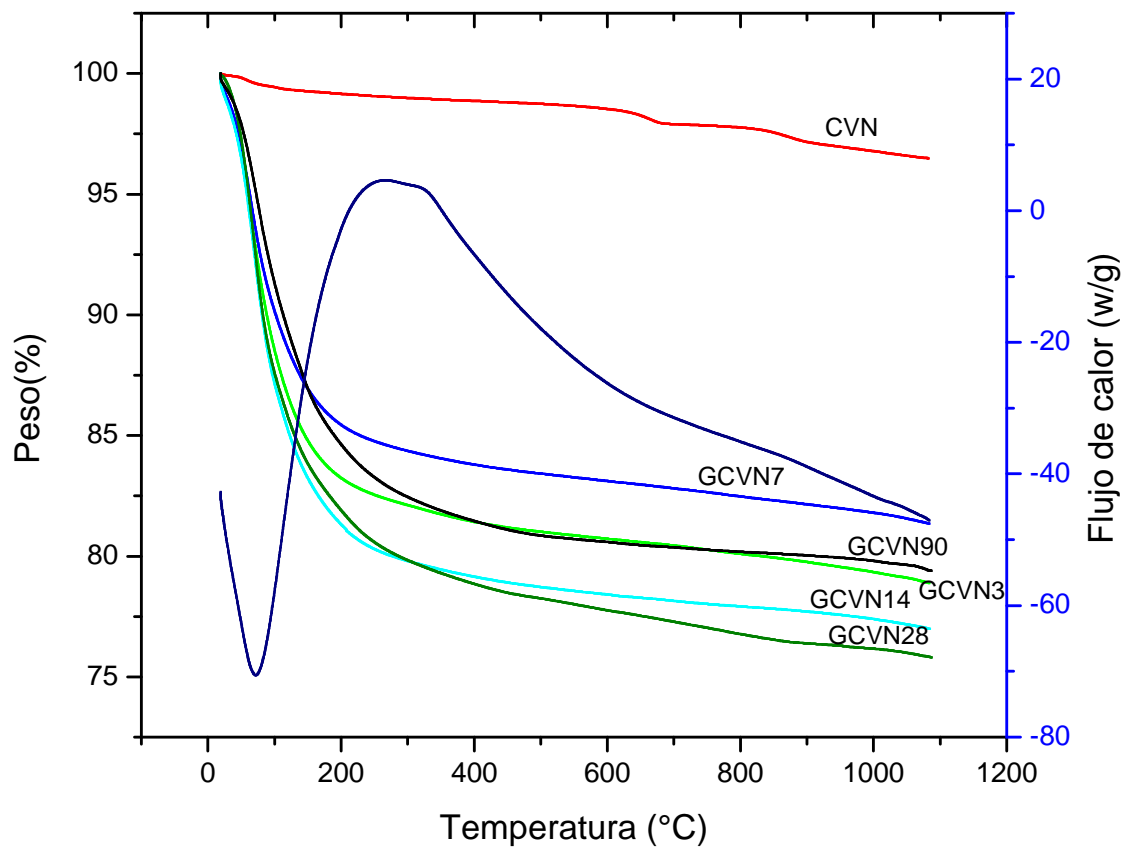


Figura 23 TGA y DSC de geopolímeros base CVN

Tabla 7 Pérdidas de peso de GCVN

Muestra	Pérdida en peso (%) de 23°C a 100°C	Pérdida en peso (%) de 100°C a 600°C	Pérdida en peso (%) de 600°C a 1100°C	Pérdida total (%)
GCVN3	10.75	8.52	1.85	21.09
GCVN7	9.16	7.72	1.78	18.63
GCVN14	11.98	9.58	1.44	22.99
GCVN28	12.45	9.80	1.95	24.18
GCVN90	8.65	10.75	1.20	20.60

3.2.4.1 Morfología

La Figura 24, Figura 25 y Figura 26 muestran las micrografías obtenidas de los GCVN y GCVB a 3, 7 y 28 días de curado respectivamente, en ellas se muestra los cambios que se generaron conforme la edad de curado iba avanzando.

En la Figura 24 se distingue fácilmente la formación de una matriz poco densa, porosa, así como también la presencia de partículas de CV embebidas en los productos de reacción, y partículas que aun no alcanzan a reaccionar, debido a la poca edad de curado que presentan los geopolímeros, observando partículas de mayor tamaño para los GCVN (Figura 24 a)), las cuales son más difíciles de disolver comparadas con las partículas presentes en los GCVB, y que es confirmado con los resultados de la DTP.

En la Figura 25 es posible apreciar que conforme avanzan los días de curado, se genera una mayor disolución de las cenizas de partida, obteniendo así, una matriz más densa que en los primeros 3 días de curado, esto debido a la mayor producción de geles, este fenómeno se pudo observar para ambos geopolímeros.

