



# Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

División de estudios de posgrado  
Facultad de Ingeniería en  
Tecnología de la Madera



Tesis

## **Estudio comparativo de las propiedades físico-mecánicas de compósitos elaborados a partir de matrices de cenizas de bagazo de caña y madera con poliestireno expandido**

Que para obtener el grado de:  
Maestro en Ciencias y Tecnología de la Madera

**Presenta:**  
Gerardo Gallegos León

Directora de Tesis: Dra. Nelly Flores Ramírez

Co-director de Tesis: Dr. Salomón Ramiro Vásquez García

Morelia, Michoacán, Julio 2019.

## Resumen

Las cenizas de madera de encino (CME), así como las cenizas de bagazo de caña (CBCA) son residuos considerados de desecho que provienen de varios procesos industriales. La ceniza de madera es el material resultante de los procesos de combustión con compuestos orgánicos semivolátiles que fácilmente puede ser capturada por los seres vivos, produciendo un gran impacto al ambiente. Por otra parte, las cenizas de bagazo de caña son el residuo de las calderas industriales de los ingenios azucareros, cuyas cenizas de carácter puzolánicas contienen compuestos inorgánicos, siendo el silicio el principal componente. Recientemente se ha explorado el uso de estos residuos para la producción de materiales compuestos de menor costo de manufactura y alto valor comercial, para generar productos de baja densidad, biodegradabilidad y de naturaleza reciclable. Estos materiales pueden servir de matriz para el poliestireno expandido, que presenta buenas propiedades mecánicas, si tomamos en cuenta su muy baja densidad. Por lo anterior, el interés en esta investigación fue desarrollar un material compuesto con buenas propiedades físico-mecánicas, que pueda servir para la construcción usando estos dos residuos (cenizas de bagazo de caña de azúcar y de madera) como matriz en combinación con el poliestireno. Así se caracterizaron y determinaron las propiedades físico-mecánicas del compuesto. A nivel de composición, estructura y morfología se empleó la fluorescencia de rayos X (XRF), espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), Difracción de rayos X (XRD) y Microscopía electrónica de barrido (SEM). Así mismo se evaluó su resistencia a la compresión y dureza vickers, a través de la máquina universal (Instron) y la máquina de ensayos de dureza (mitutoyo).

Palabras clave: Cenizas de madera, cenizas de bagazo de caña, poliestireno, material compuesto.

## **Abstract**

Oak wood ashes (CME), as well as sugarcane bagasse ash (CBCA) are waste considered garbage from various industrial processes. Wood ash is the material resulting from combustion processes with semi-volatile organic compounds that can easily be captured by living beings, producing a great impact on the environment. On the other hand, cane bagasse ash is the residue of the industrial sugar mill boilers, whose pozzolanic ashes contain inorganic compounds, with silicon being the main component. Recently, the use of these wastes has been explored for the production of composites with lower manufacturing cost and high commercial value, to generate low density, biodegradable and recyclable products. These materials can serve as a matrix for expanded polystyrene, which has good mechanical properties, if we take into account its very low density. Therefore, the interest in this research was to develop a composite material with good physical-mechanical properties, which can be used for construction using these two residues (bagasse ash from sugarcane and wood) as matrix in combination with polystyrene . This is how the physico-mechanical properties of the composite were characterized and determined. At the level of composition, structure and morphology, X-ray fluorescence (XRF), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and Scanning electron microscopy (SEM) were used. Likewise, its resistance to compression and hardness vickers was evaluated, through the universal machine (Instron) and the hardness testing machine (mitutoyo).

**Keywords:** Wood ashes, sugarcane bagasse ash, polystyrene, composite material.

## **Dedicatoria**

A Dios, a mis padres y a mis grandes amigos dentro y fuera de la maestría, pues han sido mi soporte para concluir este proyecto, en fin, por ser y estar siempre.

## **Agradecimientos**

Primero a Dios, por haberme puesto en las circunstancias necesarias para iniciar y concluir este trabajo y esta etapa en mi vida.

A mis padres por ser incondicionales y las personas más transparentes, leales y amorosas que he conocido.

A mis grandes amigos de la maestría, pues no hubiera sido tan feliz en esta etapa como lo fui con ellos.

A los técnicos operadores de los equipos con los que realicé las pruebas, a los amigos que me ayudaron a conseguir materiales o me brindaron su apoyo en algunos esfuerzos que necesité para llevar a cabo el proyecto.

A mi mesa sinodal (la Dra. Lada Domratcheva Lvova, el Dr. Javier Ramon Sotomayor Castellanos, el Dr. José Guadalupe Rutiaga Quiñones), a mi coasesor el Dr. Salomón Ramiro Vázquez García, por su ayuda y atenciones para sacar adelante este proyecto y en especial a mi asesora la Dra. Nelly Flores Ramírez por su confianza, tiempo, esfuerzo y paciencia para con el proyecto y con mi persona.

A las instituciones CONACyT y la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo por ofertar este tipo de apoyos y maestrías tan necesarias para la sociedad y que, en mi caso, han redirigido de manera positiva mi vida.

Quiero agradecerme a mí mismo, por haber confiado en mí, por haber invertido el tiempo y la energía necesaria para lograr este objetivo, personalmente tan necesario, en un inicio, para revalorarme.

## INDICE GENERAL

	<b>CAPITULO I</b>	11
1.1	Introducción	11
1.2	Justificación de la Investigación	12
1.3	Hipótesis	13
1.4	Objetivos	13
1.4.1	Objetivo General	13
1.4.2	Objetivos Particulares	13
	<b>CAPITULO II MARCO TEORICO</b>	14
2.1	Antecedentes	14
2.2	Generalidades	15
2.3	Materiales Compuestos Naturales	15
2.3.1	Definición y Características	15
2.3.2	Ventajas y Limitaciones de los Materiales Compuestos	15
2.3.3	Clasificación de los Materiales compuestos	16
2.3.3.1	Compuestos de Matriz Polimérica	16
2.3.3.2	Materiales de Refuerzo	16
2.3.3.2.1	Partículas	16
2.3.3.2.2	Fibras Naturales	17
2.3.3.2.3	Fibras Sintéticas	17
2.3.3.2.4	Refuerzos “whisker”	17
2.3.3.2.5	Materiales de Desecho Como Parte en Materiales Compuestos	18
2.3.3.3	Interfases	18
2.3.3.3.1	Mojabilidad	18
2.3.3.3.2	Unión e Interfases en Compuestos	18
2.3.3.3.3	Interacción Interfacial	19
2.4	Materia Prima Para el Compósito	19
2.4.1	Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar	19

2.4.2	Ceniza de Madera de Encino	19
2.4.3	Estructura y Síntesis del Poliestireno	20
2.4.3.1	Obtención del Poliestireno Expandido	21
2.4.4	Caolín y Metacaolín	21
2.5	Métodos de Caracterización	21
2.5.1	Caracterización de los Materiales Puros	21
2.5.1.1	Composición Química y Caracterización Estructural	22
2.5.1.1.1	Fluorescencia de Rayos X (XRF)	22
2.5.1.1.2	Determinación del Peso Molecular	22
2.5.1.1.3	Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)	24
2.5.1.2	Caracterización Morfológica	24
2.5.1.2.1	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	24
2.5.1.2.2	Difracción de Rayos X (XRD)	25
2.5.1.3	Caracterización Físico - Mecánica	25
2.5.1.3.1	Determinación de Absorción de Humedad	25
2.5.1.3.2	Pruebas Físico-Mecánicas	25
	<b>CAPITULO III METODOLOGIA</b>	26
3.1	Selección y Recolección de la Materia Prima	26
3.2	Preparación de la Materia Prima	26
3.3	Elaboración de Compósitos	27
3.4	Diseño Experimental	28
3.5	Métodos de Caracterización	29
3.5.1	Caracterización de los Materiales Puros	29
3.5.1.1	Composición Química y Caracterización Estructural	29
3.5.1.1.1	Fluorescencia de Rayos X (XRF)	29
3.5.1.1.1.1	Elaboración de compósitos preliminares	29
3.5.1.1.2	Determinación del Peso Molecular	29
3.5.1.1.3	Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)	29

3.5.1.2	Caracterización Morfológica	30
3.5.1.2.1	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	30
3.5.1.2.2	Difracción de Rayos X (XRD)	30
3.5.1.3	Caracterización Físico – Mecánica	30
3.5.1.3.1	Determinación de Absorción de Humedad	30
3.5.1.3.2	Pruebas Físico – Mecánicas	30
	<b>CAPITULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	31
4.1	Caracterización de los Materiales Puros	31
4.1.1	Composición Química y Caracterización Estructural	31
4.1.1.1	Elaboración de Compósitos Preliminares	32
4.1.1.2	Peso Molecular	34
4.1.1.3	Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)	35
4.1.2	Caracterización Morfológica	41
4.1.2.1	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	41
4.1.2.2	Difracción de Rayos X (XRD)	52
4.1.3	Caracterización Físico – Mecánica	55
4.1.3.1	Determinación de Absorción de Humedad	55
4.1.3.2	Pruebas Físico – Mecánicas	57
4.1.3.3	Análisis estadístico	61
	<b>CAPITULO V CONCLUSIONES</b>	63
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	64

**INDICE DE FIGURAS**

Figura 1	Monómero y Polímero de PS	20
Figura 2	Viscosímetro de Ostwald	23
Figura 3	Viscosidades y sus fórmulas	23
Figura 4	Etapas de la metodología	26
Figura 5	Diagrama de flujo del proceso de elaboración de compósitos	37
Figura 6	Compósitos preliminares de CME, CBCA y MC	33
Figura 7	Viscosidad reducida de las soluciones de PS	34
Figura 8	Espectro FTIR de CME	35
Figura 9	Espectro FTIR de CBCA	36
Figura 10	Espectro FTIR de MC	37
Figura 11	Espectro FTIR de PS	38
Figura 12	Espectro FTIR de mezcla 3, a) sin PS, b) con PS	39
Figura 13	Espectro FTIR de mezcla 5, a) sin PS, b) con PS	40
Figura 14	Espectro FTIR de mezcla 9, a) sin PS, b) con PS	40
Figura 15	SEM de CME, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	40
Figura 16	SEM de CBCA, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	42
Figura 17	SEM de MC, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	43
Figura 18	SEM de PS, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	44
Figura 19	SEM Mezcla 3, Compósito de CME 85%, MC 15%, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	45
Figura 20	SEM Mezcla 5, Compósito de CBCA 65%, MC 35%, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	46
Figura 21	SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, a) 5000x, b)10000x, c) EDS	47
Figura 22	SEM Mezcla 3, Compósito de CME 85%, MC 15%, PS (2.4% p/p) a) 5000x, b)10000x, c) EDS	48
Figura 23	SEM Mezcla 5, Compósito de CBCA 65%, MC 35%, PS (2.4% p/p) a) 5000x, b)10000x, c) EDS	49
Figura 24	SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC	50

15%, PS (2.4% p/p), a) 5000x, b) 10000x, c) EDS

Figura 25	a) SEM CME 10000x, b) SEM CBCA 10000x, c) SEM MC 10000x, d) SEM PS 10000x, e) SEM Mezcla 3 Compósito de CME 85%, MC 15%, 10000x, f) SEM Mezcla 5, compósito de CBCA 65%, MC 35%, 10000x, g) SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, 10000, h) SEM Mezcla 3, Compósito de CME 85%, MC 15%, PS (2.4% p/p), 10000x, i) SEM Mezcla 5, Compósito de CBCA 65%, MC 35%, PS (2.4% p/p), 10000x, j) SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, PS (2.4% p/p), 10000x.	51
Figura 26	XRD de CME	52
Figura 27	XRD de CBCA a) y b)	53
Figura 28	XRD de MC	54
Figura 29	Porcentaje de absorción de agua de las mezclas 7, 3, 5, 6, 8 y 9 con y sin PS	55
Figura 30	Densidad de las probetas con y sin PS	56
Figura 31	Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar después de 7 días	57
Figura 32	Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar después de 28 días	58
Figura 33	Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar y PS después de 28 días	58
Figura 34	Compósito de CME, CBCA y MC a) antes de rampa de calentamiento, b) después de rampa de calentamiento	59
Figura 35	Compósito de CME, CBCA, MC y PS a) antes de rampa de calentamiento, b) después de rampa de calentamiento.	60

**IINDICE DE TABLAS**

Tabla 1	Algunos estudios realizados con cenizas y materiales de desecho	14
Tabla 2	Composicion de las cenizas de caña de azúcar	20
Tabla 3	Diseño de experimentos (etapa 1)	28
Tabla 4	XRF de CME	31
Tabla 5	XRF de CBCA	31
Tabla 6	XRF de MC	31
Tabla 7	Viscosidad de las soluciones de poliestireno-tolueno	34
Tabla 8	Frecuencias de CME ( $\nu$ = tensión, $as$ = asimétrica, $s$ = simétrica, $f$ = flexión)	35
Tabla 9	Frecuencias de CBCA ( $\nu$ = tensión, $as$ = asimétrica, $s$ = simétrica)	36
Tabla 10	Frecuencias de MC ( $as$ = asimétrica, $e$ = estiramiento)	37
Tabla 11	Frecuencias de PS ( $\nu$ = tensión, $as$ = asimétrica, $s$ = simétrica, $f$ = flexión, $d$ = deformación)	38
Tabla 12	Resistencia a la compresión de las probetas de CME, CBCA y MC a los 28 días	61
Tabla 13	Resistencia a la compresión de las probetas de CME, CBCA, MC y PS a los 28 días	61
Tabla 14	Análisis de Varianza	62

## CAPITULO I

### 1.1 Introducción

Los materiales compuestos son combinaciones o mezclas de dos o más materiales diferentes, en su mayoría diseñados y fabricados por el hombre, que particularmente están formados por dos componentes bien diferenciados: la matriz y el refuerzo. Estos materiales han surgido por la necesidad de obtener propiedades específicas para ciertos usos y que difícilmente se encuentran en los cerámicos, los plásticos o los metales. [1]

La industria de la construcción atiende la incorporación de materiales compuestos que provean propiedades físico-mecánicas superiores o adecuadas, además de cumplir con las necesidades o exigencias ambientales. Actualmente los países más desarrollados lideran la creación de nuevos materiales biodegradables favorables al medio ambiente, y que, además, utilicen los llamados materiales de desecho con las ventajas que esto conlleva. [2] A lo largo de los tiempos, la biomasa se ha quemado principalmente y luego se han eliminado sin tratamiento. Por lo tanto, el reciclaje o el tratamiento de cenizas de biomasa es una alternativa económica y ambiental.

En la industria de producción de caña de azúcar se generan grandes cantidades de bagazo de caña de azúcar como material de desecho, el cual se utiliza para alimentar las calderas, finalmente, la ceniza resultante de bagazo de caña de azúcar es considerada un residuo sólido no biodegradable, el cual es rico en sílica cristalina ( $\text{SiO}_2$ ). El uso de esta ceniza es de importancia en la producción de cerámicos, por ser un material arcilloso. Así también las cenizas a partir de la combustión de madera representan la mayor porción de las cenizas de biomasa. La producción anual de cenizas totales puede variar de 4.6 a 27 millones de toneladas secas, lo cual depende del tipo de material y del proceso de combustión. [3]

Por su parte el poliestireno expandido solo representa un problema por el espacio que ocupa como desperdicio ya que no desprende ninguna sustancia dañina al aire, suelo y mantos freáticos. Por lo tanto, el reúso de este material evita su desperdicio y la producción de poliestireno nuevo. Dado lo anterior, en el presente proyecto se produjo un material compuesto a base ceniza de bagazo de caña de azúcar y madera como fase matriz, albergando al poliestireno para la obtención de un material para construcción.

## 1.2 Justificación de la investigación

Al desarrollar un material compuesto a base de materiales de desecho (cenizas de bagazo de caña de azúcar y madera combinadas con poliestireno), se contribuye a mitigar del daño ecológico surgido por la producción en masa de productos sintéticos y por el desecho al ambiente de residuos no biodegradables como lo es el poliestireno. En consecuencia, con el reciclaje y uso de productos biodegradables, se está aportando a la preservación de los recursos naturales, a la disminución de la contaminación, al ahorro de energía y a la disminución del uso del petróleo. Por lo anterior, las investigaciones actuales tienden al desarrollo de materiales ecológicos con una amplia diversidad de aplicaciones.

### **1.3 Hipótesis**

Las cenizas madera, cenizas de bagazo de caña y metacaolín producirían un material de mejores propiedades físico-mecánicas en relación al incremento de la dureza y resistencia a la compresión, cuando una relación en peso entre los tres componentes sea apropiada.

### **1.4 Objetivos**

#### **1.4.1 Objetivo general**

Desarrollar un material compuesto con altas propiedades físico-mecánicas a partir de cenizas madera y cenizas de bagazo de caña.

#### **1.4.2 Objetivos particulares**

1. Determinar la composición y caracterizar cada uno de los materiales empleados en la obtención del compósito, a través de Fluorescencia de Rayos X (XRF), Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Viscosimetría.
2. Establecer las proporciones óptimas y la geometría de las fases de las diferentes formulaciones mediante un análisis morfológico y estructural.
3. Conocer la influencia de los residuos y poliestireno en las propiedades mecánicas de los materiales compuestos a través del análisis de esfuerzo en compresión y dureza Vickers.

