

**INSTITUTO TECNOLÓGICO DE COSTA RICA**  
**ESCUELA DE QUÍMICA**  
**LABORATORIO DE SERVICIOS QUÍMICOS Y**  
**MICROBIOLÓGICOS (CEQIATEC)**  
**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN PROTECCIÓN**  
**AMBIENTAL (CIPA)**

**INFORME FINAL DE PROYECTO**

*Estudio del uso del lodo residual de la  
empresa Extralum S.A. como material  
alternativo en la fabricación de cementos  
especiales*

**MARICRUZ VARGAS CAMARENO**

**INVESTIGADORA**

**2006**

# INDICE

<b>TABLA DE CONTENIDOS</b>	<b>Página</b>
<b>RESUMEN</b>	ix
<b>INTRODUCCIÓN</b>	1
<b>OBJETIVOS Y METODOLOGIA</b>	7
<b>CAPÍTULO I: CARACTERIZACION DEL LODO RESIDUAL</b>	10
Variabilidad en la composición química del lodo a lo largo del proceso de producción de la Empresa Extralum S.A.	11
Proceso de muestreo para el estudio de la variabilidad en la composición de los lodos residuales.	12
Contenido de aluminio.	13
Contenido de sulfatos.	14
Humedad.	15
Estandarización tamaño de partícula.	16
Análisis mineralógico y comportamiento térmico del material.	20
Análisis termogravimétrico.	22
Conclusiones.	24
<b>CAPÍTULO II: PREPARACIÓN DE MEZCLAS LODO–CEMENTO Y SU CARACTERIZACION</b>	25
Pruebas físicas de mezclas lodo – cemento.	27
Trabajabilidad (Prueba de fluidez).	28
Consistencia Normal.	30
Tiempo de Fragua.	36
Resistencia Mecánica.	42
Resistencia a la Tensión.	43
Resistencia a la compresión.	46
Reducción de la resistencia y tiempos de fragua.	50
Conclusiones.	53
<b>CAPÍTULO III: ESTUDIO DE LA CAPACIDAD REFRACTARIA Y AISLANTE DEL CEMENTO MODIFICADO</b>	54

<b>TABLA DE CONTENIDOS</b>	<b>Página</b>
Porosidad y sinterizado de morteros preparados con el cemento modificado.	55
- Porosidad de morteros y cementos crudos.	55
- Pruebas de Sinterización.	57
Porosidad y sinterizado de probetas cúbicas preparados con el cemento modificado.	59
- Porosidad de piezas de cemento modificado sin arena.	59
- Resistencia a la compresión de piezas crudas de cemento modificado sin arena.	61
- Pruebas de Sinterización.	61
Conductividad térmica.	63
Conclusiones	67
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES FINALES.	68
APORTES Y ALCANCES.	70
BIBLIOGRAFÍA.	72
ANEXOS.	75

# INDICE DE CUADROS

## TABLA DE CONTENIDOS

## Página

---

### CAPITULO I

Cuadro 1.	Composición química del lodo residual.	11
Cuadro 2.	Contenido de aluminio en el lodo residual a través de muestreos realizados por tres semanas.	13
Cuadro 3.	Estadística del contenido de aluminio para los dos grupos de muestras.	14
Cuadro 4.	Contenido de sulfatos en el lodo residual a través de muestreos realizados por tres semanas.	14
Cuadro 5.	Estadística del contenido de sulfatos para los dos grupos de muestras.	15
Cuadro 6.	Contenido de humedad del lodo residual.	15

### CAPITULO II

Cuadro 7.	Composición química del cemento de uso general.	26
Cuadro 8.	Proporciones de cemento / lodo para el estudio del comportamiento del material.	27
Cuadro 9.	Pruebas de fluidez para cubos, masa 500g.	29
Cuadro 10.	Pruebas de fluidez para briquetas, masa 400g.	30
Cuadro 11.	Tiempo de fragua del cemento hidráulico de uso general.	38
Cuadro 12.	Tiempo de fragua de la mezcla 2 (cemento 75%, lodo 25%).	39
Cuadro 13.	Tiempo de fragua de la mezcla 3 (cemento 50%, lodo 50%).	40
Cuadro 14.	Tiempo de fragua de la mezcla 2 (cemento 25%, lodo 75%).	41
Cuadro 15.	Tiempos de fragua para diferentes tipos de mezclas.	42
Cuadro 16.	Resistencia a la tensión con diferentes proporciones de lodo a flujo constante ( $110 \pm 5$ ) % y curado a 7 días.	44
Cuadro 17.	Resistencia a la tensión con diferentes proporciones de lodo a flujo constante ( $110 \pm 5$ ) % y curado 28 días.	44
Cuadro 18.	Resistencia a la tensión para diferentes proporciones de mezclas cemento - lodo a agua constante 123,75 % y curado a 28 días.	44

**TABLA DE CONTENIDOS****Página**

Cuadro 19.	Resistencia a la compresión de cubos, con diferentes proporciones de lodo a flujo constante ( $110 \pm 5$ ) % y curado a 7 días.	48
Cuadro 20.	Resistencia a la compresión de cubos, con diferentes proporciones de lodo a flujo constante ( $110 \pm 5$ ) % y curado 28 días.	48
Cuadro 21.	Resistencia a la compresión para diferentes proporciones de mezclas cemento- lodo a agua constante 122,6 % y curado a 28 días.	49
<b>CAPITULO III</b>		
Cuadro 22.	Absorción de agua en muestras de cubos 50% lodo-50% cemento –arena horneadas a 1300°C.	57
Cuadro 23	Resistencia a la compresión de piezas horneadas a 1300°C.	59
Cuadro 24.	Resistencia a la compresión mezclas lodo-cemento sin arena en crudo a 7 días de curado.	61
Cuadro 25.	Conductividades térmicas del cemento modificado y cemento de uso general.	66

# INDICE DE DIAGRAMA Y FIGURAS

TABLA DE CONTENIDOS	Página
<b>CAPITULO I</b>	
Diagrama 1. Proceso de estandarización del lodo residual para su incorporación al cemento como material de reemplazo.	18
Figura 1. Tamaño de partícula de una muestra cemento de uso general, utilizado para los ensayos, realizado con un Cilas 920 Liquid.	19
Figura 2. Tamaño de partícula de una muestra de lodo tamizado con malla # 100, realizado con un Cilas 920 Liquid.	19
Figura 3. Tamaño de partícula del lodo de mayor granulometría, mayor que malla #100 (150 $\mu$ m).	20
Figura 4. Esquema de las fases de la alúmina a diferentes temperaturas.	21
Figura 5. Análisis térmico del lodo residual seco, donde se grafica el flujo de calor en función de la temperatura.	22
Figura 6. Análisis de rayos x de una muestra de lodo.	23
<b>CAPITULO II</b>	
Figura 7. Determinación de la fluidez de una mezcla de cemento.	29
Figura 8. Equipo de Vicat para la determinación de consistencia normal.	31
Figura 9. Consistencia normal al mezclar el cemento hidráulico uso general.	32
Figura 10. Consistencia normal al mezclar 75 % cemento 25 % lodo.	33
Figura 11. Consistencia normal al mezclar 50% cemento 50 % lodo.	34
Figura 12. Consistencia normal al mezclar 25% cemento 75 % lodo.	35
Figura 13. Equipo de Vicat para la determinación de los tiempos de fragua.	37
Figura 14. Tiempo de fragua del cemento hidráulico de uso general	38
Figura 15. Tiempo de fragua mezcla 2 (cemento 75%, lodo 25%).	39
Figura 16. Tiempo de fragua mezcla 3 (cemento 50%, lodo 50%).	40
Figura 17. Tiempo de fragua mezcla 4 (cemento 25%, lodo 75%).	41

<b>TABLA DE CONTENIDOS</b>		<b>Página</b>
Figura 18.	Equipo para la medición de la resistencia a la tensión de un cemento.	43
Figura 19.	Briquetas moldeadas al 25% de lodo (mezcla 2).	45
Figura 20.	Briqueta moldeada al 75% lodo (mezcla 4).	46
Figura 21.	Equipo de medición para la resistencia a la compresión de un cemento.	47
Figura 22.	Cubos moldeados (de izquierda a derecha) al 25%, 50% y 75% de lodo respectivamente.	49

### **CAPITULO III**

Figura 23.	Absorción de agua para diferentes mezclas lodo-cemento.	55
Figura 24.	Masas secas de las diferentes mezclas preparadas con arena.	56
Figura 25.	Especímenes sinterizados de la mezcla 50% lodo - 50% cemento.	58
Figura 26.	Absorción de agua en mezclas cemento – lodo sin arena.	60
Figura 27.	Contracción del volumen para diferentes especímenes al 50 % lodo – cemento sinterizados a 1300 °C.	62
Figura 28.	Especímenes sinterizados a 1300 °C para mezclas al 50 % lodo – cemento sin arena.	63
Figura 29.	Placas de cemento y lodo cemento para la determinación de la conductividad térmica.	64
Figura 30.	Sistema para la determinación de la capacidad calórica (k), de las piezas de cemento y lodo-cemento.	65
Figura 31.	Distribución de las capas de los diferentes materiales, para la determinación de la capacidad calórica (k) de las piezas de cemento y lodo cemento.	65

## INDICE DE ANEXOS

---

Anexo 1.1	Variabilidad en el contenido de aluminio en el lodo a lo largo del proceso de producción.
Anexo 1.2	Variabilidad en el contenido de sulfatos en el lodo a lo largo del proceso de producción.
Anexo 2.1	Distribución del tamaño de partícula del Cemento y lodo fino.
Anexo 2.2	Distribución del Tamaño de partícula del lodo grueso.
Anexo 3.1-a	Resistencia a la tensión, briquetas con diferentes proporciones de mezcla cemento-lodo residual, a flujo constante, (110±5) %, Pruebas a 7 días.
Anexo 3.1-b	Resistencia a la tensión, briquetas con diferentes proporciones de mezcla cemento-lodo residual a flujo constante, (110±5) %, pruebas a 28 días.
Anexo 3.1-c	Resistencia a la tensión, briquetas con diferentes proporciones de mezcla cemento-lodo residual, a agua constante (123,75%) , pruebas a 28 días.
Anexo 3.2-a	Resistencia a la compresión, cubos, con diferentes proporciones de mezcla cemento-lodo residual a flujo constante (110±5) % . Pruebas a 7 días.
Anexo 3.2-b	Resistencia a la compresión, cubos, con diferentes proporciones de mezcla cemento-lodo residual a flujo constante (110±5) % Pruebas a 28 días.
Anexo 3.2-c	Resistencia a la compresión, cubos, con diferentes proporciones de mezcla Cemento-lodo residual a agua constante, pruebas a 28 días.
Anexo 3.2-d	Resistencia a la compresión, cubos, con cemento modificado y especímenes sinterizados.
Anexo 4.	Dimensiones de especímenes de diferentes mezclas al 50 % lodo – cemento sinterizadas a 1300 °C.
Anexo 5.	Pruebas de conductividad térmica.



