

Análisis comparativo de las propiedades mecánicas de geopolímeros que incorporan *nanowhiskers* de SiC y nanopartículas de TiO₂

Comparative analysis of the mechanical properties of geopolymeric matrix containing SiC *nanowhiskers* and TiO₂ nanoparticles

Madeleing Taborda-Barraza^{1a}, Nagilla Huerb de Azevedo^{1b}, Philippe Jean Paul Gleize^{1c},
Natalia Prieto-Jimenez²

¹Departamento de Ingeniería Civil, Universidad Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasil. Correos electrónicos: ^a madelatb@hotmail.com, ^b agillaazevedo@hotmail.com, ^c p.gleize@ufsc.br

²Grupo de Investigación en Energía y Medio Ambiente (Giema), Universidad Industrial de Santander, Colombia. Correo electrónico: dnatispj@gmail.com

Recibido: 12 junio, 2019. Aceptado: 30 agosto, 2019. Versión final: 31 diciembre, 2019.

Resumen

Un geopolímero a base de metacaolin fue fabricado con 5 proporciones de dos nanomateriales diferentes. Por un lado, *nanowhiskers* de carburo de silicio y, por otro lado, nanopartículas de dióxido de titanio. Ambos fueron colocados en agua y recibieron energía ultrasónica para ser dispersados. Fueron analizadas los efectos sobre las propiedades mecánicas y la cinética de reacción. Comparados con la matriz de referencia, los resultados evidenciaron una tendencia al incremento de la resistencia a la flexión. Probablemente por la geometría de los *nanowhiskers* de SiC y el refinamiento de poros por las partículas de nano-TiO₂. Las curvas de calorimetría mostraron que al incorporar nanopartículas de TiO₂ se obtuvo una reducción del 92 % en el calor total, mientras que, los *nanowhiskers* de SiC produjeron una reducción del 25 % en el calor total.

Palabras clave: geopolímeros; nanomateriales; resistencia mecánica.

Abstract

In this work, a metacaolin-based geopolymer was fabricated with 5 proportions of two different nanomaterials. On the one hand, silicon carbide *nanowhiskers* and on the other hand, titanium dioxide nanoparticles. Both were placed into water and received ultrasonic energy to be dispersed. The effects on mechanical properties and reaction kinetics were analyzed. Compared to reference matrix, the results showed a tendency to increase on flexural strength. Probably due to the geometry of SiC *nanowhiskers* and the pores refinement caused by nano-TiO₂ particles. Calorimetry curves showed that incorporating TiO₂ nanoparticles was a reduction in total heat (92 %) at 24 hours, while SiC *nanowhiskers* achieves a reduction less intense at total heat (25 %) at the same time.

Keywords: geopolymer; nanomaterials; mechanical strength.

1. Introducción

1.1. Geopolímeros

“Geopolímero” puede ser considerado un término genérico para definir un ligante alternativo a la pasta de cemento portland. Estructurado como un polímero inorgánico y con resistencia mecánica similar o superior que un material cementicio de cemento Portland [1, 2, 3], ofrece ventajas ambientales durante su fabricación como: la utilización de residuos industriales [4], reducción de la temperatura de calcinación en materiales arcillosos, lo que incide positivamente sobre la emisión de CO₂ a la atmósfera [1], encapsulación de elementos tóxicos [5, 6, 7], resistencia al ataque ácido y otro tipo de ataques [2, 3]. Sin embargo, en su condición de material cerámico tiene ciertas limitaciones que continúan siendo investigadas, como son: la fácil propagación de fisuras que pueden comprometer la resistencia mecánica [8, 9], resistencia a flexión menor que la resistencia a la compresión [10, 11] y el surgimiento de eflorescencia [12].

Muchos materiales cerámicos y poliméricos tienen limitaciones mecánicas que pueden ser reducidas utilizando elementos de refuerzo en diferentes escalas como el acero, fibras metálicas, fibras vegetales [13], microfibras de polipropileno [14]. De esta forma, los geopolímeros se tornan una matriz y el elemento de adicionado actúa como refuerzo frente a las debilidades de la matriz principal.

1.2. Nanomateriales en matrices geopoliméricas y cementicias

Los nanomateriales, en formato de fibras o partículas, también pueden contribuir a la modificación de la microestructura de matrices cementicias, atribuyéndole sus propiedades y mejorando su respuesta mecánica. Adicionar nanomateriales en matrices geopoliméricas ha sido una tendencia en los últimos años. Los resultados muestran: incrementos en la resistencia a la compresión cuando son adicionados materiales como nano-arcilla, nanotubos de carbono (NTC) y nano-SiO₂ [15, 16, 17, 18], densificación de la microestructura, reducción del tiempo de fraguado inicial, reducción de la retracción [19, 20], incremento de la ductilidad con el uso de nanofibras de carbono (NFCs), nanofibras de alúmina (NFAs), whiskers de carburo de silicio (WSC) [10], e inclusive NTC, que son los más utilizados [20, 21, 22].