## CAPITULO II MARCO TEORICO

## 2.1 Antecedentes

Tabla 1 Algunos estudios realizados con cenizas y materiales de desecho

AUTOR	AÑO	TITULO	OBJETIVO DEL ARTICULO, RESULTADO O CONCLUSION
1 Xianghai Meng, Yihe Zhang, Jinbo Lu, Zhilei Zhang, Leipeng Liu, Paul K. Chu	2013	Efecto del polvo de carbón de leña de bambú en las características de curado, las características mecánicas, y las características termales del caucho del estireno-butadieno con el polvo de carbón de bambú.	Se elaboraron compósitos de caucho de estireno-butadieno con polvo de carbón de bambú para estudiar la influencia del segundo material sobre el primero.  Los resultados indican que la adición de polvo de carbón de bambú al caucho, dio lugar a un tiempo de curado más largo y una viscosidad más alta; además se mejoraron las propiedades mecánicas. Por lo tanto, se concluyó que el polvo de carbón de bambú puede ser utilizado como relleno para los materiales de caucho de estireno-butadieno. [4]
2 Vinícius N. Castaldelli, Jorge L. Akasaki, José L.P. Melges, Mauro M. Tashima, Lourdes Soriano, María V. Borrachero, José Monzó and Jordi Payá	2013	El uso de la escoria del alto horno/ceniza de bagazo de la caña de azúcar (scba) mezclada en la producción de los materiales álcali-activados.	Se combinó en distintas proporciones (de 0 a 40% en peso) escoria del alto horno con ceniza de bagazo de caña de azúcar para producir pastas y morteros álcali-activados. Se utilizaron soluciones de hidróxido de sodio y silicato sódico como agentes activadores.  Los resultados mostraron una buena estabilidad de las matrices desarrolladas por medio de la activación alcalina. Se demostró que la ceniza del bagazo de la caña de azúcar es una fuente interesante para preparar los aglutinantes álcali-activados. [5]
3 Matheus Poletto, Juliane Dettenborn, Mara Zeni, Ademir J. Zattera	2010	Caracterización de compósitos basados en poliestireno expandido reciclado y harina de madera.	Se evaluó el uso de poliestireno expandido combinado con harina de madera para desarrollar madera plástica.  Los resultados mostraron que las propiedades mecánicas disminuyeron a medida que aumentaba la proporción de la harina de madera. Mediante un estudio morfológico se reveló el efecto positivo del agente del acoplador en la vinculación interfacial.  Basándose en los hallazgos de este trabajo, parece que ambos materiales reciclados pueden ser utilizados para fabricar composites con altas propiedades mecánicas y de baja densidad. [6]
4 Silvio Rainho Teixeira, Maximina Romero and Jesús Ma. Rincón	2010	Cristalización de $\text{SiO}_2 - \text{CaO} - \text{Na}_2\text{O}$ vidrio utilizando ceniza de bagazo de caña de azúcar como fuente de sílice.	En este trabajo se estudió la viabilidad de utilizar ceniza de bagazo de caña de azúcar para producir vidrio cerámico. Pues el componente principal de este residuo es el $\text{SiO}_2$ (89%), mismo que se combinó con $\text{CaO}$ y $\text{Na}_2\text{O}$ . [7]

## **2.2 Generalidades**

### **2.3 Materiales compuestos naturales**

#### **2.3.1 Definición y características**

Un material compuesto es aquel que está constituido por dos o más materiales distintos, su característica principal es que pueden observarse las fases o los diferentes componentes a simple vista o utilizando tecnología a base de luz natural (microscopio). Por lo general dichos materiales son fabricados por el hombre, buscando mejorar su desempeño físico-mecánico. Sin embargo, en la naturaleza se pueden encontrar ejemplos de materiales compuestos muy claros; uno muy importante en la vida cotidiana, es la madera, en la cual pueden observarse sus fases bien diferenciadas como lo son la madera temprana y tardía en el caso de las coníferas y/o los diferentes tipos de células. Tejidos que combinados brindan propiedades físico-mecánicas propias de cada especie de madera. [1]

Cabe mencionar, que además existen materiales compuestos elaborados por el hombre, pero de origen natural, es decir, provenientes de la mezcla o la conjunción de dos o más materiales naturales, por ejemplo, los adobes para la construcción, los cuales se elaboran a base de barro, arena y paja. [2]

En un material compuesto los constituyentes son la matriz y el refuerzo. El material matriz es el que tiene la función de “embeber” al material de refuerzo, es decir, se encuentra en mayor proporción y a través de éste se distribuye el material de refuerzo de forma homogénea (idealmente). El material de refuerzo es aquel que se distribuye en el material matriz y puede tener diversas formas como lo veremos más adelante. La función principal de este material es la de modificar alguna o algunas propiedades físico-mecánicas que los materiales originales tienen de manera individual. [8]

#### **2.3.2 Ventajas y limitaciones de los materiales compuestos**

Los materiales compuestos poseen ciertas propiedades físico-mecánicas que los hacen bastante amigables en relación al sector de la construcción y fabricación de artículos de todo tipo. Las principales ventajas de reforzar los materiales (matrices) con fibras o

elementos naturales son que las propiedades físicas y mecánicas son incrementadas, además, en caso de estar utilizando materiales de desecho, el aporte que se da a la reducción de costos y al cuidado o preservación del medio ambiente es de gran impacto. Sin embargo y a pesar de aportar ventajas considerables, los materiales compuestos no han sido suficientemente estudiados, utilizados ni considerados como una fuente de ingresos, ya que actualmente se está en el uso de los materiales tradicionales. [9]

### **2.3.3 Clasificación de los materiales compuestos**

Los materiales compuestos se clasifican de dos formas. Primera, de acuerdo a su matriz, que puede ser orgánica (polimérica y carbono), metálica y cerámica. Segunda, debido al reforzante, pudiendo ser fibras, compuestos laminares o compuestos particulados.

#### **2.3.3.1 Compuestos de matriz polimérica**

Cuando la matriz del material compuesto está conformada por un polímero, se considera que la matriz es polimérica; entendiendo que un polímero es un material formado por la una enorme cantidad de cadenas que provienen de la unión monómeros (unidades repetitivas); los que a su vez son un conjunto de átomos. [10]

#### **2.3.3.2 Materiales de refuerzo**

La adición de los materiales de refuerzo incrementan las propiedades físico-mecánicas tales como la flexibilidad, ligereza y resistencia tanto a compresión como a tensión, resistencia a la corrosión, elevada estabilidad dimensional, entre otras características, dependiendo del refuerzo agregado para los fines buscados. [11]

##### **2.3.3.2.1 Partículas**

Al utilizar refuerzos en forma de partículas debe cuidarse principalmente el tamaño y la pureza de las mismas. Es importante señalar que al utilizar este tipo de refuerzo se mejora

la estabilidad dimensional, aunque decrece la resistencia en relación a las fibras continuas (naturales o sintéticas). Las partículas más empleadas como refuerzo son el grafito, la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y el carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ). [8]

El tamaño de partícula que ha sido utilizado en la elaboración de cementos enriquecidos con ceniza de caña ha oscilado entre los 45-850  $\mu\text{m}$  de diámetro, utilizando frecuentemente un tamaño de 150  $\mu\text{m}$ . [12]

El material compuesto elaborado, roza en sus características en lo que son los concretos o morteros; utilizando las cenizas de CBCA y CME.

#### **2.3.3.2.2. Fibras naturales**

Las fibras naturales comúnmente utilizadas como refuerzo son las de coco, plátano, caña de azúcar y algunos bambúes. Es decir, funcionan para reforzar cerámicos, sin embargo, también son útiles como refuerzo en matrices poliméricas y metálicas. [13]

#### **2.3.3.2.3. Fibras sintéticas**

Al reforzar con fibras en dirección de la tensión se incrementan las propiedades mecánicas. Las fibras más comúnmente utilizadas como refuerzo son las cerámicas, puesto que, a diferencia de las metálicas, no se oxidan y poseen alto módulo de elasticidad. Dentro de las fibras cerámicas están las más utilizadas: las de boro, alúmina y carburo de silicio. [8]

#### **2.3.3.2.4 Refuerzos “whisker”**

Los whiskers son refuerzos con diámetros menores de 1  $\mu\text{m}$  y con longitudes de hasta 100  $\mu\text{m}$ , por lo que puede considerárselos como refuerzos discontinuos, pero con mayor resistencia. Sin embargo, al igual que las partículas, los whiskers mejoran la estabilidad dimensional del material final, pero decrece la resistencia en relación con las fibras continuas (naturales o sintéticas) los whiskers comerciales más comunes son los de  $\text{SiC}$  y  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . [8]

### **2.3.3.2.5 Materiales de desecho como parte en materiales compuestos**

Muchos materiales considerados como desecho, pueden ser el elemento matriz o el material de refuerzo para un nuevo material compuesto, como refuerzo pueden presentarse en las diversas formas mencionadas anteriormente (fibras, partículas o whiskers) y pueden ser de origen natural o sintético. Algunos ejemplos de materiales de desecho naturales son las cenizas de caña de azúcar y de madera, las cuales evidentemente vienen en forma de partículas y son las que directamente nos atañen en este caso de estudio. El poliestireno llega a ser también un material sintético de desecho que también nos interesa.

### **2.3.3.3 Interfases**

La superficie de contacto entre los materiales matriz y refuerzo es denominado interfase. Es de suma importancia que ambos materiales estén “unidos” correctamente para que el material de refuerzo realmente proporcione o mejore las propiedades físico-mecánicas. [8]

#### **2.3.3.3.1 Mojabilidad**

Mojabilidad es la capacidad de la matriz de “mojar” o extenderse sobre el refuerzo, es decir que realmente el material matriz y el material refuerzo, tengan una superficie de contacto total o casi total para lograr maximizar las propiedades buscadas y/o deseadas. [8]

#### **2.3.3.3.2 Unión e interfaces en compuestos**

Se puede realizar una clasificación de las uniones según el tipo de reacción química entre matriz y refuerzo, es la que propuesta por César Edil da Costa en su publicación “Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones”, donde indica que: “La matriz y los materiales de refuerzo son no reactivos e insolubles. La matriz y los materiales de refuerzo son no reactivos pero solubles. La matriz y los elementos de refuerzo reaccionan para formar un tercer componente en la interfase.” [8]

### 2.3.3.3.2 Interacción interfacial

Respecto a la clasificación sobre uniones existe:

La unión mecánica (en ausencia de reacción química), donde las propiedades obtenidas son muy pobres o nulas, para una unión de este tipo el refuerzo debe tener una superficie rugosa.

La unión por mojado (matriz que embebe al refuerzo), donde la matriz disuelve un poco el material de refuerzo, pero sin reacción química, sin embargo, se producen interacciones electrónicas a corta distancia, las cuales logran la unión efectiva entre los materiales.

La unión por reacciones químicas entre matriz y refuerzo, lo que generan nuevos compuestos. Las reacciones químicas pueden mejorar la interfase o disminuirla por la pérdida de material dependiendo de la reacción química que tenga lugar. [8]

## 2.4 Materia prima para el compuesto

### 2.4.1 Ceniza de bagazo de caña de azúcar

La ceniza de caña de azúcar es un residuo resultante de la quema del bagazo en los boilers de la industria del azúcar/alcohol. La ceniza de caña de azúcar tiene una muy alta concentración de sílice y contiene aluminio, hierro, álcalis y óxidos alcalinoterreos en pequeñas concentraciones. [14]

### 2.4.2 Ceniza de madera de encino

Las cenizas de madera de encino son un residuo que resultanta principalmente de la combustión de los hornos para elaborar tabiques, se han realizado análisis por Difracción de rayos X de muestras de *Quercus candicans*, en donde se determinó que en su composición predominan Mg, k y Ca en la muestra de cenizas de duramen de *Q. Candicans Neé* [16]. Observar la Tabla 2.

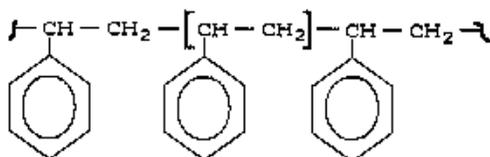
**Tabla 2** Composición de las cenizas de caña de azúcar**CENIZAS DE BAGAZO DE CAÑA DE AZUCAR**

Componentes Químicos	Porcentaje (%)
SiO <sub>2</sub>	62.43 – 90
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.85 – 4.28
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.76 – 6.98
CaO	1 – 11.8
MgO	0.07 – 3.61
SO <sub>3</sub>	1.48
K <sub>2</sub> O	3.19 – 3.53
P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.23 – 2
Fe	2 – 4
N	0.2 – 0.3
TiO <sub>2</sub>	0.02
Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.02
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.18
SrO	0.09
K <sub>2</sub> + Na <sub>2</sub>	5 – 10
LOI	1.86 – 4.73

[15]

**2.4.3 Estructura y síntesis del poliestireno**

A escala industrial, el poliestireno se prepara calentando el etilbenceno en presencia de un catalizador. La polimerización del estireno requiere la presencia de una pequeña cantidad de un iniciador, como los peróxidos que se rompen generando radicales libres. Este se une a una molécula de monómero, formando así otro radical libre más grande, que a su vez se une a otra molécula de monómero y así sucesivamente. Este proceso en cadena finaliza por combinación de dos radicales, sean ambos radicales poliméricos o radical polímero/radical del iniciador, o por abstracción de un átomo de hidrógeno de otra molécula.

**Figura 1** monómero y polímero de poliestireno

### 2.4.3.1 Obtención del poliestireno expandido (EPS)

Para obtener el EPS se someten los pellets de poliestireno a una atmósfera muy disolvente con una cierta temperatura. Los pellets, al absorber el disolvente (pentano), aumentan de volumen convirtiéndose en "perlas". Si se introducen "perlas" en un molde y se someten a un rápido calentamiento, la acción conjunta del gas disolvente y el calor provoca la hinchazón de las "perlas" y la compresión de las mismas dentro del molde hasta adquirir formas poliédricas y colmar el espacio. Al enfriarse, el poliestireno se ha convertido en un material de constitución globular, elástico y ligero. Otros procedimientos, como la inyección llamada "celular", permite la obtención de piezas en las que la densidad del material es decreciente a medida que se progresa hacia su interior. Este material presenta una buena resistencia mecánica y una apariencia similar a la madera. [17]

### 2.4.4 Caolín y Metacaolín.

La caolinita es un mineral tipo silicato con composición química  $Al_2 Si_2 O_4$ . Consiste en una lámina de tetraedros de silicato unida a una lámina de octaedros de alúmina. Cuando se aplica un tratamiento térmico a  $700^\circ C$  su composición química es la siguiente: 45.5%  $SiO_2$ , 1.30%  $Fe_2O_3$ , 38.9%  $Al_2O_3$ , y 14.05% de pérdidas por calcinación, se considera entonces "Metacaolín".

Entre las características más importantes que aporta el metacaolín, al ser incorporado a las mezclas de mortero y hormigón en reportes de investigación, está el "incremento de las resistencias mecánicas (compresión y flexión), la reducción de la permeabilidad y la porosidad capilar, el incremento de resistencias frente al ataque químico, el control del agrietamiento" entre otros. [18]

## 2.5 Métodos de caracterización

### 2.5.1 Caracterización de los materiales puros.

Los materiales utilizados para la elaboración de los compósitos, son caracterizados para conocer su composición, su estructura, morfología y peso molecular (del poliestireno) y los resultados son comparados con los datos de la literatura. Se conocen las propiedades físico-

mecánicas de los compósitos, además de su estructura y morfología a través de los métodos instrumentales que se indican en los siguientes apartados.

### **2.5.1.1 Composición química y caracterización estructural**

#### **2.5.1.1.1 Fluorescencia de rayos X (XRF)**

La fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDXRF) es una técnica de muestreo versátil, rápida y no destructiva (en algunos casos en los que la penetración de los rayos X no fuera suficiente se requerirían cortes o pulidos, dependiendo también de la uniformidad de la muestra) relativamente nueva, que reconoce un gran número de elementos químicos y presenta los resultados en tiempo real, permitiendo decidir la necesidad de muestreo adicional ante resultados analíticos no concluyentes. Logra alcanzar unos límites de detección de hasta 0.002% (20 ppm).

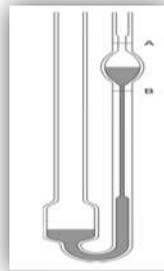
La técnica EDXRF utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X que se genera al excitar una muestra con una fuente emisora de rayos X. La radiación X incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Entonces, los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones: la llamada radiación X fluorescente o secundaria. Esta radiación de fluorescencia es característica para cada elemento químico. Por lo tanto, es posible identificar un elemento dentro del espectro de la muestra si se conoce la energía entre los orbitales atómicos implicados (longitud de onda). La concentración de cada elemento se detecta midiendo la intensidad de la energía asociada a cada transición de electrones. Es decir, la salida de un análisis EDXRF es un espectro que muestra la intensidad de radiación en función de la energía. [19]

#### **2.5.1.1.2 Determinación del Peso Molecular**

Determinación de Peso Molecular del Poliestireno por Viscosimetría.

La Viscosimetría de soluciones diluidas se relaciona con la capacidad de un polímero para incrementar la viscosidad de un solvente a cierta temperatura. Este método permite obtener el peso molecular promedio de las cadenas que conforman un polímero.

La determinación de peso molecular por Viscosimetría consiste en medir el tiempo que tarda en pasar un mismo volumen de varios líquidos de la “marca A” a la “marca B” del viscosímetro de Ostwald (ver figura 2) y mediante una serie de cálculos obtener la viscosidad relativa. Los líquidos empleados en este caso son, agua (como referencia para comparar con el solvente), solvente (como referencia para comparar con las soluciones) y soluciones de polímero (poliestireno-tolueno). Para esto, se llena el bulbo mayor (inferior) con la solución y se aspira por la rama del bulbo menor (superior) hasta que el nivel sobrepase dicho bulbo y sin introducir burbujas de aire. Luego se cuantifica el tiempo en que la solución pasa entre los niveles A y B. Se repite esta operación varias veces y se calcula el valor medio de los tiempos,  $t$ .



**Figura 2** Viscosímetro de Ostwald

Con los tiempos de cada solución, se obtiene la densidad por la relación densidad=masa/volumen. Estos datos se usan las fórmulas siguientes:

Viscosidad	Ecuación	Definición
Relativa	$\eta_{rel} = \frac{(\rho)(t)}{(\rho_0)(t_0)} (\eta_0)$	Relación entre las viscosidades de la disolución y el solvente puro.
Específica	$\eta_{esp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}$ ó $\eta_{rel} - 1$	Es la variación relativa de la viscosidad de la disolución.
Reducida	$\eta_{red} = \frac{\eta_{esp}}{[c]}$	Es la variación relativa de la viscosidad por unidad de concentración de polímero.
Intrínseca	$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \eta_{red}/c$	Es el valor de la viscosidad reducida extrapolada a una dilución infinita, donde la concentración tiende a cero.

**Figura 3** Viscosidades y sus fórmulas

Donde:

$\eta$ : Viscosidad de la solución de polímero.

$\eta_0$ : Viscosidad del solvente puro.

$t$ : Tiempo que tarda la solución polimérica en pasar a través de los puntos A-B.

$t_0$ : Tiempo que tarda el solvente en pasar a través de los puntos A-B del viscosímetro.

$\rho$ : Densidad del polímero.

$\rho_0$ : Densidad del solvente puro.

$C$ : Concentración del polímero en la solución.

Las viscosidades reducidas a diferentes concentraciones se grafican contra dichas concentraciones y la recta se extrapola a  $c=0$ . La ordenada en el origen de la recta resultante es la viscosidad intrínseca  $[\eta]$ , la cual se sustituye en la ecuación siguiente para encontrar el peso molecular viscosimétrico del polímero:

Ecuación de Mark-Houwink-Sakurada (MHS)

Ec. MHS:  $[\eta] = KM^\alpha$

$$M = \left( \frac{[\eta]}{K} \right)^{\frac{1}{\alpha}}$$

$M$ : Peso molecular viscosimétrico promedio.

$K$  y  $\alpha$ : Constantes para un sistema dado polímero/ disolvente/temperatura.

### **2.5.1.1.3 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)**

El espectro infrarrojo (FTIR) da información de los modos vibracionales completos en la molécula, con esto, se identifican los grupos funcionales y determinando cualitativamente las estructuras de las moléculas que se encuentran presentes en los materiales.

### **2.5.1.2 Caracterización morfológica**

#### **2.5.1.2.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)**

El SEM utiliza un haz de electrones a alta presión para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto bajo una presión de vacío de  $1 \times 10^{-5}$  Pa.

### **2.5.1.2.2 Difracción de rayos X (XRD)**

La difracción de rayos en muestra policristalina permite abordar la identificación de fases cristalinas (puesto que todos los sólidos cristalinos poseen su difractograma característico) tanto en su aspecto cualitativo como cuantitativo. Los estudios de polimorfismo, transiciones de fase, y soluciones sólidas, medida del tamaño de partícula, determinación de diagramas de fase, etc., se realizan habitualmente por difracción de rayos X. En algunos casos, se realiza el estudio de la evolución térmica de los difractogramas para conocer la evolución de la cristalinidad de la muestra, caracterizar los procesos de descomposición térmica, los cambios de fase que tienen lugar, etc. [20]

### **2.5.1.3 Caracterización Físico -Mecánica**

#### **2.5.1.3.1 Determinación de absorción de agua**

Con esta prueba se determina la cantidad de agua absorbida por la probeta en 24 h (norma ASTM C67-03<sup>a</sup>). El porcentaje de absorción se da en función del peso seco.

