



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO



INTITUTO DE INVESTIGACION EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**GESTIÓN Y VALORIZACIÓN DE CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA
TERMOELÉCTRICA MEDIANTE GEOPOLIMERIZACIÓN ALCALINA**

Tesis que para obtener el Grado de
Maestra en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

ING. NADIA ISABEL FLORES JACOBO

Director de tesis

DR. CARLOS ALBERTO LEÓN PATIÑO

Codirectora de tesis

DRA. DEISY RAMÍREZ VINASCO

Morelia, Michoacán, México. Febrero 2026



Morelia Mich., 17 de febrero de 2026

ING. NADIA ISABEL FLORES JACOBO

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada *“Gestión y valorización de cenizas volantes de la industria termoeléctrica mediante geopolimerización alcalina”*, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

02001616	Dr. Carlos Alberto León Patiño	Director de tesis
CONV0925	Dra. Deisy Ramírez Vinasco	Co-directora
97003581	Dr. Juan Zárate Medina	Vocal
19000251	Dra. Tzarara López Luke	Vocal
99002370	Dr. Ramiro Escudero García	Vocal
02001578	Dra. Ena Athenea Aguilar Reyes	Vocal

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.



Dr. Ariosto Medina Flores
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

AGRADECIMIENTOS

Agradezco principalmente a Dios, a mis padres Héctor Flores y María Hilda Jacobo por brindarme su apoyo a lo largo de toda mi etapa académica.

Al Dr. Carlos Alberto León Patiño por brindarme la oportunidad de desarrollar mi proyecto de investigación y de ser parte de su laboratorio de materiales compuestos.

A la Dra. Deisy Ramírez Vinasco por orientarme y compartirme de su conocimiento a lo largo de este proyecto.

A la secretaria de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por el apoyo recibido para la realización del proyecto mediante la beca de manutención otorgada.

A mi comité sinodal Ramiro Escudero García, Juan Zarate Medina, Tzarara López Luke por su orientación para la conclusión de este proyecto. Así mismo agradezco a todos los técnicos de laboratorios del Instituto de Metalurgia y Materiales por su aportación en el desarrollo de mi proyecto.

A mis compañeros del laboratorio de materiales compuestos por brindarme su apoyo y motivación.

Agradezco y dedico este trabajo a la familia Mónico Flores.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS	i
ÍNDICE GENERAL	ii
ÍNDICE DE FIGURAS	vi
ÍNDICE DE TABLAS	ix
RESUMEN	x
ABSTRACT	xii
CAPÍTULO 1.....	1
INTRODUCCIÓN	1
1.1 Justificación	3
1.2 Objetivo general.....	4
1.2.1 Objetivos particulares	4
1.3 Hipótesis	5
1.4 Metas científicas	5
CAPÍTULO 2.....	6
REVISIÓN BIBLIOGRAFICA.....	6
2.1 Origen y generación de las cenizas volantes	6
2.2 Propiedades fisicoquímicas de las cenizas volantes	8
2.3 Composición de las cenizas volantes.....	9
2.3.1 Clasificación de las cenizas volantes	11
2.3.2 Presencia y distribución de metales pesados en cenizas volantes	12
2.4 Comportamiento de lixiviación en cenizas volantes	12
2.5 Usos y valorización de las cenizas volantes	14
2.6 Estabilización y solidificación (E/S)	15

2.6.1 Fundamentos químicos y mecanismos de la estabilización/solidificación.....	16
2.7 Geopolimerización.....	18
2.7.1 Mecanismos de la geopolimerización.....	20
2.7.2 Fuentes de aluminosilicatos	22
2.7.3 Fuentes alcalinas	24
2.8 Variables de síntesis de materiales geopolímeros	27
2.8.1 Efecto del contenido de agua	27
2.8.2 Efecto de la temperatura	28
2.8.3 Efecto del tiempo de curado	29
2.8.4 Efecto del tiempo de agitación de las pastas	29
2.9 Mecanismos de retención de los metales pesados en geopolímeros.....	30
2.9.1 Mecanismos de retención del zinc (Zn).....	30
2.9.2 Mecanismos de retención del cromo (Cr).....	32
2.9.3 Mecanismos de retención del arsénico (As)	32
2.9.4 Mecanismos de retención del plomo (Pb)	33
CAPÍTULO 3.....	35
DESARROLLO EXPERIMENTAL	35
3.1 Materiales	36
3.2 Caracterización química, física y microestructural de las cenizas volantes	36
3.2.1 Tamaño y distribución de partículas.....	36
3.2.2 Densidad real	37
3.2.3 Área superficial específica.....	37
3.2.4 Fluorescencia de rayos X (XRF)	38
3.2.5 Difracción de rayos X (DRX).....	38
3.2.6 Microscopia electrónica de barrido (MEB)	38

3.2.7 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)	38
3.2.8 Estudios de toxicidad y lixiviación de las cenizas volantes	39
3.3 Síntesis de los geopolímeros.....	40
3.3.1 Preparación de las pastas	40
3.3.2 Vaciado de las pastas	40
3.3.3 Curado de las pastas.....	41
3.4 Caracterización química, física y microestructural de los geopolímeros	41
3.4.1 Difracción de rayos X (DRX).....	41
3.4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	42
3.4.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)	42
3.5 Estudios de toxicidad y lixiviación de los geopolímeros.....	43
3.6 Resistencia a la compresión.....	43
CAPÍTULO 4.....	45
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	45
4.1 Caracterización del precursor: cenizas volantes	45
4.1.1 Composición química	45
4.1.2 Fases cristalinas y grado de amorficidad	47
4.1.3 Grupos funcionales (FT-IR)	48
4.1.4 Morfología y microestructura	49
4.1.5 Distribución de tamaño de partícula	52
4.1.6 Área superficial específica y densidad real	53
4.2 Contenido y lixiviación de metales pesados en cenizas volantes	54
4.3 Síntesis de geopolímeros y caracterización microestructural	56
4.3.1 Morfología de los geopolímeros (SEM)	56
4.3.2 Composición elemental y mapeo (EDS).....	59

4.3.3 Identificación de fases (DRX)	65
4.3.4 Grupos funcionales (FT-IR)	67
4.4 Eficiencia de inmovilización/solidificación de metales pesados	71
4.4.1 Estudios de lixiviación en geopolímeros	71
4.4.2 Eficiencia de inmovilización de metales pesados.....	74
4.5 Caracterización mecánica y análisis de fractura	78
CAPÍTULO 5.....	83
CONCLUSIONES	83
TRABAJO A FUTURO	85
CAPÍTULO 6.....	86
REFERENCIAS	86

ÍNDICE DE FIGURAS

Capítulo 2

Figura 2.1 Distribución porcentual de la energía eléctrica en México a partir de distintas tecnologías [3].	6
Figura 2.2 Esquema del proceso de recolección de las cenizas volantes en centrales termoeléctricas [5].	7
Figura 2.3 Morfología típica de las cenizas volantes [9].	9
Figura 2.4 Impacto ambiental asociado a la disposición y lixiviación de cenizas volantes [17]. .	13
Figura 2.5 Uso de las cenizas volantes en aplicaciones industriales y de la construcción [27]. ...	15
Figura 2.6 Variación de la solubilidad de hidróxidos metálicos en el pH [31].	17
Figura 2.7 Especiación química de Zn en cenizas volantes de incineradoras de residuos sólidos urbanos (MSWI) y en muestras tratadas mediante E/S [32].	18
Figura 2.8 Estructura tridimensional del gel geopolimérico [35].	19
Figura 2.9 Esquema de las etapas de formación del gel geopoliméricos [38].	20
Figura 2.10 Transformación estructural del caolín (a) durante su calcinación y conversión a metacaolín (b) [46].	23
Figura 2.11 Descripción microestructural del proceso de formación de geopolímeros a partir de ceniza volante [51].	24
Figura 2.12 Disolución de Al y Si en NaOH (parte superior) y KOH (parte inferior) [52].	25
Figura 2.13 Microestructura de geopolímeros obtenidos con diferentes tiempos de agitación (a) 1 min, (b) 6 min y (c) 10 min [72].	30
Figura 2.14 Mecanismos de solidificación del Zn y Pb [77].	31

Capítulo 3

Figura 3.1 Esquema general del desarrollo experimental.	35
Figura 3.2 Extractor comercial modelo ZHE1000 de acero inoxidable 316 utilizado para los ensayos de lixiviación según el método EPA TCLP 1311.	39
Figura 3.3 Esquema detallado del procedimiento de síntesis de geopolímeros a partir de ceniza volante mediante activación alcalina.	41
Figura 3.4 a) área global y b) área reducida en el patrón de difracción de rayos X.	42

Capítulo 4

Figura 4.1 Difractograma de las cenizas volantes.	48
Figura 4.2 Espectro FT-IR de las cenizas volantes.....	49
Figura 4.3 Morfología de las cenizas volantes: a) cenosferas y b) detalle interno de una cenosfera fracturada (posible pleroesfera).	50
Figura 4.4 Mapeo elemental en la superficie de una partícula esférica de ceniza volante.	51
Figura 4.5 Distribución de tamaño de partícula de las cenizas volantes (histograma de frecuencia y curva acumulativa volumétrica).	53
Figura 4.6 Aspecto macroscópico del geopolímero obtenido con 10 min de agitación.	57
Figura 4.7 Evolución microestructural de los geopolímeros preparados con tiempos de agitación de 5, 10 y 20 minutos, evaluados a 7, 14, 21 y 28 días de curado.....	59
Figura 4.8 Análisis químico puntual (EDS) en superficies de fractura de geopolímeros curados 28 días y sintetizados con diferentes tiempos de agitación. a) 5 min, b) 10 min, c) 20 min. La señalética indica las zonas analizadas.	61
Figura 4.9 Mapeo elemental (EDS) del geopolímero mezclado durante 5 min y curado 28 días. a) Imagen SEM, b) silicio, c) sodio, d) aluminio, e) oxígeno.	64
Figura 4.10 Patrones de difracción de rayos X de geopolímeros curados por 28 días, preparados con tiempos de agitación de: a) 5 min, b) 10 min y c) 20 min.	65
Figura 4.11 Espectros FT-IR de geopolímeros preparados con tiempos de agitación de 5, 10 y 20 min, curados a: a) 7 días, b) 14 días, c) 21 días y d) 28 días. Incluye el espectro de la ceniza volante cruda para comparación.	69
Figura 4.12 Concentraciones de metales pesados en lixiviados de geopolímeros preparados con 5, 10 y 20 min de agitación (curado 28 días). Línea punteada roja señala el límite máximo permisible según NOM-001-SEMARNAT-2021. a) Zn, b) Cu, c) Cr, d) Ni, e) As, f) Co, g) Pb.	72
Figura 4.13 Eficiencia de inmovilización de metales pesados en función del tiempo de agitación de los geopolímeros.	75
Figura 4.14 Curva esfuerzo-deformación del geopolímero preparado durante 5 min.....	80
Figura 4.15 Micrografías SEM de la superficie de fractura del geopolímero tras el ensayo de compresión: a) y b) grietas principales que atraviesan la matriz geopolimérica (100x y 250x);	

c) y d) detalle de zonas porosas y partículas esféricas parcialmente no reaccionadas (500x y 1000x).....	81
--	----

ÍNDICE DE TABLAS

Capítulo 2

Tabla 2.1 Composición química de las cenizas provenientes de distintos tipos de carbón [13]. ... 10

Tabla 2.2 Criterios químicos para la clasificación de las cenizas volantes [14]..... 11

Capítulo 4

Tabla 4.1 Composición química de las cenizas volantes..... 46

Tabla 4.2 Área superficial específica, densidad real y tamaño medio de partícula de las cenizas volantes. 54

Tabla 4.3 Concentración de metales pesados en lixiviados de cenizas volantes (método TCLP) y comparación con límites máximos permisibles según la NOM-001-SEMARNAT-2021. 55

RESUMEN

La generación eléctrica mundial depende ~80 % de combustibles fósiles; en México ~30 % proviene de termoeléctricas a carbón, generando ~10 millones ton/año de cenizas volantes. Este residuo, depositado en vertederos abiertos, libera metales tóxicos (Zn, Cu, Cr, Ni, Co, As, Pb) por lixiviación, contaminando suelos y agua, especialmente en la costa del Pacífico.

La investigación evaluó cenizas volantes mexicanas como precursor de geopolímeros por activación alcalina con NaOH, analizando la formación/estabilidad de la red aluminosilicatada según tiempo de reacción, su capacidad de inmovilizar metales pesados y su viabilidad como alternativa sustentable para gestión del residuo y uso en construcción.

La caracterización inicial confirmó que se trata de una ceniza volante clase F, con alto contenido de SiO₂, Al₂O₃ y Fe₂O₃ (86.7 % combinados), relación molar Si/Al de 2.8, estructura predominantemente amorfa y partículas esféricas (más del 51 % entre 0.73 y 13.40 µm), características idóneas para la geopolimerización. Sin embargo, los ensayos TCLP revelaron concentraciones de Cr y As que superan los límites permisibles de la NOM-001-SEMARNAT-2021, confirmando su clasificación como residuo peligroso sin tratamiento.

La síntesis de geopolímeros generó matrices consolidadas de aluminosilicatos de sodio hidratados (N–A–S–H). Tiempos de agitación prolongados (hasta 20 min) favorecieron la disolución de especies Si y Al y el avance de la policondensación, aunque el mejor desempeño global se obtuvo con 5 min de agitación. Esta condición promovió una mayor porosidad abierta, incremento de sitios de adsorción y presencia de grupos hidroxilo, lo que facilitó la precipitación de hidróxidos estables.

Los geopolímeros demostraron eficiencias de inmovilización superiores al 90 % para Cr, Cu, Co y Ni, con reducciones significativas también en Zn y As (~50 %). Los principales mecanismos de retención incluyeron precipitación de hidróxidos, complejación superficial, intercambio iónico e incorporación estructural en la red N–A–S–H. El Cr quedó por debajo de los límites normativos, mientras que Pb y As mostraron retenciones menores debido a redisolución en medio ácido y repulsión electrostática, respectivamente.

Desde el punto de vista mecánico, el geopolímero óptimo alcanzó 41 ± 3.13 MPa de resistencia a compresión a 28 días, con comportamiento frágil típico de aluminosilicatos de bajo

calcio y falla cohesiva transgranular, evidenciando excelente adherencia entre el gel y las partículas residuales.

En conclusión, la geopolimerización por activación alcalina representa una estrategia efectiva y sostenible para la valorización de cenizas volantes tipo F. El proceso logra una alta inmovilización de metales pesados, mitiga el riesgo toxicológico del residuo y genera un material con propiedades mecánicas adecuadas para aplicaciones estructurales o ambientales, contribuyendo a la economía circular y a la gestión responsable de residuos industriales peligrosos en el contexto mexicano.

Palabras clave: Cenizas volantes, geopolímeros, solidificación/estabilización, geles N–A–S–H, lixiviación.

ABSTRACT

Global electricity generation relies on approximately 80 % fossil fuels; in Mexico, ~30 % comes from coal-fired thermal power plants, producing ~10 million tonnes/year of fly ash. This waste, predominantly disposed of in open landfills, releases toxic heavy metals (Zn, Cu, Cr, Ni, Co, As, Pb) through leaching under weathering conditions, leading to soil and water contamination, particularly in humid and warm coastal Pacific regions.

The study assessed Mexican fly ash as a precursor for geopolymer synthesis via alkaline activation with NaOH. It examined the formation and stability of the aluminosilicate network as a function of reaction time, its capacity to immobilize heavy metals, and its feasibility as a sustainable alternative for waste management and use in construction.

Initial characterization confirmed Class F fly ash, with high combined SiO₂, Al₂O₃, and Fe₂O₃ content (86.7 %), Si/Al molar ratio of 2.8, predominantly amorphous structure, and spherical particles (> 51 % between 0.73 and 13.40 µm), all highly suitable for geopolymerization. However, TCLP leaching tests revealed Cr and As concentrations exceeding the permissible limits of Mexican standard NOM-001-SEMARNAT-2021, confirming its classification as a hazardous waste without treatment.

Geopolymer synthesis produced consolidated matrices of hydrated sodium aluminosilicates (N–A–S–H). Prolonged mixing times (up to 20 min) enhanced Si and Al dissolution and polycondensation advancement, although the best overall performance was achieved with 5 min of mixing. This condition promoted higher open porosity, increased adsorption sites, and greater hydroxyl group availability, facilitating stable hydroxide precipitation.

The geopolymers exhibited immobilization efficiencies > 90 % for Cr, Cu, Co, and Ni, with significant reductions also in Zn and As (~50 %). Key retention mechanisms included hydroxide precipitation, surface complexation, ion exchange, and structural incorporation into the N–A–S–H network. Cr concentrations fell below regulatory limits, whereas Pb and As showed lower retention due to re-dissolution in acidic media and electrostatic repulsion of oxyanions, respectively.

Mechanically, the optimal geopolymer achieved 41 ± 3.13 MPa compressive strength at 28 days, displaying typical brittle behavior of low-calcium aluminosilicates and cohesive transgranular fracture, evidencing excellent gel-to-residual-particle adhesion.

In conclusion, alkaline-activated geopolymerization constitutes an effective and sustainable strategy for valorizing Class F fly ash. The process achieves high heavy metal immobilization, mitigates the toxicological risk of the waste, and produces a material with suitable mechanical properties for structural or environmental applications, thereby contributing to circular economy principles and responsible management of hazardous industrial wastes in the Mexican context.

Keywords: Fly ash, geopolymers, solidification/stabilization, N–A–S–H gels, leaching.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

El incremento de la contaminación ambiental asociada a la generación y disposición de residuos industriales constituye uno de los retos ambientales actuales, particularmente en sectores intensivos en el uso de combustibles fósiles. Estos residuos afectan de manera directa a los mantos acuíferos, las tierras de cultivo y la atmósfera, contribuyendo a procesos de degradación ambiental y acumulación de desechos en zonas urbanas e industriales.

En este contexto, la generación de electricidad en centrales termoeléctricas produce grandes volúmenes de residuos sólidos, entre los cuales las cenizas volantes se identifican como uno de los subproductos más abundantes. Estas partículas finas se generan durante la combustión del carbón y son captadas a partir de los gases de combustión del carbón mediante sistemas de filtrado [1]. En una planta termoeléctrica típica, se generan aproximadamente 200 toneladas de cenizas volantes por cada 1500 toneladas de carbón quemado, lo que equivale a cerca del 13 % de la materia prima convertida en desecho [2]. En la práctica, una fracción significativa de este residuo se dispone en vertederos a cielo abierto o en el subsuelo, incrementando su interacción con el ambiente.

Desde el punto de vista químico, las cenizas volantes están constituidas principalmente por óxidos de silicio (SiO_2) y aluminio (Al_2O_3), acompañados de óxidos de hierro (Fe_2O_3 , Fe_3O_4) y calcio (CaO), además de contener trazas de elementos potencialmente tóxicos como arsénico (As), cromo (Cr), níquel (Ni) y plomo (Pb). La exposición de este material a condiciones de intemperismo favorece la lixiviación de dichas especies, las cuales pueden infiltrarse en el suelo y alcanzar cuerpos de agua superficiales o subterráneos, representando un riesgo para los ecosistemas y la salud humana [3]. En consecuencia, la simple disposición del residuo no garantiza la reducción de su peligrosidad ambiental.

A pesar de su carácter problemático, las cenizas volantes presentan un elevado potencial como materia prima secundaria, particularmente en aplicaciones relacionadas con materiales de construcción. No obstante, su aprovechamiento requiere estrategias que aseguren la estabilidad

fisicoquímica del material y la inmovilización efectiva de los elementos tóxicos presentes, de modo que se evite su movilización durante el servicio o la disposición final.

Entre las alternativas propuestas para atender esta problemática destaca la geopolimerización por activación alcalina, proceso mediante el cual los aluminosilicatos presentes en las cenizas volantes reaccionan en medio básico para formar una red aluminosilicatada tridimensional. Esta matriz ha mostrado potencial para inmovilizar especies tóxicas mediante mecanismos fisicoquímicos, al tiempo que permite la obtención de materiales consolidados con menores emisiones de CO₂ en comparación con los cementos convencionales [4, 5].

Sin embargo, aún es limitado el conocimiento sobre la relación entre la composición y reactividad de las cenizas volantes, las condiciones de geopolimerización y la estabilidad de la matriz formada, particularmente en lo referente a la inmovilización efectiva de elementos tóxicos y al desempeño mecánico del material resultante, especialmente para cenizas volantes de origen termoeléctrico mexicano.

En este sentido, el Laboratorio de Materiales Compuestos del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales ha consolidado una línea de investigación orientada a la síntesis y caracterización de materiales con aplicaciones ambientales, lo que ha permitido el desarrollo de un programa integral enfocado en la gestión y valorización de cenizas volantes mediante su transformación en materiales geopoliméricos. En consecuencia, la presente tesis se centra en el estudio de la activación alcalina de cenizas volantes, abordando de manera sistemática la influencia de las condiciones de procesamiento, en particular el tiempo de mezclado, sobre la formación y estabilidad de la red geopolimérica, la inmovilización de metales pesados y el desempeño mecánico del material obtenido. Este planteamiento da sustento a la revisión bibliográfica presentada en el capítulo siguiente, orientada a analizar el origen, las propiedades fisicoquímicas, el comportamiento de lixiviación y los mecanismos de estabilización e inmovilización asociados a cenizas volantes y geopolímeros, como base conceptual para el desarrollo experimental de esta investigación.

1.1 Justificación

La generación de electricidad a nivel mundial depende en aproximadamente un 80 % de combustibles fósiles. En México, cerca del 30 % de la electricidad se produce en centrales termoeléctricas, lo que genera anualmente alrededor de 10 millones de toneladas de cenizas volantes, subproducto de la combustión de carbón que, en su mayoría, se dispone en vertederos a cielo abierto o en el subsuelo, representando un riesgo ambiental significativo. La exposición de este residuo a condiciones de intemperismo favorece la lixiviación de elementos potencialmente tóxicos, con la consecuente contaminación de suelos y cuerpos de agua, lo que hace indispensable el desarrollo de estrategias de gestión que reduzcan su movilidad química y peligrosidad.

En este contexto, la geopolimerización por activación alcalina se presenta como una alternativa técnica viable para la estabilización y solidificación de cenizas volantes, aprovechando sus elevados contenidos de SiO_2 y Al_2O_3 . Bajo condiciones controladas de relación Si/Al, tiempo de reacción y curado, es posible inducir la formación de una red aluminosilicatada tridimensional capaz de inmovilizar elementos tóxicos mediante mecanismos fisicoquímicos como encapsulamiento, adsorción y retención iónica, reduciendo su movilidad y potencial impacto ambiental.

La investigación se justifica al establecer relaciones cuantificables entre la composición y reactividad del residuo, las condiciones de síntesis y el desempeño ambiental y mecánico del material geopolimérico, lo que permite evaluar de manera objetiva la viabilidad del proceso como una ruta para la gestión de residuos industriales. Asimismo, la propuesta presenta un alto impacto ambiental y social, al contribuir a la reducción de la contaminación de suelos y cuerpos de agua. El estudio adquiere relevancia aplicada al valorar la disposición segura del residuo o su aprovechamiento como ecomaterial en la industria de la construcción y la arquitectura, fortaleciendo esquemas de economía circular y sostenibilidad, particularmente en el contexto ambiental de la costa del Pacífico mexicano, región de origen de las cenizas volantes, donde las condiciones de alta humedad y temperatura intensifican los procesos de intemperismo.

1.2 Objetivo general

Evaluar la viabilidad del uso de cenizas volantes, subproducto de la generación de energía eléctrica en una planta termoeléctrica mexicana, como materia prima para la síntesis de geopolímeros mediante procesos de estabilización y solidificación por activación alcalina con hidróxido de sodio, analizando la formación y estabilidad de la red aluminosilicatada en función del tiempo de reacción, así como su capacidad para la inmovilización de elementos tóxicos presentes en las cenizas, con el propósito de proponer una alternativa sustentable para la gestión de este residuo y su potencial aplicación en la industria de la construcción.

1.2.1 *Objetivos particulares*

1. Caracterizar física, química y mineralógicamente las cenizas volantes provenientes de una planta termoeléctrica mexicana, analizando su composición química, fases presentes, morfología y distribución de tamaño de partícula, con el fin de determinar su idoneidad como materia prima para la síntesis de geopolímeros.
2. Evaluar y optimizar las condiciones del proceso de geopolimerización, analizando la influencia del tiempo de reacción con el activador alcalino, así como de las condiciones de temperatura y tiempo de curado, en la formación, evolución microestructural y estabilidad fisicoquímica de la red aluminosilicatada, manteniendo una relación Si/Al constante.
3. Analizar la eficiencia de inmovilización y retención de los elementos tóxicos presentes en las cenizas volantes dentro de la matriz geopolimérica, mediante estudios de lixiviación en medio ácido conforme a la norma TLCP, correlacionando el grado de inmovilización con la estructura y estabilidad de la matriz formada, con el propósito de evaluar su seguridad ambiental.
4. Evaluar las propiedades microestructurales y físico-mecánicas de los geopolímeros obtenidos, estableciendo relaciones proceso–estructura–propiedad entre las condiciones de síntesis, la integridad del material consolidado, la resistencia mecánica a compresión y la eficiencia de inmovilización, a fin de valorar su potencial aplicación en la industria de la construcción como material alternativo y sustentable.

1.3 Hipótesis

Las cenizas volantes generadas en una planta termoeléctrica mexicana pueden transformarse en geopolímeros estables mediante procesos de estabilización y solidificación por activación alcalina, siempre que se controlen adecuadamente el tiempo de reacción y las condiciones de curado, manteniendo una relación Si/Al constante; bajo estas condiciones, se favorece la formación de una red aluminosilicatada fisicoquímicamente estable, capaz de inmovilizar eficientemente los elementos tóxicos presentes, reducir su movilidad química y generar materiales consolidados con propiedades mecánicas adecuadas para su disposición segura en vertederos o su potencial aplicación en la industria de la construcción como alternativa sustentable para la gestión de este residuo.

1.4 Metas científicas

1. Se espera que las cenizas volantes investigadas presenten condiciones adecuadas para su uso como precursor geopolimérico, evidenciadas por una composición mayoritaria de óxidos de silicio y aluminio ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 \geq 60\%$ en peso), una fracción amorfa significativa y un tamaño medio de partícula (D_{50}) inferior a $100\ \mu\text{m}$, asociados a una adecuada reactividad en medio alcalino.
2. Se prevé que la activación alcalina con hidróxido de sodio, manteniendo una relación Si/Al entre 2.0 y 3.0, conduzca a la formación de una red aluminosilicatada estable y a la obtención de materiales consolidados con microestructura homogénea, integridad microscópica y estabilidad fisicoquímica tras tiempos de curado no mayores a 28 días.
3. Se plantea que la matriz geopolimérica resultante permita una reducción de al menos 50 % en la movilidad química de los elementos tóxicos presentes en las cenizas volantes, manteniendo las concentraciones lixiviadas de metales tóxicos por debajo de los límites máximos permisibles establecidos por la normativa TCLP.
4. Se espera que los geopolímeros con mayor eficiencia de inmovilización presenten resistencias a compresión iguales o superiores a 30 MPa, lo que permita sustentar su disposición segura o su potencial aplicación en la industria de la construcción como una alternativa sustentable para la gestión de este residuo.

CAPÍTULO 2

REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

En este capítulo se detalla información acerca del origen, clasificación y propiedades fisicoquímicas que posee el material cenizas volantes, así como su contenido de metales pesados y las implicaciones ambientales asociadas. Asimismo, se analiza el uso de las cenizas volantes como material precursor en la síntesis de geopolímeros como alternativa sostenible para la retención e inmovilización de metales pesados. Finalmente, se describen los principales factores que influyen en el proceso de geopolimerización, los cuales determinan las propiedades y desempeño del material.

2.1 Origen y generación de las cenizas volantes

El carbón se utiliza ampliamente en la generación de energía eléctrica gracias a su alta densidad energética, amplia disponibilidad y bajo costo relativo frente a otras fuentes de energía. Según la Asociación Mundial del Carbón, este combustible constituye la principal fuente fósil empleada a nivel global para la producción de electricidad, representando aproximadamente 41 % del consumo en el sector energético [1]. Asimismo, entre 2017 y 2018 se registró un incremento cercano al 3 % en su uso mundial para la generación eléctrica [2]. En el contexto nacional, la Comisión Federal de Electricidad (CFE) reporta que, en 2022, el 31.6 % de la producción de energía eléctrica provino del carbón (Figura 2.1).

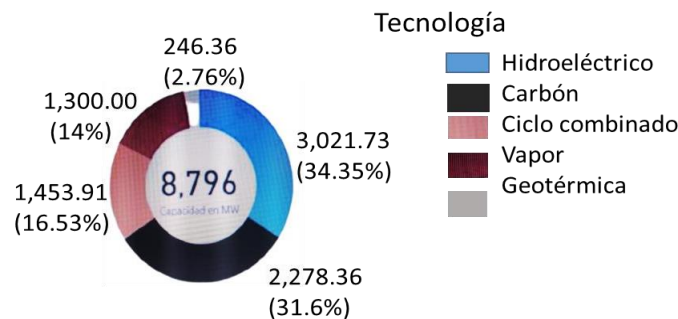


Figura 2.1 Distribución porcentual de la energía eléctrica en México a partir de distintas tecnologías [3].