# **RESUMEN**

La empresa Extralum S.A es una industria dedicada a la manufactura de aluminio crudo, anodizado y lacado para uso arquitectónico. En su proceso de tratamiento de aguas residuales genera alrededor de 90 toneladas al mes de un sólido blanco, el cual ya ha sido caracterizado y se ha encontrado que es rico en óxidos de aluminio hidratados, en la actualidad este material está siendo desechado en rellenos sanitarios.

Esta investigación se centra en el uso de este lodo como material alternativo para la fabricación de cementos especiales.

El cemento y en especial el Pórtland, es un material de construcción que se ha utilizado desde su desarrollo en 1825 y se ha constituido en un material de gran demanda a nivel mundial, en Costa Rica se consume aproximadamente 1,2 millones de toneladas anuales.

Considerando que el cemento es un producto con demanda creciente, que para su producción requiere altos consumos de energía, cualquier avance que se realice para disminuir el consumo energético, tiene importantes beneficios económicos y ambientales. Dentro de las soluciones posibles se encuentra la utilización de materiales alternativos que pueden ser utilizados como materias primas o materiales cementosos de reemplazo parcial o total del cemento Pórtland.

El objetivo general de este trabajo de graduación, fue estudiar el lodo residual de la Empresa Extralum S.A., como material alternativo para la fabricación de cementos especiales a través de su uso como relleno.

Las pruebas realizadas a las diferentes mezclas demuestra que el lodo incorporado al cemento, modifica sus características iniciales, acelerando los tiempos de fragua, aumentando la porosidad del material, condición que afectó negativamente la resistencia del cemento, pero aumentó su capacidad aislante, adicionalmente el análisis termogravimétrico demuestra que el lodo es un material con cualidades refractarias.

Dentro de los usos potenciales que presenta el cemento modificado es en el desarrollo de ladrillos refractarios, materiales aislantes y por la alta porosidad que presentaron los cementos modificados, se podría emplear como aditivo en sistemas que se requiera la permeabilidad por ejemplo en concretos para carreteras.



# **INTRODUCCION**

El crecimiento industrial en las últimas décadas ha incrementado la capacidad productiva de nuestro país, pero paralelo a este desarrollo, se ha generado un aumento de los residuos industriales, que se constituyen en algunos casos en un serio problema de importante impacto ambiental y de salud pública.

Dentro de los residuos que se generan encontramos los lodos industriales provenientes de los sistemas de tratamiento de aguas, los cuales se encuentran distribuidos en distintos sectores productivos, sus constituyentes son muy diversos dados los distintos tipos de industrias presentes, desde la industria alimenticia hasta la industria química y farmacéutica.

Según un estudio en este campo, se logró identificar un total de 43800 ton/año de lodos industriales de distintos sectores industriales de nuestro país, distribuidos en una muestra de 80 empresas en la gran área metropolitana<sup>(1)</sup>, aunque existen algunas iniciativas de acopio, recolección y transporte de este tipo de residuo, en algunos casos los lodos industriales no son tratados convenientemente en la fuente de generación, no reciben un tratamiento o disposición adecuada y muchos terminan en los rellenos, botaderos municipales o en vertederos clandestinos.<sup>(2)</sup>

Es por ello, que la reducción, la reutilización, el reciclaje, el co-procesamiento son algunas de las oportunidades apropiadas para la gestión ambiental de los residuos, que las industrias pueden utilizar ya que no solamente solucionan un problema de disposición y de impacto negativo al ambiental, sino que convierte algunos residuos en productos con valor económico.<sup>(3,4,5)</sup>

Por otra parte, la competitividad actual obliga a los sectores productivos no solo a optimizar sus procesos, sino también a ver la posibilidad de obtener el máximo aprovechamiento de los recursos y parte de esto, consiste en tratar de darle un valor agregado a los residuos de sus empresas para que estos, en lugar de convertirse en un problema como hasta hora lo son en la mayoría de las empresas, se constituyan en una fuente de ingresos y aumenten el valor agregado de sus actividades industriales.

Este tipo de iniciativas tienen efectos muy positivos, ya que si estos residuos no van a los botaderos o rellenos, se aumenta la vida útil de estos espacios, que por sus características tan particulares tienen un costo alto a la hora de establecerlos, adicionalmente se contribuye a conservar un ambiente más limpio.

Uno de los sectores importantes en la generación de lodos residuales son las industrias químicas, sus lodos se caracterizan en su mayoría por un alto contenido de humedad, metales pesados, compuestos orgánicos entre otros.<sup>(1)</sup>

Dentro de este sector se encuentra la empresa Extralum S.A., ubicada en Tejar del Guarco, Cartago, dedicada a la manufactura de aluminio crudo, anodizado y lacado para uso arquitectónico.<sup>(4)</sup>

En su proceso de anodizado las piezas de aluminio son inicialmente sometidas a una *limpieza alcalina o enjuague* con el objetivo de eliminar residuos de aceites, grasas, polvo y suciedad en general, adheridas a éstas por la manipulación propia del proceso. A este proceso se le llama *decapado* y durante el mismo parte del aluminio se disuelve en el medio básico. Al mezclar las aguas básicas y ácidas provenientes de estos procesos para neutralizarlas produce un precipitado, el cual se pasa a través de un filtro prensa generando un lodo blanco.<sup>(4)</sup>

La empresa produce alrededor de 90 toneladas al mes de este material, el cual ya ha sido caracterizado y se ha encontrado que es rico en óxidos de aluminio hidratados.<sup>(4,6)</sup>

En la actualidad este lodo se desecha en los rellenos sanitarios municipales, el costo por el transporte y disposición de los lodos tiene un valor promedio de \$1100/mes.<sup>(7)</sup>

Esta fuente de óxido de aluminio, se ha estudiado como materia prima en la producción de zeolitas, sulfato de aluminio, como aditivo de asfaltos, actualmente se realizan estudios para su uso en la fabricación de ladrillos refractarios y como aditivo en pinturas.<sup>(4,6)</sup>

Esta investigación se centra en el uso de este lodo como material alternativo para la fabricación de cementos especiales.

El cemento es un material de construcción que ha sido utilizado por más de 2000 años en algunas de sus formas. En general se distinguen dos tipos de cementos: naturales y artificiales. Los primeros se obtienen de materiales naturales, lleva un proceso sencillo de fabricación y su composición depende de las zonas de obtención de materias primas.

Actualmente los más utilizados son los cementos artificiales de los que existe un considerable número, de ellos el más importante y de mayor utilización es el cemento Pórtland, que fue el primer cemento moderno fabricado por Joseph Aspdin en Gran Bretaña alrededor de 1825.<sup>(8)</sup>

El cemento Pórtland consiste en un polvo fino usualmente de color gris, compuesto principalmente por óxidos de calcio, silicio, aluminio y hierro. Las fases presentes comprenden principalmente silicatos de calcio ( $3 \text{ CaOSiO}_2$  y  $2 \text{ CaOSiO}_2$ ) y en menor proporción aluminato de calcio ( $3 \text{ CaOAl}_2\text{O}_3$ ) y ferroaluminato de calcio ( $4 \text{ CaOAl}_2\text{O}_3\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).<sup>(9)</sup>

La producción del cemento es un proceso de alta demanda energética de combustibles ( $\approx 4000 \text{ kJ/kg}$  cemento, 25% de pérdidas) y con alta emisión de contaminantes ( $0,85\text{-}1\text{kg CO}_2/\text{kg}$  cemento) por descarbonatación de materias prima y uso de combustibles.<sup>(10)</sup>

La producción mundial de cemento es aproximadamente 1500 millones de toneladas al año<sup>(11)</sup>, (año 2002), cantidad que aumenta por la demanda del crecimiento de la población que cada vez requiere de más infraestructura para asentamientos humanos, actividades productivas, etc.

Considerando que el cemento es un producto con demanda creciente, que para su producción requiere altos consumos de energía, cualquier avance que se realice para disminuir el consumo energético, tiene importantes beneficios económicos y ambientales.

Dentro de las soluciones posibles se pueden citar el uso de combustibles mas económicos en donde algunos residuos pueden actuar como combustibles alternativos, por ejemplo aceites usados, disolventes residuales de la industria y plásticos entre otros <sup>(5,12)</sup> y la utilización de materiales alternativos que pueden ser utilizados como materias primas o materiales cementosos de reemplazo parcial o total del cemento Pórtland <sup>(10)</sup>. Un material de relleno alternativo se define como aquel que tenga propiedades cementosas *per se* o latentes (que requieren ser potenciadas externamente), que pueda emplearse como sustituto parcial o total del cemento Pórtland.

Dentro de las características que debe tener un material de reemplazo del cemento, Pórtland es un estado estructural amorfo, esto es, con alta energía interna, por lo tanto inestable termodinámicamente y muy reactivo químicamente. Existe una gran cantidad de materiales que pueden utilizarse: como los materiales puzolánicos, materiales hidráulicos, existen otras fuentes como por ejemplo el yeso proveniente de la industria cerámica tradicional, lodos de drenaje y lodos de producción de aluminio. <sup>(10)</sup>

Dentro de los cementos de mayor consumo se encuentran el “UG” o de Uso General, seguido del “MP-AR”, que básicamente es un cemento de alta resistencia inicial con moderada resistencia a los sulfatos y moderado calor de hidratación. <sup>(11,13)</sup>

En cuanto a los cementos especiales en Costa Rica su desarrollo se ha visto afectado por el tamaño del mercado y por la alta demanda energética que implica la fabricación de diferentes tipos de clinker.