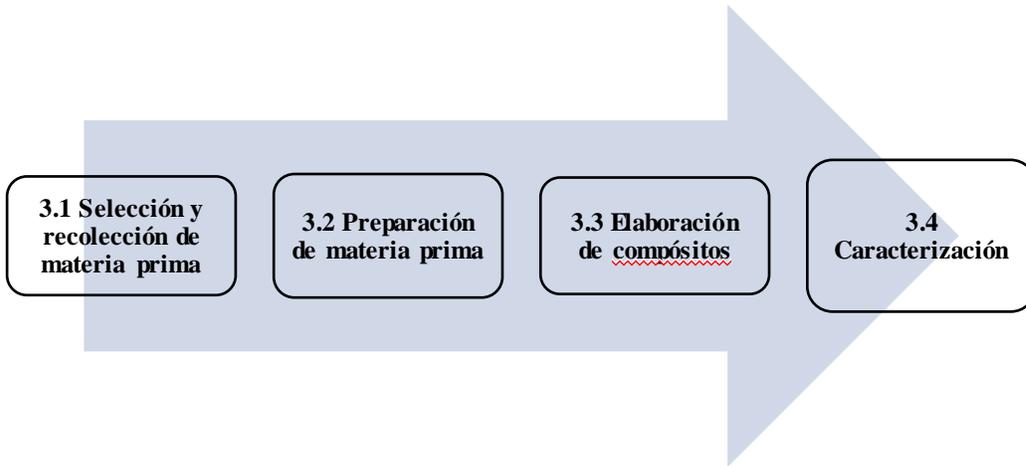
#### **2.5.1.3.2 Pruebas Físico - Mecánicas.**

Las pruebas físico-mecánicas que se llevaron a cabo en los compósitos se realizaron de acuerdo a la norma ASTM C 109/C109M-02 para la resistencia a la compresión y UNE 7-423-84 para Dureza Vickers. En el ensayo Vickers el penetrador es una pirámide de base cuadrada, cuyas caras opuestas forman un ángulo de 136°. Se aplican diversas cargas, siendo la carga utilizada en nuestros compósitos la de 500 gramos/fuerza. El tiempo de aplicación varía entre 10 y 30 segundos, siendo 15 segundos lo más habitual.

El ensayo de Compresión consiste en comprimir las probetas de compuesto hasta provocar la falla, esto a una velocidad de 5 mm/min con una precarga de 5 N en una máquina universal instron.

## CAPITULO III METODOLOGIA

Para dar cumplimiento a los objetivos planteados, la metodología se dividió en cuatro etapas Figura 4:



**Figura 4** Etapas de la Metodología.

### 3.1 Selección y recolección de la materia prima

El bagazo de caña: proviene del municipio de Tacámbaro Michoacán, la variedad a utilizar es la “MEX69-290”, se recolectó en los meses de noviembre y diciembre del 2017. Este residuo es el resultante de la preparación de jugo de caña de manera artesanal.

La madera: de encino “*Q. Candicans Neé*” proveniente del municipio de Indaparapeo Michoacán. Se recolectó en el mes de agosto del 2017.

El poliestireno expandido proveniente del municipio de Morelia, Michoacán.

El caolín comercial fue provisto por Watson Phillips y Compañía.

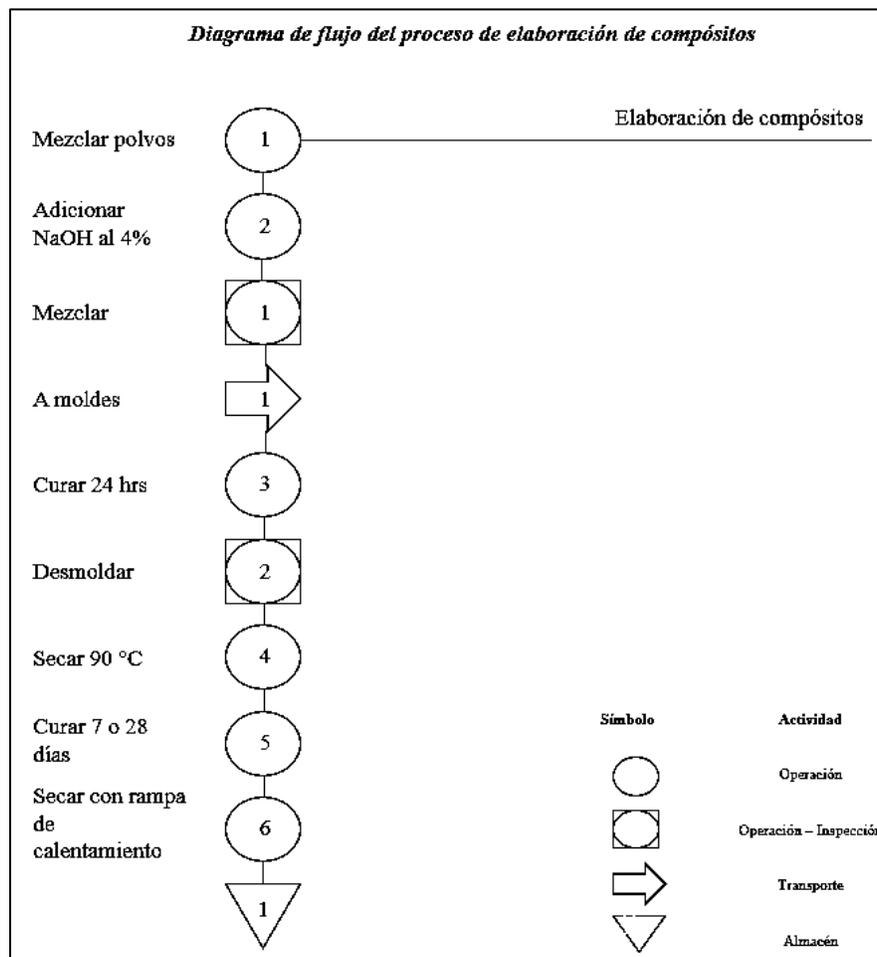
### 3.2 Preparación de la materia prima

El bagazo de caña y la madera de encino recibieron la misma preparación: fueron incinerados para obtener ceniza, misma que posteriormente se activó a 700°C y fue molida con un mortero y tamizada para obtener un tamaño de partícula entre los 147 y 208  $\mu\text{m}$ . Por último, se envasó en recipientes plásticos de 2 litros de capacidad.

El caolín es activado a 700°C en una mufla, para producir metacaolín. El tamaño de partícula va de 0.89 a 23  $\mu\text{m}$ . Mientras, al poliestireno expandido se le retiran las capas externas para reducir los contaminantes, posteriormente se procedió a triturar el bloque.

### 3.3 Elaboración de compósitos

En una primera etapa cada tipo de ceniza y las combinaciones de ambas, se mezclan con metacaolín en las proporciones indicadas en la sección “diseño experimental”. Para su activación, se les adiciona una solución de hidróxido de sodio (NaOH al 4 % ) [21]. Se amasa cada mezcla durante 5 minutos. Las mezclas frescas se vierten en moldes cúbicos de una pulgada y se compacta, posteriormente se suaviza la superficie con una paleta de bordes finos. Después del moldeo, las muestras se curan en una cámara con 100% de humedad relativa (HR) durante 24 horas a  $25 \pm 2$  °C. Las mezclas se desmoldan y se curan a 90°C durante 2 horas. Posteriormente siguen su proceso de curado en una cámara con 100% de humedad relativa a  $25 \pm 2$  °C [22]. Por último, se someten a una rampa de calentamiento para completar su secado, el proceso anterior se realizó de a 7 y 28 días (Figura 5).



**Figura 5** Diagrama de flujo del proceso de elaboración de compósitos.

Una vez obtenidos los compósitos, cada uno se evaluaron para obtener las variables de respuesta: 1.- Resistencia a la compresión 2.- Dureza vickers

Posteriormente, como segunda etapa, dos de tres tratamientos con el mejor desempeño con las cenizas por separado, así como también con la combinación de ambas cenizas con los mejores resultados, fueron combinados con poliestireno en las proporciones descritas en la sección siguiente.

### 3.4 Diseño experimental

El diseño experimental consta de dos etapas, en la primera etapa se combinaron la ceniza de madera con metacaolín y la ceniza de bagazo de caña también con metacaolín, y posteriormente las cenizas combinadas con metacaolín, todo en las proporciones mostradas en la tabla 3.

**Tabla 3** Diseño de experimentos (Etapa 1)

<b>PROPORCIONES DE CENIZA/METACAOLIN</b>			
Mezcla	Ceniza de madera de encino %	Ceniza de bagazo de caña de azúcar %	Metacaolín %
1	35	0	65
2	65	0	35
3	85	0	15
4	0	35	65
5	0	65	35
6	0	85	15
7	17.5	17.5	65
8	32.5	32.5	35
9	42.5	42.5	15

Las variables de respuesta son:

#### 1.- Resistencia a la compresión

#### 2.- Dureza Vickers

Una vez evaluadas las variables de respuesta en la primera etapa, los mejores tratamientos fueron combinados con poliestireno (2.4% p/p), lo cual representa un aproximado del 30% del volumen de cada mezcla.

Las variables de respuesta son nuevamente en esta segunda etapa: 1.- Resistencia a la compresión 2.- Dureza vickers

### **3.5 Métodos de caracterización**

#### **3.5.1 Caracterización de los materiales puros.**

Los materiales previamente a ser utilizados para la elaboración de los compósitos, fueron caracterizados para conocer su composición, su estructura, morfología y peso molecular (poliestireno) y los resultados son comparados con los datos de la literatura.

Se analizó el comportamiento mecánico de los compósitos además de su estructura y morfología a través de los métodos instrumentales que se especifican enseguida.

#### **3.5.1.1 Composición química y caracterización estructural**

##### **3.5.1.1.1 Fluorescencia de rayos X (XRF)**

Para identificar los elementos químicos que conforman nuestros materiales realizamos esta prueba, específicamente a: a) Ceniza de madera de encino. b) Ceniza de bagazo de caña de azúcar y c) Metacaolín

##### **3.5.1.1.1.1 Elaboración de compósitos preliminares**

Se elaboraron compósitos preliminares en base a los elementos químicos encontrados en nuestros materiales.

##### **3.5.1.1.2 Determinación del Peso Molecular por Viscosimetría**

El peso molecular del Poliestireno se determinó, mediante la técnica de viscosimetría. Se realizaron las tomas de tiempos y los cálculos especificados en el apartado de marco teórico. Para esto: Se usaron tres soluciones de poliestireno en tolueno: al 0.5, 1 y 1.5%.

Así como valores de “K” y “ $\alpha$ ” como  $37 \times 10^{-3}$  y 0.62 respectivamente [23].

##### **3.5.1.1.3 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)**

Los materiales puros (CME, CBCA, MC y PS) y las mezclas o compósitos más significativos fueron analizados por medio de este método.

El análisis estructural se realizó por espectroscopia infrarrojo por transformada de Fourier con la técnica ATR, a 60 Kp de presión, este se llevó a cabo en un espectrómetro Perkin Elmer Spectrum 400 en el rango de  $4000 - 650 \text{ cm}^{-1}$ .

### **3.5.1.2 Caracterización morfológica**

#### **3.5.1.2.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)**

El microscopio Electrónico de Barrido (SEM) empleado, es el equipo marca JEOL, modelo JSM-7600F. Se empleo esta técnica, específicamente en: a) Compósitos y b) CME, CBCA, MC y PS.

#### **3.5.1.2.2 Difracción de rayos X (XRD)**

Las condiciones que usaremos en DRX son:  $2\theta$ :  $10^\circ - 70^\circ$ , paso:  $0.02^\circ$ , tiempo: 0.6s [24]

Esta prueba fue realizada a: a) Ceniza de madera de encino, b) Ceniza de bagazo de caña de azúcar y c) Metacaolín

### **3.5.1.3 Caracterización Físico -Mecánica**

#### **3.5.1.3.1 Determinación de absorción de humedad**

Se realizaron pruebas de absorción de agua a los compósitos obtenidos en sus diferentes concentraciones de acuerdo a la Norma ASTM C-67-03<sup>a</sup>.

#### **3.5.1.3.2 Pruebas Físico - Mecánicas.**

Las pruebas físico-mecánicas que se llevaron a cabo en los compósitos se realizaron de acuerdo a la norma ASTM C 109/C109M-02 para la resistencia a la compresión y UNE 7-423-84 para Dureza Vickers.

## CAPITULO IV RESULTADOS Y DISCUSION

### 4.1 Caracterización de los materiales puros.

#### 4.1.1 Composición química Fluorescencia de rayos X (XFR)

A través del análisis por Fluorescencia de rayos X se determinaron los compuestos químicos de los materiales que sirvieron como base en esta investigación. Con estos resultados se determinó el diseño de los tratamientos (Tabla 4, 5 y 6).

**Tabla 4** XRF de ceniza de madera de encino

CaO	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	72.2 KCps	4.7 KCps	2.1 KCps	3.6 KCps	0.2 KCps	1.1 KCps
73.0%	9.89%	3.98%	3.81%	1.72%	1.64%	1.51%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	SrO	MnO	BaO	TiO <sub>2</sub>	Cl
13.1 KCps	4.2 KCps	89.6 KCps	3.2 KCps	0.3 KCps	0.6 KCps	1.0 KCps
1.19 %	1.07%	0.888%	0.373%	0.316%	0.288%	0.154%
ZnO	CuO	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Rb <sub>2</sub> O	NiO		
1.17 KCps	0.2 KCps	0.1 KCps	1.7 KCps	0.0 KCps		
510 PPM	340 PPM	313 PPM	124 PPM	86.0 PPM		

**Tabla 5** XRF de ceniza de caña de azúcar

K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CaO	MgO	Cl
228.4 KCps	10.5 KCps	26.7 KCps	12.0 KCps	10.2 KCps	1.6 KCps	9.1 KCps
57.5%	11.0%	9.85%	7.75%	5.77%	3.32%	2.28%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Rb <sub>2</sub> O	ZnO	SrO	Br		
7.0 KCps	7.7 KCps	2.3 KCps	2.9 KCps	1.9 KCps		
0.740 %	823 PPM	769 PPM	316 PPM	293 PPM		

**Tabla 6** XRF de Metacaolín

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O
31.9 KCps	24.7 KCps	11.6 KCps	0.8 KCps	16.3 KCps	1.1 KCps	0.9 KCps
53.0%	41.4%	2.71%	1.04%	0.771%	0.308%	0.256%
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CeO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	SrO	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
0.6 KCps	0.2 KCps	5.3 KCps	1.2 KCps	0.7 KCps	1.6 KCps	1.6 KCps
568 PPM	560 PPM	226 PPM	157 PPM	110 PPM	77.1 PPM	74.5 PPM

La tabla 4 muestra que la ceniza de madera de encino (CME) contiene mayoritariamente  $\text{CaO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{SiO}_2$  y  $\text{MgO}$ . Lo cual concuerda con trabajos anteriores (16) en donde los elementos en mayor proporción fueron el Ca, K y el Mg.

La tabla 5 indica que la ceniza de bagazo de caña (CBCA) contiene mayoritariamente  $\text{K}_2\text{O}$  en un 57.5 %; seguido de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{SO}_3$  en un 11.0% y 9.85% respectivamente. Respecto a otros reportes donde el porcentaje de  $\text{SiO}_2$  está en un intervalo de 62.43-90 %, los porcentajes encontrados en nuestra muestra son moderadamente menores. Esta alta diferencia se atribuye a las condiciones edafoclimáticas, al uso de fertilizantes, herbicidas, a la calidad del agua de la zona y a la variación de los métodos de cosecha de la caña de azúcar, pues al utilizar el método “manual” la cantidad de arena  $\text{SiO}_2$  utilizada es 20% menor según lo reporta Z. L. M. Sampaio [25].

La tabla 6 establece que el caolín activado (a  $700^\circ\text{C}$ ) o metacaolín (MC) contiene compuestos muy similares (variaciones ligeras en los porcentajes) a otros trabajos (18), contenido en mayoritariamente este caso  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  con 53.0, 41.4 y 0.771% respectivamente.

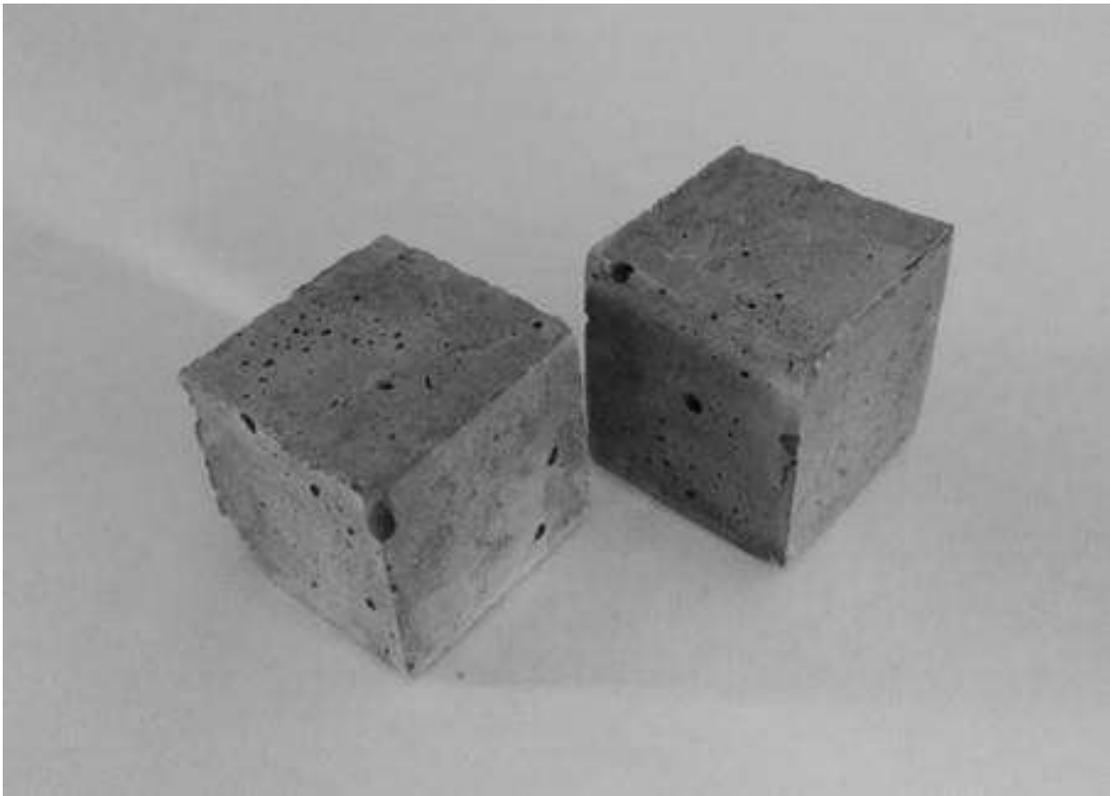
Con base en los XRF del CME, CBCA y MC, se puede esperar que la resistencia a la compresión y la dureza vickers de los tratamientos establecidos en el diseño de experimentos sea alto; con lo cual se infiere que el MC al contener  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (material puzolánico) como principales componentes ofrezca a la CME (constituida principalmente por  $\text{CaO}$ ) buenas propiedades mecánicas, entre ellas la dureza Vickers. En el caso de la CBCA la proporción de  $\text{CaO}$  es cercana al 6% (el principal componente es el  $\text{K}_2\text{O}$ ), por lo tanto se han diseñado tratamientos por separado de las cenizas de caña y madera y también algunos “tratamientos preliminares” con la combinación de ambos.

#### **4.1.1.1 Elaboración de compósitos preliminares**

Se realizaron pruebas preliminares con la finalidad de valorar la compatibilidad y compactación de los materiales. Así se obtuvieron los compósitos (Figura 6) de CBCA/CME/MC en una proporción de 30/30/40%.

Los compósitos en forma de cubos obtenidos presentaron una apariencia uniforme y sin resquebrajamiento.