El proceso de generación de energía eléctrica en centrales termoeléctricas a base de carbón inicia con la pulverización del combustible, lo que favorece su combustión eficiente en la caldera. En esta etapa se libera una gran cantidad de calor que convierte el agua en vapor a alta presión; este vapor impulsa una turbina, generando energía mecánica que, a su vez, se transforma en electricidad mediante un generador. De manera simultánea, los minerales inorgánicos del carbón se funden y son arrastrados por los gases de combustión. Al enfriarse rápidamente en la zona de salida de la caldera, estas partículas se solidifican en esferas finas y de baja densidad, conocidas como cenizas volantes [4]. Según Baig y Yousaf [2], la combustión de aproximadamente cuatro toneladas de carbón produce una tonelada de cenizas. Estas partículas se capturan principalmente mediante precipitadores electrostáticos y se almacenan en silos antes de su disposición final. La Figura 2.2 ilustra un esquema del sistema de recolección de cenizas volantes en centrales termoeléctricas.

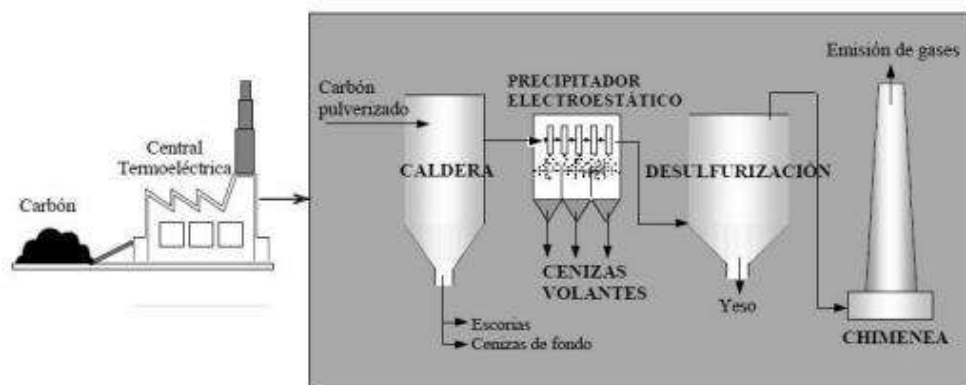


Figura 2.2 Esquema del proceso de recolección de las cenizas volantes en centrales termoeléctricas [5].

Las cenizas volantes se generan como resultado de las condiciones termodinámicas de la combustión del carbón y de los sistemas de control de emisiones empleados, factores que definen su morfología predominantemente esférica, distribución de tamaño de partícula y composición química. Estas propiedades determinan de forma decisiva su comportamiento fisicoquímico y su potencial como materia prima secundaria en diversas aplicaciones.

2.2 Propiedades fisicoquímicas de las cenizas volantes

Las cenizas volantes se presentan generalmente como un polvo fino, con tamaños de partícula que oscilan típicamente entre 0.1 y 200 μm . Su color varía desde negro hasta gris o café, dependiendo del contenido de hierro y de la fracción del carbón no quemado. Estas características, junto con propiedades físicas como la densidad aparente, la textura, la porosidad y la capacidad de retención de agua, determinan su comportamiento ambiental y su potencial en distintas aplicaciones.

La densidad aparente de las partículas suele encontrarse en el intervalo de 1.90 a 2.41 g/cm^3 , mientras que las partículas esféricas huecas conocidas como cenosferas presentan densidades entre 0.5 y 3 g/cm^3 [6]. Durante la combustión, la liberación de componentes volátiles genera estructuras internas porosas, lo que se resulta en valores de área superficial específica entre 0.16 y 6.10 m^2/g [7]. Estas propiedades influyen directamente en la reactividad del material y en su interacción con fluidos.

Desde el punto de vista morfológico, las cenizas volantes exhiben una amplia diversidad de formas, predominando la geometría esférica. Esta morfología surge del enfriamiento súbito de gotas fundidas en suspensión, donde la tensión superficial favorece la solidificación en estructuras redondeadas. Como se observa en la Figura 2.3, las partículas huecas se denominan cenosferas (b); aquellas constituidas por una esfera rellena de partículas menores se conocen como pleroesferas (c), y las de alto contenido de hierro reciben el nombre de ferrosferas (d) [8]. La proporción relativa de estas morfologías depende de las condiciones de combustión y determina en gran medida el comportamiento fisicoquímico del residuo.

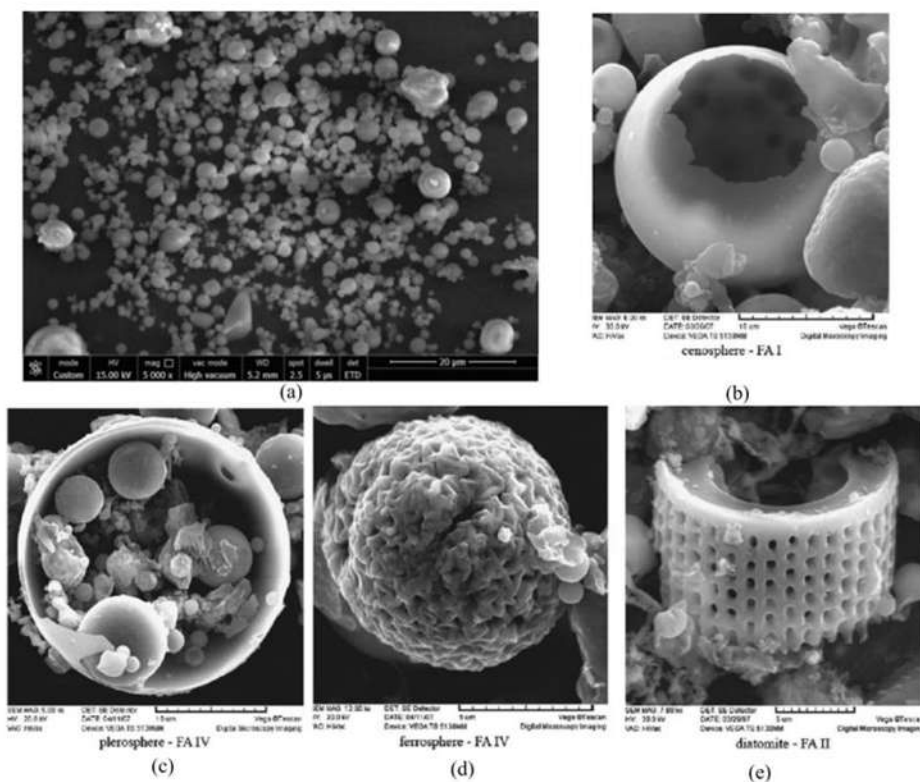


Figura 2.3 Morfología típica de las cenizas volantes [9].

Las propiedades mineralógicas de las cenizas volantes dependen principalmente del origen geológico del carbón y de las condiciones de combustión [8]. En términos generales, consisten en una mezcla de fases vítreas amorfas (aproximadamente 50–80 % del material) y fases cristalinas (10–50 %), entre las que destacan comúnmente cuarzo, mullita, hematita y magnetita [10].

2.3 Composición de las cenizas volantes

La composición química de las cenizas volantes depende principalmente del tipo de carbón utilizado [6, 11]. En la generación de energía eléctrica se emplean principalmente cuatro tipos: antracita, bituminoso, sub-bituminoso y lignito, que difieren en valor calorífico, composición química y origen geológico. Las cenizas resultantes varían notablemente en su composición, estando constituidas mayoritariamente por óxidos de silicio (SiO_2), aluminio (Al_2O_3), hierro (Fe_2O_3) y calcio (CaO). Las proporciones relativas de estos óxidos dependen del tipo de carbón, como se resume en la Tabla 2.1. En general, las cenizas derivadas de carbón bituminoso se

caracterizan por altos contenidos de SiO_2 y Al_2O_3 , mientras las provenientes subbituminoso y lignito presentan mayores concentraciones de óxido CaO junto con menores porcentajes de sílice SiO_2 y Fe_2O_3 .

Además de estos componentes mayoritarios, las cenizas volantes contienen carbono no quemado y metales pesados en concentraciones del orden de partes por millón, como arsénico, plomo, cadmio y mercurio. La presencia y niveles de estos elementos traza están asociados tanto al origen del carbón, las condiciones de combustión y los sistemas de captura y manejo del residuo [12]. Cabe señalar que el uso de antracita es relativamente limitado a nivel global, lo que resulta en una menor producción de cenizas derivadas de este tipo de carbón

Finalmente, la pérdida por ignición (PPI o LOI por sus siglas en inglés) es un parámetro clave en la caracterización de las cenizas volantes, ya que estima el contenido de carbono no quemado y carbonatos, aspectos que influyen directamente la reactividad puzolánica y el comportamiento durante procesos de valorización.

Tabla 2.1 Composición química de las cenizas provenientes de distintos tipos de carbón [13].

Componentes	Bituminoso (wt %)	Sub-bituminoso (wt %)	Lignito (wt %)
SiO_2	20-60	40-60	15-45
Al_2O_3	5-35	20-30	10-25
Fe_2O_3	10-40	4-10	4-15
CaO	1-12	5-30	15-40
MgO	0-5	1-6	3-10
SO_3	0-4	0-2	0-10
Na_2O	0-4	0-2	0-6
K_2O	0-3	0-4	0-4
PPI	0-15	0-3	0-5

2.3.1 Clasificación de las cenizas volantes

Además de SiO_2 , Al_2O_3 y óxidos de hierro, las cenizas volantes pueden contener otros óxidos en proporciones menores, tales como MgO , Na_2O , TiO_2 y MnO . La clasificación de las cenizas volantes está estandarizada de acuerdo con la norma ASTM C618 [14], la cual define dos clases principales: cenizas volante Clase C y ceniza volante Clase F.

La ceniza volante Clase C se genera típicamente a partir de la combustión de lignito o carbón sub-bituminoso y se caracteriza por un contenido mínimo de $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$ de aproximadamente 50 %, junto con un mayor contenido de CaO , lo que le confiere propiedades cementantes propias. Por su parte, la ceniza volante Clase F, asociada generalmente a la combustión de carbón antracita o bituminoso, se distingue por contener más del 70 % de una mezcla compuesta por SiO_2 , Al_2O_3 y Fe_2O_3 , con un contenido de calcio significativamente menor [15].

La Tabla 2.2 resume los principales requerimientos químicos establecidos por la norma ASTM C618 para ambas clases, los cuales constituyen un criterio fundamental para evaluar la idoneidad de las cenizas volantes en aplicaciones de valorización y en procesos de estabilización y geopolimerización.

Tabla 2.2 Criterios químicos para la clasificación de las cenizas volantes [14].

Elementos	Clase C	Clase F
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	50–70 %	>70 %
CaO	30–40 %	1–12 %
SO_3 máx.	5.0	5.0
Humedad máx.	3.0	3.0
Pérdida por ignición	6.0	6.0

2.3.2 Presencia y distribución de metales pesados en cenizas volantes

Las cenizas volantes pueden contener metales pesados y otros compuestos potencialmente tóxicos, cuya presencia constituye uno de los principales riesgos ambientales asociados a este residuo. Estos metales se caracterizan por su alta densidad (generalmente superior a 5 g/cm^3) y elevada reactividad química. Entre los más relevantes se incluyen Pb, Cd, Hg, As, Cr, Ni, Cu, Zn, Co y V, entre otros [16].

La capa superficial de las partículas de ceniza volante concentra una fracción significativa de material fácilmente lixiviable, depositado durante el enfriamiento posterior a la combustión. La distribución de estos elementos traza depende fuertemente de su comportamiento termodinámico durante el proceso de combustión del carbón. Según Ahmaruzzaman [10], los elementos altamente volátiles, como Mn, Ba, V, Co, Cr, Ni, Ga, Nd, As, Sb, Sn, Br, Zn, Se, Pb, Hg y S, tienden a enriquecerse en las fracciones de partículas más finas, ya que su volatilización es inversamente proporcional al tamaño de partícula.

Por el contrario, los elementos con volatilidad reducida, tales como Mg, Na, K, Mo, Ce, Rb, Cs y Nb, o con volatilidad mínima, como Si, Fe, Ca, Sr, La, Zr, Ta, Th y Ag, permanecen asociados a fases minerales más estables o a partículas de mayor tamaño. Esta diferenciación condiciona la movilidad química de los metales pesados, su potencial de lixiviación y, en consecuencia, el impacto ambiental de las cenizas volantes, así como su idoneidad para procesos de estabilización, inmovilización o geopolimerización.

2.4 Comportamiento de lixiviación en cenizas volantes

La disposición convencional de las cenizas volantes en vertederos las expone de manera directa a procesos de lixiviación inducidos por la lluvia, lo que favorece la liberación de sustancias potencialmente tóxicas presentes en el residuo. Estos elementos pueden exhibir toxicidad incluso a bajas concentraciones, con efectos adversos tanto en el subsuelo como en las aguas subterráneas (Figura 2.4). Asimismo, las cenizas volantes representan un riesgo para la salud humana, ya que sus partículas finas pueden ser inhaladas o ingeridas, de forma directa o indirecta [8].



Figura 2.4 Impacto ambiental asociado a la disposición y lixiviación de cenizas volantes [17].

La lixiviación de materiales sólidos es un proceso complejo gobernado por múltiples factores relacionados con el material y las condiciones del entorno. Entre las principales fuerzas motrices que controlan la liberación de constituyentes se encuentran la solubilidad de las especies químicas, la difusión dentro de la matriz sólida y el lavado superficial de las sustancias [18]. Para evaluar este comportamiento bajo condiciones controladas, se emplea el procedimiento de lixiviación de toxicidad característica (TCLP, Toxicity Characteristic Leaching Procedure), que simula las condiciones de lixiviación que pueden ocurrir en un vertedero y fue desarrollado por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA), normalizado en la EPA 1311 [19].

Diversos estudios han reportado concentraciones significativas de metales pesados lixiviables a partir de cenizas volantes mediante TCLP. Por ejemplo, León y col. [20] analizaron cenizas volantes tipo F, reportando concentraciones en el lixiviado (en orden descendente) de 49.6 mg/kg de As, 9.22 mg/kg de Cd, 7.06 mg/kg de Zn, 6.60 mg/kg de Cu, 4.12 mg/kg de Ni y 1.08 mg/kg de Co. De manera similar, Wang y col. [21] informaron valores de 147.7 mg/kg de Cr, 111.3 mg/kg de Pb, 49.5 mg/kg de Ni y 25.7 mg/kg de As, lo que evidencia la alta variabilidad según el origen del residuo.

El tipo de carbón es un factor determinante en la lixiviación total de metales pesados. De acuerdo con Wang y col. [22], las cenizas derivadas de carbón bituminoso liberan cantidades significativamente mayores de As y Se en comparación con las de carbón sub-bituminoso.

Asimismo, el tamaño de partícula influye directamente en la movilidad de los metales pesados. Según Radenovic y col. [23] las tasas de lixiviación de Cr, Hg y Cd disminuyen conforme aumenta el tamaño de partícula tras procesos de molienda.

Adicionalmente, simulaciones de migración de metales pesados y datos experimentales han demostrado que estos iones metálicos nocivos pueden desplazarse hacia el suelo profundo y las aguas subterráneas mediante procesos de transporte como la ósmosis, observándose mayor movilidad para el Hg en comparación con Cr y Cd. En este sentido, Janković y col. [24] evaluaron la lixiviación de metales pesados en cenizas volantes de dos centrales termoeléctricas, encontrando que las condiciones de combustión no tuvieron un impacto significativo en la composición química ni en las concentraciones de metales pesados, debido a que todas las muestras procedían de la combustión de lignito del mismo origen. El análisis estadístico reveló correlaciones elevadas entre ciertos metales, destacando una fuerte asociación entre Pb, Cd y As, así como entre Cr, Mn, Ni, Zn y Co, lo que sugiere una presencia sistemática relacionada con las cenizas estudiadas.

2.5 Usos y valorización de las cenizas volantes

A nivel internacional, se han adoptado diversas estrategias de valorización y gestión sostenible de las cenizas volantes, priorizando su incorporación en materiales de construcción, tales como cementos, concretos y estabilización de suelos (Figura 2.5). De acuerdo con la *American Coal Ash Association*, aproximadamente el 58 % de las cenizas volantes generadas en Estados Unidos se reutilizan, principalmente en aplicaciones cementicias y estructurales [18].

En Europa, las políticas de economía circular y las directivas ambientales han favorecido de manera significativa el aprovechamiento de este residuo, alcanzando tasas de reutilización superiores al 70 % en Alemania y Reino Unido [25]. Estos avances se asocian a marcos regulatorios consolidados, infraestructura adecuada y una mayor integración de las cenizas volantes en procesos industriales.

En contraste, América Latina enfrenta desafíos importantes en la gestión de las cenizas volantes. En países como México, una fracción considerable de este residuo aún se dispone en rellenos sanitarios o vertederos a cielo abierto, con escasos esquemas sistemáticos de aprovechamiento y sin una normativa específica que promueva su valorización [26]. Aunque se

han registrado avances en su incorporación en mezclas cementicias y en la síntesis de materiales geopoliméricos, persisten limitaciones relacionadas con la infraestructura para su procesamiento, la ausencia de regulación y la insuficiente concientización ambiental.

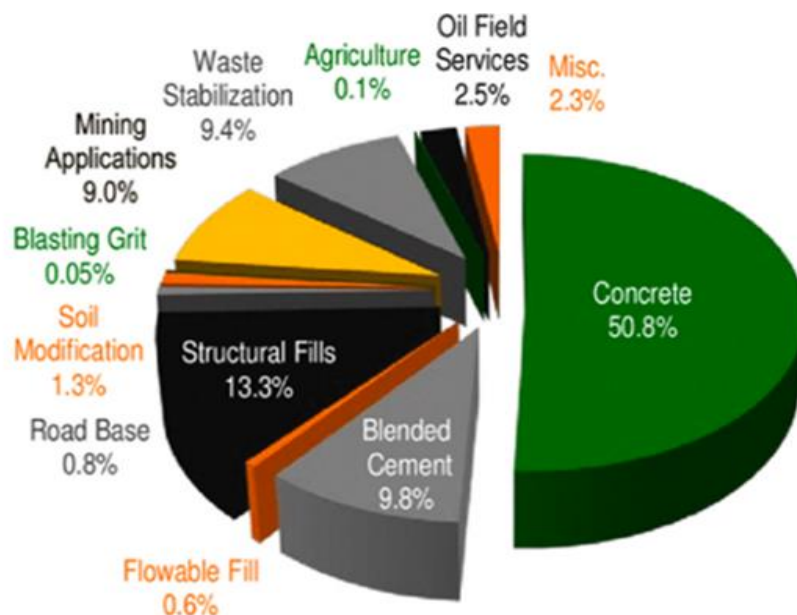


Figura 2.5 Uso de las cenizas volantes en aplicaciones industriales y de la construcción [27].

2.6 Estabilización y solidificación (E/S)

La estabilización y solidificación (E/S) constituye una técnica ampliamente empleada para el tratamiento de residuos que contienen contaminantes potencialmente peligrosos. Este proceso consiste en la incorporación de uno más materiales aglutinantes con el propósito de reducir la lixiviabilidad de los contaminantes antes de su disposición final en vertederos. La E/S actúa mediante mecanismos físicos y químicos que transforman el residuo en una forma menos reactiva y más segura desde el punto de vista ambiental [16, 28].

La estabilización se centra en la reducción de la peligrosidad química del residuo, promoviendo reacciones que convierten los contaminantes en especies menos solubles, móviles y tóxicas, lo que limita su potencial de lixiviación. Por su parte, la solidificación busca la inmovilización física del residuo mediante su encapsulamiento en una matriz sólida, sin que

necesariamente se modifique la naturaleza química de los contaminantes. Mientras que la estabilización altera la reactividad de las especies peligrosas, la solidificación mejora las propiedades físicas del material, tales como la resistencia mecánica y la integridad estructural, facilitando su manejo y disposición segura [29, 30].

2.6.1 Fundamentos químicos y mecanismos de la estabilización/solidificación

En los procesos de E/S aplicados a residuos que contienen metales pesados, intervienen múltiples factores fisicoquímicos que determinan la eficiencia de la inmovilización. Entre los más relevantes destacan el pH, la especiación química de los metales y el potencial redox del sistema [31]. En general, la incorporación de reactivos altamente alcalinos eleva el pH del material tratado, favoreciendo la precipitación de hidróxidos metálicos. Estos compuestos presentan una solubilidad mínima dentro de un intervalo específico del rango alcalino; fuera de dicho intervalo, la solubilidad aumenta nuevamente, como se ilustra en la Figura 2.6.

El potencial redox desempeña un papel fundamental en la inmovilización de metales, ya que controla su estado de oxidación, y en consecuencia, su forma química y solubilidad. En sistemas acuosos, varios metales de interés en procesos de E/S no nucleares, entre ellos As, Cr, Fe, Hg, Mn, Ni y Se, pueden presentar múltiples estados de valencia, lo que condiciona su comportamiento ambiental.

Fan y col. [32] analizaron la especiación química de metales pesados mediante el método de extracción secuencial de Tessier modificado, que clasifica los metales en cinco fracciones: intercambiable, asociada a carbonatos, ligada a óxidos de Fe–Mn, asociada a materia orgánica y residual. La fracción intercambiable es la más móvil y biodisponible, mientras que la asociada a carbonatos depende fuertemente del pH, siendo inestable en medios ácidos y más estable en condiciones alcalinas. Por su parte, los metales ligados a óxidos de Fe–Mn se forman preferentemente a pH elevados y altos potenciales redox, aunque esta fracción como la orgánica pueden liberar metales bajo condiciones fuertemente oxidantes o reductoras.

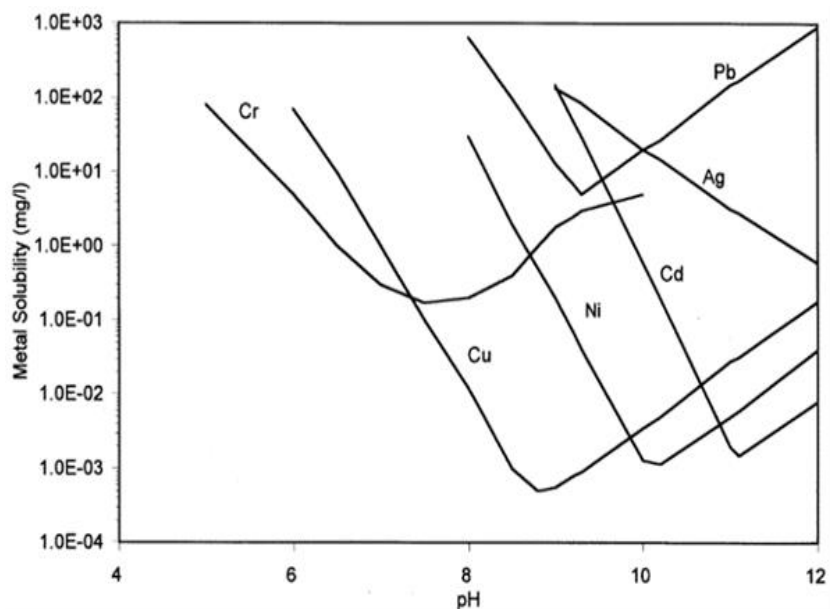


Figura 2.6 Variación de la solubilidad de hidróxidos metálicos en el pH [31].

Estos análisis permiten evaluar la movilidad y estabilidad de los metales tras los procesos de E/S. En este sentido, la Figura 2.7 muestra la especiación del Zn después de 28 días de curado en cenizas volantes de incineración de residuos sólidos urbanos (MSWI) y en muestras sometidas a E/S. En la ceniza original, el Zn se encontraba principalmente en las fracciones de carbonatos, óxidos de Fe–Mn y residual; tras el tratamiento, la fracción residual se volvió predominante tanto en el geopolímero (F3) como en el cemento (C3), con una proporción mayor en el geopolímero. Esto evidencia una mayor eficiencia de inmovilización en comparación con el cemento Portland.

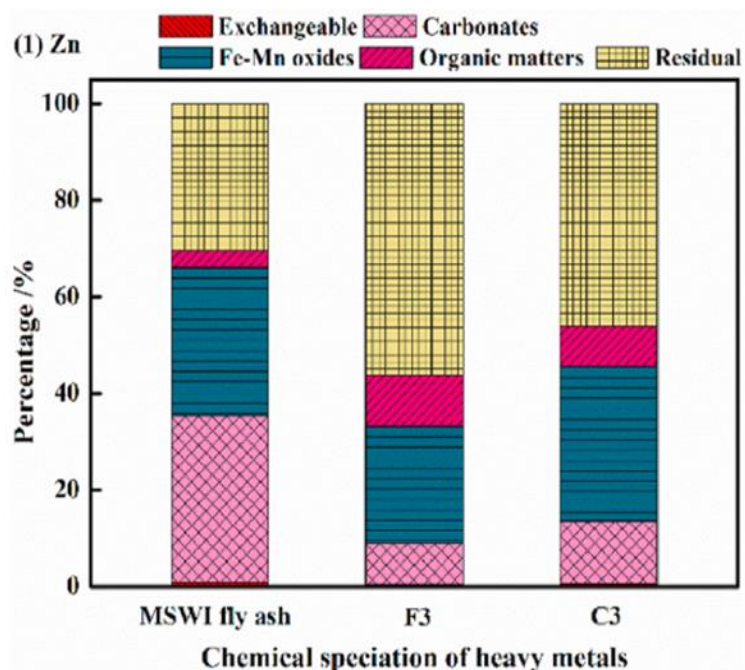


Figura 2.7 Especiación química de Zn en cenizas volantes de incineradoras de residuos sólidos urbanos (MSWI) y en muestras tratadas mediante E/S [32].

De manera similar, Tian y col. [33] demostraron que el incremento de la fracción residual en cenizas volantes tratadas se asocia con una mayor fijación de los metales dentro de la red cristalina, lo que explica la mayor eficiencia de inmovilización observada para Cu y Pb en comparación con Zn y Cd. En contraste, el Cr(VI) presentó una ligera disminución en su fracción residual, lo cual se correlacionó con un leve incremento en su concentración lixiviada, evidenciando la fuerte dependencia del proceso respecto a la especiación química inicial del metal.

2.7 Geopolimerización

La solidificación/estabilización y la geopolimerización están estrechamente relacionadas, ya que ambas estrategias buscan reducir la movilidad y lixiviación de contaminantes, en particular de metales pesados, mediante la formación de matrices sólidas con elevada estabilidad fisicoquímica. Sin embargo, la geopolimerización representa una evolución avanzada de los procesos de E/S, al

generar redes aluminosilicatadas altamente reticuladas que contribuyen de manera más eficiente a la inmovilización de especies tóxicas.

En 1970, Joseph Davidovits [34] definió los geopolímeros como materiales poliméricos inorgánicos caracterizados por una red tridimensional compuesta por unidades tetraédricas $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$, balanceadas por cationes alcalinos, típicamente Na^+ o K^+ , como se ilustra en la Figura 2.8. La resistencia mecánica de estos materiales proviene de la polimerización de unidades $-\text{Si}-\text{O}-$ y $-\text{Al}-\text{O}-$, análoga en concepto a la polimerización de materiales orgánicos, aunque los geopolímeros presentan una estructura predominantemente amorfa o semicristalina.

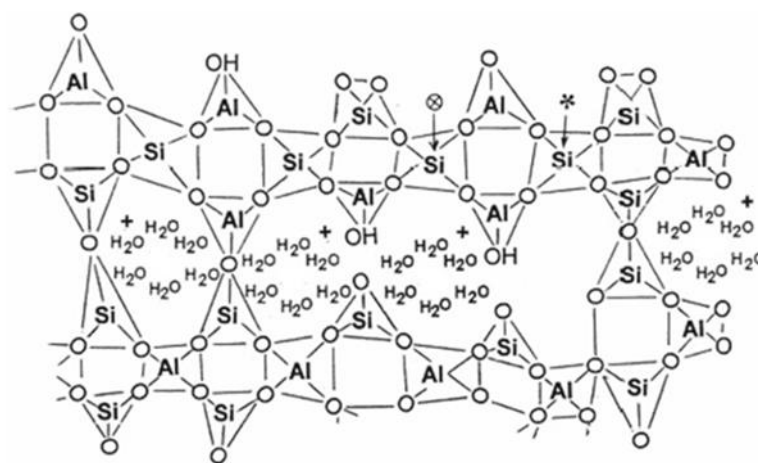
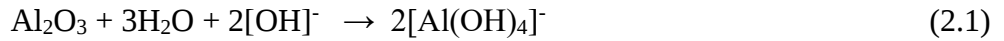


Figura 2.8 Estructura tridimensional del gel geopolimérico [35].

De acuerdo con los estudios de Davidovits, el proceso de formación de geopolímeros puede describirse, de manera general, en cuatro etapas [36]:

1. En la primera etapa, el mineral aluminosilicatado se disuelve parcialmente en una solución altamente alcalina, liberando especies de aluminato y silicato. Las soluciones activadoras empleadas comúnmente incluyen hidróxidos alcalinos (NaOH o KOH) y silicatos alcalinos (Na_2SiO_3 , K_2SiO_3), los cuales facilitan las reacciones de disolución e hidrólisis en la interfaz sólido-líquido [37]. De forma simplificada, estas reacciones pueden representarse mediante las ecuaciones siguientes:



2. En una segunda etapa, las especies de aluminato y silicato disueltas difunden hacia la fase acuosa alcalina, generando rápidamente una solución sobresaturada que favorece la interacción entre las especies hidrolizadas.

3. Posteriormente, se establece un equilibrio complejo de especiación, donde se forman oligómeros de silicato y aluminosilicatos. Su policondensación progresiva conduce a la generación de estructuras tridimensionales conocidas como polisialatos. El término “sialato” hace referencia a los enlaces $-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-$, originados por la interconexión de tetraedros SiO_4 y AlO_4 que comparten átomos de oxígeno.

4. Finalmente, el proceso de policondensación incrementa gradualmente el orden local del sistema, dando lugar a la formación de una fase tipo gel, la cual evoluciona mediante procesos de redisolución y reprecipitación. Debido a las diferentes velocidades de disolución de las especies de Al y Si del material precursor, el sistema continúa reorganizándose hasta alcanzar un nivel de conectividad suficiente para que ocurra el fraguado y endurecimiento del material. Las distintas etapas del proceso de formación del geopolímero se esquematizan en la Figura 2.9.