Como se muestra en las imágenes obtenidas a mayor edad (Figura 26), se observa la generación de mayor cantidad de productos de reacción, debido a que conforme avanza el tiempo de curado el material sigue reaccionando, lo que se confirma con las técnicas anteriormente descritas (DRX, TGA y FT-IR), encontrando diferencias entre los geopolímeros, ya que para los GCVB se percibe matriz aun más densa que en las figuras anteriores y que en las imágenes obtenidas para los GCVN (Figura 26 e)), en las cuales se observa un material con menor porosidad y mayor uniformidad, lo que está relacionado con una mayor producción de gel, debido al mayor contenido de Ca que presenta, ya que el Ca conduce a un mayor grado de reacción, como consecuencia a la mayor solubilidad en el entorno alcalino, así como también al menor tamaño de partícula de la ceniza de partida, lo que hace al material más susceptible a reaccionar. Por el contrario los GCVN presentan cavidades circulares en la matriz (macroporos) que se atribuye a los espacios existentes entre el gel formado y las partículas de ceniza sin reaccionar, lo que se ve reflejado en los resultados mecánicos, ya que una estructura compacta y más densa contribuye a un mejor desempeño[44][42][45][46]

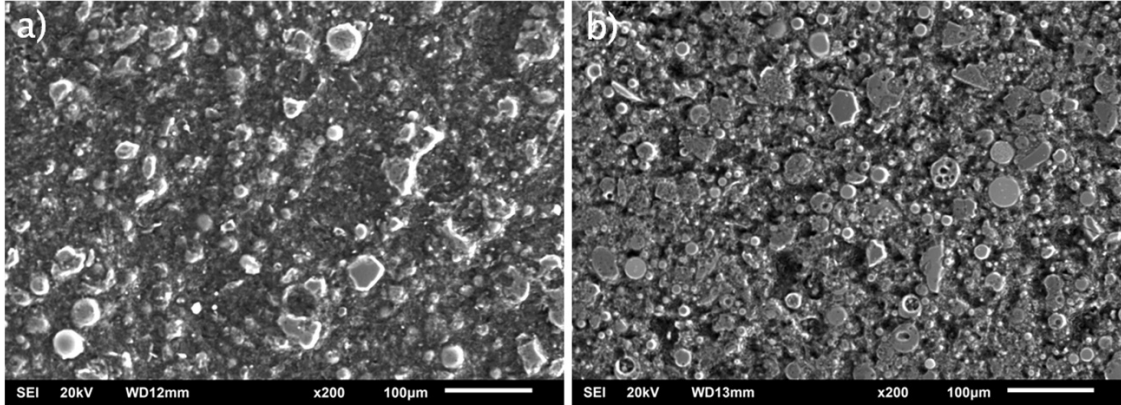


Figura 24 Micrografías a) GCVN3 y b) GCVB3

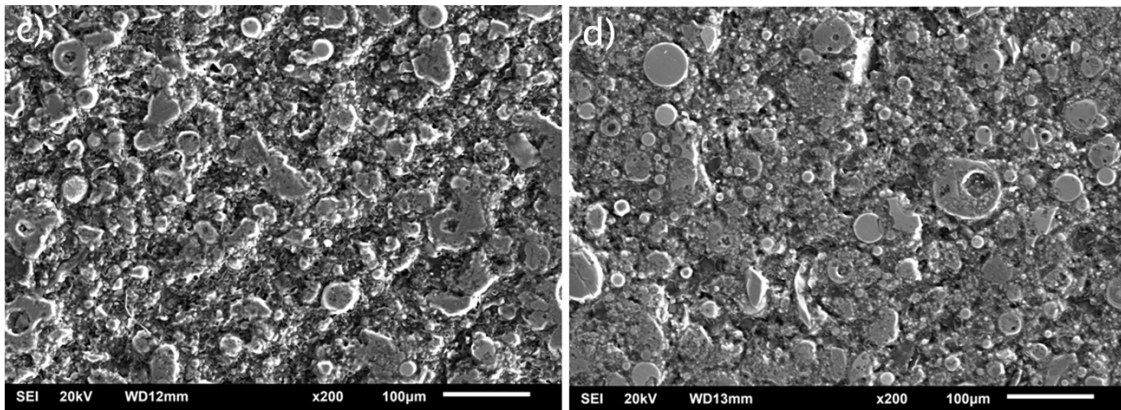


Figura 25 Micrografías c) GCVN7 y d) GCVB7

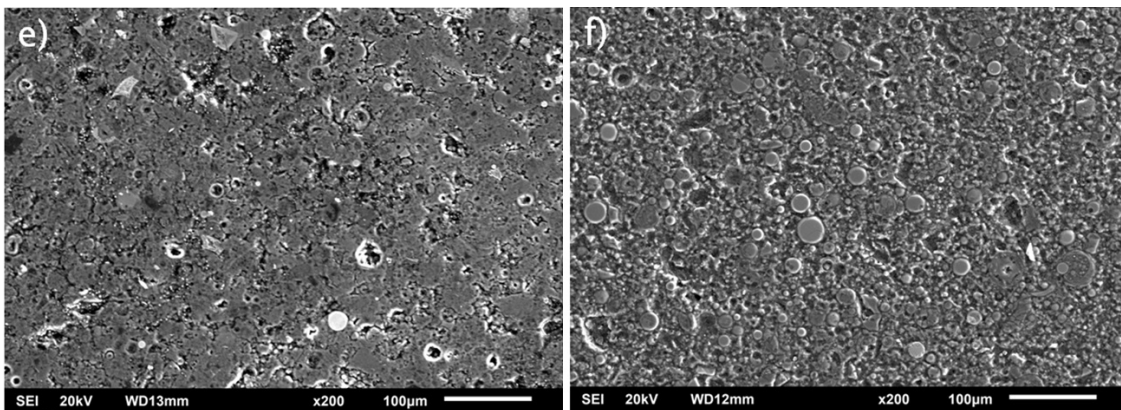


Figura 26 Micrografías e) GCVN21 y f) GCVB21

3.2.5 Propiedades mecánicas

3.2.5.1 Resultados a compresión

Como se muestra en la Tabla 8 y en la Figura 27 la resistencia a la compresión para ambas cenizas fue en aumento al mismo tiempo que se incrementaron los días de curado, como ya había sido repostado en otras investigaciones,[2] esto se debe principalmente a los productos de reacción que se generan por el proceso de activación alcalina de las cenizas, y que al igual que la resistencia estos también se incrementan conforme pasan los días de curado, y que se