El metacaolín es un aluminosilicato amorfo y reactivo, el cual mezclado con el hidróxido de sodio actúa como puzolana y provee buenas propiedades de aglutinación y mecánicas. Sin embargo, los valores de Dureza Vickers obtenidos fueron próximos a los 25 HV, mientras los valores de resistencia a la compresión alcanzaron máximos de 0.68 MPa. Estos resultados, se deben a que el proceso de curado y secado de los compósitos promovió un debilitamiento en su estructura interna. Dado lo anterior, se modificó la metodología, quedando finalmente como se describe en la sección 9.3, variando el procedimiento y el periodo de secado, así como la concentración de la solución de NaOH. Esta modificación fue útil para incrementar la Dureza Vickers y la Resistencia a la Compresión, resultados que se detallan más adelante.



**Figura 6** Compósitos preliminares de CME, CBCA y MC.

#### 4.1.1.2 Peso molecular

##### Peso Molecular por Viscosimetría

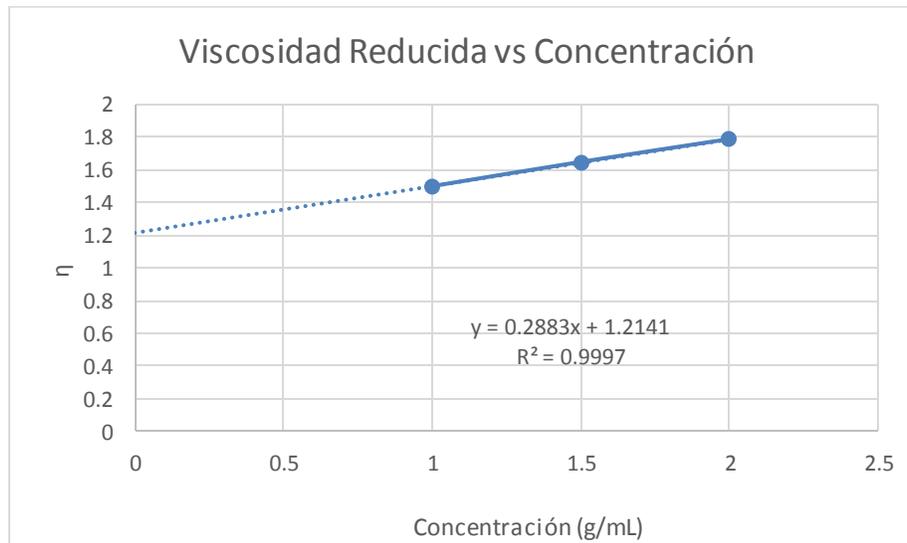
El peso molecular del poliestireno se determinó mediante el “viscosímetro capilar de Ostwald” las soluciones utilizadas de poliestireno/tolueno fueron al 1.0%, 1.5% y 2.0%.

Con las fórmulas (figura 3), se obtuvieron los resultados siguientes:

**Tabla 7** Viscosidades de las soluciones de poliestireno-tolueno.

Solución	Concentración (%)	Viscosidad		
		Relativa ( $\eta_{rel}$ )	Específica ( $\eta_{esp}$ )	Reducida ( $\eta_{red}$ )
Solvente	-	-	-	-
1	1.0	1.508	1.500	1.500
2	1.5	2.095	2.474	1.649
3	2.0	2.761	3.578	1.789

Al extrapolar las viscosidades reducidas se obtuvo un valor de la ordenada en el origen de 1.214, conocida como viscosidad intrínseca.

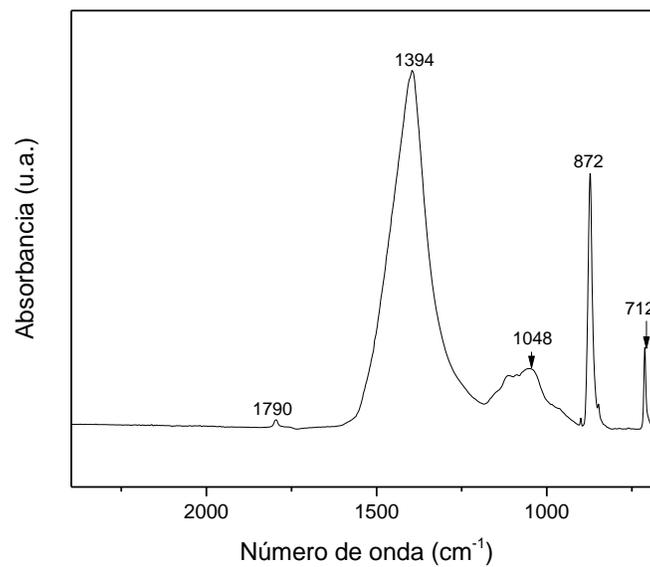


**Figura 7.** Viscosidad reducida de las soluciones de poliestireno.

El valor de viscosidad (intrínseca) y con las constantes  $K=1,7 \cdot 10^{-4}$  y  $\alpha=0.69$  [23] se sustituyeron en la ecuación de MHS, obteniéndose un peso molecular promedio de 384,791.45 g/mol, valor considerado alto de acuerdo a lo reportado en otras referencias [37].

#### 4.1.1.3 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

La Figura 8 muestra el FTIR de la CME, donde la vibración asimétrica de los enlaces Si-O-Si, Si-O-Al y sílice es asignada a la señal a  $1048\text{ cm}^{-1}$  [26, 28]. Adicionalmente, la vibración de flexión del Si-OH ofrece un pico a  $872\text{ cm}^{-1}$  [27]. la presencia del  $\text{CaCO}_3$  se atribuye a la banda en  $1394\text{ cm}^{-1}$  [29]. Así mismo, las señales a  $1790$ , y  $712\text{ cm}^{-1}$  muestran la presencia del  $\text{CO}_3$  (del  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) [30]. Al comparar los resultados de XRF con los de FTIR se denota la presencia de elementos antes descritos encontrados mayoritariamente en la composición de CME.

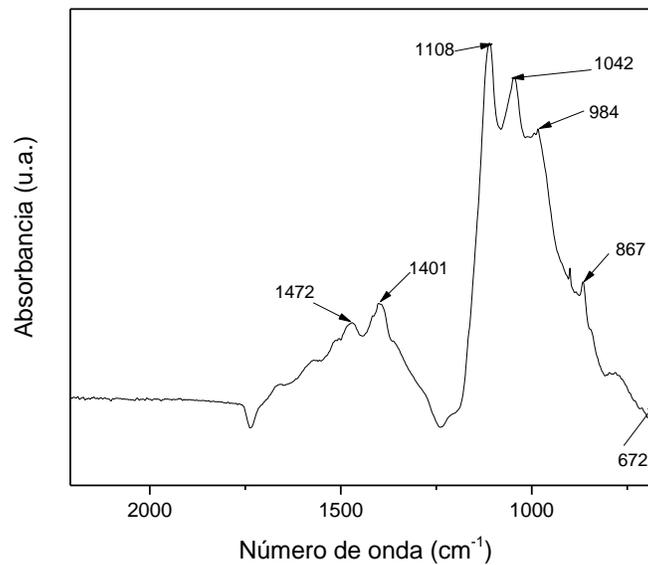


**Figura 8** Espectro FTIR de ceniza de madera de encino (CME)

**Tabla 8.** Frecuencias de CME ( $\nu$ = tensión,  $as$ = asimétrica,  $s$ =simétrica,  $f$ = flexión)

Grupo	Vibración	Posición aprox. ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frecuencias exp. $\text{cm}^{-1}$
Si-O-Si	$as$	1076	1048
Si-O-Al	$as$	1076	1048
Si-OH	$f$	878	872
Sílica	$\nu s$	1100-1075	1048
$\text{CaCO}_3$	$\nu$	1390 y 871	1394 y 872
$\text{CO}_3$	$\nu$	1797, 874, 874	1790, 872 y 712
$\text{PO}_4$ y $\text{SiO}_2$	$\nu$	1037	1048
$\text{K}_2\text{CO}_3$	$\nu$	707	712

El espectro FTIR de CBCA que se muestra en la figura 9 presenta una banda en 1108  $\text{cm}^{-1}$  la cual correspondiente a Sílica [28]. En las regiones cercanas a 1042  $\text{cm}^{-1}$  se presentan señales por la presencia de Si-O [31] y las señales presentadas en 1472 y 867  $\text{cm}^{-1}$  se debe a los carbonatos (O-C-O) [31]. La composición química de la ceniza de caña contiene mayoritariamente  $\text{K}_2\text{O}$ , seguido de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{SO}_3$  de acuerdo a XFR.

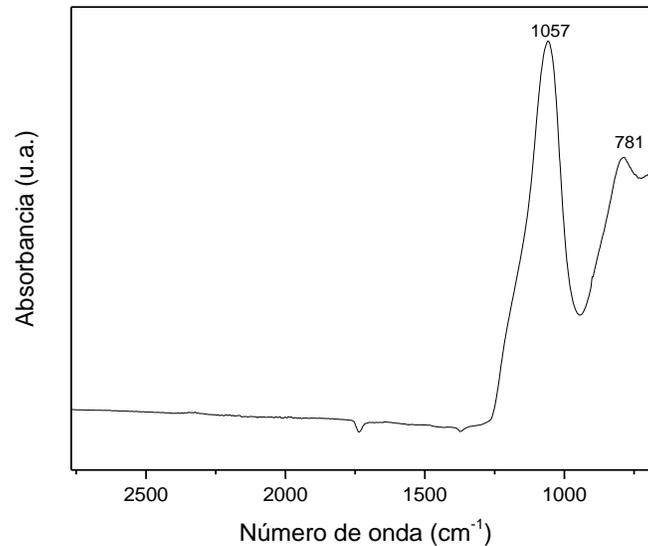


**Figura 9** Espectro FTIR de ceniza de bagazo de caña (CBCA).

**Tabla 9.** Frecuencias del CBCA (v= tensión, as= asimétrica, s= simétrica)

Grupo	Vibración	Posición aprox. ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frecuencias exp. $\text{cm}^{-1}$
<b>Silica</b>	$V_s$	1100-1075	1108
<b>Si-O</b>	$V$	1056	1042
<b>O-C-O</b>	$V$	1441 y 872	1472 y 867

La Figura 10 muestra el FTIR del MC. En él se observó en  $1057\text{ cm}^{-1}$  una banda intensa asignada a una vibración asimétrica de estiramiento de unidades de  $\text{SiO}_4$ , a través de los enlaces Si-O-Si, y Si-O-Al [28], bajo la forma de cuarzo. A  $781\text{ cm}^{-1}$  se presenta una banda de intensidad media debida al estiramiento de la vibración de Si-O-Si, que puede ser atribuida a la presencia de sílice amorfa en mayor proporción con respecto a la presencia de cuarzo. [26].

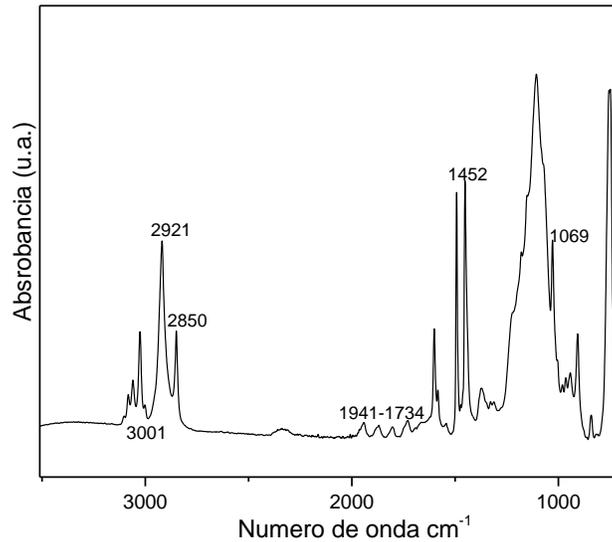


**Figura 10** Espectro FTIR de metacaolín (MC).

**Tabla 10.** Frecuencias del MC (*as*= asimétrica, *s*= simétrica)

Grupo	Vibración	Posición aprox. ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frecuencias exp. $\text{cm}^{-1}$
$\text{SiO}_4$	<i>as</i> *	1050-1000	1057
Si-O-Si	<i>as</i> *	1050-1000	1057
Si-O-Al	<i>as</i> *	1050-1000	1057
Si-O-Si	<i>s</i> *	800-780	781

En la Figura 11 se muestra el espectro FTIR del poliestireno. Las señales que en el intervalo de  $3077-3001\text{ cm}^{-1}$  provienen de la vibración de tensión del anillo aromático, en  $2921\text{ cm}^{-1}$  y a  $2850\text{ cm}^{-1}$ , son asignadas a la tensión simétrica y asimétrica de los grupos  $\text{CH}_2$ . En  $1941-1734\text{ cm}^{-1}$  se observa la vibración del anillo aromático mono sustituido, la vibración de tensión de deformación a  $1452\text{ cm}^{-1}$  corresponde al  $\text{CH}_2$  y al  $\text{C}=\text{C}$  del anillo aromático, la flexión en el plano del  $\text{C}-\text{H}$  se encuentra en  $1069\text{ cm}^{-1}$ . Por medio de este análisis se puede confirmar la estructura del poliestireno puro a utilizar como materia prima, estos datos fueron comparados y basados en referencias [23].



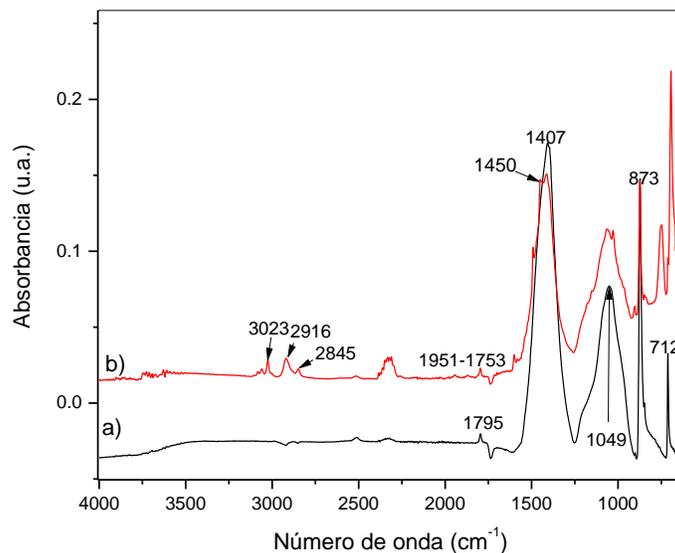
**Figura 11.** Espectro FTIR de poliestireno.

**Tabla 11.** Frecuencias de PS ( $\nu$ = tensión,  $as$ = asimétrica,  $s$ = simétrica,  $d$ =deformación,  $f$ =flexión)

Grupo	Vibración	Posición aprox. ( $\text{cm}^{-1}$ )	Frecuencias exp. $\text{cm}^{-1}$
Anillo aromático C-H	$N$	3081-3001	3077-3001
$\text{CH}_2$	$as, s$	2923-2850	2921 y 2850
Anillo aromático monosustituido	$V$	1943-1728	1941-1734
$\text{CH}_2 + \text{C}=\text{C}$	$D$	1452	1452
C-H	$F$	1069	1069

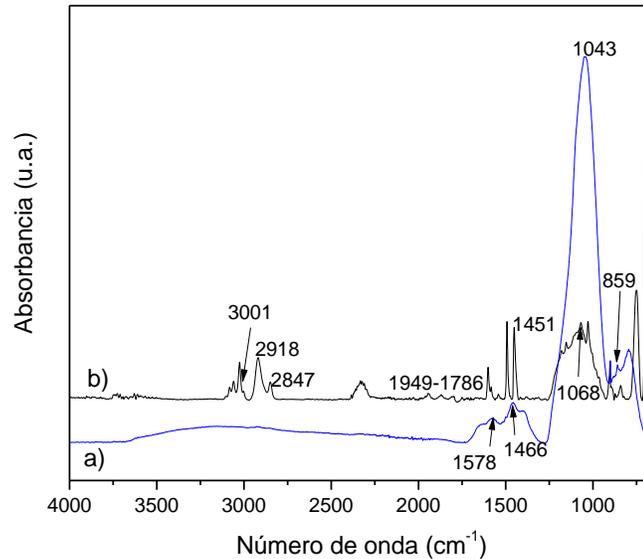
La Figura 12 muestra el espectro FTIR de la mezcla número 3 de ceniza de madera de encino/metacaolín (CME 85%, MC 15%), a) sin PS, b) con PS. La muestra con PS muestra las señales de la CME y MC. La señal a  $873\text{ cm}^{-1}$  corresponde al SiOH, a  $712\text{ cm}^{-1}$  es para el  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , en  $1049\text{ cm}^{-1}$  están las señales del  $\text{SiO}_4$  (enlaces en Si-O-Si y Si-O-Al), además de corresponder también al  $\text{PO}_4$  y  $\text{SiO}_2$ .

No se observan desplazamiento de frecuencia en las señales en los tratamientos con PS lo cual sugiere que el acoplamiento entre el material cerámico-cenizas con el PS está dada por fuerzas moleculares relativamente débiles.



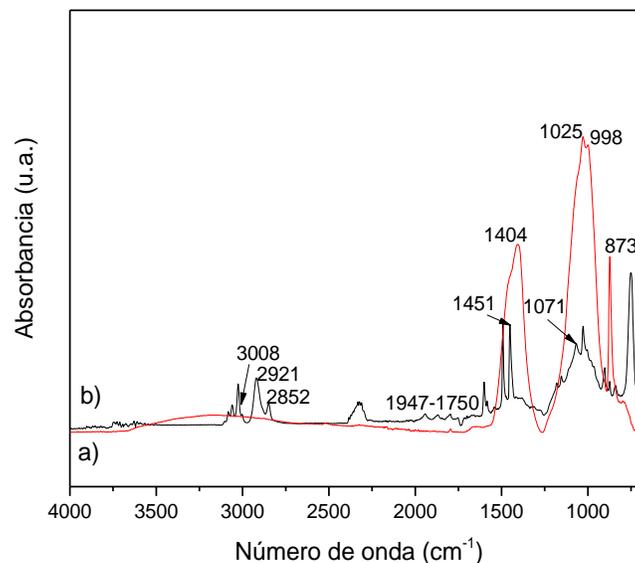
**Figura 12** Espectro FTIR de mezcla 3 (CME 85%, MC 15%), a) sin PS, b) con PS.

En la Figura 13 se observa el espectro FTIR de la mezcla número 5 ceniza de bagazo de caña/metacaolín (CBCA 65%, MC 35%), (a) sin PS y (b) con PS. Respecto a CBCA la vibración a  $1043\text{ cm}^{-1}$  se modifica (Fig 7), pero predomina la intensidad mostrada para el MC; esto resulta de la reacción puzzolánica entre  $\text{SiO}_2$  amorfo de CBCA y MC promovido por NaOH, utilizado como agente activante. Yu et al. (1999) [38]. Las vibraciones de Si-O en  $1040\text{ cm}^{-1}$ ,  $712\text{ cm}^{-1}$ , no tienen cambios, lo cual se debe a la presencia del cuarzo en CBCA, así también la presencia de carbonatos se indica en las señales a  $1407$  y  $867\text{ cm}^{-1}$ . Al comparar la mezcla sin PS (a) y con PS (b), nuevamente se identifica la coincidencia en las vibraciones de los compuestos característicos en CBCA y MC, enfatizando la adición de las señales del PS en (b) las cuales permanecen sin cambio.



**Figura 13** Espectro FTIR de mezcla 5 (CBCA 65%, MC 35%), a) sin PS, b) con PS.

En la Figura 14 se observa el FTIR de la mezcla número 9 ceniza de madera de encino/ceniza de bagazo de caña/metacaolín (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%), (a) sin PS y (b) con PS, donde se observan señales de la formación de carbonatos en  $1466\text{ cm}^{-1}$  y señales que han disminuido su intensidad correspondiente a Si-O-Si en  $1071\text{ cm}^{-1}$ , sugiriendo que la reacción puzolana se llevó a cabo entre los componentes de CBCA, CME y MC. La señal en  $878\text{ cm}^{-1}$  se atribuye a la formación de Si-OH. En el espectro (b) se observa las señales características del PS, y predominan aquellas provenientes de CBCA.