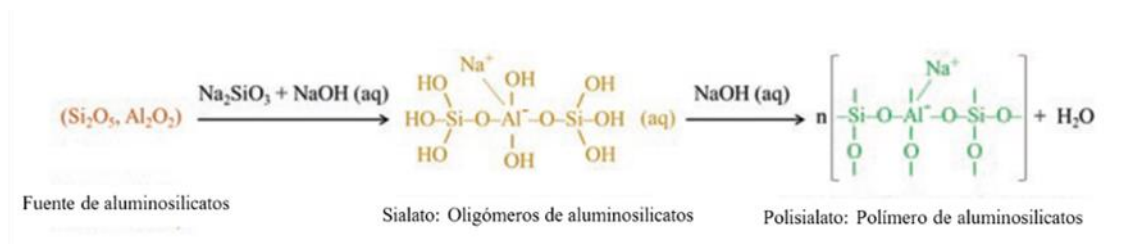


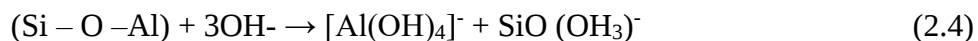
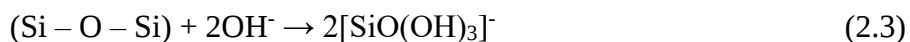
Figura 2.9 Esquema de las etapas de formación del gel geopoliméricos [38].

2.7.1 Mecanismos de la geopolimerización

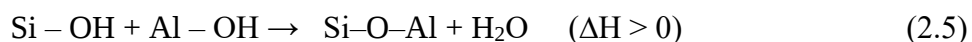
El proceso de geopolimerización puede interpretarse desde una perspectiva termodinámica como un proceso espontáneo [39, 40]. Durante este proceso, la formación de enlaces $\text{Si}-\text{O}-\text{Al}$ y $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ libera energía, generando una entalpía de reacción negativa ($\Delta H < 0$), mientras que la condensación progresiva y la eliminación de moléculas de agua provocan una disminución de la

entropía del sistema ($\Delta S < 0$). Por lo tanto, la reacción es exotérmica y espontánea a temperaturas moderadas [39].

La etapa inicial de la geopolimerización implica la disolución de tetraedros de silicio y aluminio del material precursor en presencia de soluciones alcalinas concentradas. Este proceso puede representarse de manera simplificada mediante las siguientes reacciones:



La disolución alcalina constituye una etapa endotérmica ($\Delta H > 0$), ya que requiere energía para romper los enlaces Si–O y Al–O del material aluminosilicatado original. En contraste, la etapa posterior de policondensación entre las especies disueltas conduce a la formación de nuevos enlaces covalentes, con liberación simultánea de agua y calor, como de ilustra en la reacción:



La energía promedio de enlace Si–O–Al (~450 kJ/mol) es ligeramente inferior a la del enlace Si–O–Si (~540 kJ/mol), lo que confiere a los geopolímeros una estructura parcialmente flexible, pero con alta estabilidad térmica y química [36, 41].

El balance energético global del proceso puede expresarse como:

$$\Delta H_{\text{Total}} = \Delta H_{\text{Disolución}} + \Delta H_{\text{Condensación}} \quad (2.6)$$

Dado que la energía liberada durante la policondensación supera la consumida durante la disolución, el proceso global resulta exotérmico, con valores de ΔH total reportados en el intervalo de –100 a –200 kJ/mol según estudios calorimétricos [41].

Desde el punto de vista entrópico, la disolución inicial del material precursor genera un aumento del desorden molecular ($\Delta S > 0$), debido a la liberación de iones y complejos solubles en la fase acuosa. Sin embargo, durante la policondensación, la formación progresiva de una red tridimensional ordenada de aluminosilicatos conduce a una disminución de la entropía ($\Delta S < 0$). El proceso global se caracteriza por un equilibrio dinámico entre ambas contribuciones, donde la liberación de calor asociada a la formación de enlaces impulsa la reacción hacia la formación estable del gel geopolimérico [42].

La temperatura actúa como factor determinante tanto termodinámico como cinético en la geopolimerización. De acuerdo con la ecuación de Van't Hoff:

$$\frac{d(\ln K)}{dT} = \frac{\Delta H}{RT^2} \quad (2.7)$$

o en su forma integrada (asumiendo ΔH constante):

$$\ln \left(\frac{K_2}{K_1} \right) = - \left(\frac{\Delta H}{R} \right) \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \quad (2.8)$$

donde K es la constante de equilibrio y R la constante de los gases ideales, en reacciones exotérmicas ($\Delta H < 0$) un incremento excesivo de la temperatura reduce el valor de K, lo que puede desestabilizar la red geopolimérica. No obstante, a temperaturas moderadas (60–80 °C), el aumento de la movilidad iónica favorece la velocidad de disolución y policondensación, acelerando el fraguado y mejorando el desarrollo de la resistencia mecánica del material [40, 43].

2.7.2 Fuentes de aluminosilicatos

Las fuentes de aluminosilicatos empleadas en el proceso de geopolimerización pueden provenir tanto de materias primas naturales como de subproductos o residuos industriales. En general, los materiales inorgánicos con altos contenidos de sílice y alúmina en forma reactiva son adecuados como precursores geopoliméricos. Entre los más utilizados destacan las arcillas calcinadas, las cenizas volantes y las escorias, todos ellos con actividad puzolánica reconocida [44].

El metacaolín se obtiene mediante la calcinación de la caolinita en el intervalo de 500–800 °C, proceso que elimina el agua estructural y transforma el mineral cristalino en un material amorfo altamente reactivo para la geopolimerización [45]. Como se muestra en la Figura 2.10, la calcinación provoca la desaparición de las reflexiones cristalinas características de la caolinita, observándose un halo amorfo centrado alrededor de 23°, sin la presencia de picos asociados a cuarzo α o ilita, lo que indica la formación de una fase predominantemente amorfa [46]. No obstante, el proceso de calcinación implica emisiones de CO₂, lo que limita su aplicación a gran escala en la industria de la construcción [41]. Además, como señala Duxson [47], para obtener geopolímeros densos y mecánicamente resistentes, el metacaolín debe combinarse con otras

fuentes de aluminosilicatos, ya que los sistemas basados exclusivamente en metacaolín suelen requerir altas relaciones agua/sólido.

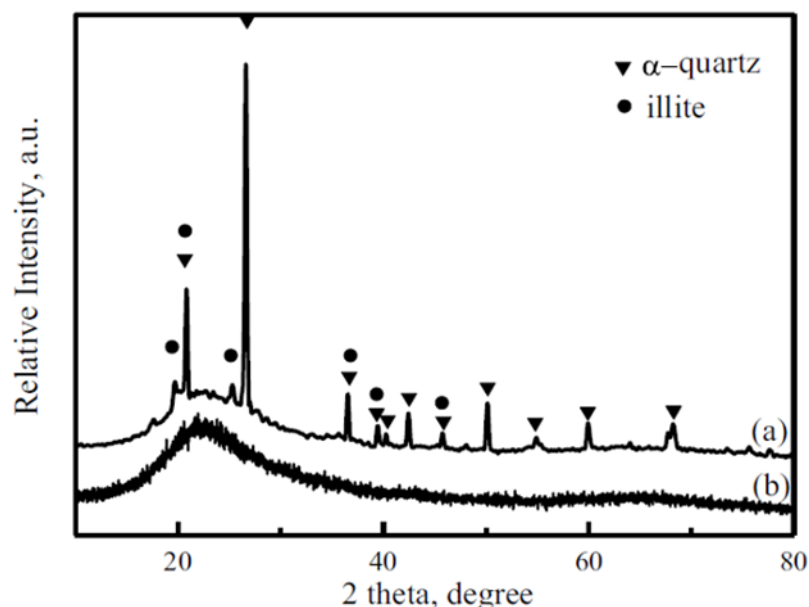


Figura 2.10 Transformación estructural del caolín (a) durante su calcinación y conversión a metacaolín (b) [46].

La escoria granulada de alto horno se genera como subproducto de la producción de hierro fundido y está constituida principalmente por aluminosilicatos de calcio [48]. Para su uso como precursor geopolimérico, la escoria se somete a molienda, parámetro crítico para controlar el tamaño de partícula, la reactividad en medio alcalino y la cinética del proceso de geopolymerización [49]. Ikmal Hakem y col. [50] estudiaron geopolímeros basados en escoria granulada molida, reportando que una relación sólido/líquido de 3.0 y una relación de activador alcalino de 2.5 permitieron alcanzar resistencias a la compresión de hasta 168.7 MPa tras 28 días de curado, lo que evidencia el alto potencial mecánico de este precursor.

Por su parte, la ceniza volante de carbón está compuesta por proporciones variables de óxidos de silicio, aluminio, hierro y calcio, lo que confiere una reactividad adecuada para su empleo como precursor geopolimérico. Fernández-Jiménez y col. [51] propusieron un modelo conceptual

y microestructural para la activación alcalina de cenizas volantes, el cual se esquematiza en la Figura 2.11. En este modelo, el ataque del activador alcalino sobre la fase vítrea de partículas esféricas, parcialmente huecas, conduce a la formación de productos de reacción tanto en la superficie externa como en el interior de las partículas, dando lugar a una microestructura final heterogénea, en la que coexisten partículas de ceniza con diferentes grados de reacción embebidas en la matriz geopolimérica.

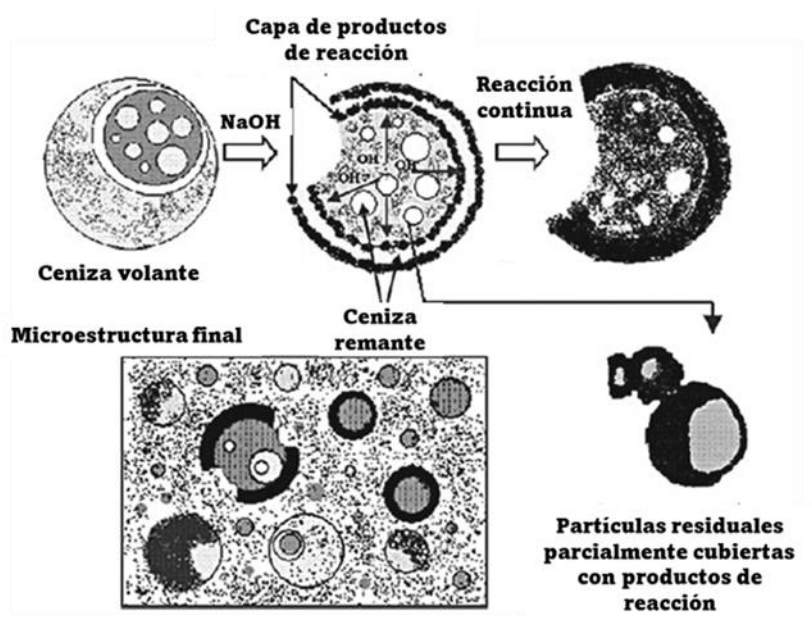


Figura 2.11 Descripción microestructural del proceso de formación de geopolímeros a partir de ceniza volante [51].

2.7.3 Fuentes alcalinas

Los activadores alcalinos empleados en la geopolimerización corresponden principalmente a compuestos solubles de metales alcalinos solubles, como sodio y potasio, en forma de hidróxidos, silicatos, carbonatos o aluminatos. Entre ellos, el hidróxido de sodio (NaOH) es el activador más utilizado en la síntesis de geopolímeros, especialmente aquellos basados en ceniza volante, gracias a su alta eficiencia de disolución, disponibilidad y menor costo en comparación con el hidróxido de potasio (KOH).

Diversos estudios, han demostrado que el NaOH presenta mayor actividad química que el KOH en la disolución de minerales aluminosilicatos. Como se ilustra en la Figura 2.12, esta diferencia se atribuye principalmente al menor radio iónico del Na^+ ($\sim 116 \text{ pm}$) en comparación con el K^+ ($\sim 152 \text{ pm}$), lo que favorece una interacción más efectiva con la estructura vítrea del precursor [52].

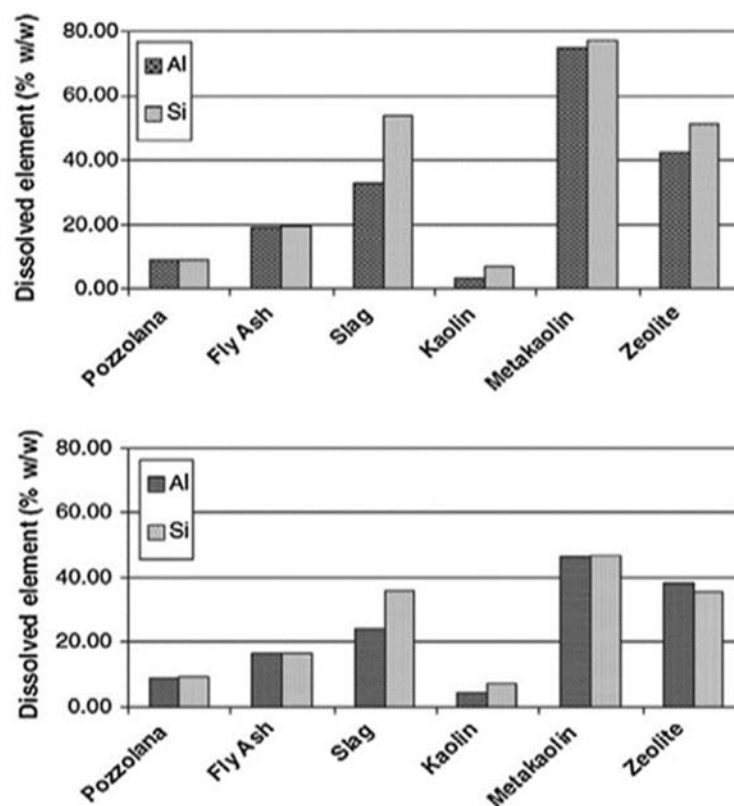


Figura 2.12 Disolución de Al y Si en NaOH (parte superior) y KOH (parte inferior) [52].

En concordancia, Abdur Rahim y col. [53] reportaron que geopolímeros de ceniza volante activados con NaOH alcanzaron una resistencia a la compresión de 65.28 MPa, mientras que aquellos activados con KOH presentaron únicamente 28.73 MPa. Estas diferencias se asociaron a una microestructura más porosa en los sistemas activados con KOH, en contraste con la estructura

más densa y con mayor grado de orden cristalino observada en los geopolímeros activados con NaOH.

La concentración del activador alcalino constituye otro parámetro crítico, ya que controla directamente la disolución de las fases aluminosilicatadas y, en consecuencia, la formación de la red geopolimérica. Un medio altamente alcalino ($\text{pH} > 12$) es necesario para romper la fase vítrea de la ceniza volante y liberar especies de Si^{4+} y Al^{3+} , esenciales para los procesos de policondensación y gelificación [54]. Sin embargo, concentraciones excesivamente altas pueden inducir una disolución no controlada, una gelificación rápida y una pérdida de trabajabilidad de la pasta, favoreciendo la formación de estructuras porosas. Por el contrario, un pH insuficiente limita la activación química, resultando en una formación incompleta del gel y en bajas resistencias mecánicas del material endurecido. Por lo tanto, la optimización de la concentración alcalina es fundamental para controlar las propiedades fisicoquímicas y mecánicas del geopolímero [51, 55].

Resultados de Bo Yin y col. [56] corroboran que tanto el tipo como la concentración del activador alcalino influyen significativamente en la liberación de especies de silicio y aluminio, observándose que soluciones de mayor concentración favorecen, en general, el desarrollo de altas resistencias mecánicas. En el mismo contexto, Görhan y Kürklü [57] reportaron resistencias a la compresión bajas, en el orden de 22 MPa, en geopolímeros de ceniza volante activados con NaOH 6 M y curados a 85 °C durante 24 h.

En la práctica, los hidróxidos alcalinos se combinan frecuentemente con silicatos alcalinos en solución acuosa, debido tanto al alto calor de disolución de los hidróxidos sólidos y al papel funcional del silicato alcalino. Este último actúa como fuente adicional de silicio, catalizador de la reacción alcalina y agente dispersante o plastificante, contribuyendo a la formación de una matriz más homogénea. La activación alcalina en ausencia de silicatos alcalinos suele conducir a la formación de fases cristalinas tipo zeolita A o hidroxisodalita, en lugar de redes geopoliméricas continuas [34]. En este sentido, Rattanasak y col. [58] propusieron una estrategia secuencial en la que la ceniza volante se somete inicialmente a lixiviación durante 10 minutos con NaOH para liberar especies de Si^{4+} y Al^{3+} , seguida de la adición de Na_2SiO_3 , lo que permitió obtener pastas geopoliméricas más uniformes y con mejor desempeño estructural.

2.8 Variables de síntesis de materiales geopolímeros

La síntesis de materiales geopoliméricos está controlada por un conjunto de variables interdependientes que influyen directamente en la reactividad del sistema, la cinética de formación de gel y las propiedades finales del material. Entre las más relevantes destacan el contenido de agua, la temperatura y el tiempo de curado, así como el tiempo de agitación de las pastas, las cuales determinan el grado de disolución, la homogeneidad de la mezcla y el desarrollo microestructural del geopolímero.

2.8.1 Efecto del contenido de agua

El contenido de agua es una de las variables más críticas en la síntesis de geopolímeros, ya que controla simultáneamente la trabajabilidad, la homogeneidad de la pasta y la porosidad del material endurecido. Un mayor contenido de agua favorece la dispersión de los precursores y mejora la trabajabilidad; sin embargo, el exceso de agua incrementa la porosidad capilar tras su evaporación, lo que reduce la resistencia mecánica y puede promover la segregación de los activadores alcalinos, generando heterogeneidad en el sistema [35].

Diversos estudios evidencian este compromiso. Aliabdo y col. [59] reportaron mejoras significativas de hasta un 200 % en la trabajabilidad de geopolímeros de ceniza volante con adiciones controladas de agua, aunque con una reducción de hasta 10 % en la resistencia a la compresión. Resultados similares observaron Rachmansyah y col. [60], quienes identificaron un intervalo óptimo de contenido de agua que maximiza tanto la trabajabilidad como el desempeño mecánico, dependiendo de la concentración del activador alcalino, con resistencias de 48.18 MPa para NaOH 8 M, 51.65 MPa para 12 M y 59.70 MPa para 16 M. Dathe y col. [61] demostraron que el incremento del contenido de agua produce un aumento casi lineal de la porosidad y del diámetro promedio de poro en geopolímeros de metacaolín activados con una solución acuosa de 50 % en peso de NaOH, acompañado de una reducción de la resistencia a la compresión de probetas del mortero de 54.3 MPa a 29.1 MPa.

2.8.2 Efecto de la temperatura

La temperatura de curado influye de manera decisiva en la velocidad de disolución, la policondensación, la formación de poros y el desarrollo de las propiedades mecánicas de los geopolímeros. El intervalo óptimo depende de factores como la composición del precursor, la concentración del activador alcalino y el tipo de sistema geopolimérico [62].

Hebatpuria [63] sugiere que temperaturas de curado inferiores a 100 °C permiten un mayor control del proceso de geopolimerización, favorece estructuras más homogéneas y reducen el consumo energético y las emisiones de gases de efecto invernadero asociadas al curado térmico. En sistemas basados en metacaolín, el curado a temperatura ambiente ha demostrado ser suficiente para lograr una adecuada geopolimerización [64]. En contraste, los geopolímeros derivados de cenizas volantes suelen requerir temperaturas elevadas debido a la menor reactividad inicial del precursor.

Muñiz-Villarreal y col. [65] estudiaron el efecto de la temperatura de curado en el intervalo 30 a 90 °C en geopolímeros de metacaolín, encontrando que los materiales curados entre 30 y 40 °C presentan alta porosidad y son translúcidos a la luz visible, lo que los hace aptos para aplicaciones ópticas y fotocatalíticas. Por otro lado, los materiales curados entre 50 y 60 °C alcanzaron resistencias a la compresión de 11.77 MPa y 17.87 MPa, respectivamente, mientras que aquellos curados entre 75 y 90 °C mostraron valores similares (13.77 MPa y 13.13 MPa). Los autores concluyen que un curado cercano a 60 °C favorece un balance adecuado entre porosidad y resistencia mecánica.

Resultados consistentes reportaron Aredes y col. [66], quienes observaron que geopolímeros de metacaolín curados a 65 °C presentan los valores más altos de resistencia a la compresión y el menor volumen de poros cerrados. De manera complementaria, Bing-hui y col. [67] concluyen que el incremento de la temperatura de curado acelera los procesos de disolución, polimerización y precipitación, identificando una temperatura óptima cercana a 60 °C, para la cual se alcanzó una resistencia a la compresión de 97.95 MPa tras 7 días de curado.

2.8.3 Efecto del tiempo de curado

El tiempo de curado desempeña un papel fundamental en el desarrollo de las propiedades mecánicas de los geopolímeros, al controlar la evolución de la red aluminosilicatada [68]. Palomo y col. [69] reportan que, aunque temperaturas elevadas aceleran la geopolimerización, tiempos prolongados pueden provocar una disminución de las propiedades mecánicas asociada a degradación térmica, recomendando temperaturas de 65–85 °C y tiempos de curado entre 2 y 24 h.

Salirrosas y col. [70] evaluaron tiempos de curado entre 4 y 168 h a 80 °C, observando que la resistencia a la compresión aumenta significativamente durante las primeras etapas y alcanza valores máximos alrededor de 168 h (7 días), con 34.01 MPa. Este comportamiento se atribuye a la progresiva formación y consolidación de las redes de sialatos. No obstante, tiempos excesivos pueden inducir daños térmicos que afecten la integridad del material, lo que resalta la necesidad de optimizar conjuntamente el tiempo y la temperatura de curado.

2.8.4 Efecto del tiempo de agitación de las pastas

El tiempo de agitación de la pasta constituye otro parámetro relevante en la síntesis de ecomateriales geopoliméricos, ya que influye directamente en la homogeneidad de la mezcla, la distribución del activador alcalino y el grado de disolución de las especies de silicio y aluminio. Una agitación insuficiente generara mezclas heterogéneas y una activación incompleta, mientras que tiempos excesivos pueden alterar la trabajabilidad y la cinética de fraguado.

Mahmood y col. [71] reportaron que, en geopolímeros por 65 % de ceniza volante y 35 % de escoria, el incremento del tiempo de mezclado de 1 a 10 min favorece el contacto entre partículas precursoras y solución alcalina, mejorando la disolución de aluminatos y silicatos. De manera complementaria, Chindaprasirt y col. [72] demostraron que el mezclado de alta velocidad (1000 rpm) permite obtener pastas homogéneas y densas, alcanzando resistencias a la compresión de 75.1 MPa con solo 1 min de mezclado, mientras que las mezclas convencionales requirieron ~10 min para resistencias comparables y presentaron un retraso adicional en el tiempo de fraguado.

Estos autores también observaron que el tiempo de mezcla influye en la estructura de poros y en la presencia de partículas no reaccionadas embebidas en una matriz continua, como se muestra en la Figura 2.13. El término CSH hace referencia a la formación de silicato de calcio hidratado, asociado a la alta presencia de calcio en las cenizas volantes.

Estos estudios evidencian que el tiempo de agitación, en interacción con las demás variables de síntesis, es determinante para el control de la microestructura y el desempeño de los geopolímeros, justificando su análisis específico en el presente trabajo.

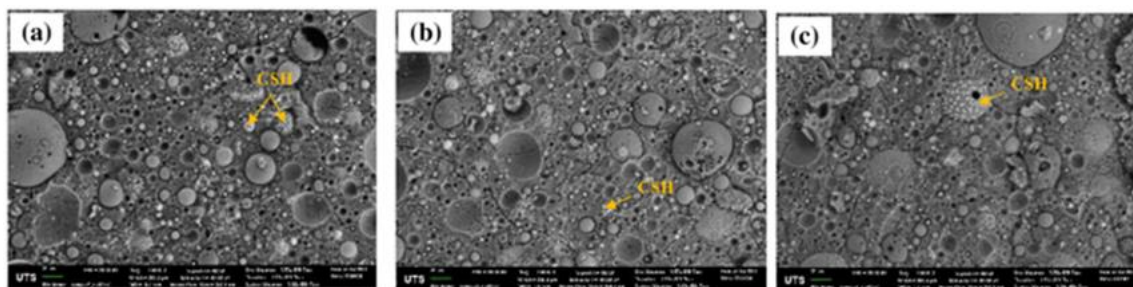


Figura 2.13 Microestructura de geopolímeros obtenidos con diferentes tiempos de agitación (a) 1 min, (b) 6 min y (c) 10 min [72].

2.9 Mecanismos de retención de los metales pesados en geopolímeros

Los geopolímeros son materiales inorgánicos de estructura tridimensional obtenidos mediante la activación alcalina de fuentes ricas en aluminosilicatos, como la ceniza volante o el metacaolín. Este proceso genera un gel polimérico amorfo o semicristalino, comúnmente denominado N–A–S–H ($\text{Na}_2\text{O}–\text{Al}_2\text{O}_3–\text{SiO}_2–\text{H}_2\text{O}$), con propiedades fisicoquímicas favorables para la estabilización e inmovilización de contaminantes inorgánicos, en particular metales pesados. La estructura porosa, el elevado pH del medio de síntesis y la presencia de grupos funcionales reactivos en la matriz geopolimérica permiten la retención de iones metálicos mediante mecanismos como adsorción, precipitación, intercambio iónico e incorporación estructural [55].

2.9.1 Mecanismos de retención del zinc (Zn)

La inmovilización del Zn en geopolímeros ha sido ampliamente estudiada dada su frecuente presencia en residuos industriales y su relevancia ambiental. El Zn se retiene mediante mecanismos simultáneos o complementarios. Uno predominante es la adsorción sobre sitios cargados

negativamente, asociados a oxígenos no compartidos en los tetraedros de $(\text{SiO}_4)^{4-}$ y $(\text{AlO}_4)^{3-}$ de la red geopolimérica [73, 74].

El pH elevado durante la activación alcalina favorece la precipitación de $\text{Zn}(\text{OH})_2$, que queda físicamente atrapado en la red porosa, reduciendo significativamente la movilidad del metal, en ambientes alcalinos. Además, se reporta la incorporación parcial de Zn^{2+} en la red estructural mediante sustitución de cationes alcalinos (Na^+ o K^+), lo que proporciona una inmovilización química más estable, como se ilustra en la Figura 2.14 [75-77].



Figura 2.14 Mecanismos de solidificación del Zn y Pb [77].

Estudios confirman que los mecanismos principales de retención del Zn incluyen adsorción superficial sobre grupos funcionales del gel geopolimérico e incorporación estructural de Zn^{2+} mediante la sustitución parcial de cationes alcalinos (Na^+ o K^+). Zhang y col. [78], mediante difracción de rayos X y espectroscopia, observaron que el Zn^{2+} se incorpora en la estructura N–A–S–H, alterando la cinética de polimerización y reduciendo efectivamente la lixiviación del metal. De manera complementaria, Guo y col. [79] evaluaron geopolímeros amorfos como adsorbentes de Zn^{2+} en solución acuosa, destacando la interacción electrostática con grupos $\equiv\text{Si}-\text{O}-$ y $\equiv\text{Al}-\text{O}-$ en la superficie del gel, así como la influencia significativa de la porosidad y la superficie específica en la capacidad de retención, lo que refuerza el rol de la adsorción como mecanismo clave en la inmovilización.

2.9.2 Mecanismos de retención del cromo (Cr)

El cromo, presente en residuos industriales como Cr (III) y Cr (VI) –este último altamente tóxico y cancerígeno–, se inmoviliza en geopolímeros mediante mecanismos diferenciados según su estado de oxidación y el entorno fisicoquímico. El Cr (III), catiónico, se retiene por adsorción electrostática sobre grupos $\equiv\text{Si}-\text{O}^-$ y $\equiv\text{Al}-\text{O}^-$ de la superficie del gel, y por incorporación estructural como sustituto parcial de cationes alcalinos en la red aluminosilicatada, lo que asegura mayor estabilidad química [73].

El Cr (VI), aniónico (CrO_4^{2-} o HCrO_4^-), altamente móvil en solución acuosa, puede reducirse a Cr (III) en condiciones alcalinas con agentes reductores como Fe^{2+} o ciertos compuestos orgánicos, facilitando su posterior inmovilización por adsorción, precipitación como $\text{Cr}(\text{OH})_3$, o incorporación en la matriz. En sistemas ricos en hierro, se forman complejos estables Cr-Fe. Estos mecanismos actúan sinérgicamente y dependen del pH, relación Si/Al, presencia del calcio y tipo de precursor [80-82].

Nikolic y col. [82] reportaron retención > 99 % de Cr (VI) en geopolímeros de ceniza volante clase F, con incorporación en la fase amorfa N-A-S-H mediante enlaces tipo Cr-O-Si y Cr-O-Al (confirmados por FT-IR y XPS), y concentraciones lixiviadas por TCLP inferiores a límites establecidos EPA. Zhang y col. [83] demostraron que sulfuros favorecen la reducción Cr (VI) a Cr (III), disminuyendo movilidad mediante incorporación en N-A-S-H o precipitados como $\text{Cr}(\text{OH})_3$ y silicatos de cromo.

2.9.3 Mecanismos de retención del arsénico (As)

El arsénico, común en residuos industriales como arseniato As (V) (AsO_4^{3-}) y arsenito As (III) (AsO_3^{3-}), representa un desafío para su inmovilización por su naturaleza aniónica, que limita la retención electrostática simple. No obstante, los geopolímeros inmovilizan eficientemente estas especies mediante mecanismos combinados.