Sin embargo el empleo de diferentes tipos de rellenos incorporados al clinker en el proceso de molienda, se ha convertido en una importante práctica para la fabricación de cementos con propiedades particulares, de acuerdo a las características cementosas del material en el cemento y la legislación vigente puede haber sustituciones de clinker desde 5% hasta un 90%. <sup>(10)</sup>

Otra forma de darle características especiales al cementos es por medio de la adición de aditivos, pero estos a diferencia de los rellenos, se incorporan al momento de hacer la pasta de cemento, ya sea agregándola directamente a la pasta o al agua que se va a utilizar, las proporciones del material que se utiliza como aditivo generalmente no superan el 5% en peso.<sup>(11)</sup>

Dependiendo de las características del material de reemplazo y de su proporción en el cemento Pórtland, se obtiene cementos con diferentes propiedades en cuanto a resistencia mecánica, resistencia térmica, tiempo de fraguado, trabajabilidad. Dando origen al desarrollo de cementos especiales.

La empresa Extralum S.A, conciente del gasto asociado a su proceso de tratamiento de aguas, el costo del transporte, disposición de los residuos, ha iniciado un programa de minimización de residuos y estudios de reutilización.<sup>(4,6)</sup>

El objetivo general de este trabajo de graduación, fue estudiar el lodo residual de la Empresa Extralum S.A., como material alternativo para la fabricación de cementos especiales a través de su uso como relleno. Esta posibilidad podría constituirse en una buena alternativa para el consumo de todos los lodos residuales producidos por Extralum S.A., ya que en Costa Rica el cemento es un tipo de material que tiene gran demanda y se manejan grandes volúmenes, en nuestro país, se consume aproximadamente 1.2 millones de toneladas anuales.<sup>(11)</sup>



# **OBJETIVOS Y METODOLOGÍA**

## **OBJETIVOS**

### OBJETIVO GENERAL

Estudiar el uso de los lodos residuales de la empresa Extralum.S.A. como material alternativo en la fabricación de cementos especiales.

### OBJETIVOS ESPECIFICOS

- 1) Estudiar la variabilidad de la composición química del lodo a lo largo del proceso de fabricación.
- 2) Realizar un estudio comparativo de los componentes de los cementos fabricados en Costa Rica por la empresa HOLCIN y los constituyentes del lodo residual, para establecer las proporciones de mezcla.
- 3) Realizar mezclas en diferentes proporciones del lodo con el cemento.
- 4) Analizar el comportamiento del nuevo material (tiempo de fraguado, resistencia del material, trabajabilidad) y usos específicos.

## **METODOLOGIA**

- 1) Estudiar la variabilidad del material, en cuanto a su composición química (en base seca), por un periodo de tres semanas.

Se realizarán dos muestreos en cada semana, uno que corresponde al periodo normal de operación de la planta, y el otro se realizará posteriormente al lavado de los tanques de anodizado. A estos lodos se les analizará el contenido de aluminio y sulfatos.

- 2) Se procederá a realizar un estudio comparativo de la composición química de los cementos fabricados en Costa Rica, a través de una revisión bibliográfica y por la información que suministre la empresa HOLCIN y los lodos residuales para establecer las proporciones de mezcla.

- 3) Se secarán muestras de lodo y se tamizarán para ofrecer una granulometría homogénea y adecuada.

- 4) Se realizarán mezclas del lodo seco en diferentes proporciones con el cemento, según punto dos enunciado en esta metodología.

- 5) Se realizaran análisis en base a las Normas ASTM en cuanto a :

- Tiempo de fraguado
- Resistencia del material
- Trabajabilidad

- 6) Con la información obtenida se establecerán los usos específicos del material.

# **CAPITULO I**

## **CARACTERIZACION DEL LODO RESIDUAL**

## VARIABILIDAD EN LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL LODO A LO LARGO DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE LA EMPRESA EXTRALUM S.A.

El proceso de anodizado genera alrededor de 90 toneladas mensuales de lodos residuales que se recolectan en el sistema de tratamiento de aguas a través de dos operaciones:

- a) Los lodos que son arrastrados diariamente de los tanques de anodizado hacia la planta de tratamiento, en el proceso normal de fabricación.
- b) Los lodos generados del mismo proceso de fabricación que se sedimentan en estos tanques y que son removidos cada fin de semana en el proceso de limpieza.<sup>(7)</sup>

Según análisis realizados al lodo residual<sup>(6)</sup> se puede observar que los constituyentes mayoritarios son el aluminio expresado como  $Al_2O_3$  y los sulfatos.

**Cuadro 1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL LODO RESIDUAL<sup>(6)</sup>**

PARÁMETRO ANALIZADO	VALOR REPORTADO EN BASE SECA (110 °C) (%m/m)
Alúmina	50,9
Sílice	< 0,01
Sodio	0,04
Níquel	< 0,01
Magnesio	0,06
Estaño	< 0,01
Cobalto	< 0,01
Hierro	0,04
Sulfato	4,8
Pérdida por calcinación a 950 °C	44

Con el objetivo de conocer mejor este material, era importante determinar si existía alguna variabilidad en la composición de los lodos en cuanto al contenido de alúmina, ya que este residuo es el producto químico de importancia que se incorporaría al cemento.

Adicionalmente, la variabilidad en el contenido de sulfatos también era importante, no solamente por ser el segundo componente mayoritario reportado en la composición, sino debido a que los sulfatos en los cementos presentan límites máximos especificados por la norma ASTM C150-00 <sup>(14)</sup>, y normativa nacional (Reglamento Técnico RTCR 383: 2004)<sup>(13)</sup> ya que un exceso pueden generar problemas de expansión en el concreto.<sup>(9)</sup> Según nuestra normativa se establece un máximo del 4% (en forma de SO<sub>3</sub>) para cementos de uso general.

### **PROCESO DE MUESTREO PARA EL ESTUDIO DE LA VARIABILIDAD EN LA COMPOSICIÓN DE LOS LODOS RESIDUALES.**

Para el estudio de variabilidad de composición química en aluminio y sulfatos, se realizaron análisis químicos de muestras de lodo por un periodo continuo de tres semanas, considerándose este tiempo como el suficiente para determinar la variabilidad de composición, ya que se determinó que la operación de anodizado de la empresa se encuentra estandarizado.

Se realizó dos muestreos en cada semana, uno que corresponde al periodo normal de operación de la planta, entre semana, y el otro se realizó posteriormente al lavado de los tanques, labor que es realizada los fines de semana.

Para el contenido de humedad se realizaron dos muestreos: uno se realizó entre semana y la otra toma de muestra correspondió a lodos generados en los fines de semana, estos muestreos se realizaron en forma continua.

El proceso de toma de muestra se realizó de la siguiente forma: una vez que el filtro-prensa realizara la descarga del lodo, se procedía a la toma muestras al azar en siete puntos diferentes dentro del contenedor.

## CONTENIDO DE ALUMINIO

Los estudios se realizaron con muestras en base seca, el análisis de Aluminio se realizó por triplicado utilizándose el Método 3050B de la EPA<sup>(15)</sup> con un equipo plasma, ICP-AES, marca Perkin Elmer (*Ver Anexo 1.1*).

**Cuadro 2. CONTENIDO DE ALUMINIO EN EL LODO RESIDUAL A TRAVES DE MUESTREOS REALIZADOS POR TRES SEMANAS.**

MUESTRAS ENTRE SEMANA GRUPO 1			MUESTRAS FINES SEMANA GRUPO 2		
MUESTRA	% m/m Al (En base seca)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	MUESTRA	% m/m Al (En base seca)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
S1	25,30	0,04	F1	22,16	0,15
S2	23,06	0,18	F2	25,26	0,03
S3	24,36	0,21	F3	27,43	0,22

En el cuadro 2, se puede observar que en el periodo de estudio se presentaron variaciones en la composición en el contenido de aluminio, observándose mayor variabilidad en las muestras de los fines de semana.

El análisis se enfocó en determinar si existían diferencias significativas, en el contenido de aluminio y sulfato en las muestras entre semana (grupo 1) y las muestras de los fines de semana (grupo 2).

El estudio estadístico se realiza con el programa estadístico SPSS (Statistical Package for Social Science), se aplicó la t-student para dos muestras independientes al 95 % de confianza.

**Cuadro 3. ESTADÍSTICA DEL CONTENIDO DE ALUMINIO PARA LOS DOS GRUPOS DE MUESTRAS**

ALUMINIO (% m/m)	t- student (*)	MUESTRAS	N° DETERMINACIONES	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
		0,691	GRUPO 1	03	24,2400
		GRUPO 2	03	24,9500	2,64864

(\*) Prueba t-student a dos colas para dos grupos de muestras independientes, con un nivel de confianza al 95%.

El cuadro 3 muestra un valor de t-student a dos colas de 0,691 lo cual indica que no hay evidencia estadística para rechazar la hipótesis nula, es decir no hay diferencia significativa en la composición de los dos grupos en cuanto al contenido de aluminio. (*Anexo 1.1*)

Este resultado estadístico indica que se puede utilizar indistintamente el lodo procedente de lotes de un día normal de operación y el procedente del lavado de tanques, sin la necesidad de tener que realizar ningún tipo de ajuste en cuanto a diferencias en composiciones.