El SiC es utilizado ampliamente en la ingeniería mecánica por su alta resistencia a la abrasión y al desgaste, su registro de alta dureza, estabilidad térmica, resistencia a flexión y otras [23]. El SiC puede ser

encontrado en forma de fibras, de nanopartículas de SiC (NPSC) o de nanofibras, denominadas nanowhiskers de SiC (NWSC). Estos usualmente son incorporados en resina tipo epoxy y matrices de alúmina [24, 25].

Para la química, el TiO₂ es considerado el mejor fotocatalizador, químicamente estable y de bajo costo [26], que posibilita la degradación de agentes contaminantes orgánicos en medio acuoso [27]. Normalmente es usado para el tratamiento de agua, pigmentación de pinturas y protección solar. Con el paso del tiempo, fue considerado introducir esta propiedad en materiales cerámicos con el uso de nanopartículas de dióxido de titanio (NT) y así, se transformarían en materiales con propiedades fotocatalíticas y consecuentemente, materiales más durables [28, 29, 30].

En varios estudios realizados [31, 32] fue indicado que las NT no estarían produciendo cambios relevantes sobre matrices geopoliméricas. Pese a ello [33, 34, 35], consiguieron registrar incrementos en la resistencia a la compresión cuando adicionaron NT en geopolímeros a base de escoria de alto horno o ceniza volante. Incrementos en la resistencia a compresión, hasta un 51 % sobre la matriz de referencia, cuando se utilizó 5 % de NT en las primeras edades.

En la forma de nanomaterial [36] incorporaron nanowhiskers de SiC en matrices de cemento Portland y obtuvieron cambios relevantes en la resistencia a la compresión y a la flexión cuando adicionaron 0.25 % y 1.00 % de NWSC en relación a la masa de cemento respectivamente. De forma parecida [37], adicionó *nanowhiskers* de SiC en una matriz geopolimérica, registrando incremento hasta de 192 % en la resistencia a la flexión de la matriz de referencia cuando era adicionado 0,2 %, en relación a la masa de metacaolín.

1.2.1. Implicaciones del uso de nanomateriales

La dificultad de los nanomateriales radica en que, por su pequeño tamaño y su alta superficie específica, tienden a aglomerarse. Las fuerzas de Van der Waals se tornan más intensas en esas condiciones de tamaño, lo que dificulta su dispersión en estado seco e incluso dentro del agua. NTC son un ejemplo de ello [22]. Por lo anterior, técnicas de dispersión son usadas comúnmente para alterar la superficie de los nanomateriales y/o causar la separación de las partículas mediante: el uso de tratamiento químico superficial con ácido, con surfactantes, aplicando energía ultrasónica o alterando el pH del medio y así obtener compuestos homogéneos.

Este estudio se enfoca en comprender los efectos de la incorporación de los nanomateriales a base de dióxido de

titanio y carburo de silicio, de forma individual y conjunta, sobre una matriz geopolimérica. La fracción usada para NWSC fue de 0,10 % y 0,20 %, entretanto para NT fue de 0,50 % y 1,50 %, sobre el peso del metacaolín. En vista de tener resultados favorables durante adiciones por otros autores, se analiza la influencia de estos nanomateriales sobre la resistencia a la compresión, la resistencia a la flexión y la cinética de reacción medida mediante calorimetría de conducción isotérmica.

2. Materiales y métodos

La fuente aluminosilicato, metacaolín (MK), fue concedido por la empresa Metacaulim do Brasil, São Paulo, Brasil, su distribución granulométrica se muestra en la Figura 1. Su composición química se registra en la Tabla 1. La solución activadora fue constituida por hidróxido de sodio (NaOH) en formato de perlas (>98 % de pureza) y una solución de silicato de sodio (SiO₂/Na₂O=2,5), ambos de la marca Sigma Aldrich. El agua usada fue destilada. Los *nanowhiskers* de SiC (NWSC) fueron obtenidos de la empresa Nanostructured & Amorphous materials Inc., Texas, USA; sus principales características se muestran en la Tabla 2 y la geometría de uno de estos se muestra en la Figura 2. Las nanopartículas de TiO₂ (NT) fueron obtenidas de la empresa Aldrich y sus características son registradas en la Tabla 3. De la misma forma, la Figura 3 muestra la geometría de las nanopartículas.