Se reporta la adsorción aniónica sobre sitios con carga positiva (defectos estructurales o cationes balanceadores como Na^+), incorporación química del As (V) en la red amorfa

(especialmente con hierro formando complejos estables Fe–As) y precipitación de compuestos poco solubles como $\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2$ en presencia de calcio y condiciones alcalinas [84-88]. La eficiencia depende del pH, estado de oxidación, contenido de Fe y Ca, pero formulaciones óptimas reducen la lixiviación por debajo de límites regulatorios.

Bah y col. [88] observaron retención < 95 % de As (V) en geopolímeros de ceniza volante y relaves de mina, con incorporación en N–A–S–H (enlaces As–O–Si y As–O–Al) y fases secundarias ricas en Ca/Fe (confirmado por FTIR y XPS). Liu y col. [89] demostraron que la estructura compacta del gel de aluminosilicatos, junto con fases de friedelita, reduce lixiviación de As en cenizas volantes de incineración y escorias de fundición de Pb, favoreciendo complejos Fe–As y Ca–As, incrementando la estabilidad química del material frente a condiciones de lixiviación agresiva. Thakur y col. [87] propusieron microesferas geopoliméricas recubiertas con óxidos de hierro para mejorar la retención de As (III) y As (V) mediante complejación, relevante para matrices ricas en hierro.

2.9.4 Mecanismos de retención del plomo (Pb)

El plomo, altamente tóxico y persistente en el medio ambiente, se inmoviliza eficientemente en geopolímeros de aluminosilicatos mediante mecanismos físicos y químicos complementarios.

Físicamente, queda encapsulado en la estructura densa y de baja porosidad del gel N–A–S–H, limitando exposición a lixiviantes. Químicamente, Pb^{2+} participa en intercambio iónico con Na^+ y K^+ , forma enlaces estables con oxoaniones del gel y precipita como $\text{Pb}(\text{OH})_2$ o silicatos de plomo poco solubles en $\text{pH} > 11$, reduciendo biodisponibilidad y lixiviación. Diversos estudios confirman la eficiencia de estos mecanismos, señalando que la inmovilización del Pb en matrices geopoliméricas cumple con normativas ambientales de estabilidad y toxicidad a largo plazo [90].

Ren y col. [91] mostraron que mayor CaO en geopolímeros formulados a partir de ceniza volante favorece la formación de fases C–A–S–H y N–A–S–H, con encapsulación química y sustitución parcial de Ca^{2+} por Pb^{2+} en las fases hidratadas, así como a su retención física en la red porosa del gel geopolimérico, logrando una eficiencia de inmovilización > 93.6 % y lixiviado inferior a 0.02 mg/L, cumpliendo con normativas ambientales internacionales. Liu y col. [89] investigaron la coestabilización de cenizas volantes de incineración de residuos municipales con

escoria granulada de la fundición de plomo mediante sistemas geopoliméricos. Los geopolímeros presentaron una estructura densa y químicamente estable que favorece la retención de Pb adsorción, intercambio iónico y encapsulación, con lixiviación TCLP $\ll 0.1$ mg/L (EPA), sin comprometer el desempeño mecánico del material.

La revisión bibliográfica indica que la composición y comportamiento fisicoquímico de las cenizas volantes condicionan su potencial contaminante y aprovechamiento vía procesos de estabilización/solidificación. En particular, la geopolimerización por activación alcalina inmoviliza metales pesados por mecanismos de adsorción, encapsulamiento e incorporación estructural en redes aluminosilicatadas. Variables de síntesis como la relación Si/Al, contenido de agua, temperatura, tiempo de curado y agitación, influyen determinantemente en la formación, estabilidad y desempeño del geopolímero, con alta dependencia del origen de la ceniza y condiciones de procesamiento. En este contexto, el presente trabajo se sustenta en la hipótesis de que, mediante el control adecuado de las condiciones de activación alcalina, es posible transformar cenizas volantes mexicanas en geopolímeros estables capaces de reducir la movilidad de metales pesados, justificando el diseño experimental descrito en el capítulo siguiente.

CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe la metodología experimental empleada para evaluar la viabilidad de la ceniza volante como precursor geopolimérico y analizar los mecanismos de estabilización e inmovilización de elementos tóxicos mediante activación alcalina. Se detallan los materiales utilizados, las condiciones de síntesis y las técnicas de caracterización aplicadas para correlacionar la composición y reactividad del residuo con la formación de la red aluminosilicatada, su estabilidad fisicoquímica, su comportamiento frente a la lixiviación y la resistencia mecánica de los geopolímeros obtenidos. La Figura 3.1 presenta de manera esquemática el desarrollo experimental seguido en este estudio.

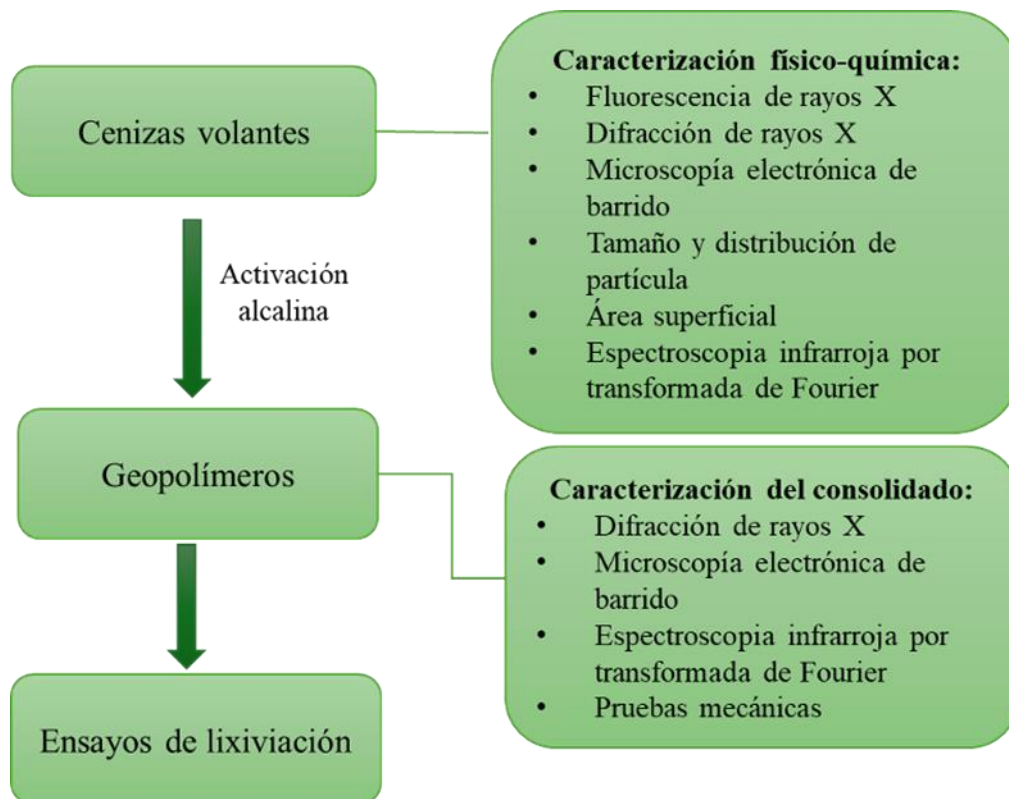


Figura 3.1 Esquema general del desarrollo experimental.

3.1 Materiales

La ceniza volante, utilizada como material precursor principal para la síntesis de los geopolímeros, fue recolectada en una central termoeléctrica mexicana. En estado de recibido, el material se presentó como un polvo muy fino de color café, característico de cenizas volantes con contenido apreciable de óxidos de hierro y carbón no quemado.

Como activadores alcalinos se emplearon reactivos sintéticos de grado comercial: pellets de hidróxido de sodio (NaOH, J.T. Baker) y metasilicato de sodio en polvo (Na_2SiO_3 , Sigma-Aldrich).

3.2 Caracterización química, física y microestructural de las cenizas volantes

Con el objetivo de evaluar la idoneidad de las cenizas volantes como precursor geopolimérico y establecer relaciones entre sus características intrínsecas y su reactividad en medio alcalino, se realizó una caracterización química, física y microestructural del material en estado de recibido. Estas determinaciones permiten analizar la influencia del tamaño de partícula, la distribución granulométrica y la morfología sobre los procesos de disolución, policondensación y formación de la red aluminosilicatada.

3.2.1 *Tamaño y distribución de partículas*

El tamaño y la distribución de partículas de las cenizas volantes se determinaron mediante un analizador de partícula Beckman Coulter LS 1000. El equipo opera bajo el principio de sedimentación de sólidos, combinada con detección por transmisión óptica, lo que permite evaluar la distribución granulométrica de partículas finas en suspensión.

Los resultados se expresaron en forma de curvas de distribución acumulativa, a partir de las cuales se obtuvo el diámetro medio de partícula D_{50} , definido como el tamaño para el cual el 50 % del volumen total de partículas corresponde a diámetros menores. Este parámetro es particularmente relevante en la geopolimerización, ya que partículas de menor tamaño favorecen la disolución de especies de silicio y aluminio en medio alcalino y, en consecuencia, la formación de una red geopolimérica más homogénea y reactiva.

3.2.2 Densidad real

La densidad real de las cenizas volantes se determinó mediante picnometría de helio en un picnómetro AccuPyc (Micromeritics), utilizando el método de desplazamiento de gas. Las muestras se secaron previamente a 105 °C durante 24 h para eliminar la humedad.

El principio de la técnica se basa en la medición del volumen real del sólido mediante el desplazamiento de helio, que penetra en los poros abiertos del material, proporcionando una determinación precisa del volumen sólido excluyendo espacios vacíos. La densidad real se calculó mediante la ecuación:

$$\rho = \frac{m_s}{v_s} \quad (3.1)$$

donde m_s es la masa de material seco y v_s es el volumen de la parte sólida.

La determinación de este parámetro físico es esencial para definir adecuadamente las proporciones de mezcla, la compactación y la porosidad final de los geopolímeros.

3.2.3 Área superficial específica

El área superficial específica de las cenizas volantes se determinó mediante el método BET (Brunauer-Emmett-Teller) en un equipo Quantasirb Jr. (Quantachrome). Previo al análisis, las cenizas volantes se secaron a 105 °C durante 24 h y se desgasificaron a 90 °C durante 15 min bajo flujo de nitrógeno para eliminar la humedad absorbida.

Posteriormente, las cenizas volantes se pesaron y colocaron en la estación de desgasificado del equipo a una temperatura de 90 °C en nitrógeno durante 15 min. Se midió la adsorción-desorción con una mezcla 70N₂-30He a temperatura de nitrógeno líquido (−196 °C). A partir de la isoterma de adsorción obtenida, se calculó el área superficial específica mediante el modelo BET. Este parámetro es clave para evaluar la reactividad superficial de las cenizas volantes en medio alcalino.

3.2.4 Fluorescencia de rayos X (XRF)

La composición química elemental de la ceniza volante se determinó mediante espectroscopia de fluorescencia de rayos X (XRF) en un equipo Bruker S8 Tiger. Previo al análisis, las muestras se pulverizaron en un molino de discos vibratorio Retsch RS 200 a 1000 rpm durante 4 min para garantizar homogeneidad y minimizar efectos de tamaño de partícula.

Se prepararon pastillas prensadas utilizando micropolvo de Cera C (Hoechst) como aglutinante en proporción 4:1 (muestra/aglutinante). La técnica se basa en la excitación de los átomos por radiación de rayos X, induciendo la emisión de radiación característica de cada elemento. Los resultados se expresaron en términos de óxidos, permitiendo su comparación directa con criterios de clasificación y reactividad geopolimérica.

3.2.5 Difracción de rayos X (DRX)

Las fases cristalinas presentes en las cenizas volantes se identificaron mediante difracción de rayos X en un difractómetro Bruker D2 PHASER, utilizando radiación monocromática Cu K α ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). El rango de barrido fue de 10 a 80°, con pasos de 0.02° y tiempo de 1 s por paso, operando a 30 kV y 10 mA. La identificación de fases se realizó con las tarjetas PDF del Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS).

3.2.6 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La morfología de las partículas se analizó mediante microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FE-SEM) en un equipo JEOL JSM-7600F a 15 kV. Complementariamente, se realizaron microanálisis químicos puntuales y mapeos elementales mediante espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) con detector Bruker XFlash 6130.

3.2.7 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)

Las cenizas volantes se analizaron mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) en un espectrómetro Bruker Tensor 27, en el rango 4000-400 cm⁻¹. Las muestras se

prepararon como pastillas de KBr (proporción aproximada 1:100, muestra:KBr) para garantizar transparencia y resolución.

3.2.8 Estudios de toxicidad y lixiviación de las cenizas volantes

Con el objeto de determinar la cantidad de metales pesados que las cenizas pueden liberar al medio ambiente cuando entran en contacto con un medio ácido controlado, se evaluó la toxicidad y movilidad de los metales pesados en las cenizas volantes mediante el método EPA TCLP 1311 [23]. El procedimiento consistió en agitar las muestras durante 18 h en un extractor rotatorio ZHE-1000 (de acero inoxidable 316) con la solución de extracción de ácido acético glacial 0.1 N (preparada diluyendo 5.7 mL de ácido acético glacial a 1 L con agua destilada; pH ~2.88). La relación sólido/líquido fue 20:1 (cenizas/solución ácida) bajo rotación continua a 30 rpm (Figura 3.2). Transcurrido el periodo de rotación, el licor de extracción se recuperó mediante centrifugación, lo que facilitó la sedimentación de las partículas sólidas y, finalmente, el sobrenadante se filtró (filtro de 0.45 μ m) para aislar por completo el licor del sólido. Este licor se utilizó para cuantificar los metales presentes mediante espectroscopia de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) en un equipo Thermo Scientific iCAP QR.



Figura 3.2 Extractor comercial modelo ZHE1000 de acero inoxidable 316 utilizado para los ensayos de lixiviación según el método EPA TCLP 1311.

3.3 Síntesis de los geopolímeros

La síntesis de los geopolímeros se realizó utilizando ceniza volante como precursor de aluminosilicatos y una combinación de hidróxido de sodio (NaOH) y metasilicato de sodio (Na_2SiO_3) como activador alcalino, seleccionados por su eficiencia en la disolución de fases amorfas.

La solución activadora se preparó 24 h antes de la síntesis para permitir la estabilización térmica y química, dada la naturaleza exotérmica de la disolución del NaOH. El NaOH se disolvió a 10 M en vasos de precipitado de 250 mL utilizando parrilla eléctrica y agitación magnética. El metasilicato de sodio se empleó como solución acuosa al 37 % en peso, ajustada a 35 °C con agitación magnética. Ambas soluciones se combinaron en relación en peso NaOH: Na_2SiO_3 de 1:2.5 y se almacenó para su uso como solución activadora.

3.3.1 Preparación de las pastas

Las pastas geopoliméricas se prepararon variando el tiempo de agitación en 5, 10 y 20 min con el objetivo de evaluar su influencia en la homogeneidad de la mezcla, el grado de disolución de las especies aluminosilicatadas, la formación de la red y las propiedades finales del material geopolimérico. Para cada condición de agitación se emplearon 78.32 g de ceniza volante y 33 mL de solución activadora alcalina, manteniendo una relación sólido/líquido fija de 1:0.54 (en peso). El mezclado se realizó en vaso de precipitado con ayuda de agitación magnética para asegurar una dispersión uniforme del precursor en la solución activadora.

3.3.2 Vaciado de las pastas

Tras la agitación, las pastas se vertieron en moldes cilíndricos (diámetro 18 mm, altura 30 mm) y se desairearon en agitador orbital MaxQ 7000 (Thermo Scientific) durante 5 min a 250 rpm para eliminar burbujas de aire y mejorar la dispersión de la mezcla dentro del molde.

3.3.3 Curado de las pastas

Los especímenes se curaron térmicamente a 60 °C durante 24 h en horno Lindberg Blue M (Thermo Scientific) para acelerar la geopolimerización y favorecer el desarrollo del gel aluminosilicatado. Posteriormente, se desmoldaron y almacenaron en condiciones ambientales hasta completar 28 días de maduración, tras lo cual se realizaron los ensayos de lixiviación y resistencia a la compresión. La Figura 3.3 esquematiza el procedimiento completo de obtención de los geopolímeros.

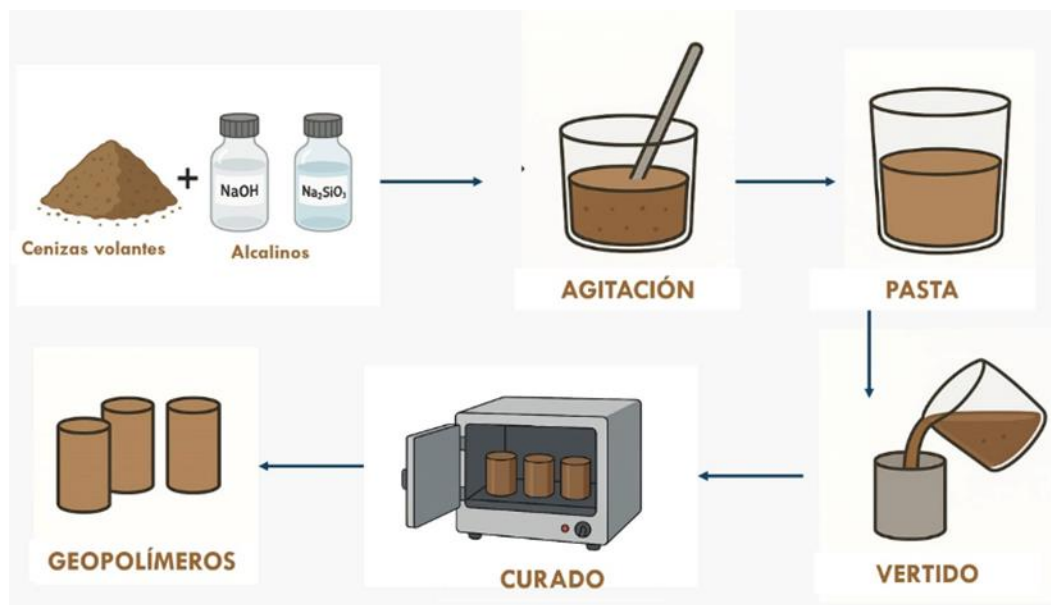


Figura 3.3 Esquema detallado del procedimiento de síntesis de geopolímeros a partir de ceniza volante mediante activación alcalina.

3.4 Caracterización química, física y microestructural de los geopolímeros

3.4.1 Difracción de rayos X (DRX)

Las fases presentes en los geopolímeros se identificaron mediante DRX bajo las mismas condiciones descritas en la Sección (3.2.5), ampliando el rango de barrido (2θ) a 10–90°. La muestra de geopolímero fue evaluada en forma de polvo, después de fracturar y triturar la muestra para su análisis.

Cabe mencionar que el equipo de DRX calculó el porcentaje de amorficidad del patrón de difracción los materiales obtenidos con distintos tiempos de agitación mediante en el software Diffrac.Eva bajo la siguiente fórmula:

$$\% \text{ amorficidad} = \frac{\text{Área global} - \text{área reducida}}{\text{área global}} \times 100 \quad (3.2)$$

En donde el área reducida es ajustada por el usuario mediante la línea base como se muestra en la Figura 3.4.

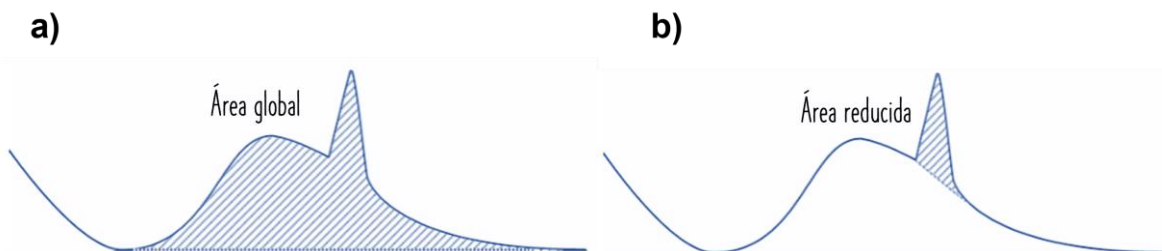


Figura 3.4 a) área global y b) área reducida en el patrón de difracción de rayos X.

3.4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

La microestructura se analizó por microscopía electrónica de barrido (FE-SEM) bajo las condiciones descritas en la Sección (3.2.6) en especímenes fracturados a 7, 14, 21 y 28 días de curado, a los tres tiempos de agitación, para evaluar la evolución del gel aluminosilicatado durante el curado. Las muestras se fracturaron con prensa hidráulica y se metalizaron con cobre. Se realizaron mapeos elementales por EDS (Bruker XFlash 6130).

3.4.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)

Los geopolímeros se analizaron a 7, 14, 21 y 28 días de curado, para los tres tiempos de agitación, mediante espectroscopia infrarroja (FT-IR) Bruker Tensor 27, en el rango 4000-400 cm⁻¹ para

examinar cambios en los enlaces Si–Al–O y Si–O–Si. Las muestras se fracturaron, trituraron en mortero para aumentar el área superficial y prepararon como pastillas de KBr para su análisis, como se describe en la Sección (3.2.7).

3.5 Estudios de toxicidad y lixiviación de los geopolímeros

Los geopolímeros consolidados a los diferentes tiempos de agitación, tras 28 días de maduración, se sometieron al método EPA TCLP 1311 (detallado en Sección 3.3.8). Las muestras se trituraron en mortero, se sometieron a extracción y separación del licor. Los metales se cuantificaron por ICP-MS (iCAP QR, Thermo Scientific); el arsénico adicionalmente por espectrometría de emisión atómica de plasma de microondas MP-AES (Agilent 4100).

La eficiencia de inmovilización (EI) de cada metal se calculó mediante la ecuación:

$$EI (\%) = \frac{C_{cv} - C_{geop.}}{C_{cv}} \times 100 \quad (3.3)$$

donde C_{cv} es la concentración del metal lixiviado de la ceniza volante cruda (mg/L) y C_{geop} es la concentración lixiviada del metal del geopolímero (mg/L).

3.6 Resistencia a la compresión

La resistencia a la compresión uniaxial se determinó como uno de los indicadores clave del desempeño mecánico de los geopolímeros sintetizados, ya que refleja la calidad de la matriz aluminosilicatada formada (gel N–A–S–H), el grado de consolidación y la homogeneidad microestructural obtenida tras el curado.

La resistencia a la compresión se evaluó en especímenes cilíndricos (relación L/D = 2) según la norma ASTM C39 [92]. Las pruebas se realizaron en máquina universal AMETEK EZ50 con velocidad de carga de 0.25 mm/min hasta ruptura. La carga se aplicó de forma continua y centrada hasta la ruptura completa de la probeta, registrando la carga máxima alcanzada (en N) mediante el software de adquisición de datos de la máquina.

Se ensayaron un total de 11 especímenes correspondientes exclusivamente a la formulación que mostró la mayor eficiencia de inmovilización de metales pesados en los ensayos de lixiviación

TCLP. Esta selección se justificó por el objetivo principal del estudio: correlacionar la capacidad de retención de contaminantes con un desempeño mecánico aceptable, priorizando la muestra más representativa de la estrategia de estabilización propuesta.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presenta y analizan los resultados experimentales obtenidos de la caracterización de la ceniza volante y los materiales desarrollados con variaciones en los tiempos de agitación de las mezclas (5, 10 y 20 min). Se describen primeramente los resultados de las propiedades químicas, físicas y microestructurales de las cenizas volantes, así como la evaluación de la toxicidad de las cenizas mediante el método TCLP 1311. Posteriormente se exponen los resultados correspondientes a los geopolímeros sintetizados evidenciando su estructura, morfología y la eficiencia en la inmovilización de los metales pesados. Finalmente se evalúa el comportamiento mecánico al geopolímero con mayor eficiencia de inmovilización de metales tóxicos.

4.1 Caracterización del precursor: cenizas volantes

4.1.1 Composición química

La formación de geopolímeros en medio alcalino depende de la composición fisicoquímica del precursor aluminosilicatado, particularmente del contenido, proporción y la naturaleza estructural de las fases ricas en silicio y aluminio presentes en la ceniza volante. Durante la combustión del carbón en centrales termoeléctricas, las variables del proceso impactan de forma significativa en la mineralogía y en la fracción vítrea del residuo, afectando su reactividad en soluciones alcalinas. Por esta razón, es esencial la caracterización integral de la ceniza volante para comprender y optimizar su desempeño durante el proceso de geopolimerización.

La Tabla 4.1 presenta la composición química de la ceniza volante determinada mediante fluorescencia de rayos X, expresada en porcentaje en peso de óxidos. Los principales constituyentes son SiO_2 (57.1 %), Al_2O_3 (17.7 %) y Fe_2O_3 (11.9 %), los cuales representan el 86.7 % en peso del total de óxidos presentes. De acuerdo con los criterios establecidos en la norma ASTM C-618 [22], la suma de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ supera el 70 %, lo que clasifica a la ceniza estudiada como ceniza Tipo F, asociada a la combustión de carbón bituminoso. Este tipo de cenizas

se distingue por un elevado contenido de fase vítrea, producto de una combustión eficiente, condición favorable para su activación alcalina y formación de geopolimeros.

Además de los óxidos mayoritarios, se identificaron CaO (4.5 %) y otros óxidos en proporciones menores al 4 %, correspondientes principalmente a K₂O, Na₂O, MgO y SO₃. Aunque estos componentes no gobiernan el mecanismo principal de geopolimerización, dominado por las reacciones de disolución y policondensación de las fases amorfas de aluminosilicatos, pudieran modificar la cinética de reacción y el equilibrio iónico del medio activador, influyendo sobre la evolución microestructural del material endurecido al formar fases secundarias cristalinas residuales. De aquí la importancia de estudiar diferentes tiempos de agitación en la formulación de las pastas.

Asimismo, se detectaron elementos traza como Cr, Zn, Ni, As y Cu en concentraciones del orden de partes por millón. La presencia de estos metales pesados se atribuye a que son altamente volátiles a las temperaturas de combustión y tienden a condensarse sobre la superficie de las partículas. Este hallazgo es particularmente relevante para los objetivos del presente trabajo, ya que confirma que la ceniza volante contiene especies potencialmente contaminantes cuya inmovilización dentro de la matriz geopolimérica puede contribuir a reducir su liberación por lixiviación en ambientes húmedos.

Tabla 4.1 Composición química de las cenizas volantes.

(% en peso)												
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	MgO	TiO ₂	BaO	V ₂ O ₅	SrO	P ₂ O ₅
57.1	17.7	11.9	4.50	2.16	1.83	1.42	1.34	1.01	0.38	0.17	0.16	0.11

Partes por millón (ppm)								
MnO	Cr ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	NiO	As ₂ O ₃	MoO ₃	CuO	Rb ₂ O
612	458	277	257	222	159	157	154	122

Para evaluar la idoneidad de la ceniza volante como precursor geopolimérico se analizaron dos parámetros clave: la pérdida por ignición (LOI) y la relación molar Si/Al. La pérdida por ignición registrada fue de 3.72 %, valor inferior al límite recomendado del 5 %, lo que indica baja presencia de carbono no quemado, humedad o carbonatos. Este resultado sugiere que la reacción de geopolimerización no se verá significativamente inhibida por impurezas o fases inertes.

El segundo parámetro determinante es la relación molar Si/Al. A partir de los contenidos de SiO₂ y Al₂O₃ determinados por FRX, se calculó una relación molar Si/Al = 2.8. Este valor confirma el carácter predominantemente silíceo del material y se encuentra dentro del intervalo reportado como favorable para la formación de redes tridimensionales tipo polisialato-siloxo (–Si–O–Al–O–Si–O–) o polisialato-disiloxo (–Si–O–Al–O–Si–O–Si–O–), según la clasificación de Davidovits [34]. En consecuencia, la composición química determinada sugiere condiciones adecuadas para el desarrollo de una matriz geopolimérica estructuralmente estable y con capacidad potencial de encapsular especies metálicas traza, lo cual se muestra en secciones posteriores.

4.1.2 Fases cristalinas y grado de amorficidad

El patrón de difracción de rayos X de la ceniza volante, mostrado en la Figura 4.1, revela su naturaleza semicristalina. La presencia de fases cristalinas se evidencia mediante picos bien definidos correspondientes a cuarzo (SiO₂), mullita (Al₆Si₂O₁₃) y hematita (Fe₂O₃), en concordancia con los óxidos mayoritarios identificados previamente por fluorescencia de rayos X. La coherencia entre ambos análisis confirma la consistencia composicional del material precursor.

No obstante, desde el punto de vista de la geopolimerización, el parámetro más relevante no es la fracción cristalina, sino el contenido de fase amorfa, ya que esta constituye la porción químicamente reactiva en medio alcalino al disolverse y liberar las especies reactivas de silicio y aluminio. En el difractograma se observa una desviación amplia de la línea base entre 5° y 40° (2θ), asociada a la presencia de material amorfo. El análisis cuantitativo del área bajo esta región indica que la fracción amorfa representa aproximadamente el 65.3 % del patrón de difracción total. Este valor se encuentra dentro del intervalo reportado en la literatura para cenizas volantes Tipo F. Chen y col. [93], mediante refinamiento Rietveld, reportan contenidos de fase vítrea entre 58.70 % y 73.41 %, dependiendo del origen y condiciones de combustión del carbón. La fracción amorfa

determinada en este estudio se sitúa en ese rango, lo cual es significativo para el objeto del trabajo, pues el contenido de 65.3 % de fase amorfa indica condiciones favorables para la activación alcalina y el desarrollo de una matriz consolidada, en concordancia con la relación Si/Al previamente determinada.