## CONTENIDO DE SULFATOS

Para el estudio de contenido de sulfatos se procedió de la siguiente forma: una masa de la muestra se disolvió en ácido clorhídrico, la mezcla se trasvasó a un balón aforado de 250 mL, de esta disolución se toman alícuotas de 100 mL y se precipita el  $\text{SO}_4^{2-}$  con Cloruro de Bario al 10% m/v. El residuo se filtra y se calcinó a 900 °C, este análisis se realizó por duplicado. (*Anexo 1.2*)

**Cuadro 4. CONTENIDO DE SULFATOS EN EL LODO RESIDUAL A TRAVES DE MUESTREOS REALIZADOS POR TRES SEMANAS**

MUESTRAS ENTRE SEMANA			MUESTRAS FINES SEMANA		
GRUPO 1			GRUPO 2		
MUESTRA	% m/m $\text{SO}_4^{2-}$ (En base seca)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	MUESTRA	% m/m $\text{SO}_4^{2-}$ (En base seca)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
S1	2,48	0,03	F1	5,67	0,02
S2	3,27	0,01	F2	3,79	0,01
S3	2,99	0,01	F3	7,70	0,02

En el cuadro 4 se observa variaciones en el contenido de sulfatos las cuales son proporcionalmente mayores que las presentadas en el cuadro anterior, en donde es evidente que los contenidos de sulfatos son mayores en las muestras de los fines de semana.

**Cuadro 5. ESTADÍSTICA DEL CONTENIDO DE SULFATOS PARA LOS DOS GRUPOS DE MUESTRAS**

SULFATOS (% m/m)	t- student (*)	MUESTRAS	N° DETERMINACIONES	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
	0,072	GRUPO 1	3	2,9133	0,40054
		GRUPO 2	3	5,7200	1,95548

(\*) Prueba t-student a dos colas para dos grupos de muestras independientes, con un nivel de confianza al 95%.

Para el caso del análisis estadístico de sulfatos (cuadro 5), se siguieron los criterios anteriores y se determinó que no existe una diferencia significativa entre los dos grupos de muestras, pero si es evidente que el contenido de sulfatos se incrementa los fines de semana cuando se realiza la limpieza de tanques, esto posiblemente sucede por sulfatos ocluidos en los sedimentos, diferencias de agitación en los tanques que provoca saturación en la parte inferior del tanque en donde se depositan los lodos. (*Anexo 1.2*)

## HUMEDAD

El % masa/masa se determinó de acuerdo con el siguiente procedimiento: se midió la masa de la muestra y se colocó en estufa a 110 °C, hasta lograr peso constante.

**Cuadro 6. CONTENIDO DE HUMEDAD DEL LODO RESIDUAL**

CONTENIDO DE HUMEDAD %m/m ± DESVIACIÓN ESTÁNDAR	
MUESTRA ENTRE SEMANA	MUESTRA FIN DE SEMANA
(77±1) %	(82±4)%

En el cuadro 6 se puede observar que el lodo residual presenta un alto contenido de agua, que de acuerdo a las desviación estándar hay traslape entre los resultados, por lo que se puede determinar que la humedad del lodo oscila dentro de un ámbito.

Un detalle importante que se debe tomar en cuenta, es que la humedad del lodo se encuentra determina por la eficiencia del filtro prensa, del sistema de tratamiento, el cual normalmente se encuentra mas saturado hacia los fines de semana. La limpieza del filtro, se realiza cuando el operador determina visualmente, que la compactación del lodo no es la adecuada.

Para el resto del trabajo de investigación se utilizó una mezcla de todos los baches, muestreados. Aproximadamente, 400 kilogramos de material húmedo se llevaron a sequedad en estufa a 110 °C por 24 horas, tiempo suficiente para eliminar el agua de hidratación.

Se obtuvo alrededor de 85 kilogramos de material seco, el cual se molió y tamizó para lograr obtener alrededor de 35 kilogramos de material de menor granulometría, para uso durante todo el proyecto, el material que no pasó el tamiz se conservó para pruebas posteriores.

El contenido final de aluminio expresado como  $Al_2O_3$  fue de  $(47,63 \pm 0,04)$  % m/m y de sulfatos  $(4,27 \pm 0,02)$  % m/m.

## **ESTANDARIZACIÓN TAMAÑO DE PARTÍCULA**

El material fue molido en un molino de martillos, marca Sanchi Industrial con malla de 5 mm, posteriormente se tamizó con un tamizador eléctrico utilizando una malla #100 (150  $\mu$ m), el procedimiento se realizó con el fin de obtener un tamaño de partícula lo mas cercano al tamaño de partículas del cemento y de esta manera lograr una mejor reacción entre el cemento y el lodo.(*Diagrama 1*)

Se obtuvo un traslape en tamaños de partícula que oscilan entre los 1,5  $\mu\text{m}$  y 90  $\mu\text{m}$ , con lo que el lodo podría tener un tamaño similar a un cemento grueso (*Figuras 1 y 2*).

Las determinaciones del tamaño de partícula se realizaron en un equipo de análisis de tamaño de partículas láser marca Cilas Modelo 920. (*Anexo 2.1*)

El material no pudo tamizarse a un menor tamaño debido a las eficiencias del proceso. Para el caso del lodo molido y tamizado con malla # 100 las eficiencias fueron de un 35 % a partir de lodo seco.

Para la determinación de la distribución de tamaños de partícula del material más grueso, que no pasó el tamiz # 100, se procedió a tomar una muestra representativa por medio del método de cuarteo, posteriormente la muestra se separó a través de una serie de tamices dispuestos consecutivamente de mayor a menor<sup>(16)</sup>, (Ver anexo 2.2), este material se utilizó para la realización de pruebas de sinterización y conductividad térmica, con el objetivo de determinar si el tamaño de partícula presenta un efecto importante en los resultados de esas pruebas.

La figura 3 muestra la distribución de tamaños, en donde aproximadamente el 67% de la masa retenida corresponde a tamaños entre 425 y 150 micrómetros.



Recolección del lodo de la planta de tratamiento



Secado del lodo en estufa a 110°C por 24 horas

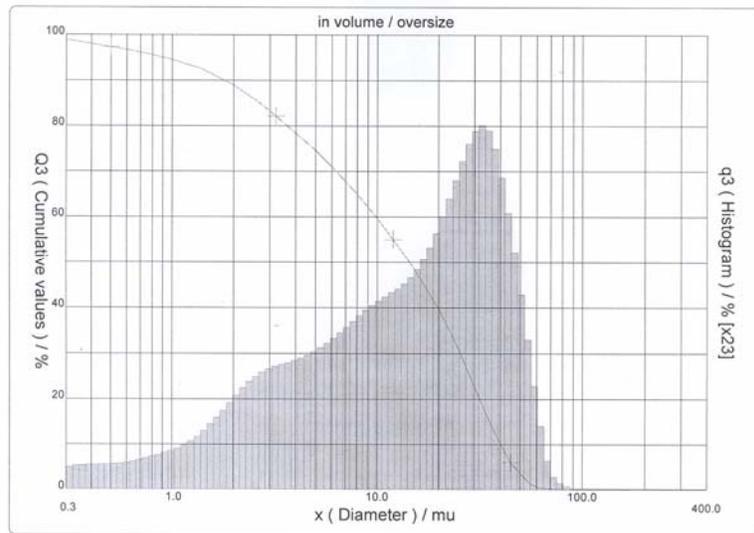


Molienda del lodo seco en molino de martillos

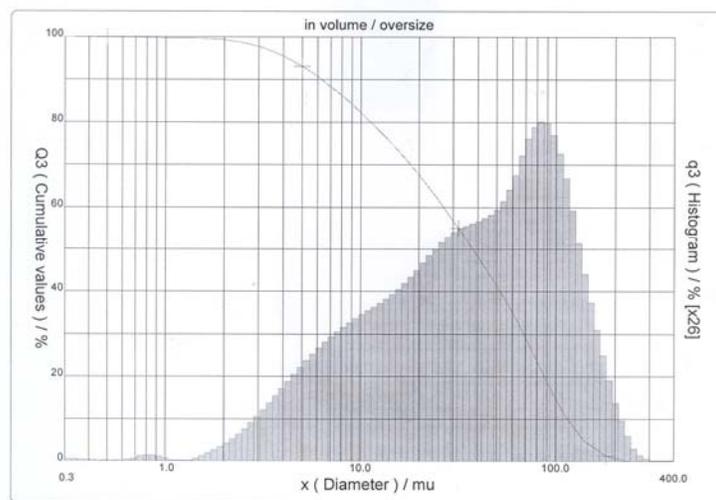


Tamizado del lodo a malla #100 (150  $\mu\text{m}$ )

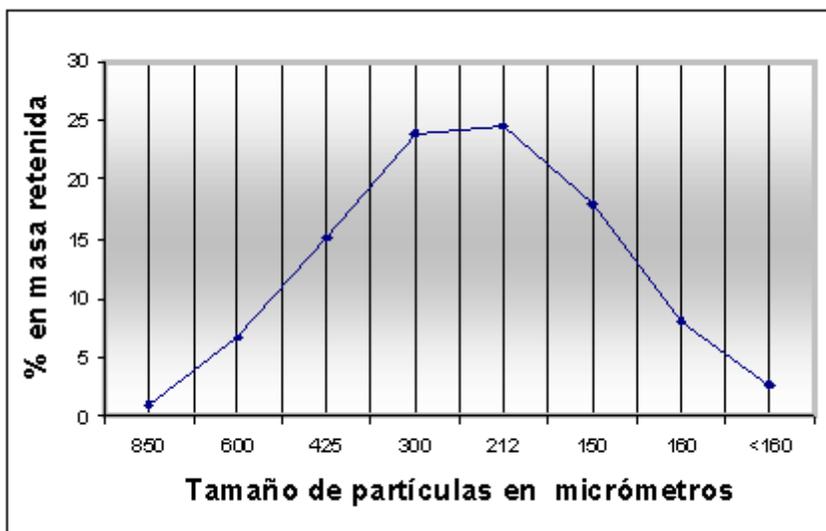
**Diagrama 1: Proceso de estandarización del lodo residual para su incorporación al cemento como material de reemplazo**



**Figura 1. Tamaño de partícula de una muestra cemento de uso general, utilizado para los ensayos. Realizado con un CILAS 920Liquid (Ver anexo 2.1)**



**Figura 2. Tamaño de partícula de una muestra de lodo tamizado con malla # 100. Realizado con un CILAS 920 Liquid (Ver anexo 2.1)**