puede constatar con las técnicas de DRX, IR y TGA anteriormente descritas; Lo que también se puede observar en esta gráfica es que los GCVB adquieren mayor resistencia que los GCVN en todas las edades de curado, esta variación de la resistencia se puede atribuir a varios factores como los son, la diferencia en la cantidad de óxidos presentes en las cenizas de partida, ya que para ambas cenizas se llevó a cabo el mismo proceso de activación y curado, la variación más importante entre estas cenizas es el contenido de CaO teniendo para la CVB un porcentaje mayor del 5.66% y al cual se le puede atribuir la generación de un diferente producto de reacción que no está presente en los GCVN, como se pudo observar en los resultados de DRX, además de esto la relación entre SiO_2 y Al_2O_3 también es importante, ya que aquellas cenizas que contienen una mayor relación Si/Al generan geles más resistentes debido a que los enlaces de Si son más resistentes que los enlaces de Al, para este caso la CVB tiene una relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 2.91 comparado con la CVN que posee una relación de 2.16. Otro factor importante que cabe destacar y que se ha reportado en otras investigaciones es la influencia que tiene el tamaño de partícula, teniendo mejores resultados para aquellos geopolímeros en los cuales el tamaño de partícula es menor o ha pasado por una molienda previa como lo fue en este caso, ya que se ha determinado que al poseer un tamaño de partícula menor se tiene una mayor área superficial, lo que provoca que la solución alcalina tenga mayor superficie para reacción y así generar mayor producto de reacción, además que estas partículas de menor tamaño son capaces de llenar espacios entre partículas más grandes, con lo cual se reduce la porosidad del material, para este caso la CVB es la que cumple con esta característica ya que presentó un tamaño de partícula menor que la CVN, teniendo alrededor del 13% de partículas más finas y una mayor área superficial[23][41][47][28][48][49][50].