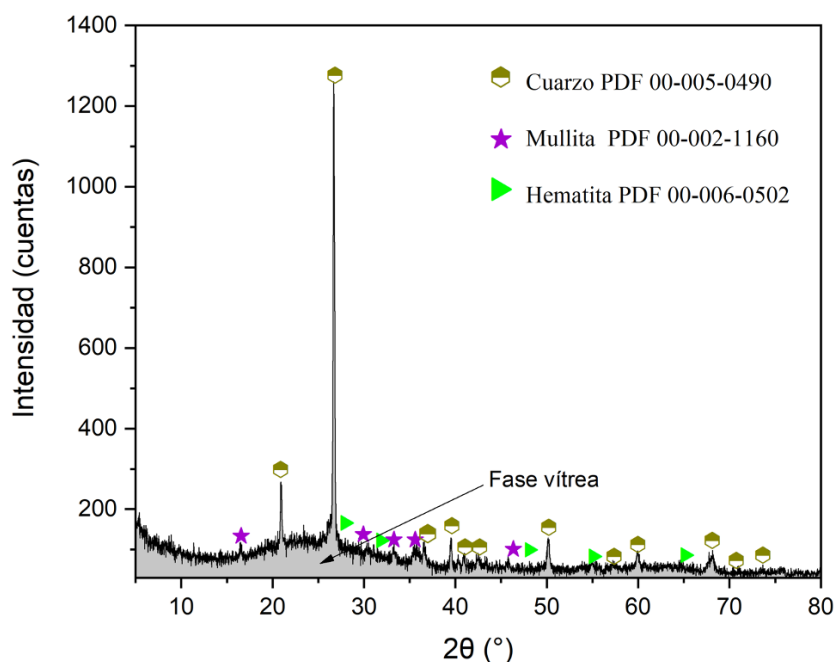


Figura 4.1 Difractograma de las cenizas volantes.

4.1.3 Grupos funcionales (FT-IR)

La caracterización estructural de la ceniza volante se complementó mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), cuyo espectro se muestra en la Figura 4.2. Esta técnica permitió identificar los enlaces químicos predominantes y confirmar la naturaleza aluminosilicatada de las cenizas precursoras.

En la región comprendida entre 1100 y 400 cm^{-1} se observan las bandas características de los aluminosilicatos. La banda principal centrada en 1082 cm^{-1} se asigna a las vibraciones de estiramiento asimétrico de los enlaces Si–O–Si y Si–O–Al, asociadas a la red tetraédrica característica de las fases aluminosilicatadas. La señal alrededor de 775 cm^{-1} corresponde a vibraciones simétricas del enlace Si–O, mientras que la banda ubicada en 601 cm^{-1} se relaciona con modos combinados de estiramiento y flexión de enlaces Si–O, Al–O y Fe–O. Estas

asignaciones son consistentes con la presencia de cuarzo, mullita y fases vítreas ricas en silicio y aluminio identificadas previamente por DRX.

En la región de mayor número de onda se identifican bandas aproximadamente en 3422 cm^{-1} y 1620 cm^{-1} , correspondientes a las vibraciones de estiramiento del grupo O–H y de flexión del grupo H–O–H, respectivamente. Estas señales se atribuyen a la presencia de agua físicamente adsorbida en la superficie de las partículas, fenómeno común en materiales de alta área superficial con cierta afinidad higroscópica. De esta forma, la técnica corrobora la presencia de fases de aluminosilicatos susceptibles de disolución en medio alcalino, condición esencial para la liberación de especies silicato y aluminato que participan en la formación del gel geopolimérico.

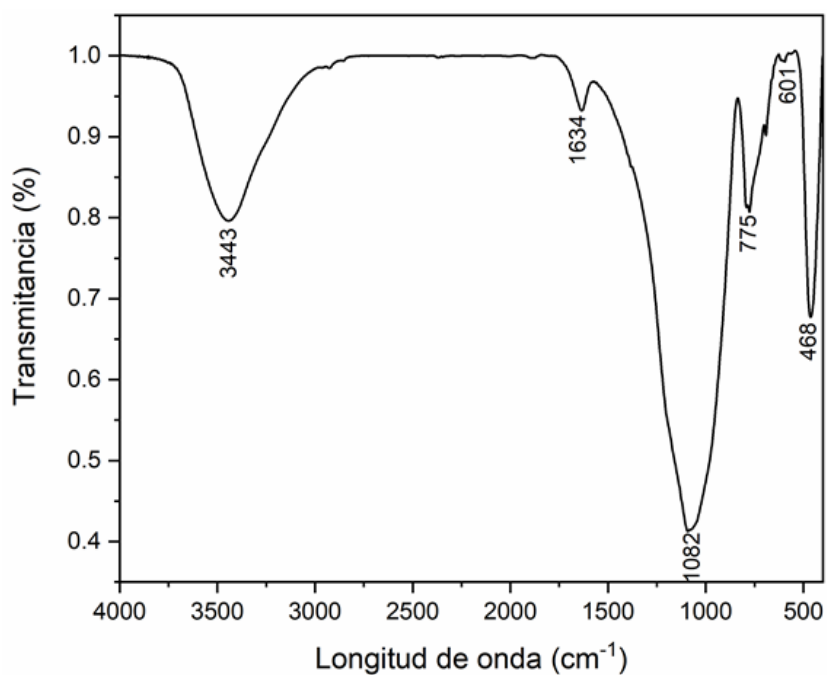


Figura 4.2 Espectro FT-IR de las cenizas volantes.

4.1.4 Morfología y microestructura

Las micrografías SEM mostradas en la Figura 4.3 revelan que las cenizas volantes están compuestas predominantemente por partículas esféricas con una distribución polidispersa de tamaños. La coexistencia de esferas de diferentes diámetros, junto con partículas finas adheridas a

su superficie, sugiere un proceso de solidificación no uniforme de gotas fundidas durante la combustión del carbón.

En la Figura 4.3a predomina la presencia de cenosferas, morfología típica de las cenizas Tipo F. La superficie lisa y continua de las partículas indica que se originaron a partir de una fase líquida viscosa que, al solidificarse rápidamente, conservó una textura vítrea. Este comportamiento es coherente con el 65.3 % de fracción amorfa determinado por DRX, lo que confirma que la mayor parte de la estructura corresponde a una red vítrea de naturaleza reactiva. La morfología esférica favorece el proceso de síntesis, ya que mejora la trabajabilidad de las pastas durante la activación alcalina, facilita la disolución de especies de Si y Al, y optimiza la demanda de agua sin comprometer el desarrollo de la red geopolimérica.

La micrografía a mayor aumento (Figura 4.3b) muestra la estructura interna de una cenosfera fracturada. Se observa una pared de espesor relativamente uniforme y una cavidad interna parcialmente ocupada por partículas finas. Esta configuración permite que la superficie externa vítrea quede expuesta a la disolución de especies de silicato y aluminato, mientras que las interfaces internas pueden presentar distintos grados de reacción.

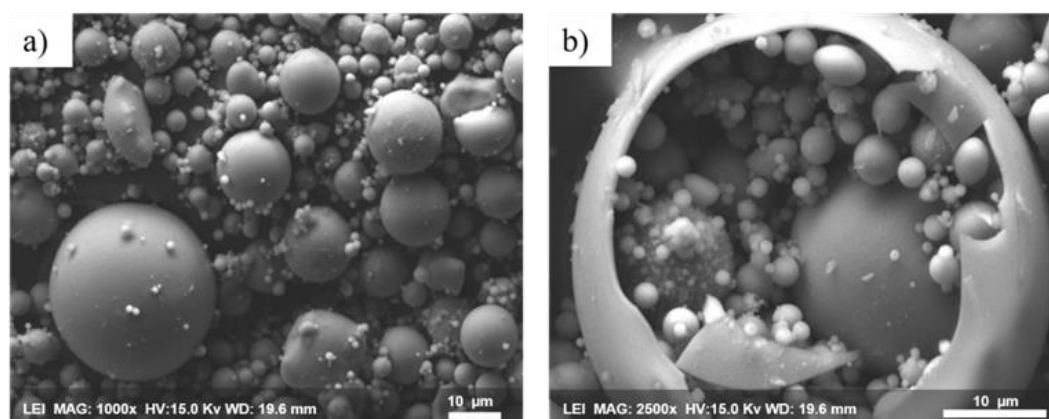


Figura 4.3 Morfología de las cenizas volantes: a) cenosferas y b) detalle interno de una cenosfera fracturada (posible pleroesfera).

El mapeo elemental mostrado en la Figura 4.4 confirma que las partículas esféricas presentan una distribución homogénea de Si, Al y O, lo cual valida la continuidad de la red aluminosilicatada vítrea. La correspondencia entre la composición global obtenida por FRX (57.1

% SiO₂ y 17.7 5 Al₂O₃), la estructura vibracional observada por FT-IR (banda principal asociada a vibraciones Si–O–Si y Si–O–Al) y la distribución espacial obtenida por EDS refuerza la idea de que la fase amorfa constituye una red estructural continua y potencialmente reactiva.

El hierro (Fe) muestra una distribución relativamente uniforme, consistente con su presencia tanto en fases cristalinas (hematita identificada por DRX) como posiblemente incorporado en la matriz vítrea. El calcio (Ca), presente en menor proporción, aparece de forma dispersa, en acuerdo con su bajo contenido como óxido (4.5 % CaO por FRX).

El espectro EDS cuantitativo de la Figura 4.4 confirma la predominancia de oxígeno (66.6 %), silicio (14.7 %), aluminio (8.0 %) y carbono (6.01 %), valores coherentes con la naturaleza aluminosilicatada del material. La señal de carbono se atribuye principalmente a la cinta de carbón utilizada como soporte, mientras que el cobre proviene del recubrimiento conductor; ambos no interfieren en la interpretación. Otros elementos en menor proporción, como potasio (1.41%), magnesio (0.63%) y titanio (0.33 %), concuerdan razonablemente con el análisis global por FRX, lo que indica una composición relativamente homogénea a escala micrométrica.

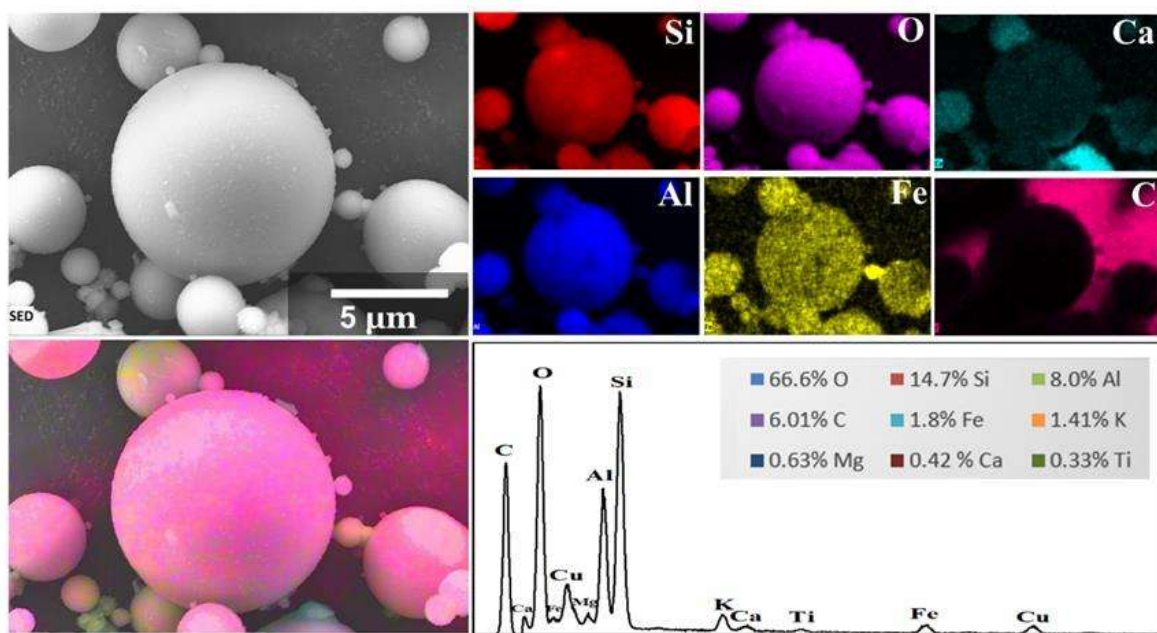


Figura 4.4 Mapeo elemental en la superficie de una partícula esférica de ceniza volante.

4.1.5 Distribución de tamaño de partícula

La Figura 4.5 presenta la distribución de tamaño de partícula de la ceniza volante, expresada mediante histograma de frecuencia y curva de distribución acumulativa. El rango de tamaños abarca aproximadamente de 0.04 μm y 70 μm , exhibiendo una distribución multimodal con un tamaño medio $D_{50}=13.9 \mu\text{m}$. Este comportamiento es consistente con la morfología polidispersa observada por SEM (Sección 4.1.4), caracterizada por esferas de distintos diámetros que coexisten con partículas finas adheridas a sus superficies.

Con base en el análisis volumétrico, la distribución se agrupa en cuatro fracciones principales. La primera fracción, correspondiente a partículas menores de 0.73 μm , representa aproximadamente el 5 % del volumen total. La segunda fracción, comprendida entre 0.73 y 13.40 μm , constituye la porción predominante con un 51 % del volumen, mientras que la tercera fracción, entre 13.40 y 24.74 μm , aporta alrededor del 24 %. Finalmente, las partículas mayores a 24.74 μm representan cerca del 20 % del volumen acumulado.

El predominio de las fracciones finas e intermedias (partículas $<13.40 \mu\text{m}$), que en conjunto superan el 56 % del volumen total, resulta especialmente relevante para los procesos de activación alcalina. Una mayor proporción de partículas finas incrementa el área superficial efectiva disponible para la disolución de especies silicato y aluminato, lo que favorece la cinética de reacción y promueve la formación del gel geopolimérico.

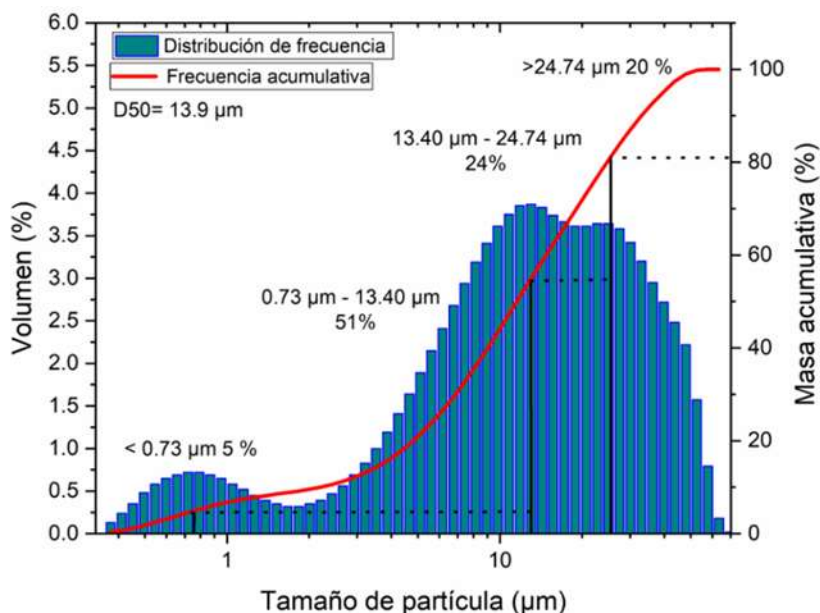


Figura 4.5 Distribución de tamaño de partícula de las cenizas volantes (histograma de frecuencia y curva acumulativa volumétrica).

4.1.6 Área superficial específica y densidad real

Los resultados experimentales de área superficial específica y densidad real de la ceniza volante se resumen en la Tabla 4.2. El área superficial específica, determinada por el método BET, fue de $0.76 \text{ m}^2/\text{g}$. Este valor relativamente bajo es consistente con la morfología predominantemente esférica y la superficie lisa observada en las micrografías SEM (Figura 4.3).

Desde el punto de vista reológico, la combinación de tamaño de partícula, forma esférica y área superficial moderada reduce la demanda de agua o solución activadora requerida para alcanzar una trabajabilidad adecuada en las mezclas. Sin embargo, el tamaño medio de partícula $D_{50} = 13.9 \text{ µm}$ indica partículas moderadamente gruesas dentro del espectro típico de ceniza fina, lo que explica el desarrollo limitado de la superficie específica. A pesar de ello, la significativa fracción amorfa (65.3 % por DRX) asegura una reactividad potencial favorable del material, incluso con un área BET moderada.

La densidad real, medida mediante picnometría de helio, resultó ser 3.03 g/cm^3 . Este resultado es coherente con la naturaleza vítrea y con la presencia de fases cristalinas como cuarzo, mullita y hematita identificadas por DRX. Esta densidad corresponde al material sólido que

constituye las paredes de las partículas y no al volumen aparente de las esferas con cavidades internas.

Tabla 4.2 Área superficial específica, densidad real y tamaño medio de partícula de las cenizas volantes.

Tamaño de partícula D ₅₀ (μm)	Densidad real (g/cm^3)	Área superficial específica (m^2/g)
13.9	3.03	0.76

4.2 Contenido y lixiviación de metales pesados en cenizas volantes

Con el propósito de evaluar el comportamiento ambiental de la ceniza volante y su potencial riesgo de contaminación, se llevó a cabo un ensayo de lixiviación según el método TCLP 1311 [19], el cual simula condiciones típicas de disposición en rellenos sanitarios mediante extracción en medio ácido controlado. Las concentraciones de metales pesados en los lixiviados, determinadas por ICP-MS, se compararon con los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-2021 [94] para descargas en cuerpos receptores de aguas y bienes nacionales.

La Tabla 4.3 resume las concentraciones de metales lixiviados. En orden descendente, los valores fueron: $\text{Zn} > \text{Cu} > \text{Cr} > \text{Ni} > \text{As} > \text{Co} > \text{Pb}$, mientras que el Cd no se detectó dentro del límite instrumental del equipo.

Aunque la mayoría de los elementos se encuentran por debajo de los límites normativos, el cromo (0.6155 mg/L) y el arsénico (0.5000 mg/L) superan los valores máximos permisibles (0.5 mg/L para Cr y 0.1 mg/L para As). Este resultado reviste importancia ambiental, ya que ambos elementos presentan alta toxicidad y movilidad en medios acuosos. El cromo, dependiendo de su estado de oxidación, puede provocar efectos adversos graves en la salud humana, como anemia, úlceras gástricas y cáncer [7]. Por su parte, el arsénico destaca por su elevada movilidad geoquímica y persistencia ambiental, favoreciendo su transporte hacia aguas superficiales y subterráneas. La exposición prolongada a este elemento se asocia con lesiones cutáneas, trastornos neurológicos y diversos tipos de cáncer [95].

Estos resultados indican que, aunque la ceniza volante presenta contenidos totales relativamente bajos de metales pesados, su fracción lixiviable puede representar un riesgo ambiental significativo bajo condiciones simuladas de disposición inadecuada.

Tabla 4.3 Concentración de metales pesados en lixiviados de cenizas volantes (método TCLP) y comparación con límites máximos permisibles según la NOM-001-SEMARNAT-2021.

Elemento	(mg/L) en cenizas volantes	Límites máximos permisibles (mg/L)
Zn	1.5635	10
Cu	0.6912	4
Cr	0.6155	0.5
Ni	0.4328	2
As	0.5000	0.1
Co	0.056	----
Pb	0.0005	5

Los resultados difieren de algunos estudios previos en México, lo que resalta la variabilidad inherente a los residuos industriales. León y col. [20] aplicando el mismo procedimiento TCLP a cenizas Tipo F de la Central Termoeléctrica Presidente Plutarco Elías Calles (Petacalco, Guerrero), reportaron un orden de lixiviación $As > Cd > Zn > Cu > Ni > Co$, destacando la alta movilidad de arsénico. Estas diferencias pueden atribuirse principalmente a la composición química del carbón precursor, las condiciones de combustión, la fracción amorfa, la estructura mineralógica, el tamaño de partícula y el área superficial específica.

De manera similar, A. Medina y col. [96] caracterizaron cenizas volantes de carbón de la Termoeléctrica José López Portillo (Coahuila), encontrando concentraciones totales en el orden $Zn > Cr > As > Ni > Cu > Co > Cd > Pb$, aunque con baja lixivabilidad y riesgo ambiental limitado bajo manejo adecuado. Por otro lado M. A. Pastrana y col. [97] evaluaron suelos cercanos a la Termoeléctrica Presidente Juárez (Baja California), donde las cenizas de combustóleo

contribuyeron a la acumulación de V, Ni, Cr y Cu, pero sin superar los límites normativos mexicanos, clasificando el área como de bajo riesgo.

La superación de los límites para Cr y As en este estudio confirma el potencial tóxico de la ceniza volante analizada y subraya la necesidad de medidas de manejo. Aunque los contenidos totales de metales tóxicos son moderados, la fracción lixiviable representa un riesgo ambiental y sanitario relevante si el residuo se dispone sin tratamiento previo.

Los resultados refuerzan la pertinencia del enfoque de esta investigación, en torno a la valorización de la ceniza volante mediante activación alcalina para producir materiales consolidados. Dicho proceso no solo permite su reutilización, sino que también inmoviliza estructuralmente los metales pesados dentro de la red geopolimérica (gel N-A-S-H tridimensional), reduciendo su movilidad a través de mecanismos de encapsulamiento físico y fijación química, con el propósito de mitigar impactos potenciales en ecosistemas y salud pública.

4.3 Síntesis de geopolímeros y caracterización microestructural

4.3.1 Morfología de los geopolímeros (SEM)

La caracterización fisicoquímica y microestructural de la ceniza volante (Sección 4.1) reveló una fracción amorfa significativa (65.3 %), una composición rica en $\text{SiO}_2\text{--Al}_2\text{O}_3$, y una distribución granulométrica favorable para la activación alcalina. Estas condiciones se confirmaron experimentalmente mediante la síntesis de geopoliméricos consolidados bajo tiempos de agitación de 5, 10 y 20 min, obteniéndose en todos los casos cuerpos monolíticos con adecuada estabilidad estructural. La Figura 4.6 muestra un ejemplo representativo del ecomaterial consolidado obtenido.

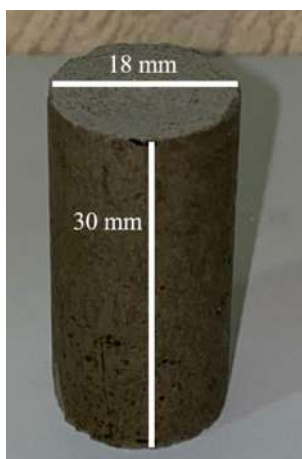


Figura 4.6 Aspecto macroscópico del geopolímero obtenido con 10 min de agitación.

Las micrografías SEM de superficies de fractura presentadas en la Figura 4.7 ilustran la evolución microestructural de los geopolímeros en función del tiempo de agitación (5, 10 y 20 min) y del tiempo de curado (7, 14, 21 y 28 días). La interpretación se organiza en dos ejes principales: horizontal (influencia del tiempo de agitación en el grado de activación inicial) y vertical (evolución temporal de la cinética de policondensación).

En términos generales, las micrografías muestran una matriz continua de gel aluminosilicatado de sodio hidratado (N–A–S–H), que une partículas parcialmente reaccionadas de ceniza volante. La presencia de esferas remanentes (cenosferas) confirma que la disolución alcalina es un proceso progresivo que avanza predominantemente desde la superficie hacia el interior de las partículas, fenómeno esperado dada la morfología vítrea y hueca descrita en la Sección 4.1.4.

A los 7 días de curado, independientemente del tiempo de agitación, se observa una microestructura heterogénea con elevada porosidad y cenosferas parcialmente recubiertas por productos de reacción. La matriz presenta discontinuidades y limitada cohesión, lo que indica que tanto la disolución como la policondensación se encuentran en etapas iniciales.

A los 14 días, se aprecia una mayor cohesión de la matriz y una reducción parcial de la porosidad en las tres condiciones. Sin embargo, la muestra con 5 min de agitación presenta mayor heterogeneidad, con vacíos interconectados más evidentes, sugiriendo una disolución inicial

insuficiente del precursor y, por ende, un menor desarrollo del gel N–A–S–H. Las muestras con 10 y 20 min exhiben matrices más continuas, lo que demuestra que un mayor tiempo de mezcla favorece la liberación de especies de silicato y aluminato, promoviendo así la formación del gel.

A los 21 días, la microestructura se torna notablemente más compacta y continua en todas las condiciones. La reducción progresiva de la porosidad y la mejor integración entre la matriz y las partículas remanentes reflejan un avance significativo en la policondensación de la red tridimensional aluminosilicatada. Las diferencias entre 10 y 20 min se atenúan, indicando que la cinética de policondensación compensa parcialmente las disparidades iniciales de activación.

A los 28 días, se alcanza un estado avanzado de consolidación. La microestructura presenta mayor densificación global, disminución significativa de la porosidad abierta y una transición más efectiva entre partículas remanentes y gel. La muestra con 20 min de agitación exhibe la mayor continuidad de la matriz, lo que confirma que un mayor tiempo de agitación inicial favorece la liberación de especies reactivas y la formación temprana del gel N–A–S–H. No obstante, aún se observan microgrietas en algunas muestras, en ocasiones más pronunciadas en las de mayor agitación, lo que pudiera resultar en mayor accesibilidad del fluido.

Estas microgrietas pueden atribuirse a tensiones internas generadas durante el curado, principalmente por pérdida de agua y contracción volumétrica, un fenómeno ampliamente documentado en geopolímeros [42]. Sin embargo, dichas microfisuras son comunes en este tipo de materiales y no necesariamente comprometen la integridad estructural global cuando la matriz se encuentra adecuadamente consolidada.

Dado que a los 28 días la policondensación de la matriz se encuentra ampliamente desarrollada, las muestras con este tiempo de curado se seleccionaron como referencia para las evaluaciones posteriores de eficiencia de estabilización química y resistencia a la compresión.

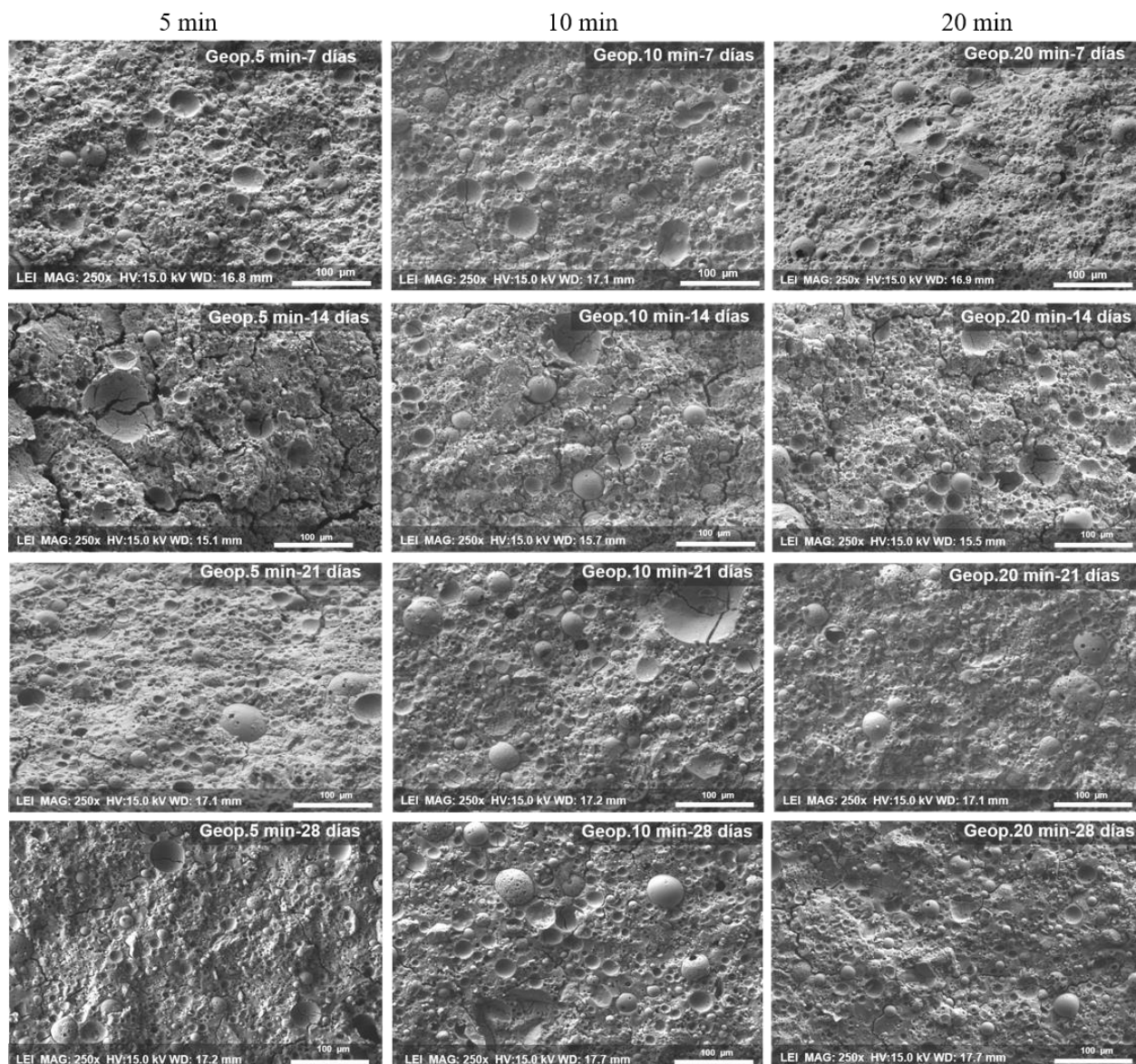


Figura 4.7 Evolución microestructural de los geopolímeros preparados con tiempos de agitación de 5, 10 y 20 minutos, evaluados a 7, 14, 21 y 28 días de curado.