Tabla 1. Composición química del metacaolín

| Óxido | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | TiO ₂ |
|-------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------------------|
| % | 57,0 | 34,0 | 0,10 | 0,10 | 1,50 |

Fuente: Metacaulim do Brasil [2]

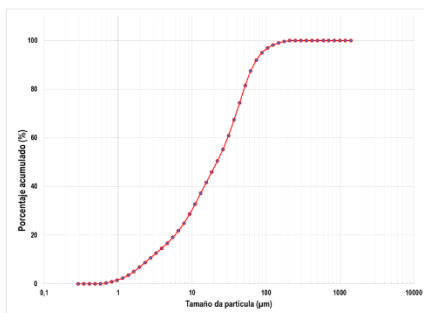


Figura 1. Distribución granulométrica del metacaolín

Tabla 2. Características de los NWSC

| | | | |
|---------------|--------------|-----------------|-------------------------|
| Carbono libre | <0,05 | Tipo de cristal | Beta |
| Diámetro | 0,1 - 2,5 µm | Longitud | >2,0 - 50 µm |
| Dureza (Mohs) | 9,5 | Densidad | 3,216 g/cm ³ |

Tabla 3. Características de las nanopartículas de óxido de titanio (NT)

| | | | |
|----------|-------|------------------|-------------------------|
| Diámetro | 21 nm | Área superficial | 35-65 m ² /g |
|----------|-------|------------------|-------------------------|

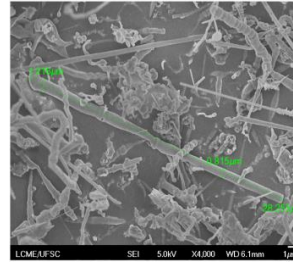


Figura 2. Imagen obtenida con Microscopio Electrónico de transmisión (MET) de los NWSC

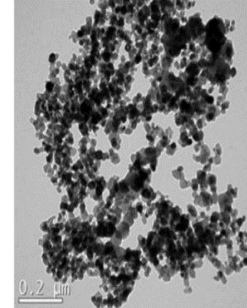


Figura 3. Imagen MET de NT [38]

La solución activadora (12 M de NaOH) fue preparada disolviendo lentamente NaOH dentro del silicato de sodio. En vista que esta combinación es fuertemente exotérmica fue necesario dejar reposar la solución hasta alcanzar temperatura ambiente 23 °C ± 2 °C. Por otro lado, fue adicionado el nanomaterial en agua destilada, levemente agitado y dicha solución fue separada para recibir la energía ultrasónica aplicada por un sonicador modelo Vibra-Cell 750W con procesador ultrasónico-Serie VCX – frecuencia de 20kHz. La duración total del ciclo de la energía ultrasónica fue de 10 minutos, en tiempos de 20 segundos aplicada y posteriormente 20 segundos detenidos (hasta terminar los 10 minutos, con la finalidad de evitar el calentamiento de la solución), este ciclo fue escogido con base a ensayos realizados en el laboratorio del equipo de trabajo.

Una vez que el ciclo de sonicación finalizaba y que la solución activadora alcanzaba temperatura estable, era formada una única solución constituida por las dos soluciones previas (± 140 ml), que manual y controladamente era adicionada al metacaolín (145,3 gr). Toda la pasta era mezclada homogéneamente en un agitador mecánico durante 5 minutos. Para finalizar, la pasta era vertida en moldes y colocada en el horno a 65 °C, durante 24 horas. Las muestras fueron nombradas con base al contenido de NWSC o NT incorporado. Siendo que la referencia fue denominada R. Los resultados fueron sometidos a análisis estadísticos mediante el Software Past versión 2.17.

2.1. Ensayos

2.1.1. Calorimetría por conducción isotérmica

El registro de flujo de calor fue hecho mediante el Thermometric AB de TAM Air (TA instruments). Las muestras fueron preparadas con mezcladores

incorporados al dispositivo, pudiendo registrar el flujo de calor después del contacto del material sólido con la solución activadora. De esta forma, fueron monitoreadas las reacciones en cuatro mezclas: la referencia (R) (sin nanomaterial), con NWSC (R+0,20 % SiC), con NT (R+0,50 % NT) y con nanomateriales conjuntos (R+0,20 % SiC +0,40 % NT), en la misma temperatura de 65°C durante 24 horas (1440 minutos). Sin embargo, después de 150 minutos de iniciado el ensayo se registró estabilidad en el flujo de calor y con base en este tiempo fue cortado el gráfico para el análisis térmico.

2.1.2. Resistencia a la compresión

Para el ensayo de resistencia fue utilizada una prensa Instron modelo 5569, con tasa de velocidad de 5000 N/min. Para el ensayo a compresión las muestras tenían formato cilíndrico de 20x40 mm. Se fabricaron 3 muestras por edad.

2.1.3. Resistencia a la flexión

Para el ensayo de resistencia fue utilizada una prensa Instron modelo 5569, con tasa de velocidad de 5000 N/min, aplicada en el centro de la muestra, que estaba apoyada en 2 puntos distanciados a 6 cm. Para el ensayo a flexión el formato era prismático de 20x20x100 mm. Se fabricaron 3 muestras por edad.