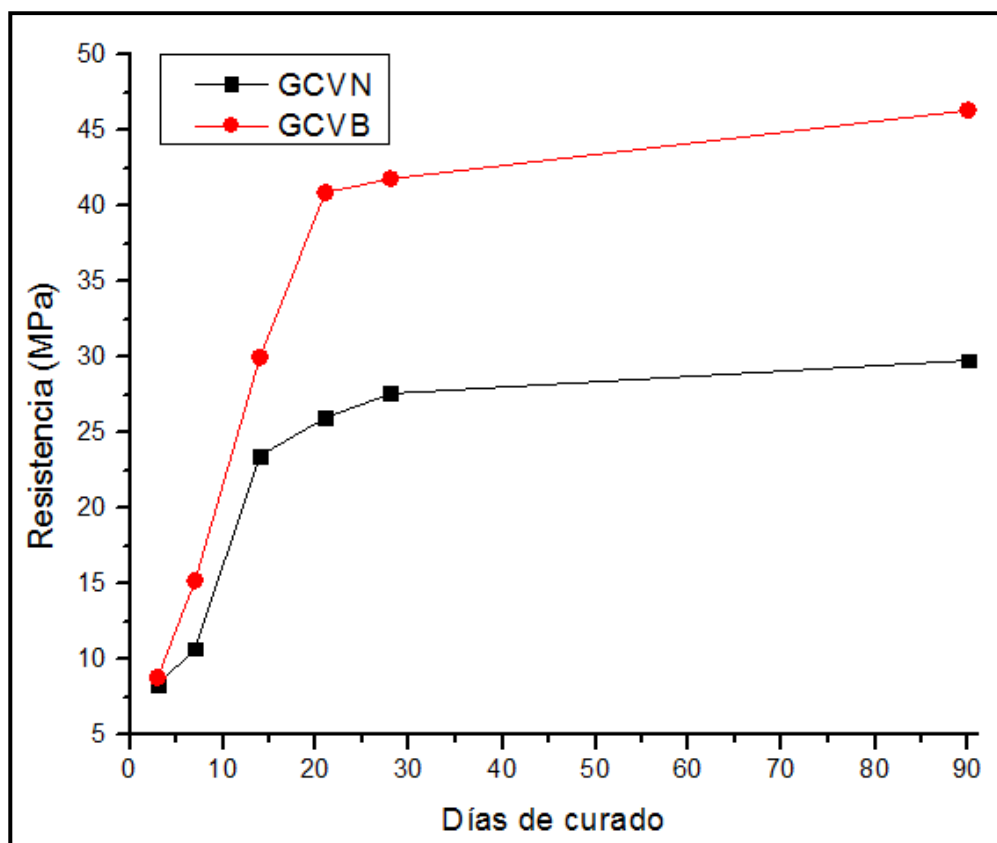


Figura 27 Resultados de ensayos a compresión.

Tabla 8 Resultados de ensayos a compresión

Geopolímero	Resistencia en MPa					
	3 días	7 días	14 días	21 días	28 días	90 días
CVN	8.30	10.70	23.50	26.00	27.60	29.80
CVB	8.80	15.20	30.00	40.90	41.83	46.35

Comparando los resultados obtenidos, con las resistencias determinadas por diferentes asociaciones se muestran valores superiores a los concretos convencionales para ambos geopolímeros, debido a que los valores permitidos para un concreto residencial se encuentra entre 17 y 28 MPa a una edad de 28 días, observando en Figura 28 que capacidad de resistencia de los GCVN y GCVB se cumple desde los 14 días de curado, incluso sobrepasando la capacidad máxima en los GCVB a esta misma edad.

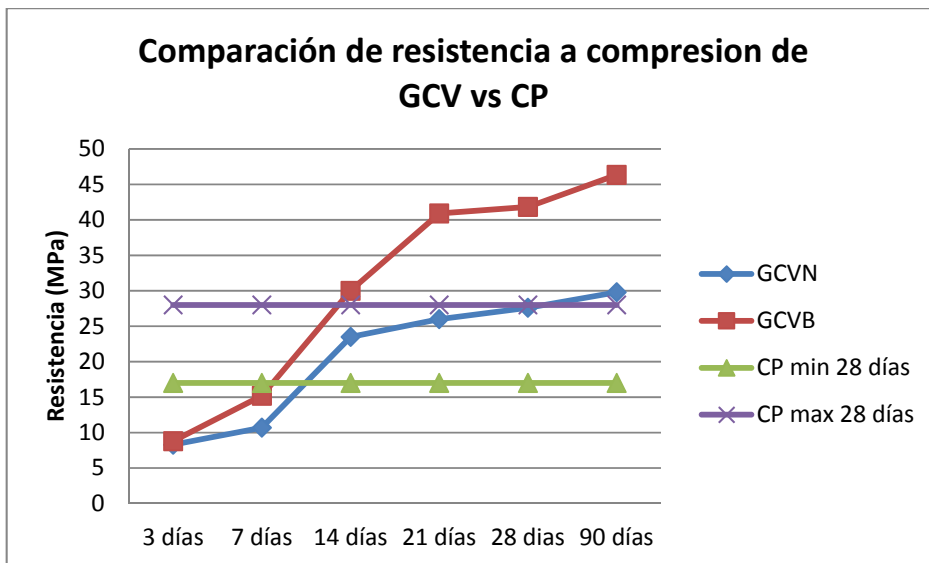


Figura 28 grafica comparativa de resistencia a compresión de GCV vs CP.

3.2.5.2 Módulo de elasticidad dinámico

El módulo de elasticidad es importante desde el punto de vista del diseño en concretos, debido a que controla el comportamiento del mismo, como también lo hace la resistencia a la compresión, particularmente en elementos estructurales sujetos a flexión.

Los resultados obtenidos a través del ensayo de frecuencia de resonancia por impacto, como lo son el modulo de elasticidad dinámico y modulo de rigidez se muestran en las figuras, Figura 29 y Figura 30 respectivamente.