4.3.2 Composición elemental y mapeo (EDS)

La Figura 4.8 muestra superficies de fractura de geopolímeros curados durante 28 días, preparados con tiempos de agitación de 5, 10 y 20 min. En cada micrografía se señalan las zonas específicas donde se realizaron análisis puntuales por espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS).

La Tabla 4.4 resume los porcentajes atómicos de los elementos detectados y las relaciones Si/Al calculadas para cada zona.

Los elementos predominantes en términos atómicos fueron O, Si, Al, Na, Fe y Ca. Esta composición confirma la formación del gel de aluminosilicatado de sodio hidratado (N–A–S–H), producto principal de la activación alcalina, junto con la presencia de partículas remanentes de ceniza volante que permanecen parcial o totalmente inertes frente al medio alcalino.

La relación molar Si/Al del precursor era inicialmente 2.8 (Tabla 4.1). Tras la geopolimerización, esta relación se modifica localmente, como se observa en la Tabla 4.4. El medio altamente alcalino disuelve especies silicato y aluminato de la fase amorfa del precursor, las cuales se reorganizan durante la policondensación para formar la red tridimensional del gel, generando variaciones locales en la relación Si/Al del material endurecido.

Las zonas con mayor contenido de sodio (≥ 8 % atómico; por ejemplo: zonas (2) y (4) en la muestra de 5 min; zonas (2) y (3) en la de 10 min; y zonas (1), (3) y (4) en la de 20 min) presentan relaciones Si/Al comprendidas entre 3.0 y 3.9. Estos valores indican una activación alcalina eficiente en esas regiones, con disolución significativa de aluminosilicatos reactivos y formación de un gel N–A–S–H enriquecido en silicio y con alto grado de polimerización. Este rango de Si/Al se asocia típicamente con microestructuras homogéneas y elevada densificación.

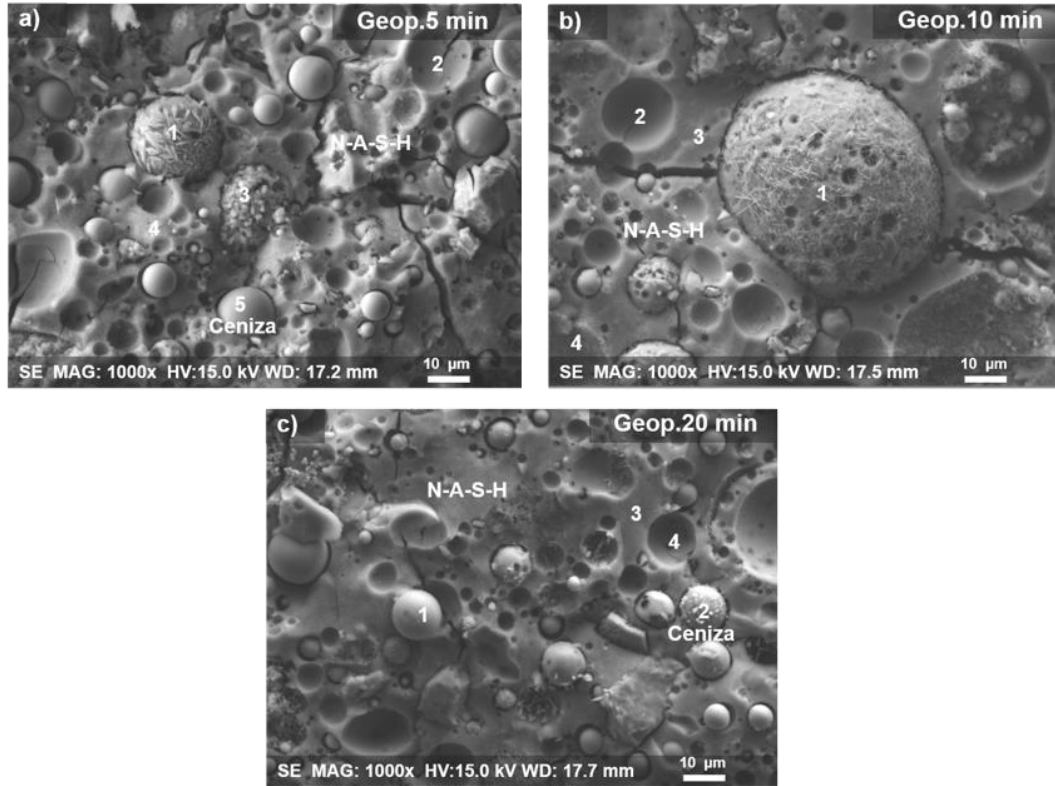


Figura 4.8 Análisis químico puntual (EDS) en superficies de fractura de geopolímeros curados 28 días y sintetizados con diferentes tiempos de agitación. a) 5 min, b) 10 min, c) 20 min. La señalética indica las zonas analizadas.

En particular, los geopolímeros preparados con 20 min de agitación muestran una relación Si/Al relativamente constante en las zonas ricas en sodio, lo que evidencia mayor homogeneidad química y un grado de reacción más uniforme. Este comportamiento concuerda con la microestructura compacta y continua observada a los 28 días (Figura 4.7), donde se apreció un mayor avance en la activación inicial y densificación de la matriz.

Por el contrario, los puntos con bajo o nulo contenido de sodio corresponden a regiones sin formación significativa de gel geopolimérico. Estos coinciden con partículas sin reaccionar o mínimamente reaccionadas (zonas (1) y (2) en la muestra de 5 min; zona (1) en la de 10 min; zona (2) en la de 20 min), cuya composición es compatible con fases cristalinas como cuarzo y mullita, así como con óxidos secundarios. Estas partículas residuales quedan atrapadas en la matriz

geopolimérica y permanecen químicamente inertes frente a la solución NaOH/Na₂SiO₃, actuando como inclusiones rígidas coherentes con los resultados de DRX del precursor.

Tabla 4.4 Porcentajes atómicos de elementos detectados por EDS y relaciones molares Si/Al en las zonas marcadas en la Figura 4.8

	Geopolímero (5 min de mezclado)					Geopolímero (10 min de mezclado)				Geopolímero (20 min de mezclado)			
Elemento	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(1)	(2)	(3)	(4)	(1)	(2)	(3)	(4)
O	43.7	39.1	44.1	30.8	41.8	41.1	23.1	41.8	25.8	41.5	37.1	42.5	33.6
Al	32.1	8.7	1.3	3.3	16.0	13.9	10.3	8.1	27.3	7.6	13.4	8.8	10.3
Si	22.5	27.5	53.0	9.5	26.2	33.2	39.7	25.5	29.2	24.1	21.2	26.6	33.1
K	1.1	1.8	-	-	2.2	3.8	2.8	1.9	2.4	1.6	1.6	1.7	2.3
Ca	0.7	3.3	-	1.4	2.4	1.1	5.9	3.5	4.1	3.2	7.8	3.0	4.5
Fe	-	3.9	-	45.7	6.7	5.3	5.0	3.2	3.9	3.2	-	3.4	4.7
Na	-	12.3	-	7.6	1.0	-	10.8	12.7	5.3	15.8	0.1	12.3	8.0
Mg	-	0.9	-	-	1.4	0.8	0.8	0.7	-	0.8	1.2	0.8	0.8
C	-	8	1.6	1.7	1.6	-	-	1.5	1.9	1.4	1.2	0.9	1.5
S	-	1.6	-	-	-	-	1.7	1.0	-	0.9	15.5	-	1.3
Ti	-	-	-	-	0.7	0.7	-	-	-	-	0.8	-	-
(Si/Al)	0.7	3.1	41.7	2.8	1.6	2.4	3.9	3.2	1.1	3.2	1.6	3.0	3.2

Algunos puntos de análisis presentan características particulares. En el geopolímero con 5 min de agitación (Figura 4.8a), la zona (3) muestra una relación Si/Al extremadamente elevada (~ 41.7), con contenido mínimo de aluminio y hasta 53.0 % de silicio, lo que sugiere la presencia de una partícula rica en sílice, probablemente cuarzo. En la misma muestra, el punto (4) exhibe un elevado contenido de hierro (~ 45.7 %), aunque conserva relación Si/Al y sodio significativos, lo

que indica incorporación parcial de Fe en la fase amorfa geopolimérica o precipitación local dentro de la matriz. En la muestra con 20 min de agitación (Figura 4.8c), la zona (2) revela ~15.5 % de azufre y ~7.8 % de calcio, compatibles con una partícula sulfatada inerte de ~ 10 μm de diámetro, ajena a la red del gel.

El mapeo elemental de la Figura 4.9 (correspondiente al geopolímero mezclado 5 min y curado 28 días) aporta evidencia adicional sobre la distribución espacial de los constituyentes. Los elementos Si, Al, O y Na se distribuyen de manera relativamente homogénea en el área analizada, confirmando la disolución efectiva de la ceniza volante y la formación continua del gel mediante activación alcalina. La distribución uniforme de sodio evidencia su rol como catión compensador de carga en la estructura del gel N–A–S–H, lo que ratifica la continuidad del proceso de geopolimerización.

En los mapeos se observan zonas oscuras asociadas a depresiones superficiales o cavidades internas de cenosferas, donde la señal elemental es baja o nula. El mapeo del silicio (Figura 4.9b) muestra regiones de alta intensidad que no coinciden con aluminio ni sodio y carecen de morfología esférica, lo que sugiere partículas irregulares ricas en sílice, probablemente cuarzo. Por su parte, el aluminio (Figura 4.9d) presenta zonas intensas asociadas a partículas grandes, indicativas de fases cristalinas ricas en Al que permanecen inertes y enclavadas en la matriz.

Estas fases residuales ricas en sílice o aluminio quedan encapsuladas dentro del gel geopolimérico sin participar activamente en la reacción, lo cual es consistente con su naturaleza cristalina y con las observaciones previas de caracterización del precursor.

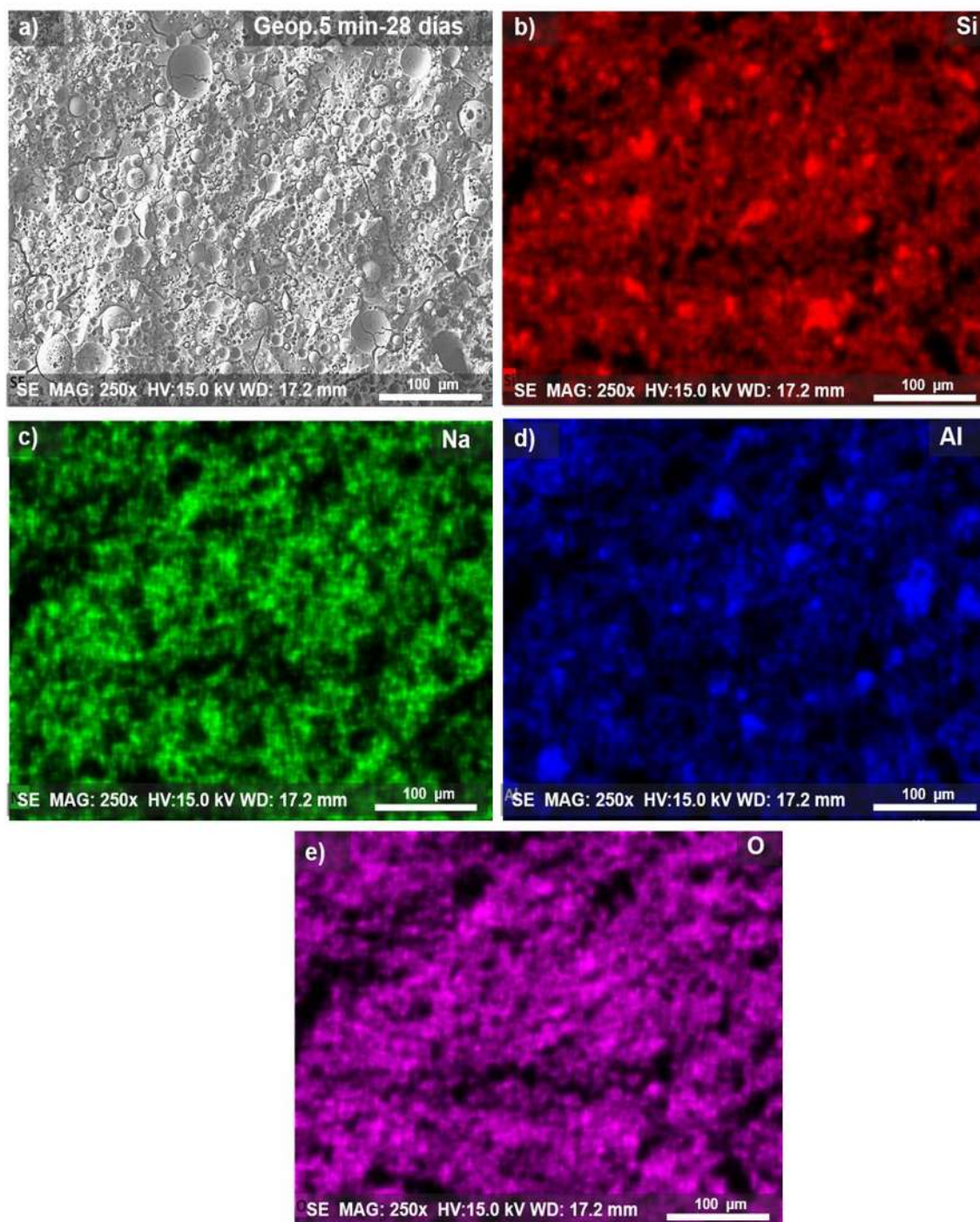


Figura 4.9 Mapeo elemental (EDS) del geopolímero mezclado durante 5 min y curado 28 días. a) Imagen SEM, b) silicio, c) sodio, d) aluminio, e) oxígeno.

4.3.3 Identificación de fases (DRX)

La Figura 4.10 muestra los patrones de difracción de rayos X de los geopolímeros curados durante 28 días, obtenidos a partir de las pastas preparadas con tiempos de agitación de: a) 5 min, b) 10 min y c) 20 min. Los tres difractogramas exhiben un patrón mineralógico similar, caracterizado por picos cristalinos heredados del precursor y un halo amorfo amplio centrado entre aproximadamente 15° y 40° (2θ), asociado a la matriz geopolimérica.

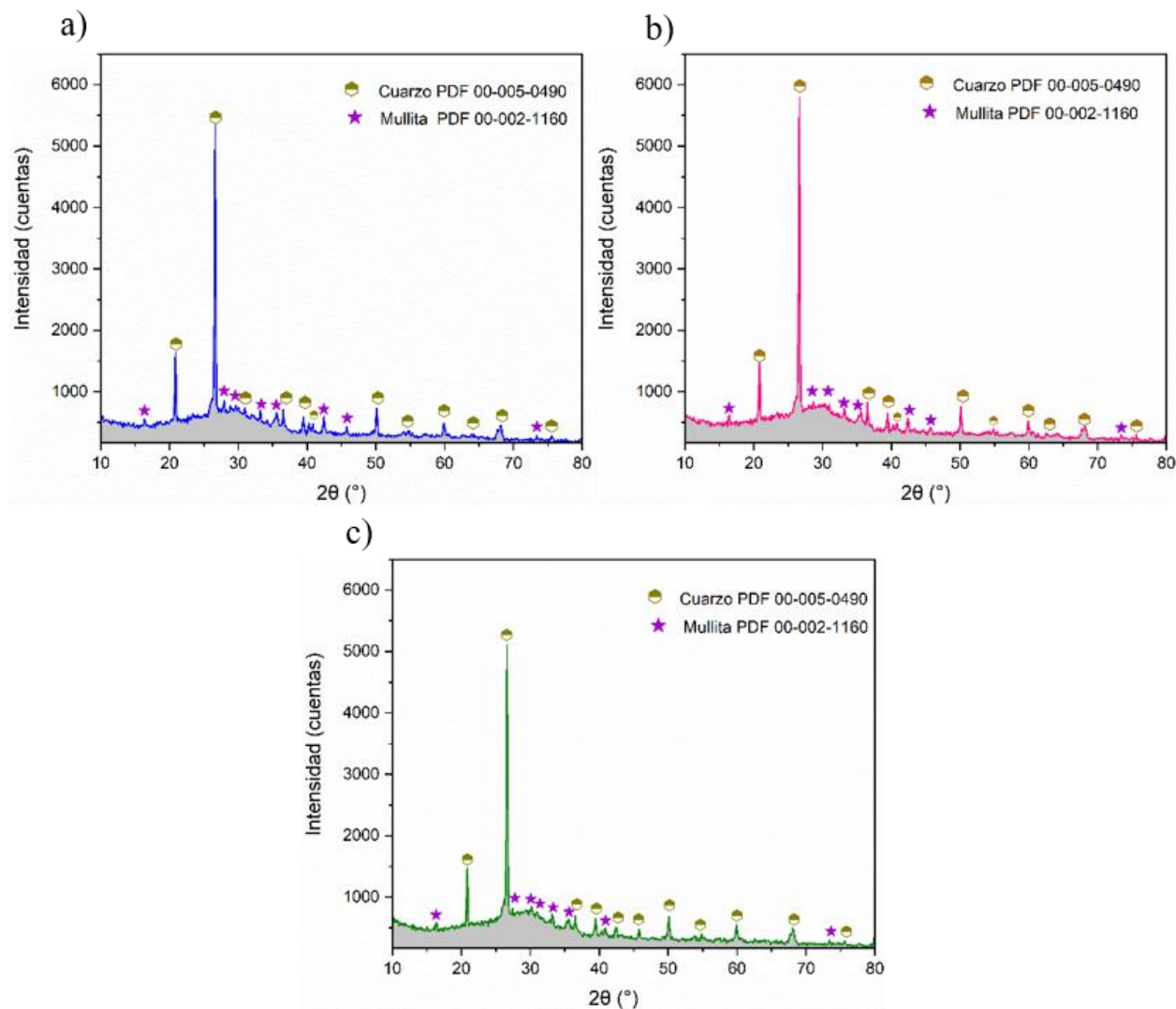


Figura 4.10 Patrones de difracción de rayos X de geopolímeros curados por 28 días, preparados con tiempos de agitación de: a) 5 min, b) 10 min y c) 20 min.

Los picos bien definidos corresponden a las fases cristalinas de cuarzo (SiO_2) y mullita ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), identificadas previamente en la ceniza volante cruda (Figura 4.1) mediante las tarjetas PDF 00-005-0490 y PDF 00-002-1160, respectivamente. Estas fases son estructuralmente estables y químicamente inertes en el medio altamente alcalino, por lo que no participan de manera significativa en la reacción de geopolimerización. No obstante, debido a su elevada dureza y estabilidad mecánica, el cuarzo y la mullita actúan como inclusiones rígidas dentro de la matriz geopolimérica, contribuyendo potencialmente al refuerzo del material y al mejoramiento de propiedades mecánicas como la resistencia a la compresión y a la flexión, tal como se reporta en la literatura [98].

El halo difuso entre 15° y 40° (2θ) representa la señal característica del dominio amorfo aluminosilicatado que constituye la matriz del geopolímero. Esta banda corresponde al gel N–A–S–H, formado por la disolución parcial de la fracción vítrea de la ceniza volante y su posterior policondensación en una red tridimensional. De acuerdo con Duxson y col. [41], la intensidad y el desarrollo del este halo amorfo se correlacionan directamente con el grado de reacción geopolimérica: un halo más pronunciado indica una mayor consolidación de la red tridimensional.

En el geopolímero preparado con 5 min de agitación, el halo amorfo confirma la formación del gel N–A–S–H y muestra un grado global de reacción comparable al de las otras condiciones. La muestra con 10 min de agitación presenta características similares en el halo, reflejando un nivel equivalente de geopolimerización. Por su parte, el geopolímero sintetizado con 20 min de agitación exhibe un halo prácticamente idéntico en intensidad y extensión angular, lo que indica que el tiempo de mezcla no altera de forma significativa la naturaleza mineralógica del gel. No obstante, los análisis SEM y EDS (Figuras 4.7 y 4.8) revelaron una matriz más compacta y homogénea en esta condición, sugiriendo que un mayor tiempo de agitación favorece la organización textural y la densificación del gel sin modificar apreciablemente su carácter amorfo detectable por DRX.

La cuantificación de la fracción amorfa se realizó mediante el software Bruker DIFFRAC.EVA, separando la línea base del halo difuso en el intervalo señalado. Los resultados muestran un ligero incremento del contenido amorfo con el aumento del tiempo de agitación, alcanzando valores cercanos a 63.9 %, 64.4 % y 65.3 % para 5, 10 y 20 min, respectivamente.

Aunque pequeño, este aumento es coherente con una mayor disolución inicial del precursor y una ligera intensificación de la fracción geopolimérica amorfa.

La técnica de difracción de rayos X presenta baja sensibilidad a cambios en la densificación, conectividad o compactación del gel N–A–S–H debido a su naturaleza predominantemente amorfa [99]. Por ello, aunque las micrografías SEM (Figura 4.7) evidencian diferencias en la continuidad y densificación de la matriz según el tiempo de agitación, los difractogramas muestran variaciones mineralógicas mínimas. En consecuencia, las diferencias observadas entre las muestras responden principalmente a la evolución textural y microestructural del gel, más que a cambios sustanciales en su naturaleza mineralógica.

4.3.4 Grupos funcionales (FT-IR)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) se utilizó para estudiar la evolución de los enlaces químicos durante el curado de los geopolímeros a 7, 14, 21 y 28 días, como se muestra en la Figura 4.11. Para fines comparativos, se incluyó el espectro de la ceniza volante cruda, lo que permite evidenciar las transformaciones químicas inducidas por activación alcalina.

Tras la activación, la estructura molecular de los geopolímeros experimenta cambios asociados a la hidratación y policondensación. Las bandas centradas alrededor de 3443 cm^{-1} (estiramiento O–H) y 1634 cm^{-1} (reflexión H–O–H) muestran mayor intensidad que en la ceniza volante, lo cual es consistente con la incorporación de agua estructural y grupos hidroxilo (OH^-) característicos del gel N–A–S–H formado durante la geopolimerización [100]. Estos grupos provienen de la hidrólisis de especies presentes en el medio alcalino.

En la región $2500\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$, se observa una banda de baja intensidad alrededor de 2267 cm^{-1} , atribuida a la absorción de CO_2 atmosférico. Asimismo, las bandas cercanas a 1424 y 1389 cm^{-1} (esta última visible solo a los 14 días en el geopolímero preparado con 20 min de agitación) corresponden a vibraciones del ion carbonato (CO_3^{2-}), relacionadas con carbonatación superficial o formación de sales alcalinas de sodio durante la activación [101].

El pico característico de vibración Si–O–T (T=Si o Al), presente en la ceniza volante alrededor de 1082 cm^{-1} , se desplaza hacia menores números de onda tras la activación alcalina. Este corrimiento evidencia la reorganización estructural del precursor y la formación de nuevos productos de reacción, con incremento en el grado de polimerización mediante enlaces Si–O–Si y Si–O–Al [102]. La amplitud de esta banda resulta de la superposición de contribuciones vibracionales: (i) aluminosilicatos no reaccionados ($1079\text{--}1112\text{ cm}^{-1}$), (ii) vibraciones asimétricas Si–O–T del gel geopolimérico ($991\text{--}1012\text{ cm}^{-1}$) y (iii) vibraciones asociadas a oxígenos no puente derivados de enlaces Si–O–Na y Si–OH ($951\text{--}973\text{ cm}^{-1}$) [103].

Las bandas estrechas alrededor de 774 y 690 cm^{-1} , presentes tanto en la ceniza volante como en los geopolímeros, confirman la persistencia de fases cristalinas como el cuarzo, inertes durante la reacción alcalina [104]. En la región de bajas frecuencias, las bandas en torno a 485 y 428 cm^{-1} corresponden a vibraciones de deformación Si–O–T y a la flexión interna O–Si–O del tetraedro SiO_4 , reflejando la reorganización estructural hacia la red geopolimérica [105].

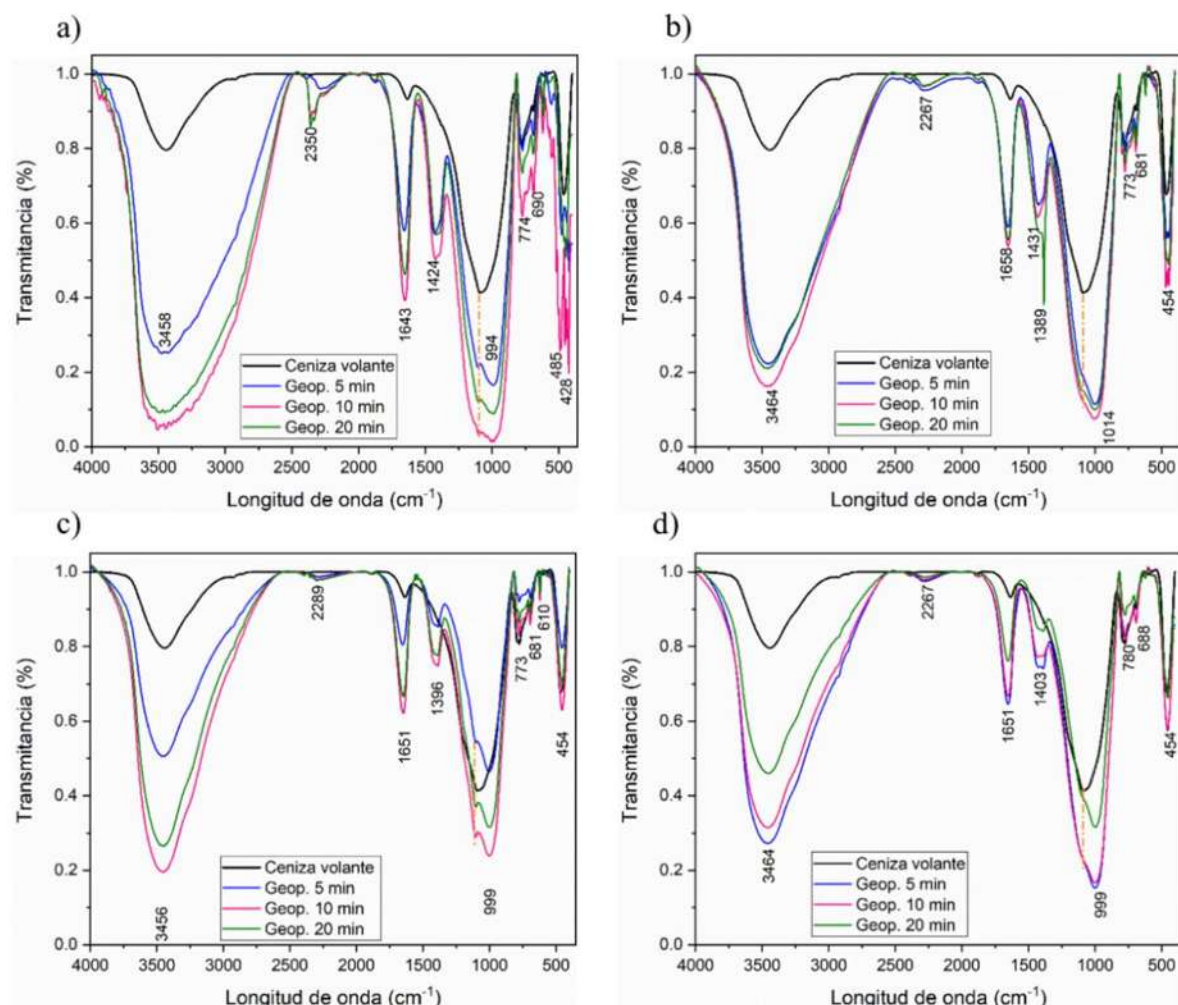


Figura 4.11 Espectros FT-IR de geopolímeros preparados con tiempos de agitación de 5, 10 y 20 min, curados a: a) 7 días, b) 14 días, c) 21 días y d) 28 días. Incluye el espectro de la ceniza volante cruda para comparación.

Con el avance del tiempo de curado, la banda Si–O–T se define mejor y tiende a centrarse alrededor de 999 cm^{-1} , lo que sugiere cambios en la fuerza de los enlaces y una polimerización progresiva. A los 28 días, esta región espectral muestra mayor definición, evidenciando una estructura más ordenada con mayor número de enlaces Si–O–Al y Si–O–Si. Este comportamiento refleja consumo progresivo de la fase amorfa del precursor y la incorporación de unidades de Si y Al en la red tridimensional geopolimérica.

En las etapas iniciales, la banda alrededor de 3456 cm^{-1} aparece amplia, indicando alto contenido de grupos hidroxilo y agua adsorbida asociados a la formación temprana del gel. Con el progreso del curado, su intensidad relativa disminuye gradualmente, reflejando la reducción del estado de hidratación por condensación de grupos -OH y pérdida de agua débilmente ligada [106]. Estos cambios espectrales concuerdan con la evolución microestructural observada por SEM (Figura 4.7), donde el aumento del tiempo de curado conduce a una matriz más homogénea, continua y compacta, confirmando el desarrollo progresivo de la red N–A–S–H.

En cuanto al efecto del tiempo de agitación, a los 7 días las muestras con 10 y 20 min muestran un estado de hidratación similar y mayor que la de 5 min, atribuible a una exposición más efectiva de la ceniza volante al medio alcalino y, por ende, a una disolución más eficiente de especies reactivas. Esto se manifiesta en una mayor intensidad y definición de la banda Si–O–T, indicando ruptura más extensa de la fase vítrea y formación inicial más pronunciada del gel.

A los 14 días, la evolución es similar entre las mezclas, aunque la preparada con 5 min mantiene intensidades espectrales cercanas a las de 7 días, sugiriendo un avance limitado en la geopolimerización. En contraste, las de 10 y 20 min exhiben disminución en las bandas asociadas al agua y mayor desarrollo en la región Si–O–T, lo que indica mayor condensación del gel.