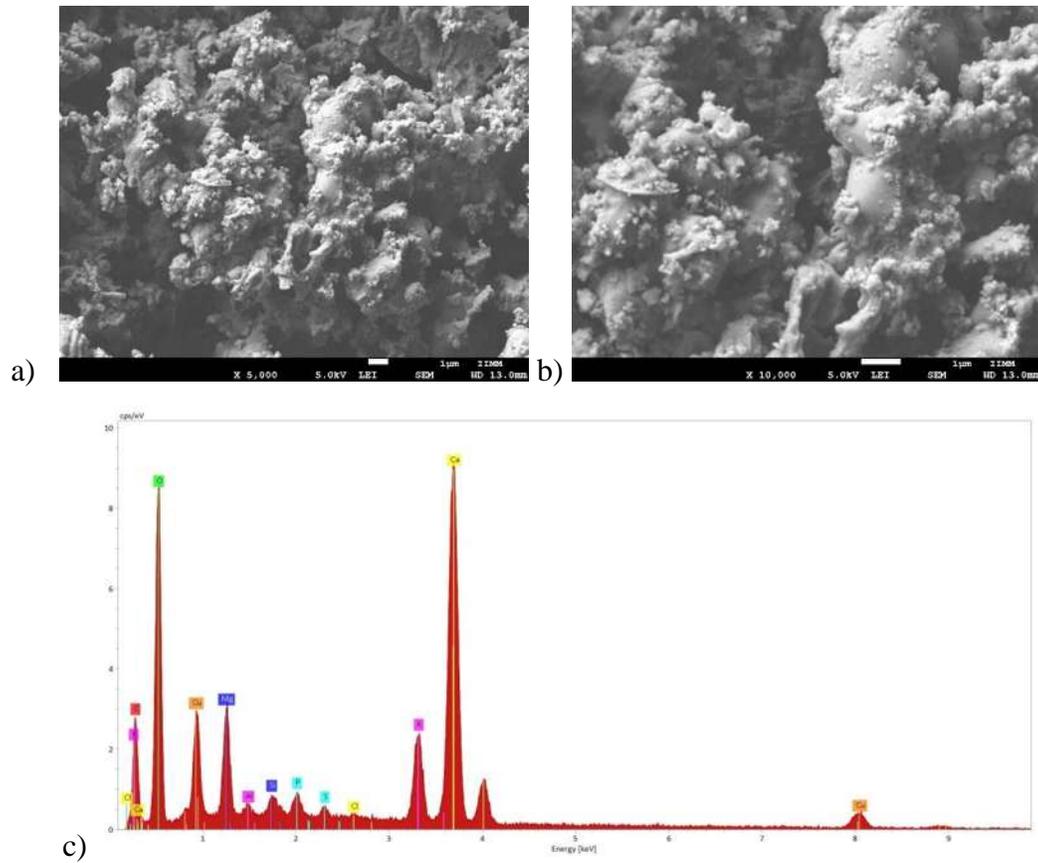


**Figura 14** Espectro FTIR de mezcla 9 (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%) a) sin PS, b) con PS.

## 4.1.2 Caracterización morfológica

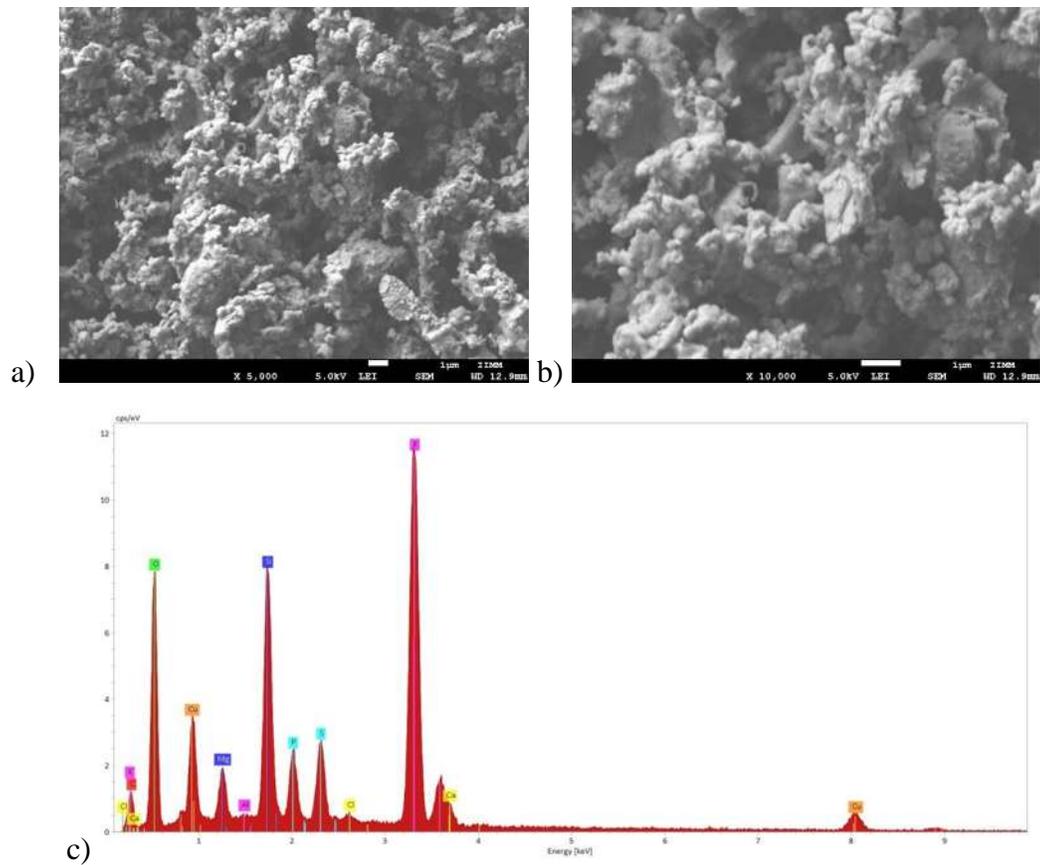
### 4.1.2.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 15a) y 15b) muestra la morfología a 5000x y b) 10000x de la CME, donde se observa una fase heterogénea, una superficie suave y lisa cubierta de partículas granulares, rugosas y bordos más afilados, representativo de cenizas de madera. Por otra parte, en la figura 15 c) se muestran los resultados de EDS que detectó C, K, O, Cl, Ca, Mg, Al, Si, P y S (resultados de acuerdo a los que presenta el XRF).



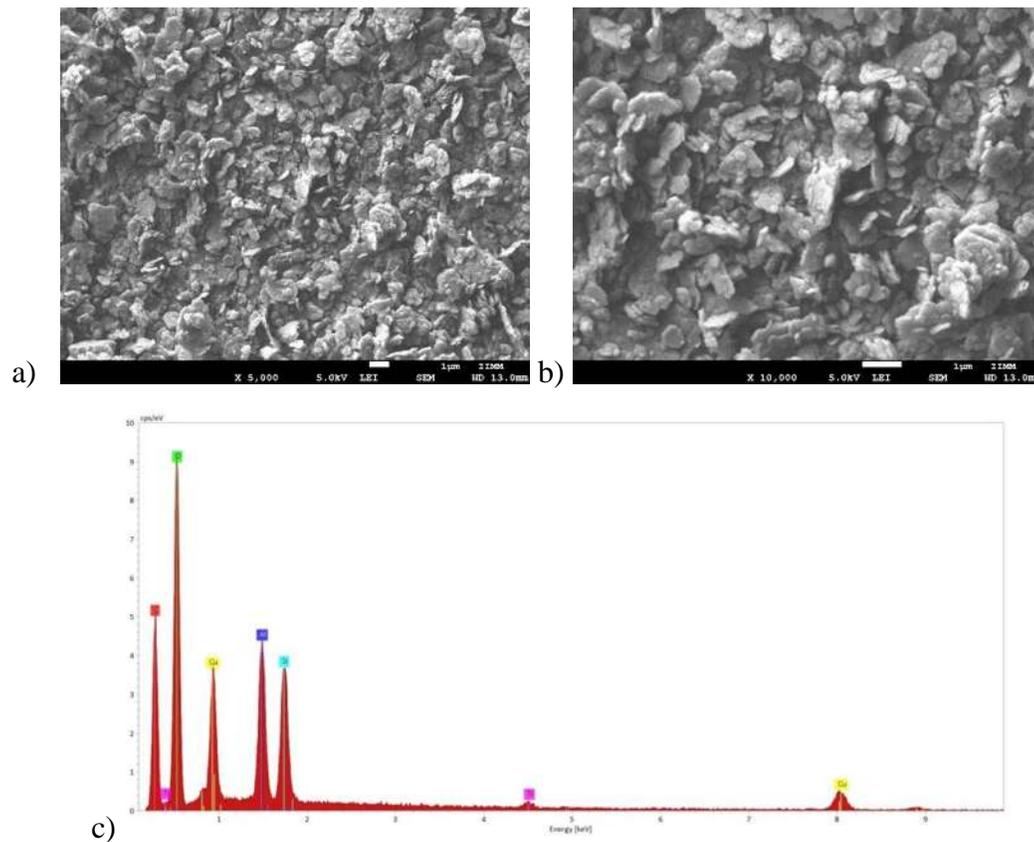
**Figura 15** SEM CME, a) 5000x, b)10000x, c) EDS

La Figura 16 a) exhibe la morfología de la CBCA, a) 5000x y b) 10000x, donde existe una fase lisa y homogénea, sobre la cual hay una textura granular, rugosa y de bordos suaves a diferencia de la CME, esto es por el grado de cristalinidad de la CBCA (59.9% en CBCA y 82.9% de cristalinidad en CME). En la figura 16 c) se el EDS que detectó K, O, Cl, Ca, Mg, Al, Si, P, S y C, los cuales también fueron observados por XRF.



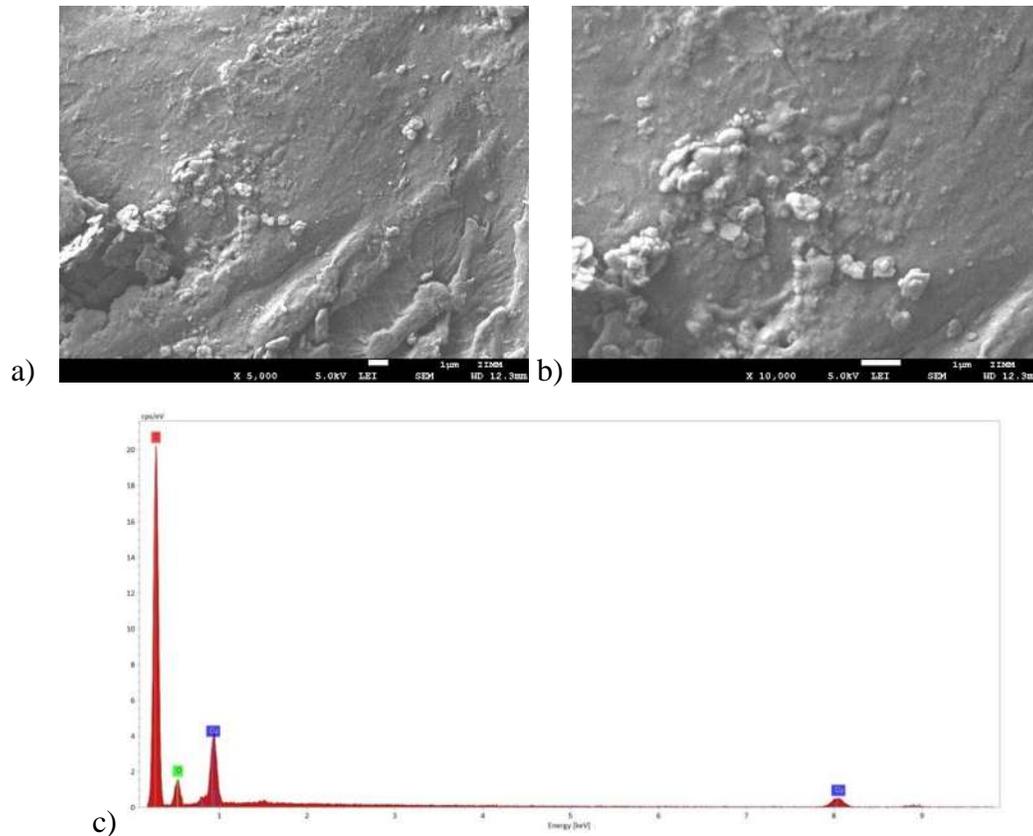
**Figura 16** SEM CBCA, a) 5000x, b)10000x, c) EDS

La Figura 17 a) y 17 b) presenta la morfología del MC con escamas de bordos suaves. El MC, por ser amorfo muestra mayor homogeneidad que la CME y la CBCA (82.9% de cristalinidad en CME y 59.9% en CBCA vs % 31.3 en MC). La morfología de las partículas es por la fusión de los minerales de la arcilla. Adicionalmente, la composición química por EDS, muestran que las escamas contienen C, Ti, O, Al y Si, en estudios realizados por R. San Nicolas, 2013 [36]; se observó que las superficies lisas en el MK pueden explicarse por la vitrificación de aluminosilicatos altamente síliceos en la superficie.



**Figura 17** SEM MC, a) 5000x, b) 10000x, c) EDS

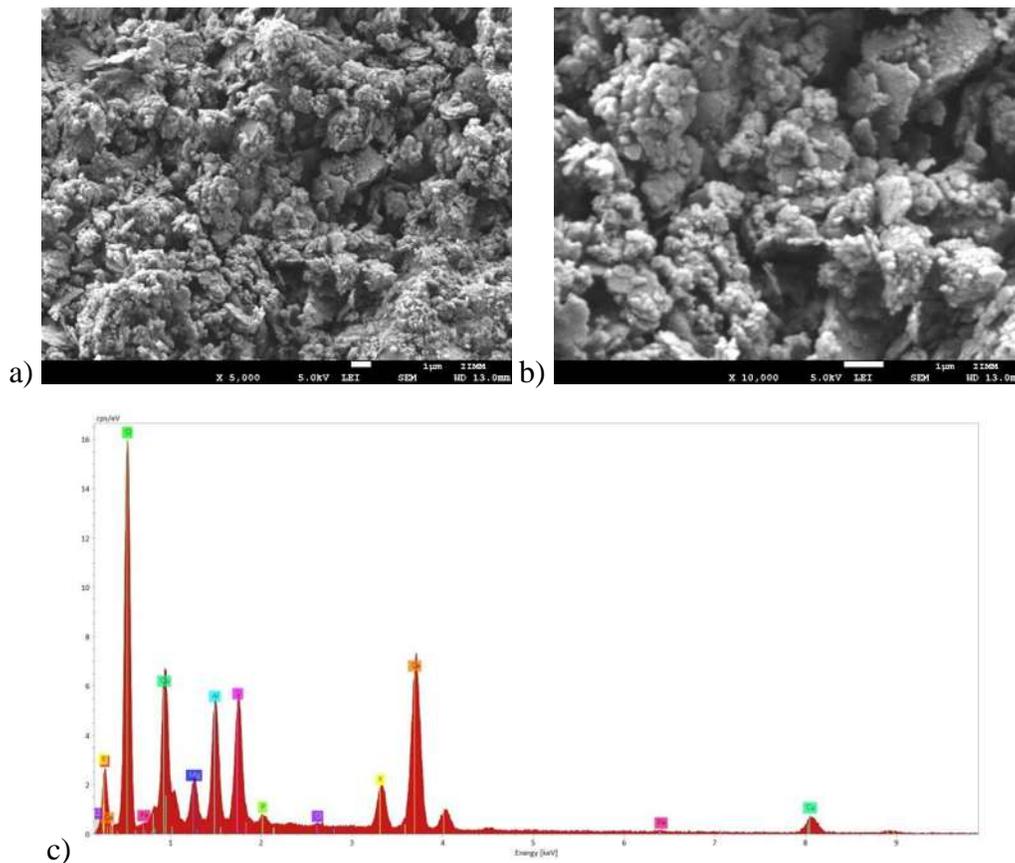
La Figura 18 a) presenta la morfología del PS, a) 5000x y b) 10000x, donde se observa una fase homogénea y lisa con pequeños agregados sobrepuestos. La figura 18 c) muestra los resultados de EDS donde se obtuvo principalmente C, y O, característicos del PS.



**Figura 18** SEM PS, a) 5000x, b)10000x, c) EDS

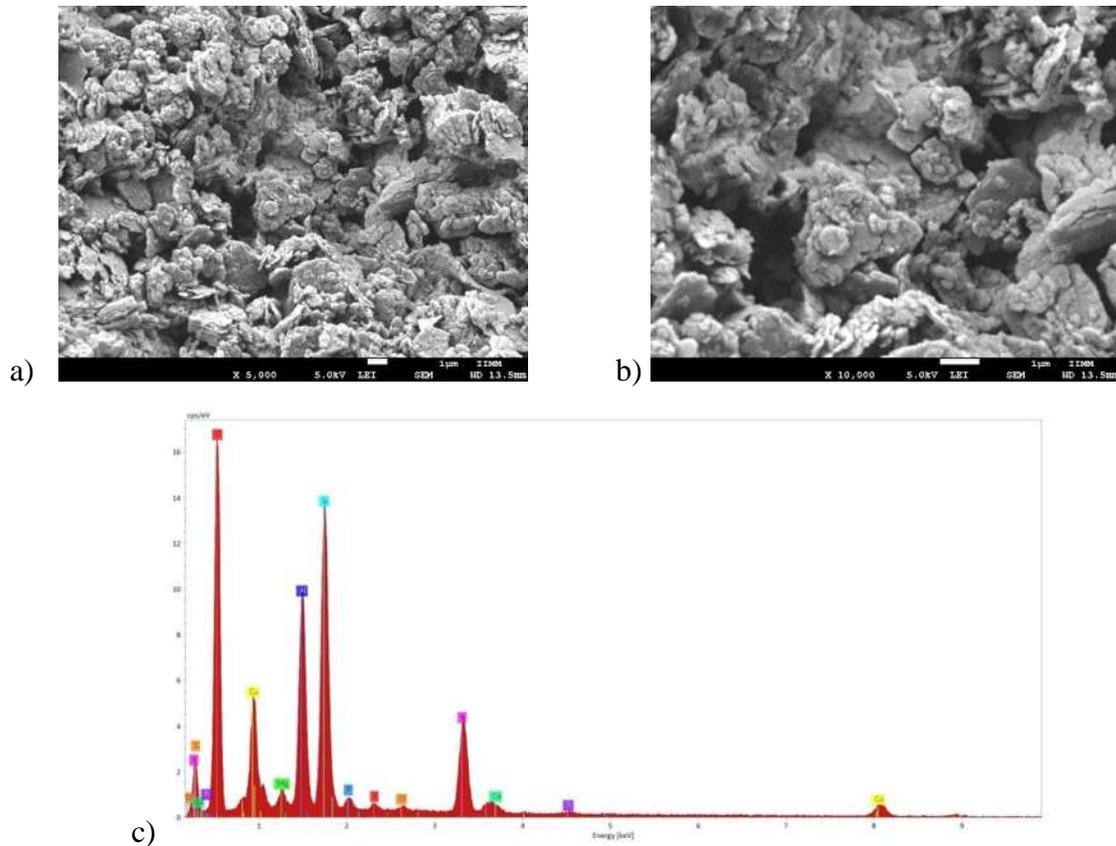
El análisis por SEM de los compósitos con los mejores resultados a la resistencia a la compresión. Dichas mezclas fueron la 3 (CME 85%, MC 15%), la 5 (CBCA 65%, MC 35%) y la 9 (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%), así como las mismas mezclas 3, 5 y 9 pero incluyendo PS al 2.4% p/p.