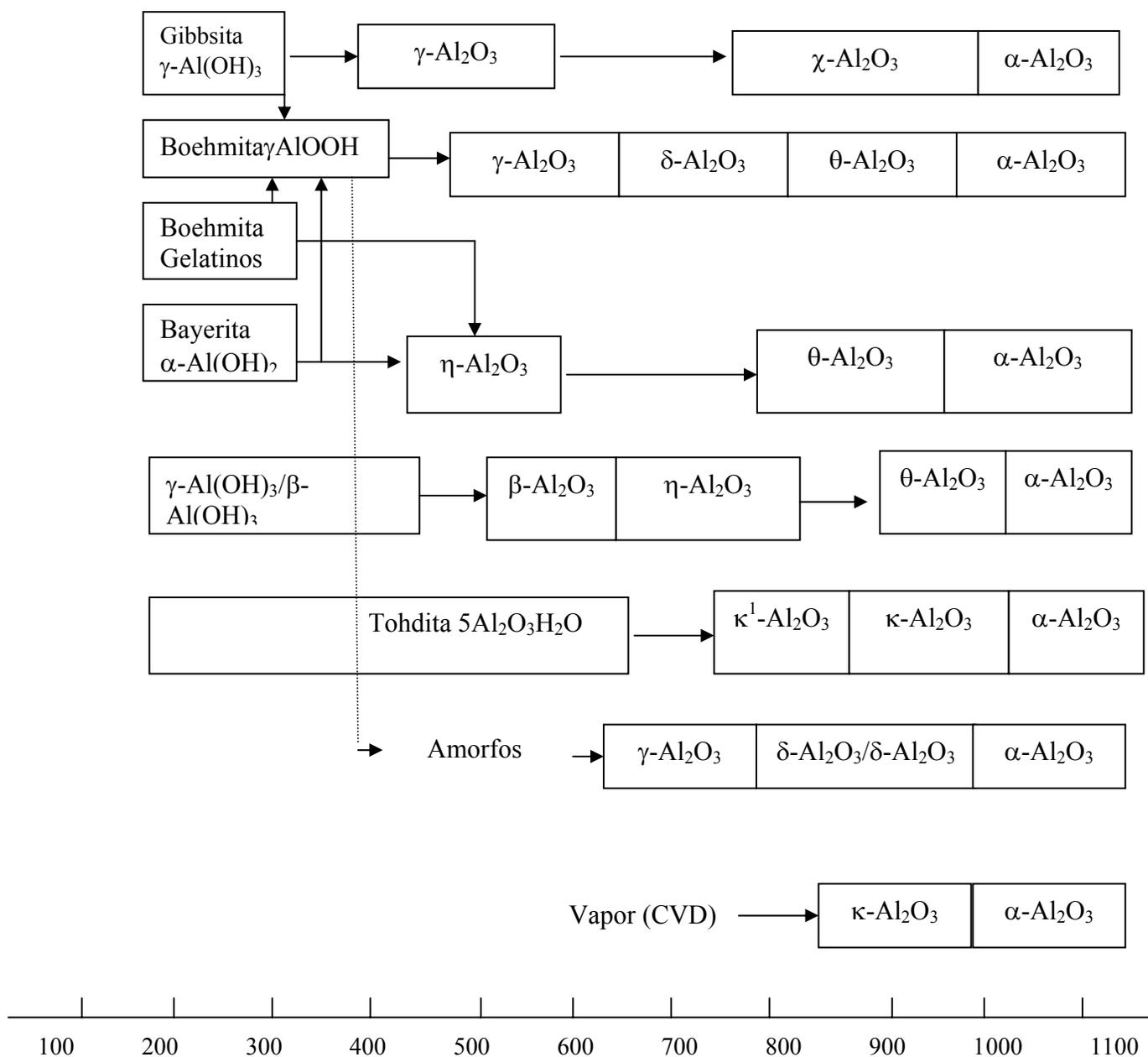
**Figura 3.** Tamaño de partícula del lodo de mayor granulometría, mayor que malla #100 (150  $\mu\text{m}$ ). (Ver anexo 2.2)

## ANÁLISIS MINERALÓGICO Y COMPORTAMIENTO TÉRMICO DEL MATERIAL

La transición de fases en la alúmina ocurre por distintos caminos desde la deshidratación de los hidróxidos de aluminio, como gibsita, hasta corindón ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ). La naturaleza de esta transformación han sido estudiadas por muchos años, y el camino envuelve el paso de gibsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) a Bohemita ( $\gamma\text{-AlOOH}$ ), luego  $\gamma$ -Alúmina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), después  $\delta$ -Alúmina ( $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), siguiendo  $\theta$ -Alúmina ( $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) y por último la  $\alpha$ -alúmina, ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ).

Estas fases pueden ser distinguidas por sus patrones de difracción de rayos X en polvo, y la transformación de las fases es fundamental en la preparación de materiales cerámicos. El prefijo griego  $\gamma$  es usado normalmente para designar la estructura obtenida de la deshidratación de la Bohemita desde 400  $^\circ\text{C}$ , sin embargo varias otras fases han sido identificadas incluyendo la  $\theta$ ,  $\eta$ ,  $\beta$ ,  $\chi$  alúminas.

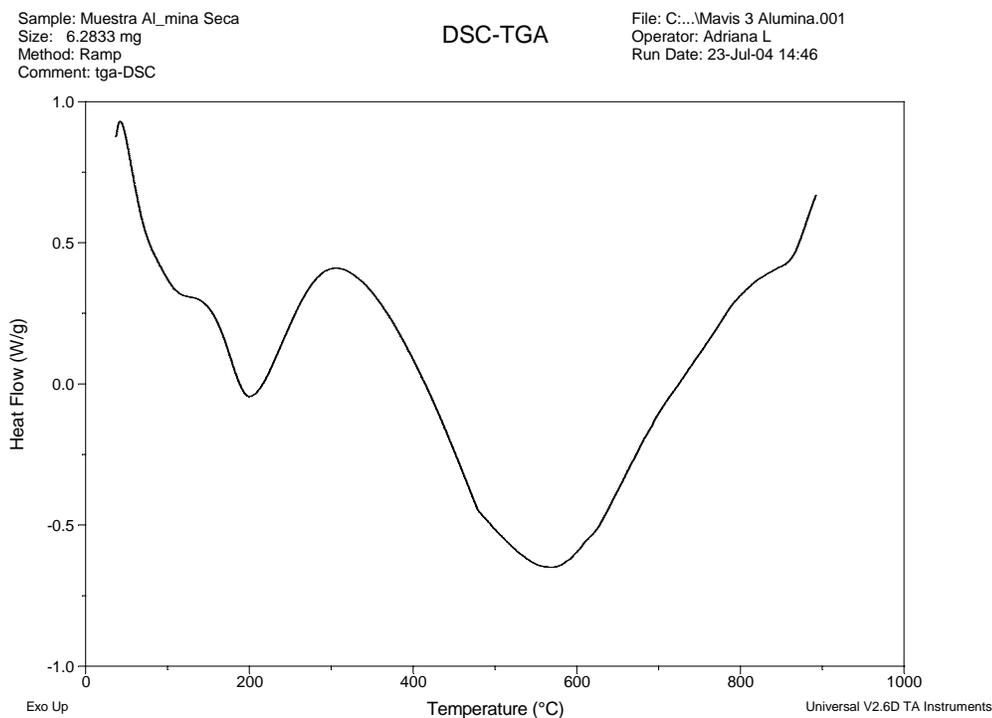
La figura 4 muestra el diagrama como una guía de todas las potenciales fases a obtener. Corindón ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) es típico obtenerlo por encima de  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ .



**Figura 4. Esquema de las fases de la alúmina a diferentes temperaturas**

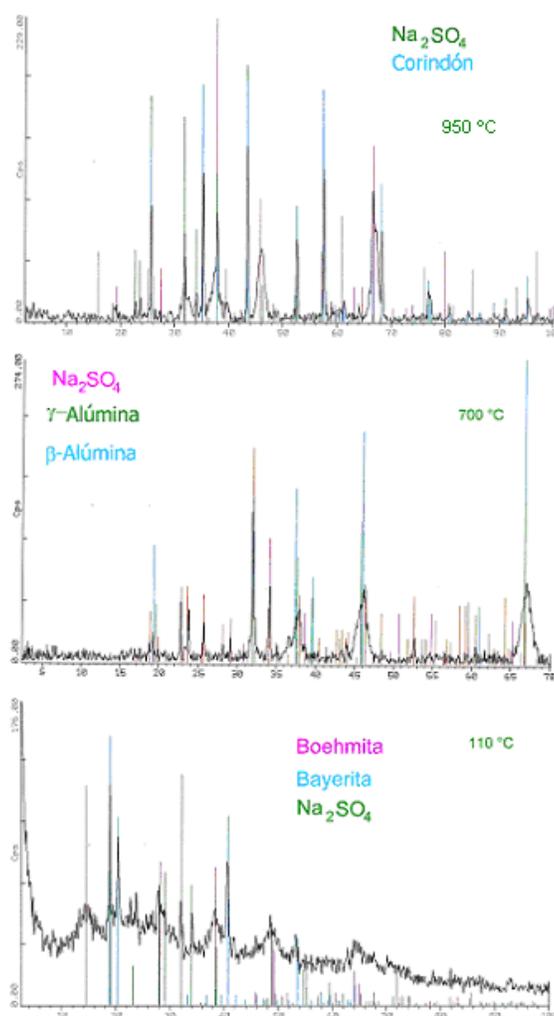
## ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO:

Los análisis termogravimétricos (TGA) se llevaron a cabo utilizando un analizador Universal TA Instrument modelo V2.5H, bajo atmósfera de nitrógeno a una velocidad de calentamiento de 10°C/min.



**Figura 5. Análisis térmico del lodo residual seco, donde se grafica el flujo de calor en función de la temperatura.**

La figura 5 muestra el análisis térmico diferencial donde se observan los cambios en el flujo de calor acoplados a cada fase de transición. A 200 °C aproximadamente se da la transformación de gibsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) a Bohemita ( $\gamma\text{-AlOOH}$ ), lo que coincide con lo esperado (Figura 4). Al rededor de los 400 °C inicia el segundo proceso de deshidratación y cristalización de la fase  $\gamma$ -Alúmina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ). Este se extiende hasta los 590 °C aproximadamente.