A los 21 días, el geopolímero con 5 min continúa mostrando un progreso más lento en la condensación de la red, evidenciado por menor definición de las bandas características y sugiriendo disolución limitada de las fases aluminosilicatadas en comparación con tiempos de mezcla mayores.

Finalmente, a los 28 días, etapa de mayor estabilidad química, la mayor definición de la banda Si–O–T en la mezcla de 20 min confirma un grado superior de polimerización de la red N–A–S–H, con estructura más consolidada y menor hidratación superficial. La muestra con 10 min presenta un grado intermedio, mientras que la de 5 min muestra desarrollo más lento. De esta forma, un mayor tiempo de agitación favorece la disolución inicial de especies de Si y Al de la ceniza volante, promoviendo una formación y organización más efectiva de la matriz geopolimérica.

4.4 Eficiencia de inmovilización/solidificación de metales pesados

Los geopolímeros destacan por su alta eficacia en la estabilización e inmovilización de residuos peligrosos debido a la rigidez y estabilidad química de su red aluminosilicatada tridimensional. Los enlaces Si–O–Si y Si–O–Al generan una matriz inorgánica con cargas negativas que favorecen la retención de cationes metálicos mediante mecanismos de encapsulamiento físico, intercambio iónico y adsorción electrostática [107]. Para evaluar las propiedades de solidificación y estabilización de los geopolímeros sintetizados a los diferentes tiempos de agitación y curados durante 28 días, se realizaron ensayos de lixiviación bajo las mismas condiciones aplicadas a la ceniza volante precursora (Sección 4.2) utilizando en método TCLP 1311.

4.4.1 Estudios de lixiviación en geopolímeros

La Figura 4.12 muestra las concentraciones de metales pesados en los lixiviados de los geopolímeros determinadas por ICP-MS, junto con su comparación con los límites máximos permisibles de la NOM-001-SEMARNAT-2021 [94]. En general, la geopolimerización redujo significativamente la movilidad de los metales presentes en la ceniza volante, confirmando la capacidad de estos materiales como matrices de estabilización. Las concentraciones de Zn, Cu, Cr, Ni y Pb se mantuvieron muy por debajo de los límites normativos, mientras que el As, aunque disminuyó respecto al precursor, permaneció ligeramente por encima del valor permisible. De especial relevancia es el Cr, cuyo lixiviado en la ceniza volante excedía el límite normativo y que, tras la geopolimerización, cayó a valores muy inferiores, evidenciando su afinidad por la estructura geopolimérica y la reducción efectiva de su movilidad.

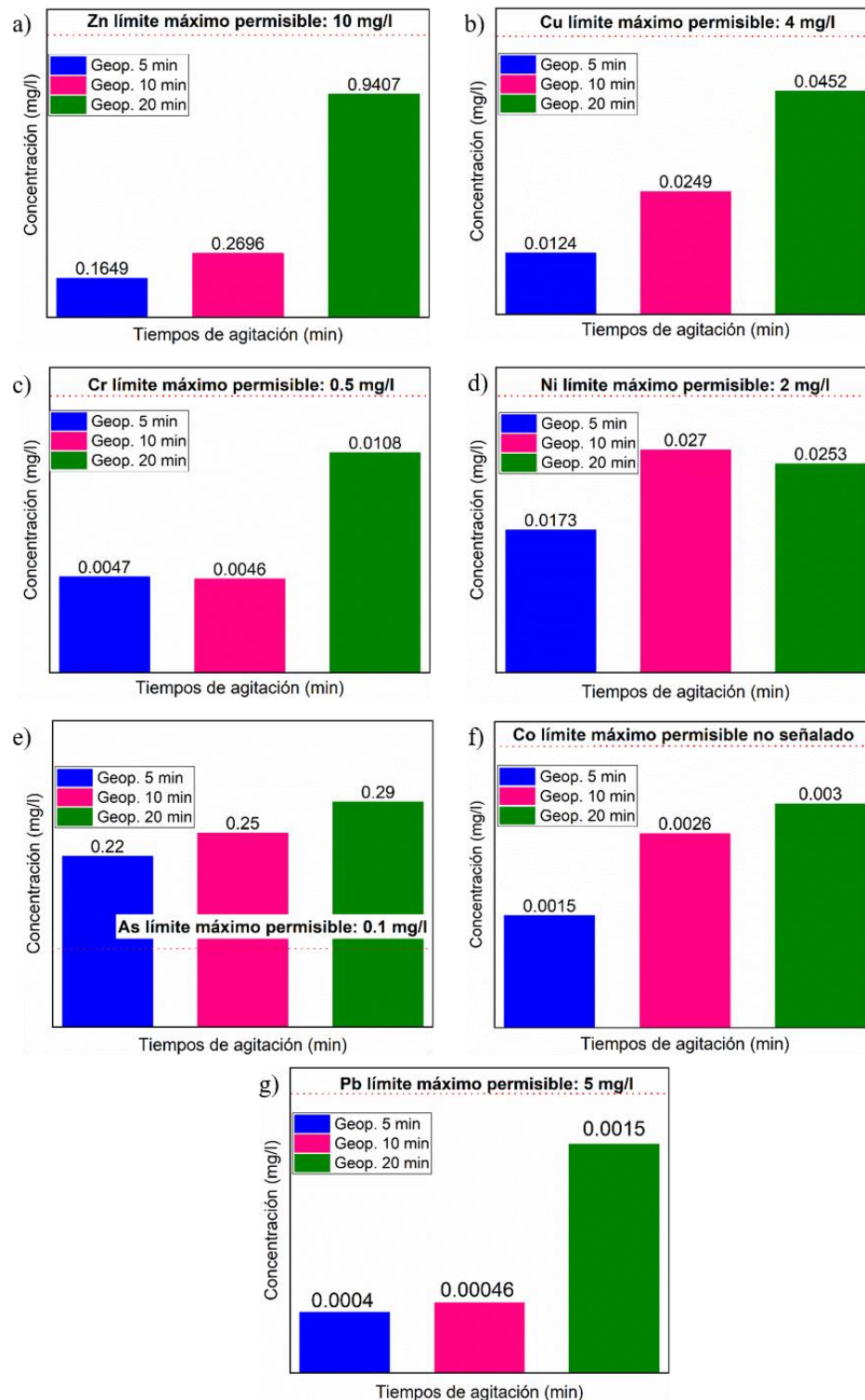


Figura 4.12 Concentraciones de metales pesados en lixiviados de geopolímeros preparados con 5, 10 y 20 min de agitación (curado 28 días). Línea punteada roja señala el límite máximo permisible según NOM-001-SEMARNAT-2021. a) Zn, b) Cu, c) Cr, d) Ni, e) As, f) Co, g) Pb.

En comparación con la ceniza volante original (Tabla 4.3), las concentraciones lixiviadas de Zn, Cu, Cr, Ni, As y Co disminuyeron notablemente en los geopolímeros, lo que confirma el efecto de inmovilización asociado a la reorganización estructural de la red N–A–S–H. Sin embargo, el Pb mostró un ligero incremento en la muestra con 20 min de agitación. Este comportamiento puede atribuirse a la exposición prolongada del precursor al medio alcalino, que favorece la movilización parcial del Pb retenido en partículas y limita su fijación en el gel. Estudios como el de Liu y col. [108] indican que el medio ácido del ensayo TCLP puede desestabilizar los sitios de intercambio iónico al neutralizar las cargas negativas de la matriz, reduciendo así la retención y facilitando la migración del Pb^{2+} hacia el lixiviado.

El comportamiento individual de los metales revela mecanismos de retención diferenciados. El Zn presentó un aumento progresivo con el tiempo de agitación (0.1649–0.9407 mg/L), aunque siempre muy por debajo del límite (10 mg/L); este incremento sugiere que una matriz más densificada reduce los sitios de adsorción superficial disponibles. El Cu mostró concentraciones muy bajas (0.0124–0.0452 mg/L), indicando fuerte afinidad por la matriz mediante adsorción y complejación con grupos hidroxilo. El Cr exhibió valores extremadamente bajos (0.0047–0.0108 mg/L), evidenciando inmovilización altamente eficiente, posiblemente por incorporación estructural o precipitación como hidróxidos insolubles. El Ni mantuvo valores bajos sin tendencia clara (0.0173–0.0253 mg/L), con un máximo de 0.027 mg/L a 10 min, sugiriendo fijación superficial o complejación parcial sin integración completa al gel. El As presentó las concentraciones más altas (0.22–0.29 mg/L), coherente con su naturaleza aniónica (arseniato/arsenito), que limita su atracción electrostática hacia la red cargada negativamente. En contraste, Co y Pb alcanzaron las concentraciones más bajas (0.0015–0.003 mg/L y 0.0004–0.0015 mg/L, respectivamente), confirmando retención eficiente por adsorción electrostática, intercambio iónico y encapsulación físico.

La eficiencia de inmovilización depende estrechamente de la microestructura del material. La superficie rugosa e irregular observada por SEM (Figura 4.8) incrementa el área específica y favorece la retención física de iones metálicos en poros y cavidades mediante interacciones electrostáticas, fuerzas de van der Waals y otros mecanismos [109, 110]. En este sentido, el tiempo

de agitación influyó directamente, siendo el geopolímero preparado con 5 min quien presenta el mejor desempeño global debido a su mayor porosidad y superficie accesible, que promueven adsorción, intercambio iónico y precipitación. La condición de 10 min presentó retención intermedia eficiente, mientras que la de 20 min generó una matriz más compacta y homogénea que, aunque estructuralmente superior, redujo la disponibilidad de sitios activos y favoreció una liberación relativa de cationes como Pb^{2+} y Zn^{2+} . Este comportamiento concuerda con los análisis SEM y FT-IR, que evidenciaron una mayor densificación del gel y reducción de porosidad a mayores tiempos de agitación.

Aunque resulta complicado contrastar resultados de procesos de lixiviación de residuos de diferente origen, la comparación con literatura confirma la eficiencia de inmovilización alcanzada. Las concentraciones de Zn (0.1649–0.9407 mg/L) fueron inferiores a las reportadas por Hu y col. [111] y Weng y col. [112] en ceniza volante modificada con escoria; las de Cu (0.0124–0.0452 mg/L) resultaron significativamente menores que las de Payne [113] en sistemas similares activados con NaOH y Na_2SiO_3 ; y las de Cr (0.0047–0.0108 mg/L) superaron la inmovilización reportada por Ren y col. [114]. El comportamiento del Ni fue consistente con Arioiz y col. [115], destacando fijación superficial predominante. Las concentraciones de As (0.22–0.29 mg/L) fueron ligeramente superiores a las de Bah y col. [116], diferencia posiblemente atribuible al contenido de fases ricas en hierro en su material que favoreció la fijación. Finalmente, los valores de Co y Pb coincidieron con los reportados por Li [110], confirmando su alta retención.

En resumen, los resultados de lixiviación demuestran que los geopolímeros sintetizados exhiben elevada capacidad de inmovilización de metales pesados, reduciendo significativamente su movilidad y riesgo ambiental. En el apartado siguiente se analiza cuantitativamente la eficiencia de inmovilización mediante comparación directa de concentraciones lixivias entre el precursor y los geopolímeros consolidados, con el fin de evaluar su desempeño como matrices de estabilización y valorar su potencial en aplicaciones de remediación ambiental.

4.4.2 Eficiencia de inmovilización de metales pesados

En esta sección se analiza la eficiencia con la que los geopolímeros lograron inmovilizar los metales pesados presentes en el residuo, a partir de los resultados obtenidos en los ensayos de lixiviación.

Los valores calculados se muestran de forma gráfica en la Figura 4.13, la cual permite observar el comportamiento de cada metal en función del tiempo de agitación empleado durante la preparación de los geopolímeros.

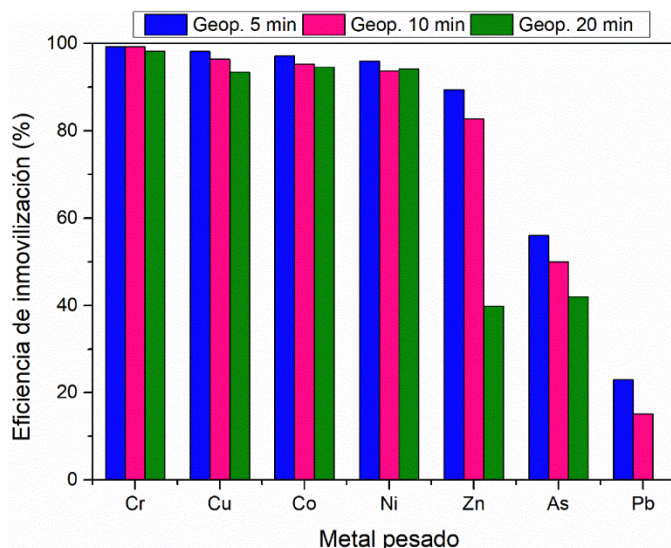


Figura 4.13 Eficiencia de inmovilización de metales pesados en función del tiempo de agitación de los geopolímeros.

Los resultados muestran que, para la mayoría de los metales evaluados, se alcanzaron eficiencias muy altas. En particular, para cromo (Cr), cobre (Cu), cobalto (Co) y níquel (Ni) se obtuvieron valores superiores al 90 % en todos los tiempos de agitación estudiados (5, 10 y 20 minutos). Esto demuestra la notable capacidad de retención que presentan estas matrices geopoliméricas frente a metales pesados. El orden descendente de eficiencia global observado fue el siguiente: $Cr > Cu > Co > Ni > Zn > As > Pb$.

La figura revela que la eficiencia depende del mecanismo de retención predominante para cada metal. Mientras que Cr, Cu, Co y Ni muestran variaciones mínimas con el tiempo de agitación, el Zn presenta una ligera disminución de eficiencia a mayores tiempos de mezcla. Por el contrario, As y Pb exhiben eficiencias menores, asociadas a su limitada compatibilidad química con la red geopolimérica.

Al observar con detalle la Figura 4.13, se aprecia que el comportamiento no es uniforme entre los metales. Los elementos Cr, Cu, Co y Ni mantienen eficiencias muy estables, con

variaciones prácticamente insignificantes al aumentar el tiempo de agitación. En cambio, el zinc (Zn) muestra una ligera tendencia a disminuir su retención cuando se prolonga el mezclado. Por su parte, el arsénico (As) y el plomo (Pb) presentan las eficiencias más bajas del grupo, lo que sugiere que estos metales tienen una menor afinidad o compatibilidad con la estructura del geopolímero.

Los mecanismos responsables de la retención de metales en matrices geopoliméricas son varios y pueden actuar de manera combinada: precipitación de hidróxidos, intercambio iónico, incorporación estructural (sustitución isomórfica) y complejación superficial, entre otros [107, 109].

Dado el elevado pH del medio de activación utilizado (altamente alcalino), uno de los procesos más importantes es la formación de hidróxidos metálicos poco solubles. Los iones metálicos reaccionan con los grupos hidroxilo (OH^-) abundantes en la solución, generando precipitados estables que quedan atrapados dentro de la matriz. Esta explicación encuentra respaldo en los espectros de FT-IR presentados en la Figura 4.11d, donde se observa que las bandas correspondientes a grupos hidroxilo son más intensas en las muestras preparadas con 5 y 10 minutos de agitación, precisamente aquellas que mostraron mejor retención para varios metales. En la muestra con 20 minutos, la intensidad de estas bandas disminuye, lo que coincide con una mayor liberación de algunos iones en los ensayos de lixiviación.

Entre los metales que alcanzaron las mayores eficiencias destacan el Cr^{3+} y Cu^{2+} . Ambos iones poseen alta afinidad por los grupos hidroxilo y presentan una fuerte tendencia a hidrolizarse, formando enlaces M-OH muy estables [117], lo cual está alineado con los resultados obtenidos por FT-IR (Sección 4.3.4). En el caso del cromo trivalente, estudios previos han reportado que precipita fácilmente como $\text{Cr}(\text{OH})_3$ en medios fuertemente alcalinos, comportamiento que explica los excelentes resultados obtenidos en este trabajo [118].

El caso del plomo es diferente. Aunque en condiciones alcalinas también puede formar especies como $\text{Pb}(\text{OH})_3^-$ o $\text{Pb}(\text{OH})_4^{2-}$, durante el ensayo TCLP el medio se acidifica, lo que provoca la redisolución de estos hidróxidos y la liberación de Pb^{2+} al lixiviado. Este fenómeno está bien documentado en la literatura [119] y ayuda a entender por qué el plomo mostró una de las menores eficiencias de inmovilización entre los metales estudiados.

Otro mecanismo relevante es la complejación de los cationes metálicos en la superficie del gel N-A-S-H y en los bordes de la red aluminosilicato. El cobre (Cu^{2+}), por ejemplo, presenta una elevada afinidad por los oxígenos no puenteados de la matriz, formando enlaces Cu–O–Si con cierto carácter covalente que reducen significativamente su movilidad [120]. La ausencia de fases cristalinas de cobre en los difractogramas de DRX (Figura 4.10), junto con el desplazamiento y ensanchamiento de la banda Si–O–T hacia menores números de onda en FT-IR (Figura 4.11), apoyan la idea de que este metal se encuentra incorporado de manera dispersa en la fase amorfa del geopolímero.

Los iones Zn^{2+} y Ni^{2+} también pueden interactuar con la matriz mediante complejación, aunque con menor fuerza que el cobre. En particular, los complejos de zinc tienden a ser más iónicos y menos estables [119], lo que resulta en una mayor liberación al lixiviado y explica el orden relativo observado: $\text{Cu} > \text{Ni} > \text{Zn}$.

Desde el punto de vista estructural, la red geopolimérica amorfa está compuesta por tetraedros $[\text{SiO}_4]$ y $[\text{AlO}_4]$ enlazados. La sustitución de Si^{4+} por Al^{3+} genera sitios con carga negativa que requieren compensación catiónica. Aunque el Na^+ es el compensador principal proveniente del activador, otros cationes divalentes o trivalentes (incluidos metales pesados) pueden ocupar estos sitios y quedar incorporados en la estructura [121].

Los radios iónicos juegan un papel importante en esta posibilidad de incorporación:

Pb^{2+} (0.119 nm) > $\text{Zn}^{2+} \sim \text{Co}^{2+}$ (0.074 nm) > Cu^{2+} (0.073 nm) > Ni^{2+} (0.069 nm) > Cr^{3+} (0.062 nm) > As^{5+} (0.046 nm).

Los cationes con radios más cercanos al de Na^+ (0.102 nm), como Pb^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} y Cu^{2+} , presentan mayor facilidad para compensar carga. Sin embargo, al aumentar el tiempo de agitación se favorece una mayor policondensación de la red, como se evidenció en los análisis microestructurales. Las relaciones Si/Al cercanas a 3.0 (Tabla 4.4) indican la formación de estructuras polisilicato-disiloxano [36], las cuales reducen la cantidad de sitios negativos disponibles y, por ende, disminuyen la incorporación estructural de metales como Zn y Pb, lo que contribuye a explicar su menor retención en las muestras con mayor tiempo de mezclado.

Finalmente, el arsénico presenta un comportamiento particular. A diferencia de los metales catiónicos, se encuentra principalmente como especies oxianiónicas (arseniato o arsenito) [109]. Estas especies cargadas negativamente experimentan repulsión electrostática con la red geopolimérica, que también es negativa. Por lo tanto, su retención depende casi exclusivamente del encapsulamiento físico, un mecanismo relativamente débil que resulta insuficiente en matrices con cierta porosidad, como las obtenidas en este estudio. Esto explica las bajas eficiencias reportadas para As en todos los tiempos evaluados.

4.5 Caracterización mecánica y análisis de fractura

El ensayo de resistencia a la compresión se emplea ampliamente para evaluar el nivel de consolidación y el desarrollo estructural en materiales geopoliméricos. En este estudio, se seleccionó el geopolímero preparado con un tiempo de agitación de 5 minutos, ya que este mostró el mejor desempeño en términos de retención de metales pesados (como se detalló en la sección 4.4.2). La Tabla 4.5 resume los resultados obtenidos tras 28 días de curado. Se ensayaron 11 especímenes cilíndricos conforme a la norma ASTM C39 [92], logrando una resistencia a la compresión promedio de 41 ± 3.13 MPa y una deformación máxima de 0.031 ± 0.0015 .

La baja dispersión en los valores (desviación estándar de solo 3.13 MPa) indica una alta reproducibilidad del proceso completo: síntesis del precursor, activación alcalina, moldeado y curado. Esto refleja la consistencia en la preparación de los especímenes y la homogeneidad del material obtenido.

Tabla 4.5 Resultado de resistencia a la compresión del geopolímero preparado con 5 min.

Condición de síntesis	Numero de especímenes	Tiempo de curado (días)	Resistencia a la compresión (MPa)	Máxima deformación
5 min	11	28	41.0 ± 3.13	0.031 ± 0.0015

La Figura 4.14 presenta la curva típica esfuerzo vs. deformación del geopolímero ensayado. Desde el inicio de la carga, se observa una respuesta lineal hasta alcanzar el esfuerzo máximo, lo que evidencia un comportamiento elástico de una red geopolimérica bien desarrollada. Una vez superado este punto, la falla ocurre de forma súbita, sin zona de deformación plástica apreciable. Este patrón es característico de materiales frágiles como los geopolímeros basados en aluminosilicatos de bajo contenido de calcio, donde el gel N–A–S–H forma una red tridimensional rígida, pero con limitada capacidad para disipar energía mediante deformación plástica. La deformación máxima antes de la fractura (~ 0.031) confirma esta naturaleza cerámica del material.

Desde el punto de vista microestructural, la elevada resistencia alcanzada se explica por el alto grado de policondensación del gel N–A–S–H, cuya conectividad estructural fue confirmada previamente mediante DRX (ausencia de picos intensos de fases no reaccionadas), FT-IR (bandas características de enlaces Si–O–Al y Si–O–Si) y SEM (matriz continua con buena incorporación de partículas). Esta red tridimensional permite una transferencia eficiente de esfuerzos a través del volumen del material.

El valor de 41.0 MPa a 28 días es consistente con lo reportado en la literatura para geopolímeros de ceniza volante activados con NaOH y Na₂SiO₃. Hardjito y Rangan [122] obtuvieron resistencias entre 40 y 60 MPa en sistemas curados a temperaturas moderadas (60–70 °C), mientras que otros autores han reportado valores cercanos a 45 MPa en condiciones similares [51]. Además, esta resistencia es comparable o superior a la del cemento Portland ordinario (OPC) a 28 días (típicamente 20–40 MPa) [123], lo que posiciona al geopolímero desarrollado como un material con potencial estructural real, especialmente considerando su bajo impacto ambiental y su capacidad para inmovilizar metales pesados.

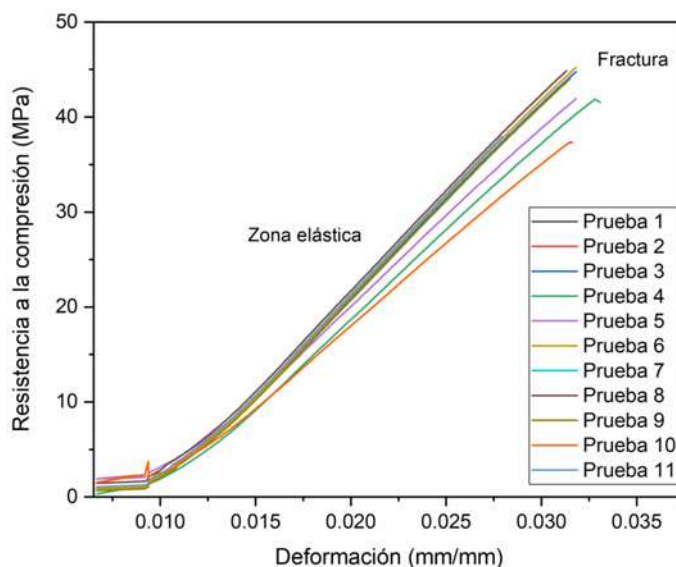


Figura 4.14 Curva esfuerzo-deformación del geopolímero preparado durante 5 min.

Las micrografías SEM de las superficies de fractura tras el ensayo de compresión (Figura 4.15) aportan evidencia directa sobre los mecanismos de falla. A bajas magnificaciones (Figuras 4.15a y 4.15b, 100x y 250x), se observan grietas principales que atraviesan directamente la matriz geopolimérica, sin desviaciones marcadas hacia las interfaces. Esto indica que la fractura es cohesiva y transmatricial, confirmando una adherencia excelente entre el gel N–A–S–H y las partículas residuales de ceniza volante. Dicha cohesión permite una transferencia eficiente de esfuerzos durante la carga, contribuyendo a la alta resistencia observada.

A mayores magnificaciones (Figuras 4.15c y 4.15d, 500x y 1000x), se identifican zonas porosas y partículas esféricas parcialmente no reaccionadas (cenosferas o fragmentos con cuarzo y mullita, identificados por DRX). Estas fases cristalinas permanecen inertes durante la activación alcalina, ya que la geopolimerización se concentra en la fracción vítrea del precursor. Sin embargo, las partículas aparecen firmemente embebidas en el gel, lo que demuestra una interfaz cohesionada. La diferencia de módulo elástico entre estas inclusiones rígidas y la matriz más deformable genera concentraciones locales de esfuerzo, favoreciendo la nucleación de microgrietas bajo carga compresiva.

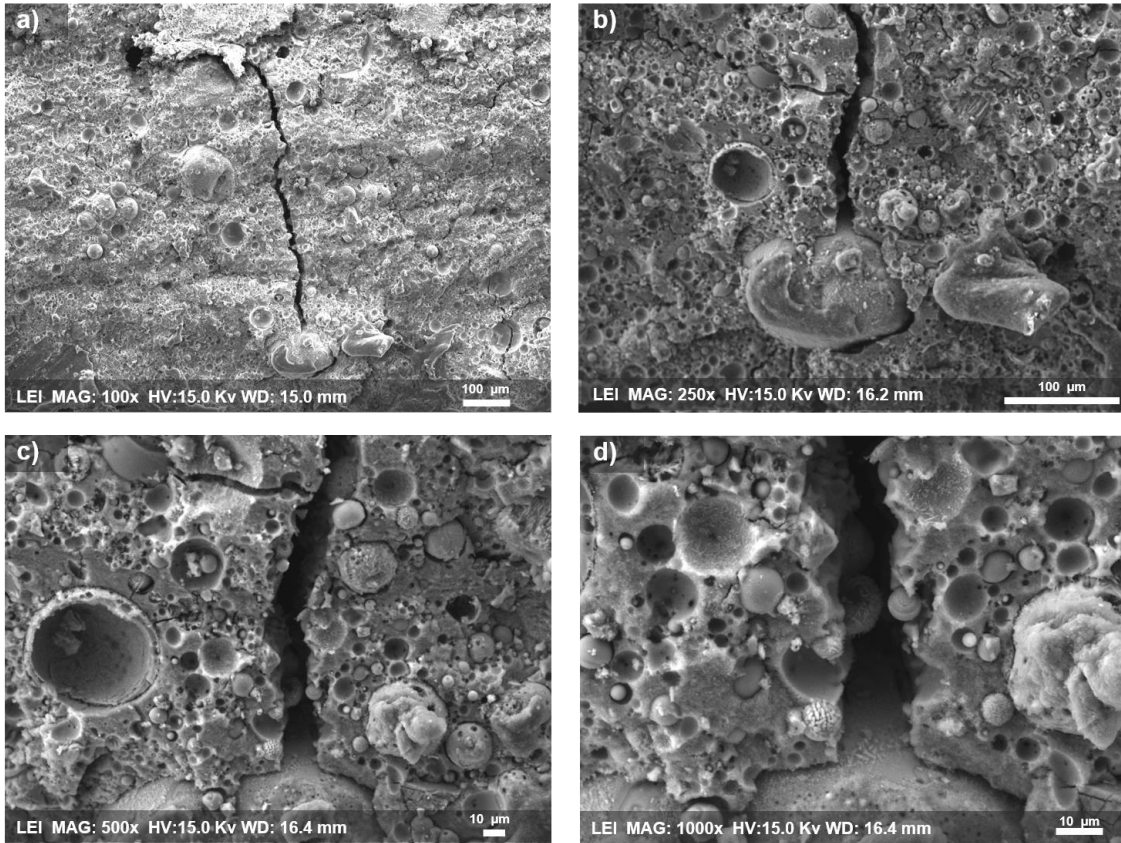


Figura 4.15 Micrografías SEM de la superficie de fractura del geopolímero tras el ensayo de compresión: a) y b) grietas principales que atraviesan la matriz geopolimérica (100x y 250x); c) y d) detalle de zonas porosas y partículas esféricas parcialmente no reaccionadas (500x y 1000x).

La porosidad presente se origina principalmente de: (i) la liberación de agua durante la policondensación, (ii) el atrapamiento de aire en el mezclado y (iii) la contracción volumétrica durante el secado y curado. Estos vacíos actúan como concentradores de esfuerzo y sitios de iniciación de grietas, lo que reduce la tenacidad a fractura del material [124]. Aun así, la continuidad y densidad del gel geopolimérico compensan este efecto, permitiendo mantener una

El patrón de fractura es predominantemente transgranular, típico de materiales cerámicos frágiles; las grietas se propagan a través de la matriz en lugar de seguir las interfaces. Este modo de falla ocurre cuando no existen fases dúctiles ni mecanismos efectivos de disipación de energía. Los resultados confirman que la resistencia está gobernada por la integridad de la red

geopolimérica, más que por debilidades interfaciales, un comportamiento ampliamente documentado en sistemas de base aluminosilicatos [125].