La Figura 19 a) indica la morfología de la mezcla 3, a) 5000x y b) 10000x, con una fase heterogénea, la superficie de textura suave, granular y rugosa y contiene poros de forma irregular que promedian  $1.25 \mu\text{m}$ , se observan agregados sobre la superficie que se sugiere son arreglos estructurales de los componentes de la madera. Adicionalmente, en la figura 19 (c) se muestran los resultados de EDS donde se obtuvieron principalmente los elementos O, Ca, Si, Al, Mg, y K concordando con los resultados de XRF en donde entre los materiales por separado (MC y CME) que conforman la mezcla, se reúnen los elementos citados.



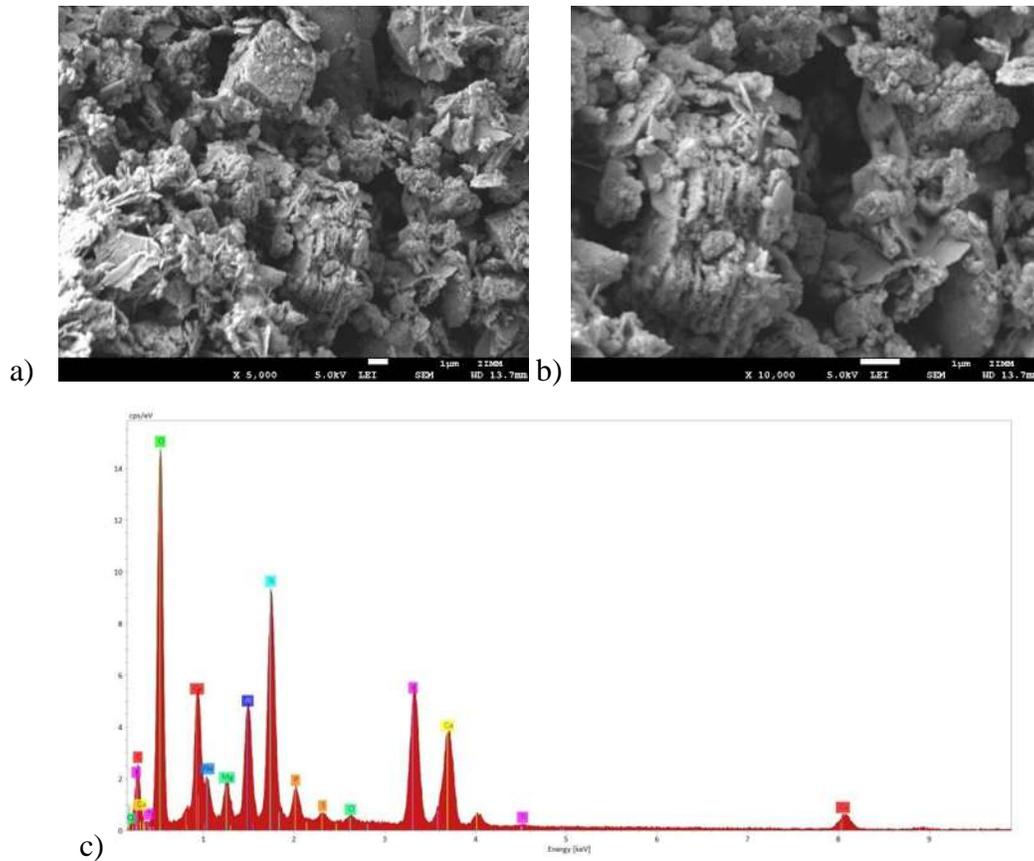
**Figura 19** SEM Mezcla 3 Compósito de CME 85%, MC 15%, a) 5000x, b) 10000x, c) EDS.

La Figura 20 a) muestra la mezcla 5 (CBCA 65%, MC 35), a 5000x muestra estructuras con forma granular con superficie suave y homogéneas en arreglos laminares. En (b) a 10000x, poros de forma irregular con un tamaño promedio de  $1.64 \mu\text{m}$  son señalados, en general se observa una mejor integración de los dos componentes de la mezcla. En (c) se muestran los resultados de EDS y los principalmente los elementos encontrados son O, Si, Al, C, K, Ca, y en menor proporción Ti, Mg, Cl lo cual es consistente con lo reportado en XRD para los materiales iniciales.



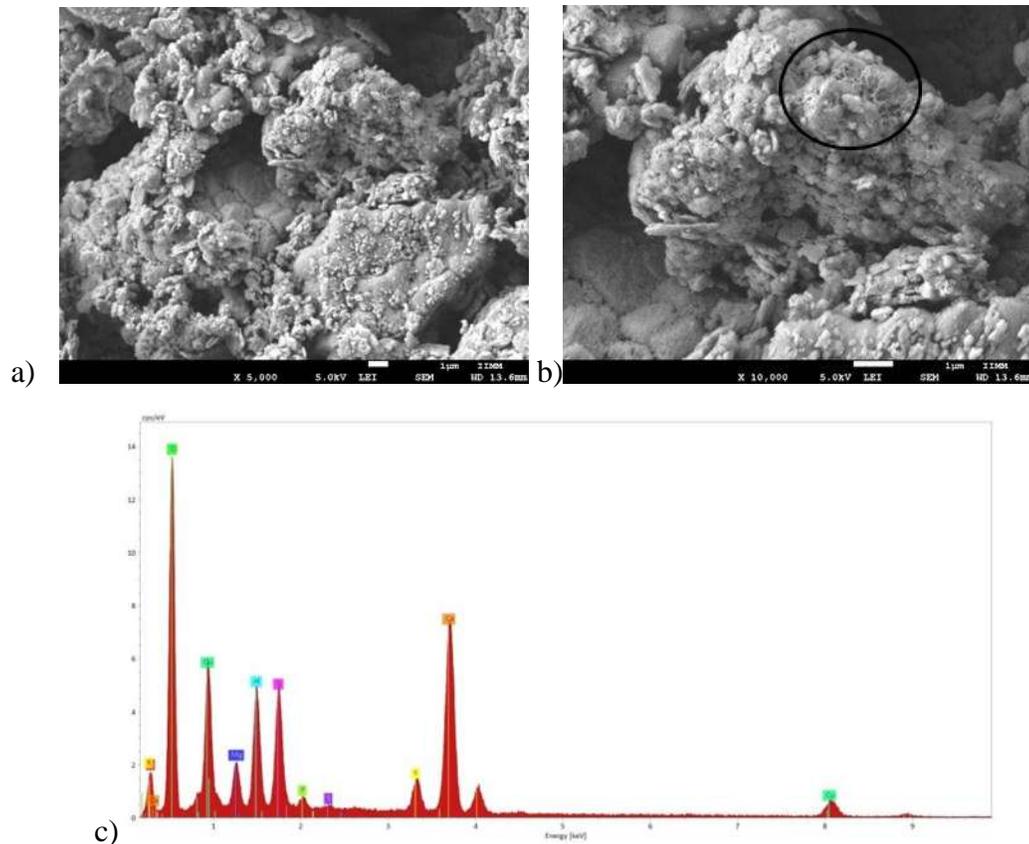
**Figura 20** SEM Mezcla 5, compuesto de CBCA 65%, MC 35%, a) 5000x, b) 10000x, c) EDS.

La Figura 21, a) muestra la mezcla 9 (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%), a 5000x, se aprecian estructuras con forma de escamas afiladas densas, las cuales pueden ser resultado de la activación de los minerales en las mezclas con el NaOH, además la morfología difiere respecto a las mezclas de las cenizas con el MC por separado, por una mayor integración de las cenizas con el metacaolín. Se aprecian poros de forma irregular con un tamaño promedio de  $2.61\mu\text{m}$ . Un análisis elemental de la composición de la mezcla 9, con importantes cantidades de C, K, Ca, O, Al, Si, se encontraron por análisis EDS



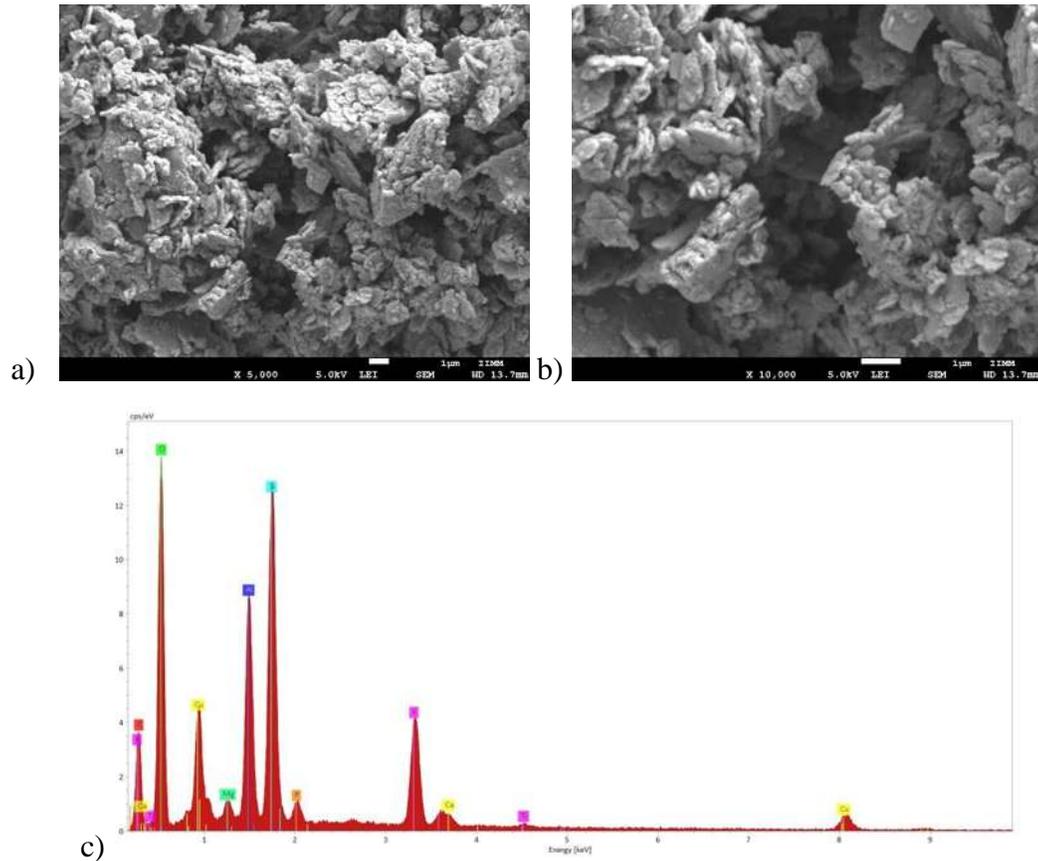
**Figura 21** SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, a) 5000x, b) 10000, c) EDS.

La Figura 22 a) muestra la morfología de la mezcla 3 (CME 85%, MC 15%) con PS a 5000x y b) 10000x, donde existe una fase mayormente heterogénea, la superficie de textura suave, granular, rugosa, con poros irregulares que promedian  $10.11\mu\text{m}$  los cuales son mayores a los reportados para la misma mezcla sin PS ( $1.25\mu\text{m}$ ), se observan agregados con sobre la superficie que se sugiere debidos a los componentes de la ceniza de madera. La Figura 22 c) el EDS donde se obtuvieron los elementos O, C provenientes del CME, MC y PS.



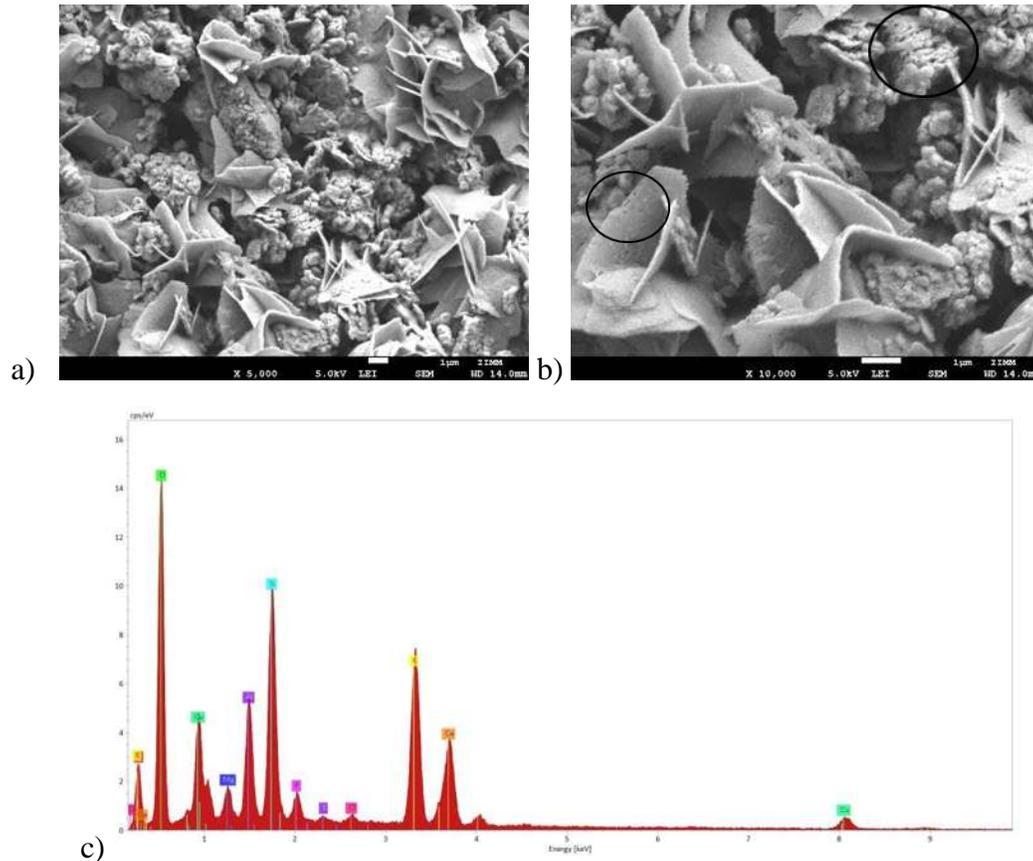
**Figura 22** SEM Mezcla 3, Compósito de CME 85%, MC 15%, PS (2.4% p/p), a) 5000x, b) 10000x, c) EDS.

En la Figura 23, a) se muestra la mezcla 5 con PS, dónde a 5000x se aprecian estructuras más afiladas en forma de escamas y homogéneas que en la misma mezcla sin PS, en b) a 10000x, se aprecian poros con un tamaño promedio de  $1.84 \mu\text{m}$ , los cuales son ligeramente menores que en la mezcla sin PS. Los elementos que componen a MC y CBCA identificados por EDS, son incrementados el O y C por efecto del PS.



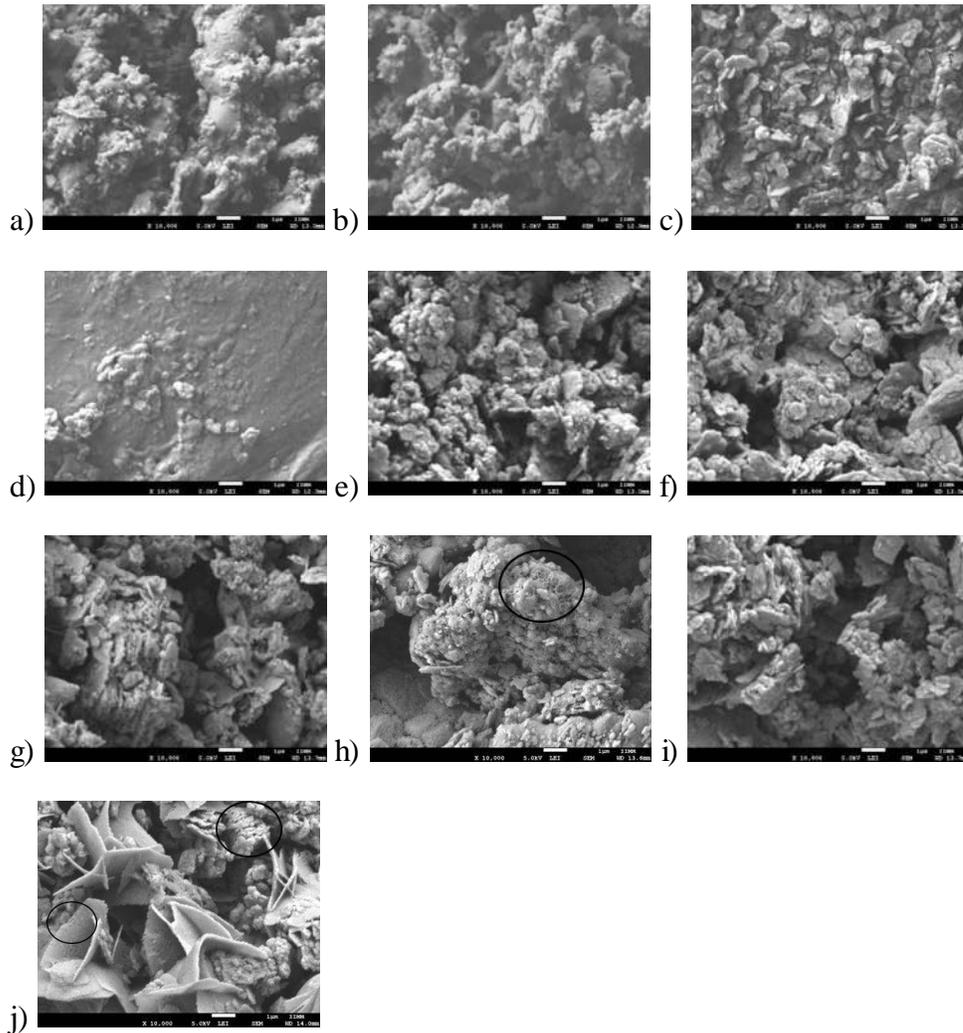
**Figura 23** SEM Mezcla 5, Compósito de CBCA 65%, MC 35%, PS (2.4% p/p), a) 5000x, b) 10000x, c) EDS.

En la Figura 24 a) se muestra la mezcla 9 (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%), con PS a 5000x, donde se aprecian estructuras cristalinas con forma de “flores” entre los grumos rugosos más pequeños, ambas formas tienen una distribución uniforme. Sobre la base de la literatura las formas encontradas son productos de hidratación de la arcilla o cristales de carbonato de calcio con la subsecuente formación de cristales [32]. Adicionalmente; se aprecian poros de forma irregular con un tamaño promedio de 1.80  $\mu\text{m}$ , la porosidad se ve distribuida tanto en los agregados rugosos como en las formas cristalinas, lo cual sugiere que el PS queda embebido en las dos fases. En c) se muestran los resultados de EDS donde se obtuvieron los elementos K, Ca, C O, Al, Si, P y S concordando con las pruebas de XRF donde entre los materiales por separado (MC, CME y CBCA) que se encuentran en la mezcla se reúnen los elementos citados.



**Figura 24** SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, PS (2.4% p/p), a) 5000x, b) 10000x, c) EDS.

En la figura 25 podemos observar de manera conjunta, cada una de las imágenes por SEM descritas con anterioridad.