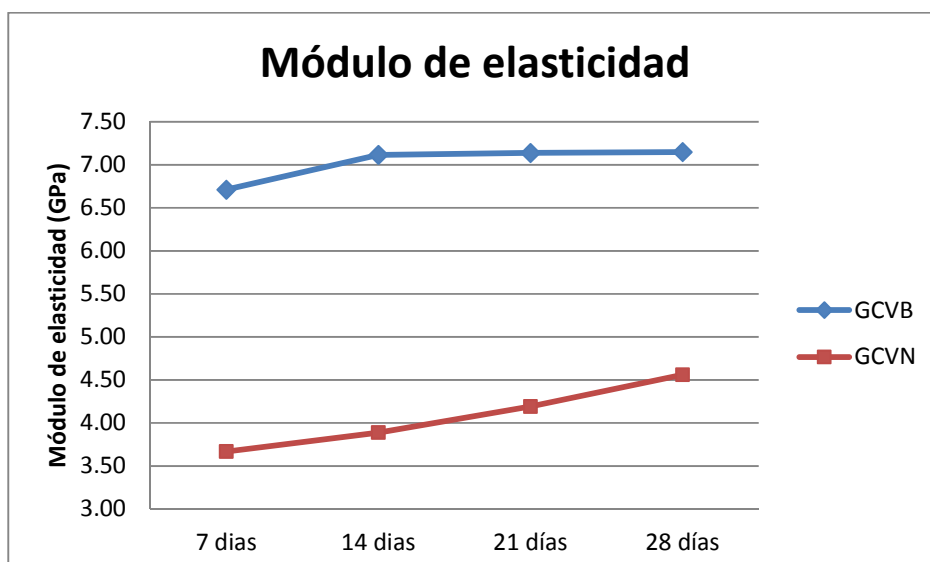


Figura 29 Evolución de módulo elástico dinámico para GCVN y GCVB.

Como se observa en la Figura 29, el mejor comportamiento lo obtuvieron las muestras de GCVB, alcanzando desde los primeros días un módulo de elasticidad superior al 40% comparado con los GCVN, observando también, un incremento no significativo de 0.45 GPa aproximadamente entre las edades de 7 a 14 días, la cual se mantuvo estable hasta los 28 días, un comportamiento diferente se observó en los GCVN los cuales tuvieron un incremento de 0.90 GPa desde la primer medición hasta los 28 días, la cual fue incrementando paulatinamente entre cada medición, en ambos casos el módulo de elasticidad fue en incremento conforme aumentaron los días de curado, esta tendencia se apega a los resultados reportados para los materiales cementantes comunes (CP) [51][52][53], sin embargo se encuentran por debajo de ellos, debido a que para éstos los valores oscilan entre varían entren 20 y 40 Gpa para 28 días de curado.

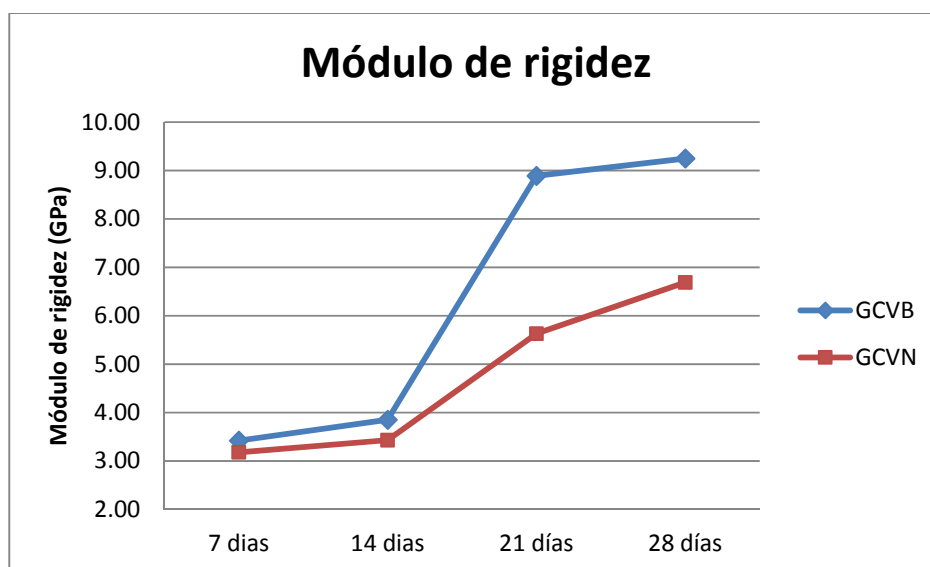


Figura 30 Evolución del módulo de rigidez para GCVN y GCVB.

Por otra parte, los resultados de rigidez coinciden con los resultados de elasticidad, ya que en ambos ensayos, los resultados fueron superiores en los geopolímerosbase CVB, lo que era de esperarse debido a que, a mayor módulo de elasticidad mayor es la rigidez[54], mostrando en las dos primeras edades (7 y 14 días) una similitud en los valores obtenidos, teniendo diferencias mínimas, además ambos muestran un incremento a 21 días siendo éste 40% mayor para los GCVB.