Los resultados mecánicos obtenidos y las observaciones microestructurales son coherentes entre sí y confirman la alta calidad del geopolímero desarrollado. La matriz presenta una estructura continua y estructuralmente competente, capaz de transferir esfuerzos eficientemente. Estos hallazgos respaldan el potencial de los geopolímeros estudiados tanto para aplicaciones estructurales (como elemento constructivo alternativo al cemento Portland) como para fines ambientales, destacando su doble ventaja: una elevada capacidad de inmovilización de metales pesados (como se demostró en la sección 4.4) y un proceso de síntesis sostenible basado en residuos industriales (ceniza volante), que contribuye a la valorización de desechos peligrosos y a la reducción de emisiones asociadas a la producción tradicional de cemento.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

- La ceniza volante analizada corresponde a tipo F, con SiO_2 , Al_2O_3 y Fe_2O_3 como componentes mayoritarios (86.7 % en total) y relación molar Si/Al de 2.8, óptima para su uso como precursor geopolimérico.
- La difracción de rayos X confirmó una estructura predominantemente amorfa, esencial para alta reactividad, acompañada de fases cristalinas menores de cuarzo, mullita y hematita.
- Morfológicamente, predomina la forma esférica de partículas, con más del 51 % del volumen en el rango 0.73–13.40 μm , lo que favorece su disolución en medio alcalino durante la geopolimerización.
- Los ensayos TCLP revelaron concentraciones elevadas de metales pesados tóxicos (Zn, Cu, Cr, Ni, Co, As, Pb) en la ceniza cruda, superando límites permisibles de normas mexicanas (NOM-001-SEMARNAT-2021), lo que evidencia su carácter peligroso y la necesidad de tratamiento.
- La síntesis geopolimérica generó una matriz continua de aluminosilicatos de sodio hidratados (N–A–S–H), responsable de la cohesión y estabilidad estructural, aprovechando la buena disolución del precursor en medio alcalino.
- Independientemente del tiempo de agitación, los geopolímeros mostraron una red continua de gel N–A–S–H con partículas esféricas no reaccionadas bien incorporadas, demostrando excelente adherencia interfacial.
- Tiempos de agitación mayores (hasta 20 min) promovieron mayor disolución de Si y Al de la ceniza volante, acelerando la policondensación y consolidación del gel.
- Los geopolímeros lograron una reducción significativa de metales pesados en lixiviados, con eficiencias superiores al 90 % para Cr, Cu, Co y Ni, gracias a mecanismos combinados: precipitación de hidróxidos, complejación con grupos OH^- , intercambio iónico e incorporación estructural en la red N–A–S–H.

- El geopolímero con 5 minutos de agitación presentó el mejor desempeño en inmovilización global, asociado a mayor porosidad abierta (más sitios de adsorción física) y presencia de grupos hidroxilo que favorecen precipitados estables, especialmente para Cr y Cu.
- La eficiencia varía por metal: Zn disminuye ligeramente con mayor policondensación; Pb se ve afectado por redisolución en medio ácido del TCLP; As muestra menor retención por repulsión electrostática de especies oxianiónicas; sin embargo, Cr quedó por debajo de límites permisibles y As se redujo ~50 % respecto al valor inicial.
- Mecánicamente, el geopolímero con 5 min de agitación alcanzó 41 ± 3.13 MPa a 28 días (baja dispersión, alta reproducibilidad), con comportamiento elástico lineal y falla súbita típica de materiales frágiles; el análisis de fractura confirmó falla cohesiva transgranular, excelente adherencia matriz-partícula y transferencia eficiente de esfuerzos pese a porosidad e inclusiones rígidas.

TRABAJO A FUTURO

Reforzar el estudio de cuantificación de los metales pesados en la estructura del geopolímeros mediante la técnica de Espectroscopia de Fotoelectrones de Rayos X (XPS) y Resonancia magnética nuclear.

Con la finalidad de aumentar la eficiencia de inmovilización de metales pesados como As y Pb, y, mitigar su impacto negativo al medio ambiente se recomienda evaluar el efecto de la incorporación de fuentes ricas de Fe (hierro) de manera controlada. La adición de Fe favorece la formación de fases secundarias ricas en óxidos e hidróxidos hierro, los cuales presentan una alta afinidad química por los elementos As y Pb.

CAPÍTULO 6

REFERENCIAS

1. Zierol K M, Odoh C. A review on fly ash from coal-fired power plants: chemical composition, regulations, and health evidence. **Reviews on environmental health**. 35(4), 401-418, 2020.
2. Asokan P, Saxena M, Asolekar S R. *Coal combustion residues—environmental implications and recycling potentials*. **Resources, Conservation and recycling**. 43(83), 239-262, 2005.
3. (2023). *Informe Anual* 2022. Available: https://infosen.senado.gob.mx/sgsp/gaceta/65/2/2023-04-28-1/assets/documentos/SEGOB_Informe_Anual_CFE_2022.pdf
4. Kumar R, Kumar S, Mehrotra S. Towards sustainable solutions for fly ash through mechanical activation. *Resources Conservation and Recycling*. 52(2), 157-179, 2007.
5. Huertas D F M, AYALA C C. *Síntesis y caracterización de zeolitas a partir de cenizas volantes de carbón*.
6. Rodríguez G P, Triana L R O. *Caracterización morfológica y estructural de polvos de cenizas volantes*. **Ingeniería Investigación y Desarrollo: I2+ D**. 14(2), 14-19, 2014.
7. Wang N, Sun X, Zhao Q, Yang Y, Wang P. *Leachability and adverse effects of coal fly ash: A review*. **Journal of hazardous materials**. 396, 122725, 2020.
8. Intrakamhaeng V, Clavier K A, Townsend T G. *Hazardous waste characterization implications of updating the toxicity characteristic list*. **Journal of hazardous materials**. 383, 121171, 2020.
9. Komljenović M, Bašćarević Z, Bradić V. *Mechanical and microstructural properties of alkali-activated fly ash geopolymers*. **Journal of Hazardous Materials**. 181(1-3), 35-42, 2010.
10. Ahmaruzzaman M. *A review on the utilization of fly ash*. **Progress in energy and combustion science**. 36(3), 327-363, 2010.
11. Huaquisto Cáceres S, Belizario Quispe G. *Use of the flying ash in the dosing of the concrete as a substitute for the cement*. 2018.
12. Farhan K Z, Johari M A M, Demirboğa R. *Assessment of important parameters involved in the synthesis of geopolymer composites: A review*. **Construction and Building Materials**. 264, 120276, 2020.
13. Rahman F U. *Fly Ash—Properties, Types, Mechanism and Uses*. ed: **The Constructor**. <https://theconstructor.org/building/flyash-properties>, 2018.

14. C. Astm, "618, Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use as a mineral admixture in concrete," *Annual book of ASTM standards*, vol. 4, 2005.
15. Wang M, Chen D, Wang H, Gao W. *A review on fly ash high-value synthesis utilization and its prospect*. **Green Energy and Resources**. 2(1), 100062, 2024.
16. Rangan B V. *Geopolymer concrete for environmental protection*. **Indian Concr. J.** 88(4), 41-59, 2014.
17. Chanchal, Hussain A. *Groundwater quality assessment around ash pond of Parichha thermal power plant, Jhansi, India*. **Asian Journal of Water, Environment and Pollution**. 12(3), 83-88, 2015.
18. Product C C. *Production & Use Survey Report*. ed: **American Coal Ash Association: Aurora, CO**, 2009.
19. E. EPA, "Method 1311: Toxicity characteristic leaching procedure," *US Environmental Protection Agency*, 1992.
20. León Patiño C A, Ramírez Vinasco D, Aguilar Reyes E A, Flores Jacobo N I, Villatoro Pérez A P. *Physicochemical characterization and toxicity of coal fly ash leaching from a thermoelectric power plant and its final disposal as geopolymers*. **MRS Advances**. 9(6), 323-328, 2024.
21. Wang C Q, Zeng Z Y, Wang A M, Gao S H, Huang J S. *Basic properties, characteristic heavy metals leaching and migration of coal incineration fly ash-based mortar in Structures*. **Elsevier**. 54, 1179-1195, 2023,
22. Wang T, Wang J, Tang Y, Shi H, Ladwig K. *Leaching characteristics of arsenic and selenium from coal fly ash: role of calcium*. **Energy & Fuels**. 23(6), 2959-2966, 2009.
23. Rađenovic D. *Case Studies in Construction Materials*.
- 24.. Janković A Z. *Impact of leaching procedure on heavy metals removal from coal fly ash*. **Hemijaska industrija**. 78(1), 51-62, 2024.
25. Blissett R, Rowson N. *A review of the multi-component utilisation of coal fly ash*. **Fuel**. 97, 1-23, 2012.
26. Medina Martínez J M. *Efecto de las cenizas de biomasa en la fabricación de eco-cementos binarios: caracterización y prestaciones físico-mecánicas y durable para su uso en la ingeniería civil*. 2020.
27. Sawunyama L, Olatunde O C, Oyewo O A, Bopape M F, Onwudiwe D C. *Application of coal fly ash based ceramic membranes in wastewater treatment: a sustainable alternative to commercial materials*. **Heliyon**. 10(2), 2024.
28. Aleem M A, Arumairaj P. *Geopolymer concrete—a review*. **Int. J. Eng. Sci. Emerg. Technol**. 1(2), 118-122, 2012.

29. Almutairi A L, Tayeh B A, Adesina A, Isleem A, Zeyad M. *Potential applications of geopolymers in construction: A review*. **Case Studies in Construction Materials**. 15, e00733, 2021.
30. Spence R D, Shi C. *Stabilization and solidification of hazardous, radioactive, and mixed wastes*. **CRC press**, 2004.
31. Conner J R, Hoeffner S L. *A critical review of stabilization/solidification technology*. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**. 28(4), 397-462, 1998.
32. Fan C, Wang B, Ai H, Qi Y, Liu Z. *A comparative study on solidification/stabilization characteristics of coal fly ash-based geopolymer and Portland cement on heavy metals in MSWI fly ash*. **Journal of Cleaner Production**. 319, 128790, 2021.
33. Tian X, Rao F, Leon-Patino C A, Song S. *Co-disposal of MSWI fly ash and spent caustic through alkaline-activation: immobilization of heavy metals and organics*. **Cement and Concrete Composites**. 114, 103824, 2020.
34. Davidovits J. *Geopolymers: inorganic polymeric new materials*. **Journal of Thermal Analysis and calorimetry**. 37(8), 1633-1656, 1991.
35. Barbosa V F, MacKenzie K J, Thaumaturgo C. *Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and silica: sodium polysialate polymers*. **International journal of inorganic materials**. 2(4), 309-317, 2000.
36. Davidovits J. *Geopolymer chemistry and applications*. **Geopolymer Institute**, 2008.
37. Hamdi A, Farhan K Z. *Influence of glass fiber and waste ground glass fiber powder on thermal resistance properties of alkali activated composites*. **Innovative Infrastructure Solutions**. 10(3), 94, 2025.
38. Belmokhtar N, Ben Allal L, Lamrani S. *Effect of Na₂SiO₃/NaOH mass ratio on the development of structure of an industrial waste-based geopolymer*. **J Mater Environ Sci**. 7(2), 390-396, 2016.
39. Provis J L. *Alkali-activated materials*. **Cement and concrete research**. 114, 40-48, 2018.
40. Bernal S A, Provis J L. *Durability of alkali-activated materials: progress and perspectives*. **Journal of the American Ceramic Society**. 97(4), 997-1008, 2014.
41. Duxson P, Fernández-Jiménez A, Provis J L, Lukey G C, Palomo A, Van Deventer J S, *Geopolymer technology: the current state of the art*. *Journal of materials science*. 42(9), 2917-2933, 2007.
42. Xiao L, Zhang C, Zhang H, Jiang Z. *Internal Curing Effects of Slag on Properties and Microstructure of Ambient-Cured Fly Ash-Based Geopolymer Mortar*. **Buildings**. 14(12), 3846, 2024.

43. Temuujin J, van Riessen A, Williams R. Influence of calcium compounds on the mechanical properties of fly ash geopolymer pastes. *Journal of hazardous materials*. 167(1-3), 82-88, 2009.
44. Conner J R. Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. 1990.
45. Sindhunata, Van Deventer J, Lukey G, Xu H. *Effect of curing temperature and silicate concentration on fly-ash-based geopolymerization*. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. 45(10), 3559-3568, 2006.
46. Wang M. *Geopolymerization mechanism of aluminosilicate geopolymer and microstructure and properties of fly ash cenosphere/geopolymer composite*. **Harbin Institute of Technology**, 2011.
47. Duxson P, Mallicoat S W, Lukey G C, Kriven W M, Van Deventer J S. *The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers*. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. 292(1), 8-20, 2007.
48. Choudhury I A, Hashmi M S. *Encyclopedia of renewable and sustainable materials*. **Elsevier**, 2020.
49. Petrakis E, Karmali V, Komnitsas K. *Effect of Particle Size on Alkali-Activation of Slag*. **Int. J. Mater. Metall. Eng.**13(4), 2019.
50. Aziz I H, Abdullah M M, Salleh M M, Azimi E A, Chaiprapa J, Sandu A V. *Strength development of solely ground granulated blast furnace slag geopolymers*. **Construction and Building Materials**. 250, 118720, 2020.
51. Fernández-Jiménez A, Palomo A, Criado M. *Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model*. **Cement and concrete research**. 35(6), 1204-1209, 2005.
52. Panagiotopoulou C, Kontori E, Perraki T, Kakali G. *Dissolution of aluminosilicate minerals and by-products in alkaline media*. **Journal of materials science**. 42(9), 2967-2973, 2007.
53. Abdul Rahim R, Rahmiati T, Azizli K A, Man Z, Nuruddin M F, Ismail L. *Comparison of using NaOH and KOH activated fly ash-based geopolymer on the mechanical properties*. in *Materials science forum*. 803, 179-184,2015
54. Nakum A V, Arora N. *The impact of alkaline solution to fly ash ratio with different molarities of sodium hydroxide on self-compacted geopolymer concrete*. **Materials Today: Proceedings**. 62, 4168-4176, 2022.
55. Provis J L, Van Deventer J S J. *Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications*. **Elsevier**, 2009.
56. Yin B, Kang T, Kang J, Chen Y. *Analysis of active ion-leaching behavior and the reaction mechanism during alkali activation of low-calcium fly ash*. **International Journal of Concrete Structures and Materials**. 12(1), 50, 2018.

57. Görhan G, Kürklü G. *The influence of the NaOH solution on the properties of the fly ash-based geopolymer mortar cured at different temperatures.* **Composites part b: engineering.** 58, 371-377, 2014.
58. Rattanasak U, Chindaprasirt P. *Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer.* **Minerals Engineering.** 22(12), 1073-1078, 2009.
59. Aliabdo A A, Abd Elmoaty M, Salem H A. *Effect of water addition, plasticizer and alkaline solution constitution on fly ash based geopolymer concrete performance.* **Construction and Building Materials.** 121, 694-703, 2016.
60. Hardjasaputra H, Cornelia M. *Experimental study of effect additional water on high performance geopolymer concrete.* **in MATEC Web of Conferences.** 270, 01004, 2019
61. Dathe F, Overmann S, Koenig A, Dehn F. *The role of water content and binder to aggregate ratio on the performance of metakaolin-based geopolymer mortars.* **Minerals.** 14(8), 823, 2024.
62. Yip C, Lukey G, Van Deventer J. *Processing, microstructure and properties of geopolymeric materials.* **in 105th Annual Meeting and Exposition of the American Ceramic Society, Nashville TN,** 2003.
63. Hebatpuria V M, Arafat H A, Bishop P L, Pinto N G. *Leaching behavior of selected aromatics in cement-based solidification/stabilization under different leaching tests.* **Environmental Engineering Science.** 16(6), 451-463, 1999.
64. Zhu Q, Lu D. *Preparation and compatibility of geopolymer matrix for stabilization/solidification of heavy metal ions.* **Journal of Nanjing University of Technology (Natural Science Edition).** 2(3), 61-66, 2010.
65. Muñoz-Villarreal M. *The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer.* **Materials Letters.** 65(6), 995-998, 2011.
66. Aredes F, Campos F, Machado J, Sakane K, Thim G, Brunelli D. *Effect of cure temperature on the formation of metakaolinite-based geopolymer.* **Ceramics International.** 41 (6), 7302-7311, 2015.
67. Mo B H, Zhu H, Cui X M, He Y, Gong S Y. *Effect of curing temperature on geopolymerization of metakaolin-based geopolymers.* **Applied clay science.** 99, 144-148, 2014.
68. Criado M, Palomo A, Fernández-Jiménez A. *Alkali activation of fly ashes. Part 1: Effect of curing conditions on the carbonation of the reaction products.* **Fuel.** 84(16), 2048-2054, 2005.
69. Palomo Á, Fernández-Jiménez A, Criado M. *Geopolimeros: una única base química y diferentes microestructuras.* 2004.
70. Salirrosas Tanta J A. *Geopolímeros en la industria de la construcción: aplicaciones con ceniza volante y puzolana natural.* 2020.

71. Mahmood A H, Foster S J, Castel A. *Effects of mixing duration on engineering properties of geopolymer concrete*. **Construction and Building Materials**. 303, 124449, 2021.
72. Chindaprasirt P, De Silva P, Hanjitsuwan S. *Effect of high-speed mixing on properties of high calcium fly ash geopolymer paste*. **Arabian Journal for Science and Engineering**. 39(8), 6001-6007, 2014.
73. Ji Z, Su L, Pei Y. *Synthesis and toxic metals (Cd, Pb, and Zn) immobilization properties of drinking water treatment residuals and metakaolin-based geopolymers*. **Materials Chemistry and Physics**. 242, 122535, 2020.
74. Tian Q. *Application of geopolymer in stabilization/solidification of hazardous pollutants: A review*. **Molecules**. 27(14), 4570, 2022.
75. Zhang Q. *Lead zinc slag-based geopolymer: Demonstration of heavy metal solidification mechanism from the new perspectives of electronegativity and ion potential*. **Environmental Pollution**. 293, 118509, 2022.
76. Wang L, Geddes D A, Walkley B., Provis J L, Mechtcherine V, Tsang D C. *The role of zinc in metakaolin-based geopolymers*. **Cement and Concrete Research**. 136, 106194, 2020.
77. Tang J. *Mechanisms of Zn removal from water by amorphous geopolymer: Molecular-level insights from X-ray absorption spectroscopy, isotope fractionation, and surface complexation modeling*. **Chemical Engineering Journal**. 477, 147175, 2023.
78. Zhang F, Li Y, Zhang J, Gui X, Zhu X, Zhao C. *Effects of slag-based cementitious material on the mechanical behavior and heavy metal immobilization of mine tailings based cemented paste backfill*. **Heliyon** 8(9), 2022.
79. Guo X, Ma H, Zhou J, Cheng W, Ba M. *Stabilization mechanism of hexavalent chromium ions in portland cement-based materials*. **Case Studies in Construction Materials**. 20 e03110, 2024.
80. Zhang M, Yang C, Zhao M, Yang K, Shen R, Zheng Y. *Immobilization potential of Cr (VI) in sodium hydroxide activated slag pastes*. **Journal of hazardous materials**. 321, 281-289, 2017.
81. Zhang S, Zhao Y, Guo Z, Ding H. *Stabilization/solidification of hexavalent chromium containing tailings using low-carbon binders for cemented paste backfill*. **Journal of Environmental Chemical Engineering**. 9(1), 104738, 2021.
82. Nikolić V, Komljenović M, Džunuzović N, Ivanović T, Miladinović Z. *Immobilization of hexavalent chromium by fly ash-based geopolymers*. **Composites Part B: Engineering**. 112, 213-223, 2017.
83. Zhang J, Provis J L, Feng D, Van Deventer J S. *The role of sulfide in the immobilization of Cr (VI) in fly ash geopolymers*. **Cement and Concrete Research**. 38(5), 681-688, 2008.
84. Quan H, Yu H J, Yang X, Lv D P, Zhu X, Li Y C. *Long-term stabilization/solidification of arsenic-contaminated sludge by a blast furnace slag-based cementitious material: functions of CaO and NaCl*. **Acs Omega**. 7(36), 32631-32639, 2022.

85. Cao H, Wang J, Qi X. *Characterisation of arsenic levels in acid-treated arsenic-containing sludge after steel slag-fly ash gel curing*. **Environmental Technology**. 45(28), 6170-6183, 2024.
86. Sun Y. *Iron-calcium reinforced solidification of arsenic alkali residue in geopolymer composite: Wide pH stabilization and its mechanism*. **Chemosphere**. 312, 137063, 2023.
87. Thakur N, Armstrong D W. *Arsenic sequestration by iron oxide coated geopolymer microspheres*. **Journal of Cleaner Production**. 291, 125931, 2021.
88. Bah A, Jin J, Ramos A, Li F. *Arsenic (V) Immobilization in Fly Ash and Lead-Zinc Mine Tailing-based Geopolymer: Performance and Mechanism Insight*. 2022.
89. Liu D G. *Cotreatment of MSWI fly ash and granulated lead smelting slag using a geopolymer system*. **International journal of environmental research and public health**. 16(1), 156, 2019.
90. Guo B. *Immobilization mechanism of Pb in fly ash-based geopolymer*. **Construction and building materials**. 134, 123-130, 2017.
91. Ren X, Wang F, He X, Hu X. *The effect of CaO in the immobilization of Cd²⁺ and Pb²⁺ in fly ash-based geopolymer*. **Clean Technologies**. 6(3), 1057-1075, 2024.
92. Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens, 2001.
93. Chen K Y, Lan R Y, He T Q, Heng P, Xia J. *Evaluation on reactivity of fly ash from different sources in alkali activated system-progressing environmentally construction through waste utilization*. **Construction and Building Materials**. 454, 139118, 2024.
94. (2021). Normas oficiales mexicanas NOM-001-SEMARNAT-2021. Que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación. Available: https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5645374&fecha=11/03/2022#gsc.tab=0
95. Zhao L. *Leaching behavior of trace elements from fly ashes of five Chinese coal power plants*. **International Journal of Coal Geology**. 219, 103381, 2020.
96. Medina A. *Fly ash from a Mexican mineral coal I: Mineralogical and chemical characterization*. **Journal of hazardous materials**. 181(1-3), 82-90, 2010.
97. Pastrana-Corral M. *Heavy metal pollution in the soil surrounding a thermal power plant in Playas de Rosarito, Mexico*. **Environmental Earth Sciences**. 76(16), 583, 2017.
98. Alehyen S, Achouri M, Taibi M. *Characterization, microstructure and properties of fly ash-based geopolymer*. **J. Mater. Environ. Sci**. 8(5), 1783-1796, 2017.
99. Chindaprasirt P, Jaturapitakkul C, Sinsir T. *Effect of fly ash fineness on compressive strength and pore size of blended cement paste*. **Cement and concrete composites**. 27(4), 425-428, 2005.

100. Wan Q. *Geopolymerization reaction, microstructure and simulation of metakaolin-based geopolymers at extended Si/Al ratios*. **Cement and Concrete Composites**.79, 45-52, 2017.
101. Kumar S, Kristály F, Mucsi G. *Geopolymerisation behaviour of size fractioned fly ash*. **Advanced Powder Technology**. 26(1), 24-30, 2015.
102. Cuervo C P G, Angarita Á M M, Rodríguez D C C. *Obtención y caracterización de geopolímeros, sintetizados a partir de ceniza volante y piedra pómez, utilizados para el desarrollo y mejoramiento del concreto*. **El hombre y la máquina**. 38, 59-65, 2012.
103. Han X, Zhang P, Zheng Y, Wang J. *Utilization of municipal solid waste incineration fly ash with coal fly ash/metakaolin for geopolymer composites preparation*. **Construction and Building Materials**. 403, 133060, 2023.
104. TKrishnan T, Purushothaman K. *Characterization of fly ash sources in the synthesis of geopolymer*. **Silicon**.14 (6), 2635-2646, 2022.
105. Sun M. *Preparation of functional geopolymers from municipal solid waste incineration fly ash: An approach combining experimental and computational simulation studies*. **Journal of environmental management**. 355, 120226, 2024.
106. Zhang H, Gao S, Ji Z, Cui J, Pei Y. *Solidification/stabilization of organic matter and ammonium in high-salinity landfill leachate concentrate using one-part fly ash-based geopolymers*. **Journal of Environmental Chemical Engineering**. 11(2), 109379, 2023.
107. Genua F, Lancellotti I, Leonelli C. *Geopolymer-based stabilization of heavy metals, the role of chemical agents in encapsulation and adsorption*. **Polymers**. 17(5), 670, 2025.
108. Liu F, Tang R, Wang B, Yuan X. *Experimental study on solidification of PB2+ in fly ash-based geopolymers*. **Sustainability**.13(22), 12621, 2021.
109. Ji Z, Pei Y. *Bibliographic and visualized analysis of geopolymer research and its application in heavy metal immobilization: A review*. **Journal of environmental management**. 231, 256-267, 2019.
110. Su L, Li S, Wu S, Liang B, Zhang X. *Preparation and heavy metal solidification mechanism of physically activated municipal solid waste incineration fly ash base geopolymer backfill*. **Process Safety and Environmental Protection**, 107522, 2025.
111. Hu Y, Tang J, Fei Y, Shang J, Liu P, Liu Y. *Enhancement of Zn adsorption on coal fly ash-based geopolymer with steel slag incorporation: Leaching behavior and performance insights*. **Environmental Pollution**. 367, 125639, 2025.
112. Weng Z, Yu J, Cai Y, Liu S, Elbaz K. *Novel chitosan-enhanced alkali-activated material for remediation of zinc-contaminated coastal mudflat sediment*. **Construction and Building Materials**. 447, 138114, 2024.
113. El-eswed B I. *Chemical evaluation of immobilization of wastes containing Pb, Cd, Cu and Zn in alkali-activated materials: A critical review*. **Journal of Environmental Chemical Engineering**. 8(5), 104194, 2020.

114. Ren X, Wang F, He X, Hu X. *Resistance and durability of fly ash based geopolymer for heavy metal immobilization: properties and mechanism*. **RSC advances**. 14(18), 12580-12592, 2024.
115. Arioiz E, Arioiz O, Kockar O M. *Leaching of F-type fly ash based geopolymers*. **Procedia Engineering**. 42, 1114-1120, 2012.
116. Bah A, Jin J, Ramos A O, Bao Y, Ma M, Li F. *Arsenic (V) immobilization in fly ash and mine tailing-based geopolymers: Performance and mechanism insight*. **Chemosphere**. 306, 135636, 2022.
117. Izquierdo M, Querol X. *Leaching behaviour of elements from coal combustion fly ash: An overview*. **International Journal of Coal Geology**. 94, 54-66, 2012.
118. Chen Y. *Early solidification/stabilization mechanism of heavy metals (Pb, Cr and Zn) in Shell coal gasification fly ash based geopolymer*. **Science of the Total Environment**. 802, 149905, 2022.
119. Zhou L. *Stabilization/solidification of composite heavy metal contaminated soil using a novel red mud-slag based geopolymer (RM-SGP): Performance and mechanisms*. **Construction and Building Materials**. 486, 141996, 2025.
120. Chen C, Liu H, Zhang Y, Gu G, Hu J. *Micro-assessment of heavy metal immobilization within alkali-activated copper tailings-slag geopolymer*. **Cement and Concrete Composites**. 149, 105510, 2024.
121. Wang Y, Han F, Mu J. *Solidification/stabilization mechanism of Pb (II), Cd (II), Mn (II) and Cr (III) in fly ash based geopolymers*. **Construction and Building Materials**. 160, 818-827, 2018.
122. Rangan B V. *Fly ash-based geopolymer concrete*. **Curtin University of Technology**. 7, 2008.
123. Shi C, Jiménez A F, Palomo A. *New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement*. **Cement and concrete research**. 41(7), 750-763, 2011.
124. García-Lodeiro I, Fernández-Jiménez A, Palomo A. *Variation in hybrid cements over time. Alkaline activation of fly ash-portland cement blends*. **Cement and concrete research**. 52, 112-122, 2013.
125. Bernal S A. *Gel nanostructure in alkali-activated binders based on slag and fly ash, and effects of accelerated carbonation*. **Cement and Concrete Research**. 53, 127-144, 2013.

Nadia Isabel Flores Jacobo

GESTIÓN Y VALORIZACIÓN DE CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA TERMOELÉCTRICA MEDIANTE GEOPOLIMERIZAC...

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::3117:558979808

Fecha de entrega

20 feb 2026, 10:54 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

20 feb 2026, 11:05 a.m. GMT-6

Nombre del archivo

GESTIÓN Y VALORIZACIÓN DE CENIZAS VOLANTES DE LA INDUSTRIA TERMOELÉCTRICA MEDIANT....pdf

Tamaño del archivo

4.7 MB

102 páginas

26.804 palabras

159.432 caracteres

16% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Filtrado desde el informe

- Texto citado
- Texto mencionado
- Coincidencias menores (menos de 10 palabras)

Fuentes principales

- 15%  Fuentes de Internet
- 12%  Publicaciones
- 0%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alertas de integridad para revisión

No se han detectado manipulaciones de texto sospechosas.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Programa de Maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales	
Título del trabajo	Fresión y valorización de cenizas volantes de la industria termoeléctrica mediante geopolimerización alcalina	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Nadia Isobel Flores Jacobo	2330903c@umich.mx
Director	Dr. Carlos Alberto León Perlino	caleon@umich.mx
Codirector	Deisy Ramirez Vinasco	deisy.ramirez@umich.mx
Coordinador del programa	Dr. Tzarara López Luke	tzarara@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	Sí	Solamente para darme una idea en Ampliar la idea y desahorse

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	NO	
Traducción a otra lengua	NO	
Revisión y corrección de estilo	NO	
Análisis de datos	NO Sí	Para dar una idea principal y desglosar adecuadamente la información.
Búsqueda y organización de información	Sí	Organización de mis ideas para mejor entendimiento y comprensión.
Formateo de las referencias bibliográficas	NO	
Generación de contenido multimedia	NO	
Otro	no	

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Nadia Isabel...
Lugar y fecha	19 de Febrero del 2026.