**Figura 6. Análisis de rayos X de una muestra de lodo<sup>(\*)</sup>**

El análisis por rayos X del lodo residual seco a 110 °C (Fig. 6) muestra que el lodo residual está compuesto por dos minerales, la bayerita  $\text{Al}(\text{OH})_3$  y boehmita  $\text{AlO}(\text{OH})$ , además del sulfato de sodio. Al aumentar la temperatura se observa mayor un grado de cristalinidad del material, reflejado en la aparición de picos cada vez más definidos y menos ensanchados. A 700 °C está presentes las fases  $\gamma$ -alúmina y  $\beta$ -alúmina lo cual coincide con el análisis térmico. Finalmente, a 950 °C aparece la fase corindón desapareciendo las anteriores.

\*

La identificación de las fases cristalinas del lodo residual seco se realizaron a 110, 700 y 950 °C, por difracción de rayos X, en un difractómetro de polvos de rayos X marca Siemens modelo D5000. Tomado de "Estudio y aprovechamiento de lodos residuales en alúmina provenientes de un proceso de anodizado" Artículo en prensa de la revista: Ingeniería y Ciencia Química.

## CONCLUSIONES

- El lodo es un material rico en óxidos de aluminio, seguido por sulfatos entre los componentes más importantes, presenta altos contenidos de humedad.
- Según el análisis estadístico de la composición, muestra que este lodo no presenta variabilidad significativa en el contenido de óxido de aluminio ni en sulfatos.
- El material fue secado a 110°C, por lo que este lodo está básicamente constituido por Bayerita, Bohemita y sulfato, además el patrón de difracción indica, que ha estas temperaturas de secado es un material amorfo.
- Se molió a una granulometría lo más cercano a la granulometría del cemento, de forma tal de lograr la reacción química entre estos dos componentes. Esto permitió un traslape importante en tamaños de partícula que oscilan entre los 1,5  $\mu\text{m}$  y 90  $\mu\text{m}$ .
- Adicionalmente se procesó el lodo a una granulometría mayor en donde la mayor proporción de partículas presentaron tamaños entre 150  $\mu\text{m}$  y 425 $\mu\text{m}$ .
- El análisis térmico del material muestra que el lodo es un material con cualidades refractarias por lo cual esto se constituye en una oportunidad potencial en el desarrollo de cementos refractarios u otros materiales relacionados.

**CAPITULO II**

**PREPARACION DE  
MEZCLAS LODO –CEMENTO  
Y SU CARACTERIZACION**

Con el fin de determinar, el efecto del lodo residual como material de relleno en el cemento, se estudió la composición química del cemento de uso general utilizado en este proyecto. En el cuadro 7 se reporta los principales componentes y de la comparación de este cuadro con el cuadro 1, se determina, que la adición de lodo al cemento incrementará significativamente el contenido de  $Al_2O_3$ , además se producirán variaciones en el contenido de los otros constituyentes de la fórmula original.

**Cuadro 7. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL CEMENTO DE USO GENERAL<sup>(\*)</sup>**

COMPONENTE	% m/m	DESVIACIÓN ESTANDAR
SiO <sub>2</sub>	30,81	3,83
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,14	0,43
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,42	0,29
CaO	52,63	3,89
MgO	2,17	0,15
SO <sub>3</sub>	2,47	0,13
K <sub>2</sub> O	0,69	0,05
Na <sub>2</sub> O	0,07	0,04
PF	5,00	0,69

(\*) Información suministrada por la empresa HOLCIM

Como el objetivo de este proyecto era lograr obtener un cemento rico en alúmina, se prepararon tres mezclas con alto contenido del material procesado, para lo cual el cemento fue sustituido por lodo de acuerdo a las proporciones establecidas en el cuadro 8, se observa que conforme se aumenta la cantidad de lodo, se aumenta el contenido de alúmina, generando un cemento rico en este componente.

**Cuadro 8. PROPORCIONES DE CEMENTO/LODO PARA EL ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DEL MATERIAL**

MEZCLA	% DE CEMENTO	% DE LODO	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (*)
1	100	0	4,14
2	75	25	15,01
3	50	50	25,89
4	25	75	36,75

(\*) Cálculo en base al dato reportado en el cuadro 7 por la empresa HOLCIM y el análisis de aluminio del material de trabajo, presentado en el capítulo I.

## PRUEBAS FÍSICAS DE MEZCLAS LODO-CEMENTO

El estudio de las propiedades del cemento tanto fresco como endurecido es muy importante, ya que estas determinarán el manejo y los usos potenciales que puede presentar un material para fines constructivos.

La fabricación del cemento exige mantener altos estándares de calidad, que respondan a las necesidades específicas de aplicación en la industria de la construcción. Para la evaluación de estándares de calidad se han desarrollado a nivel internacional normas específicas de caracterización y clasificación de los cementos, dentro de las normas de mayor aceptación se encuentran las Normas ASTM.

Dentro de las propiedades físicas más importantes que se le debe determinar a un cemento se encuentran: La Trabajabilidad, Consistencia Normal, Tiempo de Fragua y Resistencia mecánica.

Para todas las pruebas físicas realizadas a las mezclas se cumplieron con las siguientes normas generales: la norma ASTM-C-305-99<sup>(17)</sup> para el proceso de mezclado y la norma ASTM-C-778-00<sup>(18)</sup> para las especificaciones de la arena estándar utilizada en las pruebas de morteros.

## **TRABAJABILIDAD (Prueba de fluidez).**

Es una propiedad relativa que considera que la mezcla de concreto fresco debe ser relativamente fácil para transportarse, depositarse, consolidarse y que finalmente no se produzcan segregaciones o separaciones en la mezcla. Cuando el cemento está fresco esta propiedad tiene relación con la plasticidad que debe tener un concreto, la cual puede variar según las condiciones de mezcla, tipo de equipos utilizados, consolidación y los requerimientos de las propiedades del cemento.<sup>(8)</sup>

No existen pruebas aceptables para medir directamente la trabajabilidad, pero sin embargo se pueden realizar algunas medidas físicas fáciles de determinar, pero ninguna de ellas por sí sola da un resultado global de la trabajabilidad de una mezcla.<sup>(19)</sup>

Por lo tanto las pruebas que se seleccionen tienen que estar muy orientadas al tipo de información que se desea obtener y del tipo de uso que se le da al material.

Dentro de las pruebas utilizadas en el laboratorio se encuentra la Prueba de Fluidez, esta prueba proporciona datos sobre la consistencia del mortero y su tendencia a la segregación, en donde se mide la expansión de una muestra de mortero, la cual es colocada en una mesa de latón y es sacudida 25 veces por 15 segundos, como resultado la mezcla se esparce sobre la mesa y se mide el diámetro promedio del mortero esparcido<sup>(19)</sup>, tal y como lo muestra la figura 7.

La fluidez se mide como un porcentaje de aumento del diámetro promedio del mortero esparcido sobre el diámetro (101,6 mm) establecido por la norma ASTM C 230-98<sup>(20)</sup>. La mezcla tiene una consistencia adecuada para ser trabajada cuando alcanza una medición de flujo dentro de un valor establecido por la norma de  $110 \pm 5$  %.<sup>(16)</sup>



**Figura 7. Determinación de la fluidez de una mezcla de cemento**

### PROCEDIMIENTO.

Para la determinación de la fluidez en las mezclas para cubos y briquetas se siguieron las proporciones material lodo/cemento/arena, establecido para cada prueba según las normas ASTM C-109-99<sup>(21)</sup> y ASTM C-190-85<sup>(22)</sup>, respectivamente. Así como también las normas ASTM C-230-98<sup>(23)</sup> para la prueba de fluidez.

### RESULTADOS:

**Cuadro 9. PRUEBAS DE FLUIDEZ PARA CUBOS, MASA 500g (\*)**

MEZCLA	AGUA %	AGUA cc	LECTURA INICIAL mm	LECTURA FINAL mm	FLUJO %
100% CEMENTO	57	285	101,6	112,25	<b>110</b>
75% CEMENTO 25% LODO	94	470	101,6	109,55	<b>113,5</b>
50% CEMENTO 50% LODO	111	555	101,6	115,9	<b>114</b>
25% CEMENTO 75% LODO	122,6	613	101,6	115,8	<b>113,98</b>

\*Las pruebas se realizaron a 20°C y 80% de humedad relativa.

**Cuadro 10. PRUEBAS DE FLUIDEZ PARA BRIQUETAS, MASA 400g**

<b>PRUEBA</b>	<b>AGUA %</b>	<b>AGUA cc</b>	<b>LECTURA INICIAL mm</b>	<b>LECTURA FINAL mm</b>	<b>FLUJO %</b>
100% CEMENTO	58,75	235	101,6	111,22	109
75% CEMENTO 25% LODO	95	380	101,6	109,55	108
50% CEMENTO 50% LODO	108,75	435	101,6	113,70	111,9
25% CEMENTO 75% LODO	<b>123,75</b>	495	101,6	111,57	110

\*Las pruebas se realizaron a 20°C y 80% de humedad relativa.

Con esta prueba se determinó la cantidad óptima de agua para cada mortero a fin de lograr una adecuada trabajabilidad para cada mezcla, tanto para la preparación de probetas para pruebas de resistencia a la compresión (cubos) y probetas para las pruebas de resistencia a la tensión (briquetas).

Los resultados de los cuadros 9 y 10 muestran que conforme se incrementa la cantidad de lodo se incrementa la cantidad de agua necesaria para mantener el flujo dentro del rango establecido por la norma ( $110 \pm 5$ ) %.

El incremento mas significativo se observa entre la mezcla 1, que es solo cemento y la mezcla 2 (25% lodo - 75% cemento), lo cual pone de manifiesto que el lodo es un material bastante absorbente.