2.1.4. Densidad y Modulo de Young

Para determinar el módulo de Young fue aplicada la técnica de frecuencia natural por impulso, usando el equipo ACTP Sonelastic versión 2.8. Con base en el mismo equipo podía ser estimada la densidad aparente de las muestras. Fueron utilizadas las muestras para ensayo a flexión, 3 muestras por edad.

3. Resultados y discusión

3.1. Calorimetría por conducción isotérmica

Las reacciones asociadas a la geopolimerización se caracterizan por ser parcialmente exotérmicas y son muchos los factores que la afectan: concentraciones de Si, Al y Na en los materiales precursores y en la solución activadora; la presencia de agua; presencia de aditivos y adiciones o inclusive la temperatura de cura, como indican [3, 15, 39, 40]. En la Figura 4 se registró el comportamiento para todas las muestras. Se observó un acentuado pico exotérmico que se asocia con la disolución inicial del metacaolín (ajunto al eje vertical), que no alcanzó a ser registrada por todas las muestras. Un posterior y corto periodo endotérmico que fue asociado a la necesidad del sistema de entrar en equilibrio con el ambiente creado en el interior del calorímetro. De esta

forma, la muestra está obligada a absorber el calor hasta empezar a emitir un calor propio de las reacciones de geopolimerización. Consecutivamente, un tercer pico con variaciones de amplitud y longitud, propia de cada muestra, pero de carácter exotérmico. Finalmente, las muestras se estabilizan en un tiempo estimado de 110 minutos.

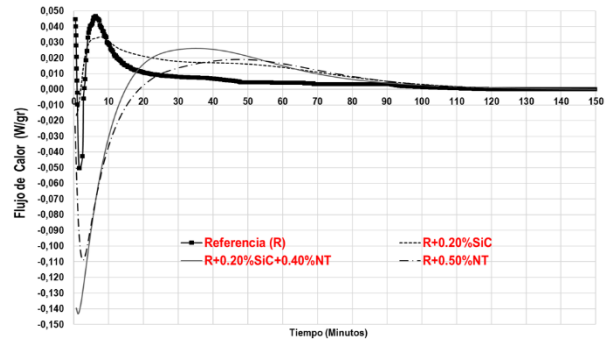


Figura 4. Evolución del flujo de calor de las diferentes pastas

Para la pasta que contiene SiC el pico más alto de flujo de calor sucede al mismo tiempo que la referencia, sin embargo, la forma de emisión de la energía es levemente diferente para estas muestras. Por otro lado, el comportamiento de la tasa de emisión de esta energía es completamente diferente cuando nos referimos a las pastas que incorporan NT. El comportamiento del flujo de calor modifica sus intensidades y duraciones.

Lo que indicaría que la incorporación de NT en matrices geopoliméricas, con cura térmica, estimula la disipación del calor generado por las reacciones propias de la geopolimerización y del ambiente, tal como se evidencia en la Figura 5.

Este fenómeno puede entrar en discusión con lo indicado por Ma y colaboradores [41], quienes con la adición de NT registraron la aceleración del proceso reacción de materiales alcalinamente activados, cuando fue adicionado el 1 % en masa. Más adelante se hace observaciones al respecto.

Estudios que analizan este parámetro en matrices geopoliméricas son escasos. No obstante, este comportamiento también es representativo en matrices cementicias: la presencia de nanopartículas de titanio resulta en la aceleración de las reacciones de hidratación y aumento del calor total [42, 43, 44]. Para este estudio se obtuvo una reducción de hasta 95,87 % en las 3 primeras horas, cuando se incorpora 0,50 % de NT en la muestra.

En el sistema que incorpora NWSC ese desarrollo no es acentuado, pero puede obtenerse una reducción de hasta 24,24 % para las 3 primeras horas, en comparación con la referencia.

Aún con las diferencias de calor total en las muestras no fue observado algún proceso de endurecimiento durante su preparación.

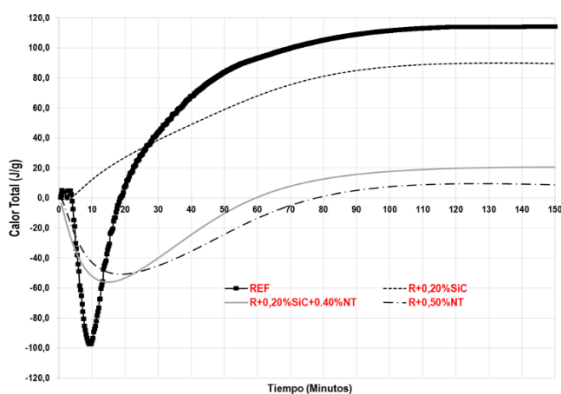


Figura 5. Comportamiento del calor total de las diferentes pastas

3.2. Resistencias mecánicas

En general, cuando son adicionados *nanowhiskers* de SiC la resistencia a la compresión tiene tendencia al incremento, como puede ser observado en la Figura 6.