4 CONCLUSIONES

1. Existen diferencias en los contenidos de óxidos presentes en las cenizas de partida, principalmente los CaO, SiO₂, y Al₂O₃, teniendo diferencias de 5.7%, 2.2% y 6%, lo anterior hace que tanto el proceso de activación, como el desarrollo de las propiedades de los geopolímeros obtenidos sean diferentes, en cuanto al tiempo de curado y a la formación de estructuras.
2. La cantidad de óxidos presentes contribuye e influye principalmente en la formación de geles que dan a los geopolímeros estructuras sólidas, que generan matrices más homogéneas y compactas.
3. El CaO presente en mayor cantidad en la CVB contribuyó a la formación de un gel adicional (gel CASH) al ya esperado, lo que mejoró las propiedades estructurales y mecánicas del geopolímero obtenido (GCVB) con esta ceniza de partida.
4. Los dos geopolímeros alcanzaron a edades tempranas de curado resistencias que se encuentran dentro de los límites establecidos para resistencias mínimas y máximas de cementos pórtland utilizados en construcciones residenciales.
5. La mayor resistencia a la compresión lo presentó el GCVB desde edades tempranas de curado, mayores a las esperadas y por encima de los límites establecidos para un cemento pórtland convencional.
6. De acuerdo a los resultados de módulo elástico y de rigidez estos materiales, presentan una falla frágil, con una alta resistencia a la compresión, pero muy poca deformación y con tendencia a fallar abruptamente.
7. De forma general se puede concluir que aunque las dos cenizas estén clasificadas por la norma como clase F, la variación de los contenidos óxidos hace que los geopolímeros obtenidos de ellas tengan propiedades estructurales y mecánicas con diferencias entre sí.
8. Los geopolímeros obtenidos y con base en su comportamiento mecánico puede ser utilizado en prefabricados o en construcciones residenciales como alternativa sustentable al cemento pórtland.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Sinaloa, Facultad de Ingeniería Mochis.

A mi directora de tesis Dra. Susana Paola Arredondo Rea.

A mi codirectora de tesis Dra. Adriana Cruz Enríquez.

Al comité de tesis, Dr. Ramón Corral Higuera, José de Jesús Campos Gaxiola y Dr. Andrés Castro Beltrán.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT).

Al Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), unidad Chihuahua.

A mi tutor en el CIMAV Dr. Víctor Manuel Orozco Carmona.

A la Universidad Politécnica de Cataluña (UPC)

A mi tutor en la UPC Dr. José Manuel Gómez Soberón.

A cada uno de los profesores que conforman el programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

Al M.C. Carlos Antonio Rosas Casarez.

A mis compañeros de maestría, Caree García, Elsa Castro, Sergio Apodaca, Joel Barreras, Ramón Orduño, Horacio Garrafa, Gibran Martínez, Elliot Carrillo, Carlos López, Haniel Flores y Leonardo Rivera.

5 REFERENCIAS

1. Castaño Tabares, J. O., Robayo Núñez, E., & Sánchez Cotte, E.H.: Materiales de construcción sostenibles. Comportamiento mecánico y durabilidad de morteros con cenizas volantes activadas alcalinamente, (2004).
2. Fernández-Jiménez, A.M., A. Palomo, C.L.: Hormigones alcalinos exentos de cemento portland. *Rev. Ing. Construcción*. 18(3), 123–131 (2012).
3. Kewalramani, M.A.: Environmentally Sustainable Concrete Curing with Coloured Polythene Sheets. *APCBEE Procedia*. 9, 241–246 (2014).
4. Blanco Varela, T., T. Vázquez Moreno, and Á.P.S.: Utilización de cenizas volantes y mineralizadores como materia prima en la fabricación de cemento. *Mater. Construcción*. 33(189), 45–54 (1983).
5. Espinoza, L.J. and I.E.G.: Morteros a base de vidrio de desecho/escoria de alto horno; activación mecanoquímica del vidrio en soluciones alcalinas. *Nexo Rev. Científica*. 24(2), 92–103 (2011).
6. Suárez Silgado, S.S.: Mezclas binarias y ternarias basadas en cenizas volantes. Influencia del activador sobre la formación de fases y resistencias mecánicas. (2011).
7. Valdez, P., et al.: Concretos fluidos con altos volúmenes de ceniza volante. *Cienc. UANL*. 10(1), (2007).
8. Zhang, T., et al.: Efficient utilization of cementitious materials to produce sustainable blended cement. *Cem. Concr. Compos.* 34(5), 692–699 (2012).
9. Fernández-Jiménez, A. and A.P.: Propiedades y aplicaciones de los cementos alcalinos. *Rev. Ing. construcción*. 24(3), 213–232 (2009).
10. Snellings, R., A. Salze, and K.S.: Use of X-ray diffraction to quantify amorphous supplementary cementitious materials in anhydrous and hydrated blended cements. *Cem. Concr. Res.* 64, 89–98 (2014).
11. Zhang, T., et al.: Micro-structural development of gap-graded blended cement pastes containing a high amount of supplementary cementitious materials. *Cem. Concr. Compos.* 34(9), 1024–1032 (2012).
12. Rashad, A.M. and S.R.Z.: The effect of activator concentration on the residual strength of alkali-activated fly ash pastes subjected to thermal load. *Constr. Build. Mater.* 25(7), 1098–1107 (2011).