**Figura 25** a) SEM CME 10000x, b) SEM CBCA 10000x, c) SEM MC 10000x, d) SEM PS 10000x, e) SEM Mezcla 3 Compósito de CME 85%, MC 15%, 10000x, f) SEM Mezcla 5, compósito de CBCA 65%, MC 35%, 10000x, g) SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, 10000, h) SEM Mezcla 3, Compósito de CME 85%, MC 15%, PS (2.4% p/p), 10000x, i) SEM Mezcla 5, Compósito de CBCA 65%, MC 35%, PS (2.4% p/p), 10000x, j) SEM Mezcla 9, Compósito de CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%, PS (2.4% p/p), 10000x.

#### 4.1.2.2 Difracción de rayos X (XRD)

##### Ceniza de Madera de encino (CME)

La madera presenta mayor porcentaje de cristalinidad comparado con el CBCA (82.9% vs 59.9%). Lo cual sugiere que es un material menos reactivo y presentaría menor compatibilidad con el metacaolín que la CBCA, (los materiales con alta cristalinidad presentan baja reactividad). Estos resultados son acorde a lo observado en la figura 17, de la mezcla con ceniza de madera y metacaolín. Los resultados de XRD de ceniza de madera (fig 26) son coherentes a lo reportado en XRF, con contenidos de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ , y  $\text{CaO}$ . Se destaca que el contenido de  $\text{CaO}$  es alto comparado con otros materiales residuales, por lo tanto, tiende a tener mejor compatibilidad con el metacaolín.

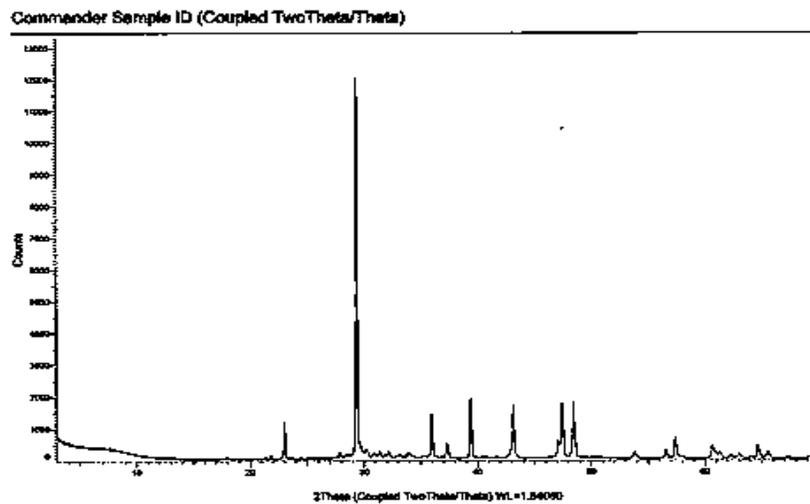
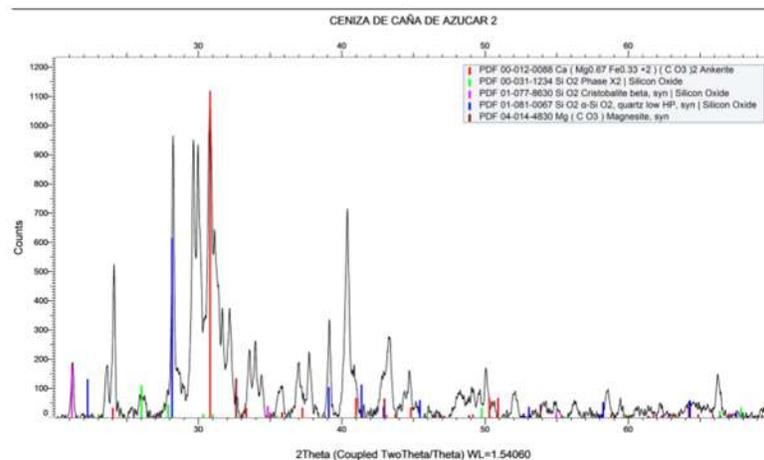


Figura 26 XRD de CME

### Ceniza de Caña de Azúcar (CBCA)

La figura 27 muestra los resultados obtenidos por DRX en donde se observaron picos de sílica en las formas de óxido de silicón (PDF 00-031-1234); cristobalita (PDF 00-077-8630); y cuarzo (PDF 01-081-0067). También se observan carbonatos en su forma ankerita y magnesita (PDF 00-012-0088 y PDF 04-014-4830), además de calcita (PDF 01-083-5740).

Se determinó el porcentaje de la cristalinidad de las cenizas de caña de azúcar, el cual fue de 59.9%. Presenta una fase amorfa la cual de acuerdo a (Sampaio *et al*; 2014) [25] se localiza en el ángulo  $2\theta = 6.18$  grados, en las muestras en estudio, se determinó por diferencia porcentual.



**Figura 27** XRD de CBCA.

## Metacaolín

Los picos característicos ( $2\theta$  21.22 and 27.45°) presentados en el espectro del metacaolín (figura 28) son característicos del cuarzo  $\text{SiO}_2$ , coincidiendo con el XRF. Por lo tanto el metacaolín presenta elevadas cantidades de  $\text{SiO}_2$  en contraste con los resultados de CBCA y ceniza de madera. El alto contenido de sílice en estado amorfo permite su uso como un material que contribuye a elaborar puzolanas.

El grado de cristalinidad del metacaolín que se determinó es de 31.3 %, por lo tanto es un material bastante reactivo que permitiría una buena compatibilidad con las CBCA y ceniza de madera. Lo cual sugiere una opción para mejorar las propiedades físico-mecánicas del compuesto.

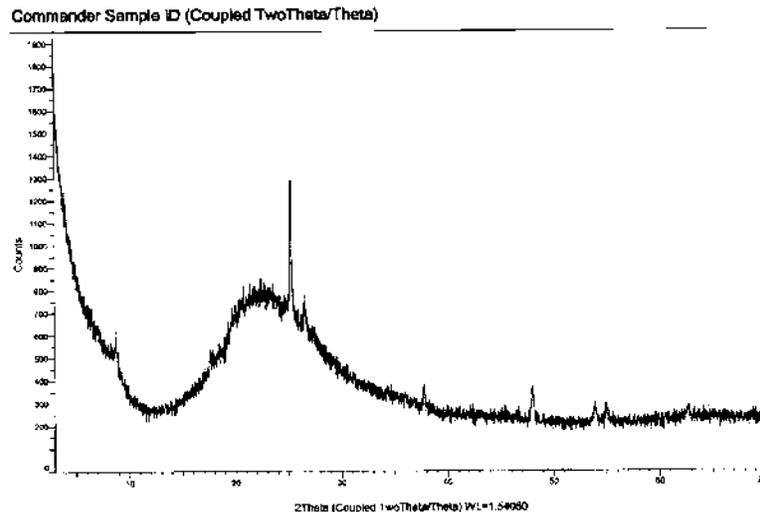
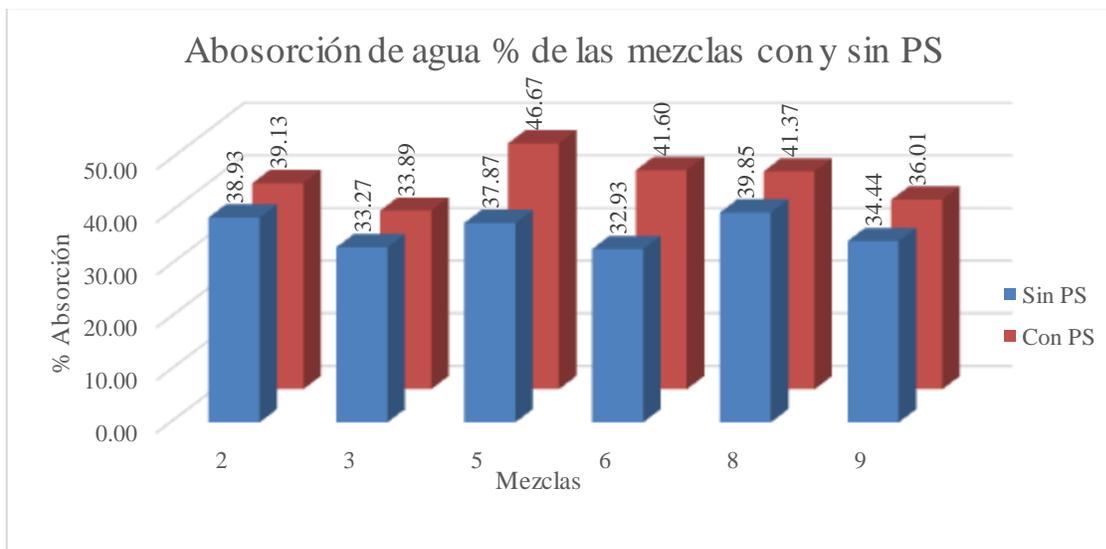


Figura 28. XRD de MC

### 4.3.1 Caracterización Físico - Mecánica

#### 4.1.3.1 Determinación de absorción de Agua

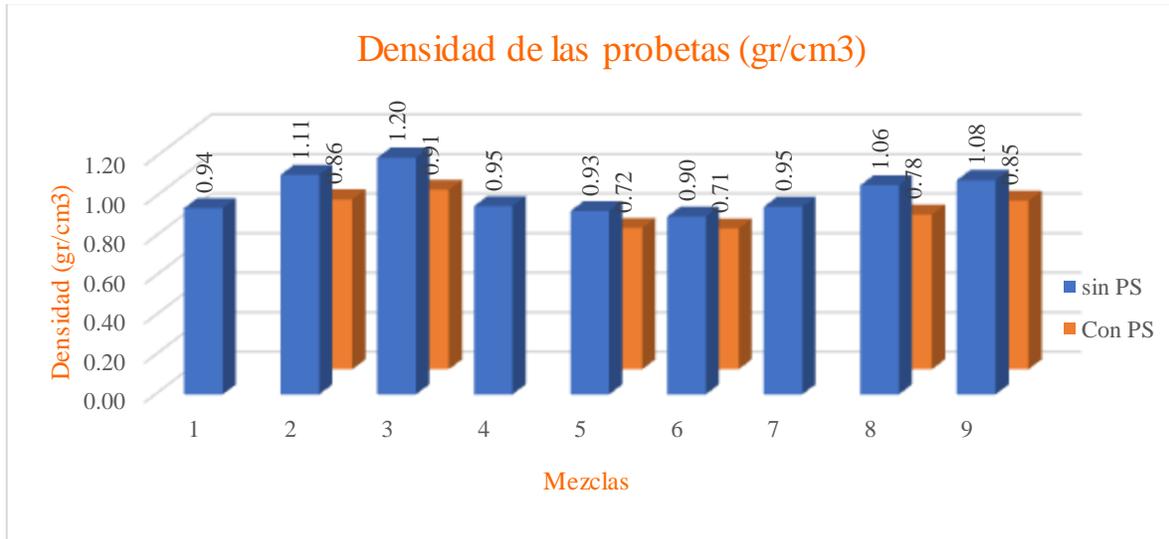
A las probetas secas se les realizó la absorción de agua (en base en la diferencia de pesos) [33]. Las mezclas 2, 5 y 8 absorbieron más agua que las mezclas 3, 6 y 9 (Figura 29), cuando incluyen o no PS, debido a que las mezclas 2, 5 y 8 contienen mayor cantidad de metacaolín (altamente higroscópico). Adicionalmente, las mezclas con PS absorbieron ligeramente más agua debido a la presencia de poros generados al deformarse el PS.



**Figura 29** Porcentaje de Absorción de agua de las mezclas 2, 3, 5, 6, 8 y 9 con y sin PS.

## Densidad

Los resultados de densidad de las mezclas con y sin PS, se muestran en la Figura 30.



**Figura 30** Densidad de las probetas con y sin PS.

Si comparamos la mezcla 3 contra las mezclas 1 y 2, y por otra parte comparamos la mezcla 9 contra las mezclas 7 y 8, son las mezclas 3 y 9 las que mayores valores de densidad presentan (no así la mezcla 6 contra las mezclas 4 y 5). Lo anterior coincide cuando las mezclas contienen PS como cuando no lo contienen. Por lo tanto, se aprecia una clara tendencia de que, a mayor cantidad de cenizas en la mezcla, mayor es la densidad. Siendo congruente con los resultados de dureza y compresión que se muestran en la sección siguiente, donde a mayor concentración de cenizas por mezcla, mayores son los resultados en dichos ensayos.

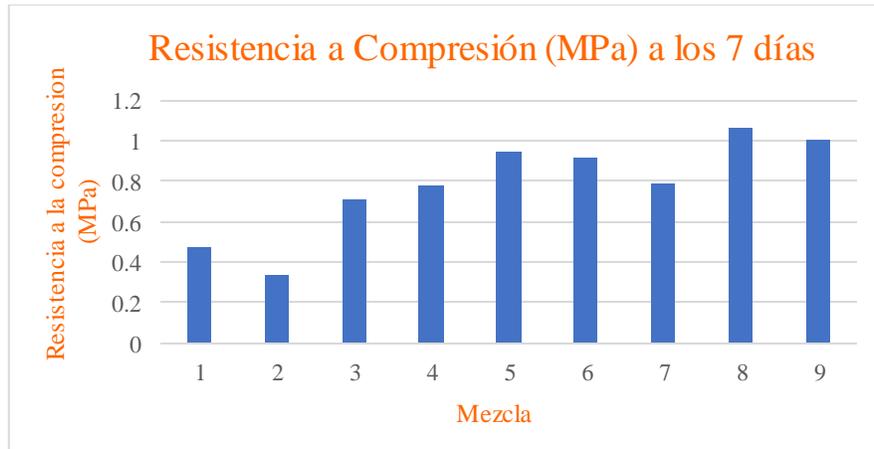
#### 4.1.3.2 Pruebas Físico - Mecánicas.

##### Dureza Vickers

Los valores de Dureza Vickers en las probetas preliminares fueron de 25 HV, previo a la metodología de elaboración de compósitos definitiva, donde se modificó el proceso de secado y la solución de NaOH, con las modificaciones, la Dureza Vickers fue de 100 HV. Al modificar el diseño de experimentos la cantidad de ceniza se incrementó considerablemente, los valores de Dureza Vickers alcanzaron los 250 HV.

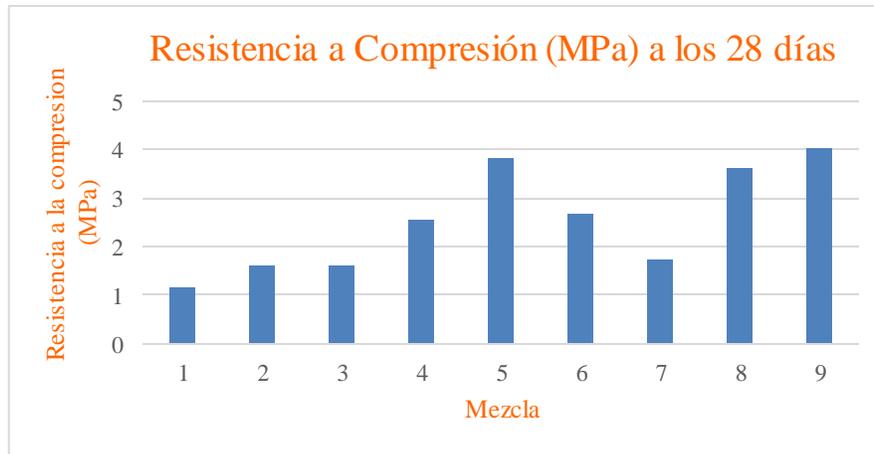
##### Resistencia a la compresión

Los ensayos de compresión de las probetas de CME, CBCA y MC a los 7 y 28 días se muestran en las Figuras 28 y 29 respectivamente.



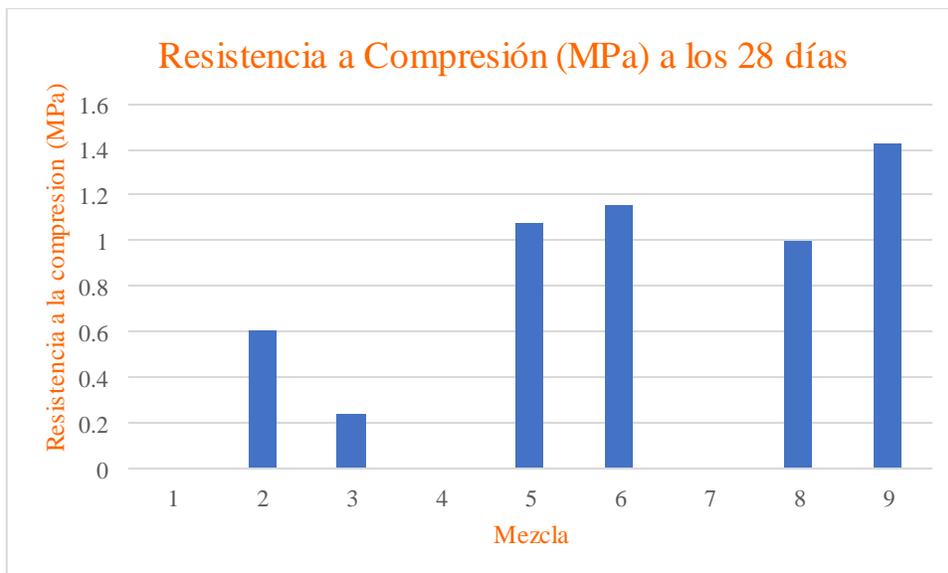
**Figura 31** Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar después de 7 días.

Los valores de resistencia a compresión a los 7 días (Figura 31) están en el rango de 0.33-1.06 MPa. Este rango aumentó a los 28 días (Figura 32) con valores de 1.17-4.04 MPa. El valor de 4.04 Mpa, de la mezcla número 9 (CME 42.5%, CBCA 42.5%, MC 15%) está dentro del rango obtenido por Madurwar, M. en 2014 [34] de 3.29 a 6.59 MPa, quien creó un material compuesto de CBCA, cal y polvo de cantera. La misma resistencia en compresión (4.04 MPa) de la mezcla 9, es cercana a los 6.5 MPa reportados por Duan, P. en 2017 [35] quien elaboró un geopolímero de metacaolín.



**Figura 32** Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar después de 28 días.

Los valores de compresión de las probetas de CME, CBA y MC con PS a los 28 días (Figura 33) están entre 0.24-1.42 MPa. Como se preveía, al adicionar el poliestireno la resistencia a la compresión y densidad disminuyó un 66% y un 25% respectivamente respecto a la densidad original.