Con el análisis estadístico fue identificado que, cuando se cumplen los 14 días, apenas la adición de SiC produce diferencia significativa en la matriz, generando el mayor incremento de 28,80 % en la resistencia cuando es comparada con la referencia.

Conforme a lo registrado por [45] la adición de SiC en la forma de fibras hasta de 2 % en volumen contribuye al aumento del 36,70 % de la resistencia a la compresión. Sin embargo, en la forma de *whiskers* [46] registra decrecimientos en la resistencia cuando son incorporados más de 5 % en masa. Ambos usando matriz geopolimérica a base de metacaolín. Este último autor indica que, en la forma de partículas el SiC ayuda en efecto de relleno, registrando mejor empaquetamiento que los *whiskers* y, por lo tanto, contribuyen considerablemente a la resistencia a la compresión, con un incremento de hasta 102 % en la matriz.

En vista de esta confusión sobre los efectos de incorporar SiC en matrices geopoliméricas, se indica que, para el caso de matrices a base de cemento portland [36, 47] la presencia de SiC en la forma de nanomaterial contribuye positivamente a la resistencia a la compresión. La

cantidad y el formato definirán la contribución al tipo de resistencia.

Las partículas de NT, por el contrario, produjeron una reducción de hasta 7,43 % en la resistencia a la compresión o no generan diferencias con la matriz de referencia. El mayor porcentaje de NT de este estudio no consigue producir una diferencia significativa con la matriz de referencia, sin embargo, porcentajes mayores (5 %) de NT usados por [43] produjeron incrementos relevantes desde las primeras edades (± 22 %). Lo que probablemente indica que el uso de porcentajes mayores contribuirá al incremento de esta propiedad.

Para el caso de los resultados de la resistencia a la flexión, vistos en la Figura 7, se registra incremento de la resistencia para cualquier cantidad de nanomaterial adicionado, excepto cuando se adicionan 1,50 % de NT. Los incrementos son comprendidos entre 80,02 % (con adición de 0,10 % SiC) y 100,49 % (con adición de 0,20 % SiC), en los 3 primeros días. Siendo que, la mayor resistencia al incorporar 0,50 % de NT resulta en 62,71 % incremento en el mismo tiempo. Pero todas decrecen a los 14 días.

Por lo anterior, puede inferirse que la adición de *nanowhiskers* de SiC contribuye de manera simultánea a la mejoría de la resistencia a la compresión y a la flexión. Mientras que, la adición de NT no contribuye significativamente al mejoramiento simultáneo de las resistencias. Las adiciones causan un gran diferencial en edades tardías cuando se trata de resistencia a la compresión [48].

Interrelacionando los perfiles de calorimetría y resistencia, puede afirmarse que los NWSC no estarían modificando el proceso de geopolimerización, en virtud de su forma, estos estarían actuando como nanofibras que permiten la transmisión de tensiones. Sin embargo, las NT en el ambiente alcalino y condiciones de cura térmica, interactúan rápidamente con el grupo OH que disuelve el material precursor [49], desacelerando este proceso de reorganización polimérica. Lo que llevaría a formación de menos cadenas poliméricas en comparación con la referencia. Considerando que, la calorimetría se realizó durante las primeras 24 horas y la primera evaluación de resistencia sucedió a los 3 días, en realidad podría ser alcanzada una estabilidad de formación de cadenas después de las 24 horas, manifestando estabilidad o leve reducción.

En la Figura 8 son mostrados los resultados de densidad y módulo de Young para las diferentes muestras. Estadísticamente, los valores de densidad no representan diferencias significativas para ninguna adición de

nanomaterial a pesar de ello, las mayores adiciones de nanomaterial causan una diferencia significativa en el módulo de Young de la matriz de referencia. Confirmando la indicación de [44] las NT acaban produciendo un efecto de relleno dentro de la matriz cementicia. Dicha posibilidad induciría a usar mayores proporciones para evaluar su incidencia sobre la resistencia mecánica y aun así contribuir con el efecto fotocatalítico sobre matrices cementicias y geopoliméricas [33].