13. Puertas, F., et al.: Alkali-activated fly ash/slag cements: strength behaviour and hydration products. *Cem. Concr. Res.* 30(10), 1625–1632 (2000).
14. Sarabèr, A.J.: Co-combustion and its impact on fly ash quality; full-scale experiments. *Fuel Process. Technol.* 128, 68–82 (2014).
15. Komljenović, M., Z. Baščarević, and V.B.: Mechanical and microstructural properties of alkali-activated fly ash geopolymers. *J. Hazard. Mater.* 181(1), 35–42 (2010).
16. Medina, A., et al.: Fly ash from a Mexican mineral coal I: Mineralogical and chemical characterization. *J. Hazard. Mater.* 181(1), 82–90 (2010).
17. J.M. RUIZ-ROMÁN, C. ALONSO SANTOS, L.E.G. CAMBRONERO, F. CORPAS, M. ALFONSO, A.J.M.: Aprovechamiento de las cenizas volantes, clase F, de centrales térmicas para la fabricación de materiales cerámicos. *Cerámica y Vidr.* 39, 229–231 (2000).
18. P.L. Valdez-Tamez, A. Durán-Herrera, G. Fajardo-San Miguel, C.A.J.-A.: Carbonatation Influence of Fly Ash and Portland Cement Mortars. *SciELO*. X, 39–49 (2009).
19. Paz, L.G.M.: Influencia de dos tipos de cenizas volantes españolas en la microestructura y durabilidad de la pasta de cemento portland hidratado. , Madrid (1993).
20. A. CHÁVEZ, G. VARGAS, J.M.A.: Caracterización y preparación de ceniza volante para su uso como recubrimientos cerámicos sobre sustratos metálicos. *Cerámica y Vidr.* 47, 333–338 (2008).
21. Eduardo Peris Mora, Jordi Payá, J.M.: No TitleA study on fly ash: ballistic separation of a fly ash. *Mater. CONSTRUCCIÓN*. 41, 29–40 (1991).
22. Calleja, J.: Cenizas, cementos y hormigones con cenizas. *Mater. CONSTRUCCIÓN*. 187, 3–38 (1982).
23. Prinya Chindapasirt, U.R.: Utilization of blended fluidized bed combustion (FBC) ash and pulverized coal combustion (PCC) fly ash in geopolymer. *Waste Manag.* 30, 667–672 (2010).
24. Casarez, C.A.R.: OBTENCION DE UN MATERIAL CEMENTANTE ALTERNATIVO AL CEMENTO PÓRTLAND POR ACTIVACIÓN ALCALINA DE CENIZA VOLANTE. (2014).
25. Ali L. Yaumi, Ibelwaleed A. Hussien, R.A.S.: Surface modification of oil fly ash and its application in selective capturing of carbon dioxide. *Appl. Surf. Sci.* 266, 118–125 (2013).

26. G. Kovalchuk, A. Fernández-Jiménez, A.P.: Alkali-activated fly ash. Relationship between mechanical strength gains and initial ash chemistry. *Mater. Construcción*. 58, 35–52 (2008).
27. S. Goñi, R. Peña, A.G.: Hydrothermal synthesis of zeolite from coal class F fly ash. Influence of temperature. *Mater. CONSTRUCCIÓN*. 60, 51–60 (2010).
28. Rodríguez Martínez, E.D.: EFICIENCIA DE ACTIVADORES ALCALINOS BASADOS EN DIFERENTES FUENTES DE SÍLICE PARA LA PRODUCCIÓN DE SISTEMAS GEOPOLIMÉRICOS DE CENIZA VOLANTE. (2011).
29. M.P. DE LUXAN, M.I. SANCHEZ DE ROJAS, F.S.: Characteristics of spanish fly ashes. *Mater. Construcción*. 38, (1988).
30. M. Frías, M.I. Sánchez de Rojas, O.R.: NOVEDADES EN EL RECICLADO DE MATERIALES EN EL SECTOR DE LA CONSTRUCCIÓN: ADICIONES PUZOLÁNICAS, (2008).
31. Ammar Motorwala Vineet Shah, Ravishankar Kammula, Praveena Nannapaneni, D.B.R.: ALKALI Activated FLY-ASH Based Geopolymer Concrete. *Int. J. Emerg. Technol. Adv. Eng.* 3, 159–166 (2013).
32. Obtención y caracterización de geopolímeros , sintetizados a partir de ceniza volante y piedra pómez , utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto. 59–65.
33. Gum Sung Ryu, Young Bok Lee, Kyung Taek Koh, Y.S.C.: The mechanical properties of fly ash-based geopolymer concrete with alkaline activators. *Constr. Build. Mater.* 47, 409–418 (2013).
34. M.A.M Ariffin, M.A.R. Bhutta, M.W. Hussin, M. Tahir, A.N.: Sulfuric acid resistance of blended ash geopolymer concrete. *Constr. Build. Mater.* 43, 80–86 (2013).
35. JARAMILLO, Y.P.A.: INCIDENCIA DE LA TEMPERATURA AMBIENTE EN LA FORMACIÓN DE COMPUESTOS CEMENTANTES MEDIANTE LA ACTIVACIÓN ALCALINA DE CENIZAS DE CARBÓN. *Univ. Nac. Colomb.* (2013).
36. Acuña, R.E.G.: Caracterización de geopolímeros base ceniza volante y escoria granulada de alto horno. *Univ. Autónoma Nuevo León.* (2012).
37. M. Criado, A. Fernández-Jiménez, A.P.: Alkali activation of fly ash. Part III: Effect of curing conditions on reaction and its graphical description. *ELSEVIER*. 89, 3185–3192 (2010).