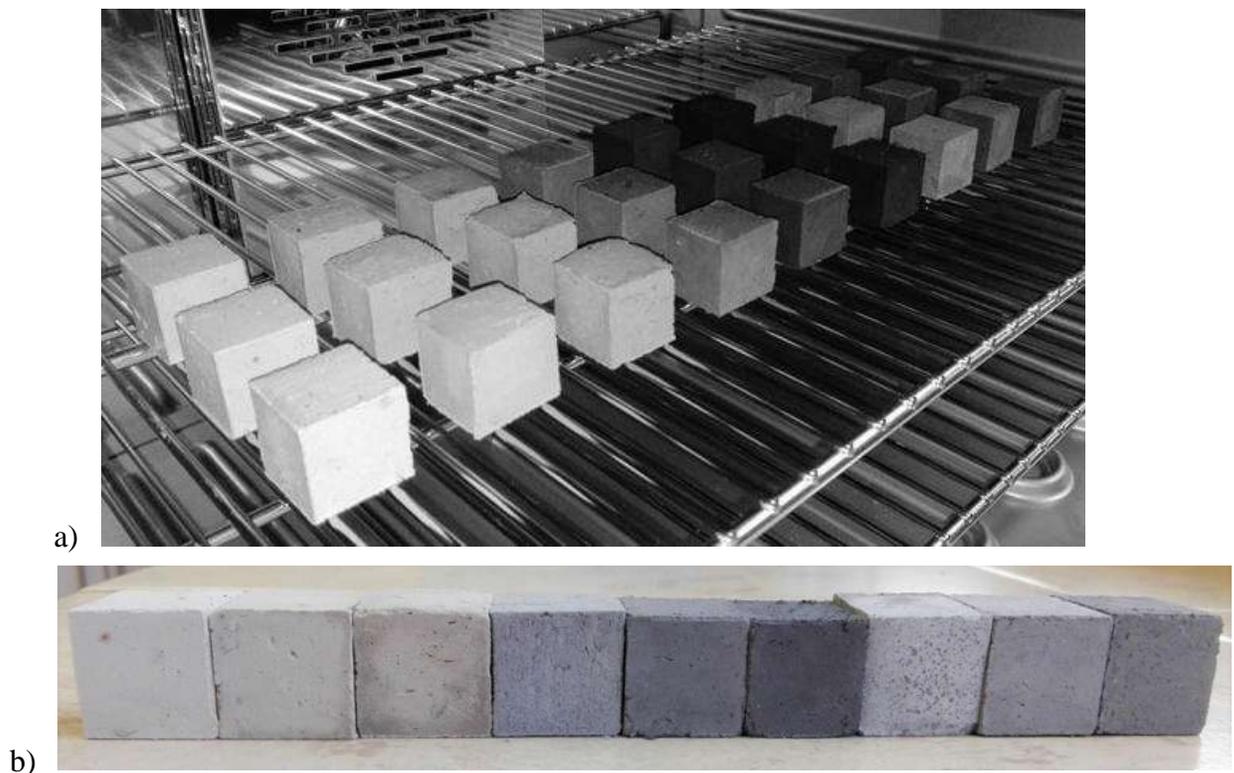
**Figura 33** Resistencia a la compresión de los diferentes compósitos de metacaolín-cenizas de madera de encino y/o caña de azúcar con poliestireno expandido después de 28 días.

Así también, se observa en los gráficos anteriores (figuras 31, 32 y 33) una tendencia de las mezclas 2, 3, 5, 6 y 9 a presentar valores superiores de resistencia a compresión; estas mezclas son las que contienen mayor cantidad de cenizas, lo cual indica que a mayor

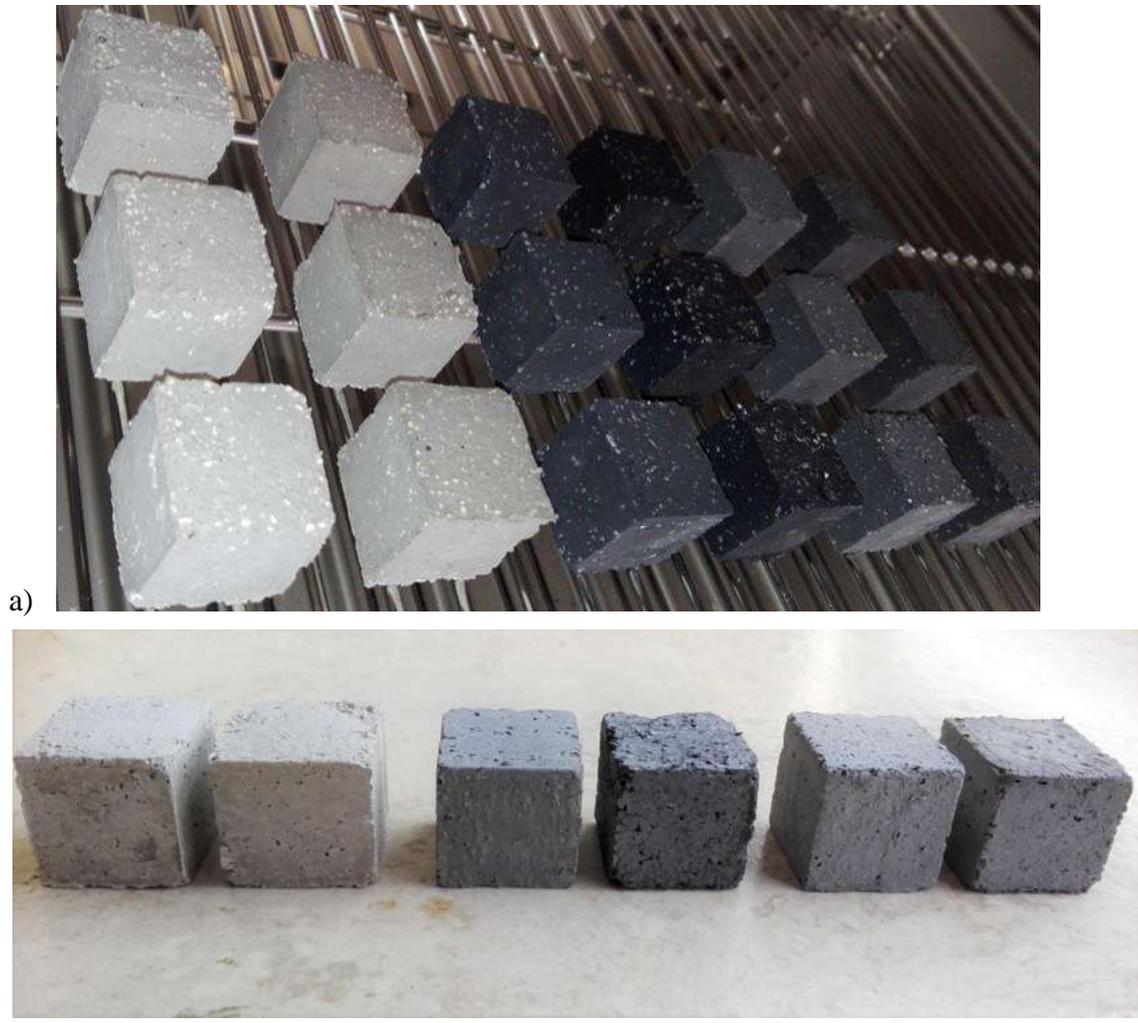
cantidad de ceniza se refuerza o incrementa las propiedades mecánicas del compuesto. Estos resultados están relacionados directamente a los componentes de las cenizas, como lo corroboramos en los análisis de XRF, el MC contiene óxidos de Al y de Si, los cuales son puzolánicos y reaccionan muy bien con el CaO del CME (73%) y de CBCA (5.77%).

La CBCA contiene alto porcentaje de K (57.5%), lo cual favorece la reacción al agregar el agua. Por su parte la CME contiene 9.89%.

Las reacciones con los anteriores compuestos nos dan como producto silicatos y aluminatos cálcicos, los cuales son los responsables de incrementar la resistencia a la compresión y dureza del mortero.



**Figura 34** Compósitos de cenizas de encino, caña de azúcar y metacaolín a) antes de rampa de calentamiento, b) después de rampa de calentamiento.



**Figura 35** Compositos de cenizas de encino, caña de azúcar, metacaolín y poliestireno expandido a) antes de rampa de calentamiento, b) después de rampa de calentamiento.

En las figuras 34 y 35 se observa la homogeneidad visual obtenida en las probetas elaboradas con las proporciones descritas en la tabla 3 (Diseño de Experimentos), éstas mismas características se presentan en las probetas adicionadas con poliestireno. Estas exhiben algunas porosidades, pero no presentan resquebrajamientos ni grietas a simple vista.

#### 4.1.3.3 Análisis estadístico

Las tablas 12 y 13 muestran los resultados de resistencia a la compresión obtenidos por las probetas de CME, CBCA, MC con y sin PS a los 28 días.

**Tabla 12** Resistencia a la compresión de las probetas de CME, CBCA, MC a los 28 días.

Mezcla	CME %	CBCA %	MC %	Compresión (Mpa)
1	35	0	65	1.17
2	65	0	35	1.61
3	85	0	15	1.62
4	0	35	65	2.56
5	0	65	35	3.80
6	0	85	15	2.67
7	17.5	17.5	65	1.74
8	32.5	32.5	35	3.60
9	42.5	42.5	15	4.04

**Tabla 13** Resistencia a la compresión de las probetas de CME, CBCA, MC, PS a los 28 días.

Mezcla	CME %	CBCA %	MC %	Compresión (Mpa)
2	65	0	35	0.60
3	85	0	15	0.24
5	0	65	35	1.07
6	0	85	15	1.15
8	32.5	32.5	35	1.00
9	42.5	42.5	15	1.42

Una vez analizada la información de las tablas 12 y 13 de resistencia a la compresión obtenida por las probetas mediante el modelo de regresión lineal múltiple y empleando un nivel de confianza del 95% se encontró que no existe evidencia estadística suficiente para

probar la que los materiales utilizados (CBCA, CME o MC) influyan en la resistencia mecánica.

La tabla 14 muestra los resultados del análisis de varianza (ANOVA) donde es posible analizar a través del método p y el método F la nula influencia de los materiales sobre la resistencia.

**Tabla 14** Análisis de Varianza

	<i>Grados de libertad</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Valor p</i>
Regresión	3	0.51387856	0.17129285	1.98655701	0.352125699
Residuos	3	0.38801698	0.12933899		
Total	6	0.90189554			

## CAPITULO V CONCLUSIONES

1. Se determinó la composición y se caracterizó cada uno de los materiales empleados en la obtención del compósito a través de Fluorescencia de Rayos X (XRF), Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Viscosimetría.

2. Se establecieron las proporciones óptimas y la geometría de las fases de las diferentes formulaciones mediante un análisis morfológico y estructural.

La CBCA (cenizas de bagazo de caña de azúcar) y CME (ceniza de madera de encino) influyen en la morfología y uniformidad homogeneidad superficial de las probetas. Las probetas que contenían CBCA presentaron una mayor homogeneidad superficial que las probetas con CME. Adicionalmente, en ambas probetas, las que contenían CBCA y CME presentaron arreglos cristalinos en forma de flores que se atribuyen al carbonato de calcio. Con esto se incrementó su resistencia a la compresión.

3. Al analizar los datos mediante regresión lineal múltiple se observa que no hay diferencia estadística significativa de los materiales formulados con CBCA, CME o MC y PS sobre las variables respuesta de resistencia a la compresión y la dureza.

La concentración de cenizas influye en la resistencia a la compresión y la dureza. Las probetas con mayor concentración de cenizas presentaron los valores más altos de resistencia a la compresión y dureza. Incluso presentan valores mayores de densidad.

La concentración de metacaolín influye en la absorción de agua. Las probetas con mayor contenido de metacaolín con y sin la presencia de PS absorbieron mayor cantidad de agua (son más higroscópicas). Este comportamiento influye sobre la resistencia mecánica, ya que las probetas con mayor contenido de metacaolín reportaron valores menores resistencia a la compresión y la dureza.

La presencia del PS influye en la absorción de agua. Las probetas con PS absorbieron mayor cantidad de agua. Esto debido a la presencia de poros generados al deformar al PS, lo cual reduce de la resistencia a la compresión.

4. Se ha demostrado la factibilidad y el potencial uso de las cenizas generadas como desecho en procesos productivos para la generación de compósitos activados con catalizadores alcalinos.

**BIBLIOGRAFIA**

- [1] Quesada-Solís, K., Alvarado-Aguilar, P., Sibaja-Ballester, R., & Vega-Baudrit, J. (2005). Utilización de las fibras del rastrojo de piña (*Ananas comusus*, variedad champaka) como material de refuerzo en resinas de poliéster. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 6, 157-179.
- [2] Tapia, C., Paredes, C., Simbaña, A., & Bermúdez, J. (2006). Aplicación de las Fibras Naturales en el Desarrollo de Materiales Compuestos y como Biomasa. *Revista Tecnológica-ESPOL*, 19(1).
- [3] Faria, K. C. P., & Holanda, J. N. F. (2012). Using SEM/EDS for characterization of clay ceramic bearing sugarcane bagasse ash waste. *Current Microscopy Contributions to Advances in Science and Technology*, 1085-1092.
- [4] Meng, X., Zhang, Y., Lu, J., Zhang, Z., Liu, L., & Chu, P. K. (2013). Effect of bamboo charcoal powder on the curing characteristics, mechanical properties, and thermal properties of styrene-butadiene rubber with bamboo charcoal powder. *Journal of Applied Polymer Science*, 130(6), 4534-4541.
- [5] Castaldelli, V. N., Akasaki, J. L., Melges, J. L. P., Tashima, M. M., Soriano, L., Borrachero, M. V., . . . Payá, J. (2013). Use of slag/sugar cane bagasse ash (SCBA) blends in the production of alkali-activated materials. *Materials*, 6(8), 3108-3127.
- [6] Poletto, M., Dettenborn, J., Zeni, M., & Zattera, A. J. (2011). Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour. *Waste Management*, 31(4), 779-784.
- [7] Teixeira, S. R., Romero, M., & Rincón, J. M. (2010). Crystallization of SiO<sub>2</sub>-CaO-Na<sub>2</sub>O glass using sugarcane bagasse ash as silica source. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(2), 450-455.
- [8] da Costa, C. E., López, F. V., & Castelló, J. M. T. (2000). Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones. *Revista de metalurgia*, 36(3), 179-192.
- [9] Miravete, A., & Cuartero, J. (Eds.). (2003). *Materiales compuestos* (Vol. 1). Reverté.

- [10] Besednjak, A., & Dietrich, A. B. (2005). *Materiales compuestos* (Vol. 100). Univ. Politèc. de Catalunya.
- [11] Diez, S. G. (2011). Fibras y materiales de refuerzo: Los poliésteres reforzados aplicados a la realización de piezas en 3D. *Revista iberoamericana de polímeros*, 12(5).
- [12] Payá, J., Monzó, J., Borrachero, M. V., Díaz- Pinzón, L., & Ordóñez, L. M. (2002). Sugar- cane bagasse ash (SCBA): studies on its properties for reusing in concrete production. *Journal of Chemical technology and Biotechnology*, 77(3), 321-325.
- [13] Saraz, O., Alexander, J., Varón A., & Herrera M., J. A. (2007). Mechanical behavior of the concrete reinforced with sugar cane bagasse fibers. *Dyna*, 74(153), 69-79.
- [14] Souza, A. E., Teixeira, S. R., Santos, G. T. A., Costa, F. B., & Longo, E. (2011). Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials. *Journal of Environmental Management*, 92(10), 2774-2780.
- [15] Prusty, J. K., Patro, S. K., & Basarkar, S. S. (2016). Concrete using agro-waste as fine aggregate for sustainable built environment—A review. *International Journal of Sustainable Built Environment*, 5(2), 312-333.
- [16] Quiñones, J. G. R., Windeisen, E., & Strobel, C. (2016). Composición química del duramen de la madera de *Quercus candicans* Neé. *Madera y Bosques*, 6(2), 73-80.
- [17] (3 Junio, 2011) *Tecnología de los plásticos*. Obtenido en (<http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.mx/2011/06/poliestireno.html>)
- [18] Mejía de Gutiérrez, R. U. B. Y., Torres, J., Silva, J., & Delvasto, S. (2010). Influencia de la adición de metacaolín a morteros y hormigones. *Boletín Geológico y Minero*, 117(4), 715-722.
- [19] A.J.Garratt-Reed y D.C.Bell, *Energy-Dispersive X-Ray Analysis in the Electron Microscope* (BIOS Scientific Publishers Limited, 2003).
- [20] *Difracción de rayos X en muestra policristalina*. Obtenido en (<http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/DRXP.htm>)

- [21] Ziolkowski, M., & Kovtun, M. (2017). Confined-direct electric curing of NaOH-activated fly ash based brick mixtures under free drainage conditions: Part 1. factorial experimental design. *Construction and Building Materials*, *155*, 1050-1062.
- [22] Davidovits, J. (2011). Geopolymer chemistry and applications. The manufacture of geopolymer cement (3rd ed.). (pp. 533– 556). Saint-Quentin, Paris: Geopolymer Institute.
- [23] León-Bermúdez, A. Y., & Salazar, R. (2008). Synthesis and characterization of the polystyrene-asphaltene graft copolymer by FT-IR spectroscopy. *CT&F-Ciencia, Tecnología y Futuro*, *3*(4), 157-167.
- [24] Singh, G., & Subramanian, K. (2016). Quantitative XRD study of amorphous phase in alkali activated low calcium siliceous fly ash. *Construction and Building Materials*, *124*, 139-147.
- [25] Sampaio, Z. L. M., Souza, P. A. B. F., & Gouveia, B. G. (2014). Análise da influência das cinzas do bagaço de cana-de-açúcar no comportamento mecânico de concretos. *Revista IBRACON de estruturas e materiais*, *7*, 626-647.
- [26] Rüscher, C. H., Melcarek, E., M., Wongpa, J., Jaturapitakul, C., Jirasit, F., & Lohaus L. (2011). Silicate-, aluminosilicate and calciumsilicate gels for building materials: chemical and mechanical properties during ageing. *Eur. J. Mineral*, *23*, 111–124.
- [27] Tchakouté, H. K., Rüscher, C. H., Hinsch, M., Djobo, J. N. Y., Kamseu, E., & Leonelli, C. (2017). Utilization of sodium waterglass from sugar cane bagasse ash as a new alternative hardener for producing metakaolin-based geopolymer cement. *Chemie der Erde-Geochemistry*, *77*(2), 257-266.
- [28] Sócrates, G., (2001). *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts*. West Sussex, England: Jhon Wiley & Sons.
- [29] Pastero, L., (2019). *Carbonates*. Basel, Switzerland: MDPI.
- [30] Sharma, M., Khan, A. A., Puri, S. K., & Tuli, D. K. (2012). Wood ash as a potential heterogeneous catalyst for biodiesel synthesis. *Biomass and bioenergy*, *41*, 94-106.
- [31] Castaldelli, V. N., Moraes, J. C. B., Akasaki, J. L., Melges, J. L. P., Monzó, J., Borrachero, M. V., ... & Tashima, M. M. (2016). Study of the binary system fly

ash/sugarcane bagasse ash (FA/SCBA) in SiO<sub>2</sub>/K<sub>2</sub>O alkali-activated binders. *Fuel*, 174, 307-316.

[32] Cui, H., Yan, X., Tang, L., & Xing, F. (2017). Possible pitfall in sample preparation for SEM analysis-A discussion of the paper “Fabrication of polycarboxylate/graphene oxide nanosheet composites by copolymerization for reinforcing and toughening cement composites” by Lv et al. *Cement and Concrete Composites*, 77, 81-85.

[33] Godoy, H. (2014). *Caracterización térmica acústica y mecánica de un mortero celular ecológico*. (Tesis de maestría). Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, México.

[34] Madurwar, M. V., Mandavgane, S. A., & Ralegaonkar, R. V. (2014). Use of sugarcane bagasse ash as brick material. *Current Science*, 1044-1051.

[35] Duan, P., Song, L., Yan, C., Ren, D., & Li, Z. (2017). Novel thermal insulating and lightweight composites from metakaolin geopolymer and polystyrene particles. *Ceramics International*, 43(6), 5115-5120. doi:10.1016/j.ceramint.2017.01.025.

[36] R. San Nicolas , M. Cyr , G. Escadeillas. Characteristics and applications of flash metakaolins. *Applied Clay Science* 83–84 (2013) 253–262.

[37] López-Lara, T., Hernández-Zaragoza, J. B., Horta-Rangel, J., Coronado-Márquez, A., & Castaño-Meneses, V. M. (2010). Polímeros para la estabilización volumétrica de arcillas expansivas. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 11(3), 159-168.

[38] Yu, P.; Kirkpatrick, R.J.; Poe, B.; McMillan, P.F.; Cong, X. (1999) Structure of calcium silicate hydrate (C-S-H): Near-, mid-, and far-infrared spectroscopy. *J. Am. Ceram. Soc.* 82(3), 742–748.