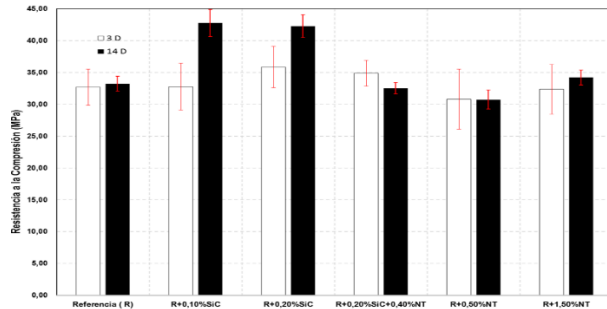


Figura 6. Resultados de la resistencia a la compresión de las diferentes pastas

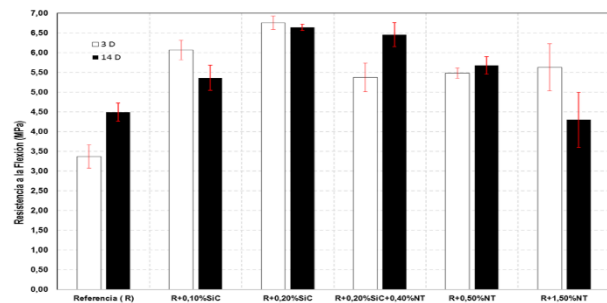


Figura 7. Resultados de la resistencia a la flexión de las diferentes pastas

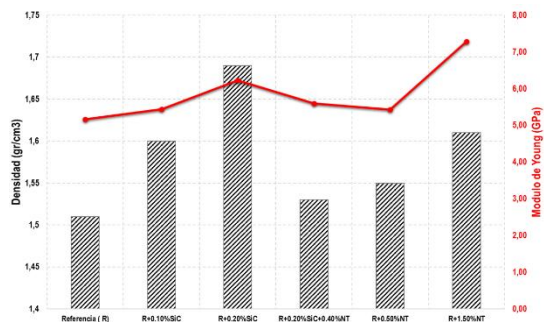


Figura 8. Densidad vs. Módulo de Young de las muestras

4. Conclusiones

La influencia de adicionar nanopartículas de TiO_2 y de nanowhiskers de SiC fue registrada mediante diferentes ensayos experimentales y pudo ser concluido que: Estos nanomateriales son capaces de modificar la cinética de

reacción, el desempeño mecánico de la matriz de referencia y algunas propiedades físicas. En lo que se refiere a la cinética de reacción, las adiciones modificaron la tasa de emisión de calor, en lo que parece ser efecto retardante y disipativo especificado para las NT. Cuando se trata del desempeño mecánico, los nanowhiskers de SiC incrementan, simultáneamente, la resistencia a la compresión y a la flexión de la matriz geopolimérica. Sin embargo, las nanopartículas de TiO_2 pueden estar causando un incremento parcial sobre las resistencias evaluadas. Para el caso de densidad y del módulo de elasticidad, con las adiciones solo se obtuvo incremento de los modulos en cuanto a la densidad no fue alterada.

Agradecimientos

Un especial agradecimiento al Laboratorio de Nanotecnología aplicada a la construcción civil (NANOTEC) de la Universidad Federal de Santa Catarina por disponer de la mayor parte de los equipos para caracterización de las muestras. Adicionalmente al Laboratorio Central de Microscopia electrónica (LCME), también de la universidad Federal de Santa Catarina, por proveer las imágenes del MET.

Referencias

- [1] P. Duxson, J. L. Provis, G. C. Lukey, and J. S. Van Deventer, "The role of inorganic polymer technology in the development of green concrete?" *Cement and Concrete Research*, vol. 37, no. 12, pp. 1590–1597, 2007.
- [2] E. A. S. Correia et al., "Compósitos de matriz geopolimérica reforçados com fibras vegetais de abacaxi e de sisal," 2011.
- [3] E. Rodríguez, R. M. de Gutiérrez, S. Bernal, and M. Gordillo, "Efecto de los módulos $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ y $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ en las propiedades de sistemas geopoliméricos basados en un metacaolín," *Revista Facultad de Ingeniería*, no. 49, pp. 30–41, 2009.
- [4] M. Ohno and V. C. Li, "A feasibility study of strain hardening fiber reinforced fly ash-based geopolymer composites," *Construction and Building Materials*, vol. 57, pp. 163–168, 2014.
- [5] J. Van Jaarsveld, J. Van Deventer, and L. Lorenzen, "The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part i. theory and applications," *Minerals engineering*, vol. 10, no. 7, pp. 659–669, 1997.
- [6] Z. Yunsheng, S. Wei, C. Qianli, and C. Lin, "Synthesis and heavy metal immobilization behaviors of

slag based geopolymer,” *Journal of hazardous materials*, vol. 143, no. 1-2, pp. 206–213, 2007.

[7] Q. Li, Z. Sun, D. Tao, Y. Xu, P. Li, H. Cui, and J. Zhai, “Immobilization of simulated radionuclide 133cs+ by fly ash-based geopolymer,” *Journal of hazardous materials*, vol. 262, pp. 325–331, 2013.

[8] M. E. Launey and R. O. Ritchie, “On the fracture toughness of advanced materials,” *Advanced Materials*, vol. 21, no. 20, pp. 2103–2110, 2009.