38. Majchrzak-Kuceba, I.: A simple thermogravimetric method for the evaluation of the degree of fly ash conversion into zeolite material. *J. Porous Mater.* 20, 407–415 (2012).
39. Valeria F.F. Barbosa, K.J.D.M.: Thermal behaviour of inorganic geopolymers and composites derived from sodium polysialate. *Mater. Res. Bull.* 38, 319–331 (2003).
40. Idawati Ismail, Susan A. Bernal, John L. Provis, Sinin Hamdan, J.S.J. van D.: Microstructural changes in alkali activated fly ash/slag geopolymers with sulfate exposure. *Mater. Struct.* 46, 361–373 (2012).
41. Ravindra N. Thakur, S.G.: Performance of fly ash based geopolymer composites at elevated temperature. *Int. J. Appl. Eng. Res.* 4, 583–593 (2009).
42. Ali Nazari, Ali Bagheri, S.R.: Properties of geopolymer with seeded fly ash and rice husk bark ash. *Mater. Sci. Eng. A.* 528, 7395–7401 (2011).
43. T. Alomayri, F. U. A. Shaikh, I.M.L.: Thermal and mechanical properties of cotton fabric reinforced geopolymer composites. *J. Mater. Sci.* 48, 6746–6752 (2013).
44. Sanjay Kumar, Rakesh Kumar, S.P.M.: Influence of granulated blast furnace slag on the reaction, structure and properties of fly ash based geopolymer. *J. Mater. Sci.* 45, 607–615 (2010).
45. Mejía Johanna M., Rodríguez Erich D., M. de G.R.: Potential Utilization of a Low Quality-Fly Ash as an Aluminosilicate Source in the Production of Geopolymers. *Ing. y Univ.* 18, 309–327 (2014).
46. Chandani Tennakoon, Ali Nazari, Jay G. Sanjayan, K.S.-C.: Distribution of oxides in fly ash controls strength evolution of geopolymers. *Constr. Build. Mater.* 71, 72–82 (2014).
47. Martínez, E.D.R.: Eficiencia de activadores alcalinos basados en diferentes fuentes de sílice para la producción de sistemas geopoliméricos de ceniza volante. *Univ. Politécnica Val.* (2009).
48. K. Erdogdu, P.T.: Effects of fly ash particle size on strength of portland cement fly ash mortars. *Cem. Concr. Res.* 28, 1217–1222 (1998).
49. Steve W.M Supit, Faiz U.A. Shaikh, P.K.S.: Effect of ultrafine fly ash on mechanical properties of high volume fly ash mortar. *Constr. Build. Mater.* 51, 278–286 (2014).
50. A. Fernández-Jiménez, A.P.: Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator. *Cem. Concr. Res.* 35, 1984–1992 (2005).

51. Ramos, N.R.: Aplicación de técnicas no destructivas al estudio del hormigón fresco, (2010).
52. Ricardo A. Casali, Maria A. Caravaca, Carolina Acevedo, Julio C. Mino, Marcela Bizzotto, R.T.: Predicción de la Resistencia a la Compresión y Determinación de Propiedades Estructurales a partir de Ensayos no Destructivos. IV Conferencia Panamericana de END. pp. 1–12. , Buenos Aires, Argentina (2007).
53. García, D.C.G.: COMPORTAMIENTO ELÁSTICO DEL CONCRETO CON AGREGADO RECICLADO, (2012).
54. Carlos Nuñez, A.R.J.J.: Comportamiento mecánico de los materiales. Vol I. Conceptos fundamentales. , Barcelona, España (2012).