## **CONSISTENCIA NORMAL**

La consistencia normal de un cemento hidráulico, se define como el porcentaje de agua con respecto al peso del cemento necesario, para lograr una pasta con una penetración de  $10 \pm 1$  mm, utilizando el equipo de Vicat (Figura 8).

Este equipo Vicat consta de una aguja móvil, unida a un vástago con un peso total de 300 g. Tiene además una escala graduada en milímetros, para determinar la penetración del vástago o de la aguja que tiene 10mm de diámetro y 50 mm de longitud.<sup>(16)</sup>

### **PROCEDIMIENTO.**

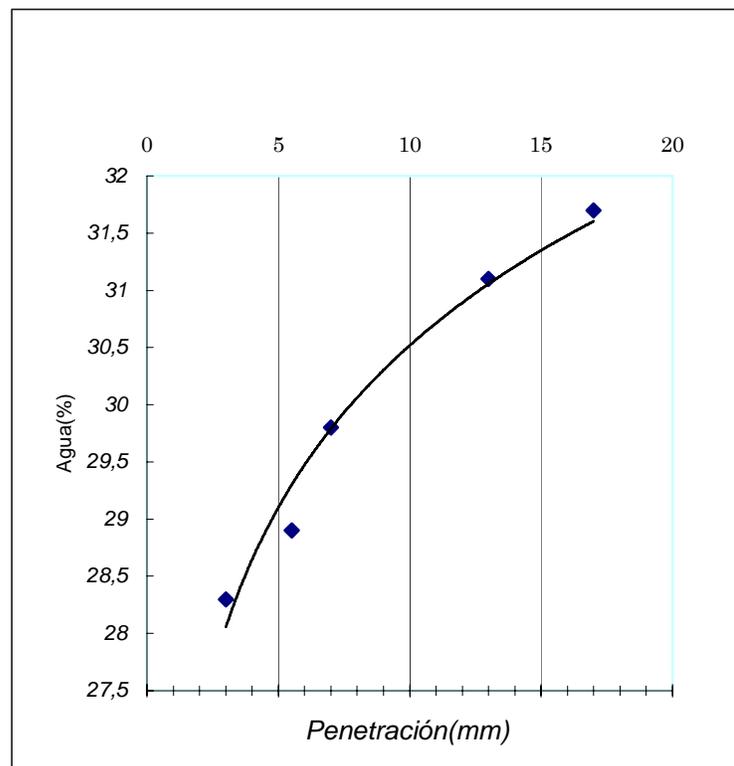
Para la determinación de los tiempos de fraguado inicial y final, se debe utilizar una pasta pura de cemento y lodo de acuerdo a las mezclas ya establecidas. Por lo tanto, es necesario determinar para cualquiera de las mezclas, el contenido de agua que se necesita para producir la consistencia normal en la pasta.<sup>(23)</sup>



**Figura 8. Equipo de Vicat para la determinación de Consistencia Normal**

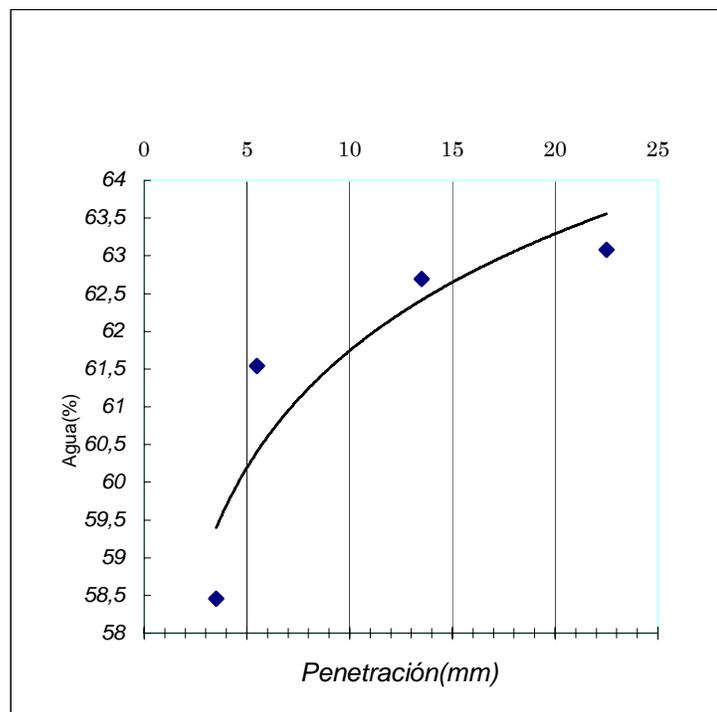
**RESULTADOS.**

Prueba (#)	Agua (mm)	Penetración (mm)
1	28,9	5,5
2	29,8	7
3	31,1	13
4	31,7	17
5	28,3	3



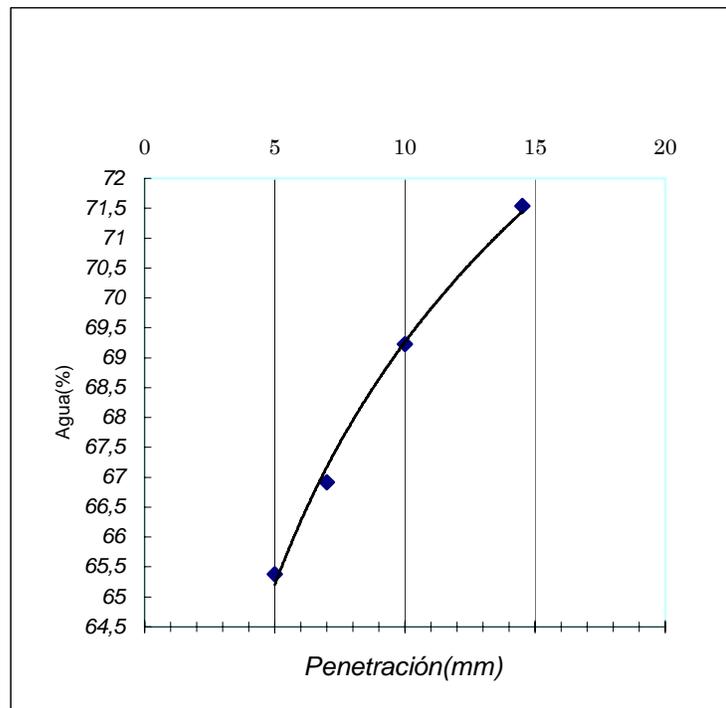
**Figura 9. Consistencia Normal al mezclar el cemento hidráulico uso general**

Prueba (#)	Agua (%)	Penetración (mm)
1	58,46	3,5
2	61,54	5,5
3	62,69	13,5
4	63,08	22,5



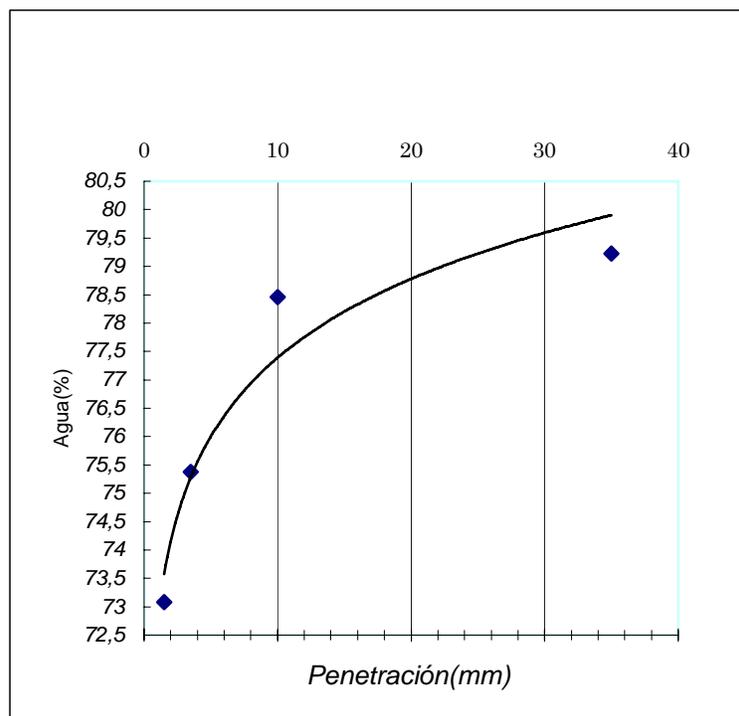
**Figura 10. Consistencia Normal al mezclar 75 % cemento 25 % lodo**

Prueba (#)	Agua	Penetración (mm)
1	65,38	5
2	66,92	7
3	69,23	10
4	71,54	14,5



**Figura 11. Consistencia Normal al mezclar 50% cemento 50 % lodo**

Prueba (#)	Agua	Penetración (mm)
1	73,08	1,5
2	75,38	3,5
3	78,46	10
4	79,23	35



**Figura 12. Consistencia Normal al mezclar 25% cemento 75 % lodo**

Al igual que el experimento anterior, se observa que la adición de lodo al cemento genera un incremento en la cantidad de agua necesaria para obtener la consistencia adecuada de mezcla, la diferencia en la cantidad de agua usada entre el cemento como patrón (Figura 9) y las mezclas es más de un 100%.

También se observa que la mezcla 3 que corresponde al 50% lodo - 50% cemento (Figura 11) presenta una mejor linealidad que las mezclas 2 y 4, las cuales presentan una mayor variabilidad en sus tendencias.

## **TIEMPO DE FRAGUA**

El tiempo de fragua es un término utilizado para describir la rigidez de la pasta de cemento. Se refiere a un cambio del estado fluido al estado rígido.<sup>(23)</sup>

Es importante conocer durante cuanto tiempo un mortero o un hormigón pueden ser conservados antes que se produzca un principio de rigidez. Este tiempo tiene que ser el adecuado de tal manera que permita la correcta colocación del material.<sup>(25)</sup>

## **PROCEDIMIENTO.**

Para las cuatro mezclas en estudio, se determinó el tiempo de fraguado con el equipo de Vicat (Figura 13) utilizado para la determinación de las consistencias normales, con la modificación que se utiliza una aguja de 1mm.