[9] N. Saheb, N. Qadir, M. Siddiqui, A. Arif, S. Akhtar, and N. AlAqeeli, “Characterization of nanoreinforcement dispersion in inorganic nanocomposites: A review,” *Materials*, vol. 7, no. 6, pp. 4148–4181, 2014.

[10] J. A. Hammell, *The influence of matrix composition and reinforcement type on the properties of polysialate composites*, 2000.

[11] A. S. Rahman, “Nanofiber reinforcement of a geopolymer matrix for improved composite materials mechanical performance,” Ph.D. dissertation, Colorado State University, 2015.

[12] P. D. L. Osório, “Concepção de um saferoom anti-tornado em betão geopolimérico,” Ph.D. dissertation, 2007.

[13] S. Gómez, B. B. Ramón, and R. Guzman, “Comparative study of the mechanical and vibratory properties of a composite reinforced with fique fibers versus a composite with e-glass fibers,” *Revista UIS Ingenierías*, vol. 17, no. 1, pp. 43–50, 2018.

[14] D. A. Sanes Lagares, “Influencia de microfibras de polipropileno y microsílíce en la resistencia de concretos de 4000 y 3000 psi,” 2017.

[15] H. Assaedi, F. Shaikh, and I. M. Low, “Effect of nano-clay on mechanical and thermal properties of geopolymer,” *Journal of Asian Ceramic Societies*, vol. 4, no. 1, pp. 19–28, 2016.

[16] S. M. Abbasi, H. Ahmadi, G. Khalaj, and B. Ghasemi, “Microstructure and mechanical properties of a metakaolinite-based geopolymer nanocomposite reinforced with carbon nanotubes,” *Ceramics International*, vol. 42, no. 14, pp. 15 171–15 176, 2016.

[17] K. Gao, K.-L. Lin, D. Wang, C.-L. Hwang, B. L. A. Tuan, H.-S. Shiu, and T.-W. Cheng, “Effect of nano-sio2 on the alkali-activated characteristics of metakaolin-based geopolymers,” *Construction and building materials*, vol. 48, pp. 441–447, 2013.

[18] M. Saafi, K. Andrew, P. L. Tang, D. McGhon, S. Taylor, M. Rahman, S. Yang, and X. Zhou, “Multifunctional properties of carbon nanotube/fly ash geopolymeric nanocomposites,” *Construction and Building Materials*, vol. 49, pp. 46–55, 2013.

[19] H. M. M. Khater, “Physicomechanical properties of nano-silica effect on geopolymer composites,” *Journal of Building Materials and Structures*, vol. 3, no. 1, pp. 1–14, 2016.

[20] H. Khater and H. A. El Gawaad, “Characterization of alkali activated geopolymer mortar doped with mwent,” *Construction and Building Materials*, vol. 102, pp. 329–337, 2016.

[21] M. Sumesh, U. J. Alengaram, M. Z. Jumaat, K. H. Mo, and M. F. Alnahhal, “Incorporation of nanomaterials in cement composite and geopolymer based paste and mortar—a review,” *Construction and Building Materials*, vol. 148, pp. 62–84, 2017.

[22] S. Parveen, S. Rana, and R. Figueiro, “A review on nanomaterial dispersion, microstructure, and mechanical properties of carbon nanotube and nanofiber reinforced cementitious composites,” *Journal of Nanomaterials*, vol. 2013, p. 80, 2013.

[23] S. Mishra, A. Mishra, R. Krause, and B. Mamba, “Growth of silicon carbide nanorods from the hybrid of lignin and polysiloxane using sol-gel process and polymer blend technique,” *Materials Letters*, vol. 63, no. 28, pp. 2449–2451, 2009.

[24] M. Rincón-Joya, J. J. Barba-Ortega, and E. París, “Obtención de muestras de óxidos a bajo costo,” *Revista UIS Ingenierías*, vol. 18, no. 3, pp. 33–38, 2019.

[25] S. Meng, G.-Q. Jin, Y.-Y. Wang, and X.-Y. Guo, “Tailoring and application of sic nanowires in composites,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 21-22, pp. 5761–5765, 2010.

[26] S. Akpınar, I. Kusoglu, O. Ertugrul, and K. Onel, “Silicon carbide particle reinforced mullite composite foams,” *ceramics international*, vol. 38, no. 8, pp. 6163–6169, 2012.

[27] M. V. Diamanti, M. Ormellese, and M. Pedferri, “Characterization of photocatalytic and superhydrophilic properties of mortars containing titanium dioxide,” *Cement and Concrete Research*, vol. 38, no. 11, pp. 1349–1353, 2008.

[28] C. Cárdenas Ramírez et al., “Evaluación de las propiedades físicas y fotocatalíticas de cemento adicionado con nanopartículas de dióxido de titanio,”

Ph.D. dissertation, Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, 2012.

[29] T. Meng, Y. Yu, X. Qian, S. Zhan, and K. Qian, "Effect of nanotio₂ on the mechanical properties of cement mortar," *Construction and Building Materials*, vol. 29, pp. 241–245, 2012.

[30] C. A. Casagrande et al., "Estudo da incorporação de partículas de titânia em argamassas fotocatalíticas," 2012.

[31] T. d. Rocha et al., "A influência da nano-tio₂ em pastas geopoliméricas," 2016.

[32] J. Leite et al., "A influência da vermiculita em argamassa geopolimérica com adição de nanotitânia," 2017.

[33] L. Yang, Z. Jia, Y. Zhang, and J. Dai, "Effects of nano-tio₂ on strength, shrinkage and microstructure of alkali activated slag pastes," *Cement and Concrete Composites*, vol. 57, pp. 1–7, 2015.

[34] P. Duan, C. Yan, W. Luo, and W. Zhou, "Effects of adding nanotio₂ on compressive strength, drying shrinkage, carbonation and microstructure of fluidized bed fly ash based geopolymer paste," *Construction and Building Materials*, vol. 106, pp. 115–125, 2016.

[35] E. A. Llano Guerrero, "Síntesis y caracterización de cementos activados alcalinamente base metacaolín/escoria granulada de alto horno con adiciones de nanopartículas de tio₂," Ph.D. dissertation, Universidad Autónoma de Nuevo León, 2017.

[36] N. H. Azevedo and P. J. Gleize, "Effect of silicon carbide nanowhiskers on hydration and mechanical properties of a portland cement paste," *Construction and Building Materials*, vol. 169, pp. 388–395, 2018.

[37] M. Taborda Barraza et al., "Desempenho mecânico de um compósito de matriz geopolimérica à base de metacaulim e nanobastões de carbeto de silício," 2016.

[38] L. L. Coelho et al., "Incorporação de lantânio e óxido de grafeno para modular a fotoatividade em nanopartículas de tio₂," 2017.

[39] I. Bigno, F. Oliveira, F. SILVA, and C. Thaumaturgo, "Calor de reação de cimentos geopoliméricos," in *Congresso Brasileiro de cerâmica*, 2005, pp. 1–5.

[40] H. Rahier, J. Wastiels, M. Biesemans, R. Willlem, G. Van Assche, and B. Van Mele, "Reaction mechanism, kinetics and high temperature transformations of

geopolymers," *Journal of Materials Science*, vol. 42, no. 9, pp. 2982–2996, 2007.

[41] B. Ma, H. Li, X. Li, J. Mei, and Y. Lv, "Influence of nano-tio₂ on physical and hydration characteristics of fly ash–cement systems," *Construction and Building Materials*, vol. 122, pp. 242–253, 2016.

[42] B. Y. Lee and K. E. Kurtis, "Influence of tio₂ nanoparticles on early c3s hydration," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 93, no. 10, pp. 3399–3405, 2010.

[43] R. Zhang, X. Cheng, P. Hou, and Z. Ye, "Influences of nanotio₂ on the properties of cement-based materials: Hydration and drying shrinkage," *Construction and Building Materials*, vol. 81, pp. 35–41, 2015.

[44] J. Chen, S.-c. Kou, and C.-s. Poon, "Hydration and properties of nano-tio₂ blended cement composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, no. 5, pp. 642–649, 2012.

[45] J. Yuan, P. He, D. Jia, S. Yan, D. Cai, L. Xu, Z. Yang, X. Duan, S. Wang, and Y. Zhou, "Sic fiber reinforced geopolymer composites, part 1: Short sic fiber," *Ceramics International*, vol. 42, no. 4, pp. 5345–5352, 2016.

[46] F.-P. Du, S.-S. Xie, F. Zhang, C.-Y. Tang, L. Chen, W.-C. Law, and C.-P. Tsui, "Microstructure and compressive properties of silicon carbide reinforced geopolymer," *Composites Part B: Engineering*, vol. 105, pp. 93–100, 2016.

[47] T. Kantel and A. Slosarczyk, "Influence of silicon carbide and electrocorundum on the thermal resistance of cement binders with granulated blast-furnace slag," *Procedia Engineering*, vol. 172, pp. 497–504, 2017.

[48] A. Nazari and S. Riahi, "The effects of zinc dioxide nanoparticles on flexural strength of self-compacting concrete," *Composites Part B: Engineering*, vol. 42, no. 2, pp. 167–175, 2011.

[49] R. Mueller, H. K. Kammler, K. Wegner, and S. E. Pratsinis, "Oh surface density of sio₂ and tio₂ by thermogravimetric analysis," *Langmuir*, vol. 19, no. 1, pp. 160–165, 2003.