Para cada ensayo se prepara una muestra de 650 g, con la cantidad de agua determinada por la prueba de consistencia normal, se realizan mediciones de penetración de la aguja en el material de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM C-191-99.<sup>(26)</sup>

Posteriormente se hace un gráfico con los datos de penetración versus tiempo y por interpolación se determina el tiempo de fragua inicial que corresponde a una penetración de 25 mm y el tiempo de fragua final cuando la aguja no se hunde visiblemente en la pasta.

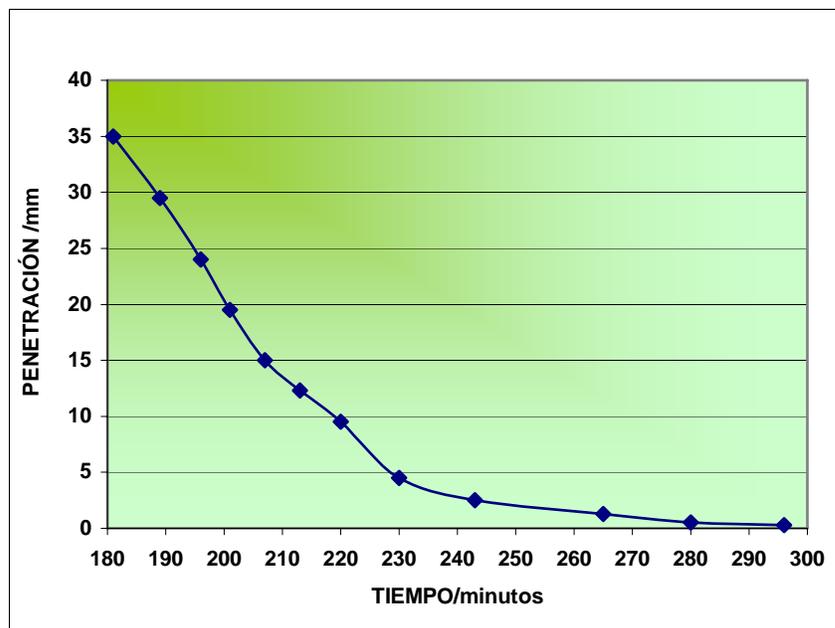


**Figura 13. Equipo de Vicat para la determinación de los tiempos de fragua.**

## RESULTADOS.

**Cuadro 11. TIEMPO DE FRAGUA DEL CEMENTO HIDRÁULICO DE USO GENERAL**

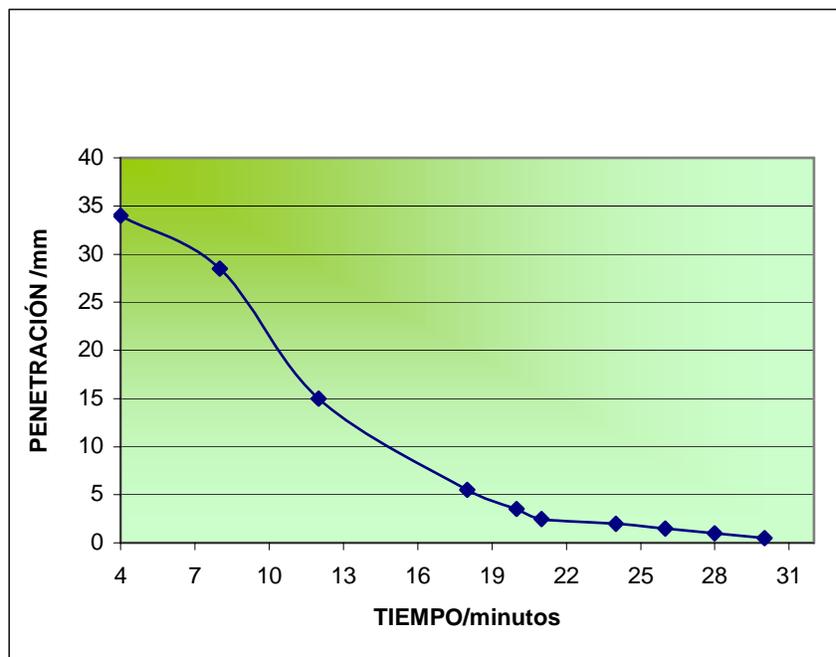
Penetración (mm)	35	29,5	24	19,5	15	12,3	9,5	4,5	2,5	1,3	0,5	0,3
Tiempo (min)	181	189	196	201	207	213	220	230	243	265	280	296



**Figura 14. Tiempo de fragua del cemento hidráulico de uso general**

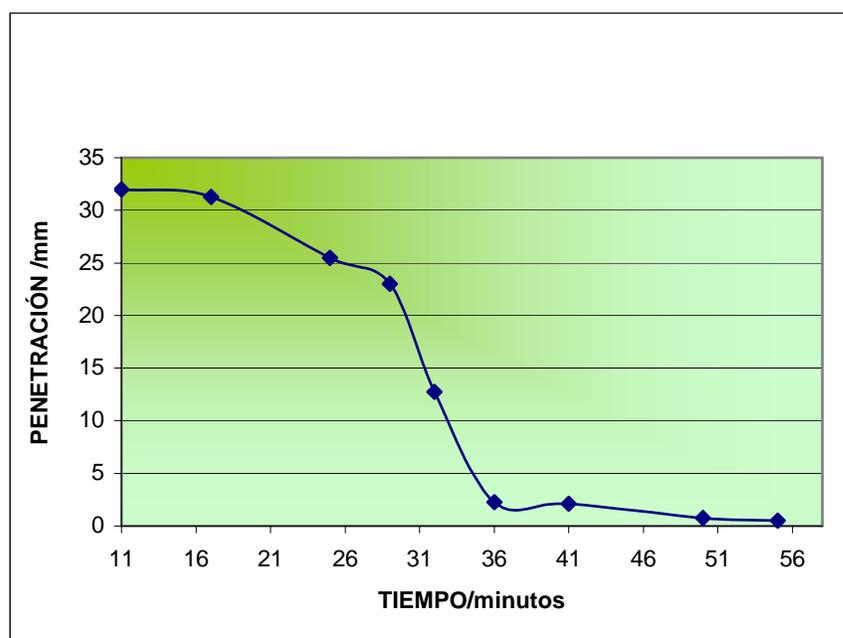
**Cuadro 12. TIEMPO DE FRAGUA DE LA MEZCLA 2 (CEMENTO 75%, LODO 25%)**

Penetración (mm)	34	28,5	15	19,5	5,5	3,5	2,5	2	1,5	1	0,5	0
Tiempo (min)	4	8	12	18	20	21	24	26	243	28	30	32

**Figura 15. Tiempo de fragua mezcla 2 (cemento 75%, lodo 25%)**

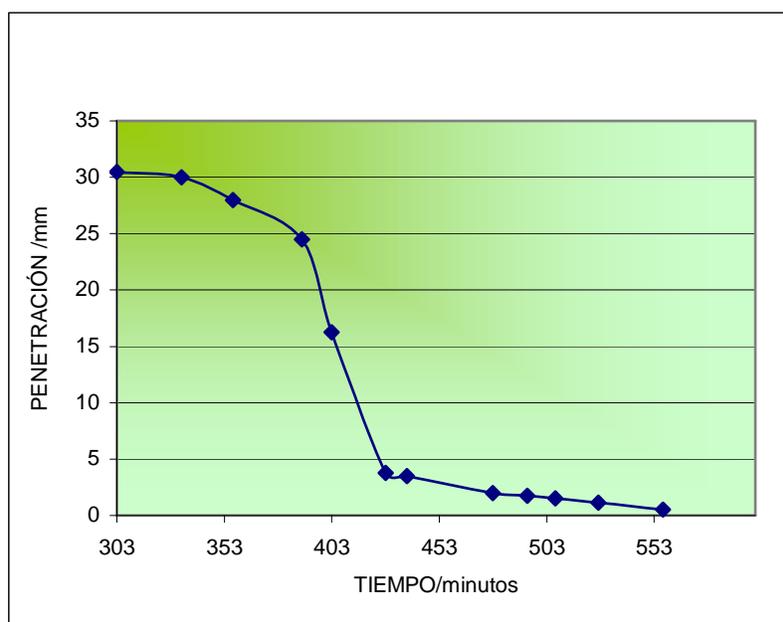
**Cuadro 13. TIEMPO DE FRAGUA DE LA MEZCLA 3 (CEMENTO 50%, LODO 50%)**

Penetración (mm)	32	31,25	25,5	23	12,75	2,25	2,12	0,75	0,5	0
Tiempo (min)	11	17	25	29	32	36	41	50	55	59

**Figura 16. Tiempo de fragua mezcla 3 (cemento 50%, lodo 50%)**

**Cuadro 14. TIEMPO DE FRAGUA DE LA MEZCLA 2 (CEMENTO 25%, LODO 75%)**

Penetración (mm)	30,5	30	28	24,5	16,25	3,75	3,5	2	1,75	1,5	1,12	0,5
Tiempo (min)	303	333	357	389	403	428	438	478	494	507	527	557

**Figura 17. Tiempo de fragua mezcla 4 (cimento 25%, lodo 75%)**

**Cuadro 15. TIEMPOS DE FRAGUA PARA DIFERENTES TIPOS DE MEZCLAS**

TIPO DE MEZCLA	TIEMPO DE FRAGUADO	
	FRAGUADO INICIAL minutos	FRAGUADO FINAL minutos
<b>1</b> PATRON 100% CEMENTO	195	296
<b>2</b> 25% LODO 75% CEMENTO	10	32
<b>3</b> 50% LODO 50% CEMENTO	26	59
<b>4</b> 75% LODO 25% CEMENTO	393	553

En el cuadro 15, se observa que la adición de lodo al cemento muestra cambios drásticos en los tiempos de fraguado, en las mezclas 2 y 3 actúa como un acelerador, en donde hay reducciones importantes tanto para la fragua inicial como para la fragua final. Para la mezcla 4, se invierte el comportamiento del material en donde se incrementa significativamente los tiempos de fragua inicial y final. Estos resultados van a ser importantes al realizar las pruebas siguientes ya que la velocidad de fraguado afecta la resistencia del cemento.

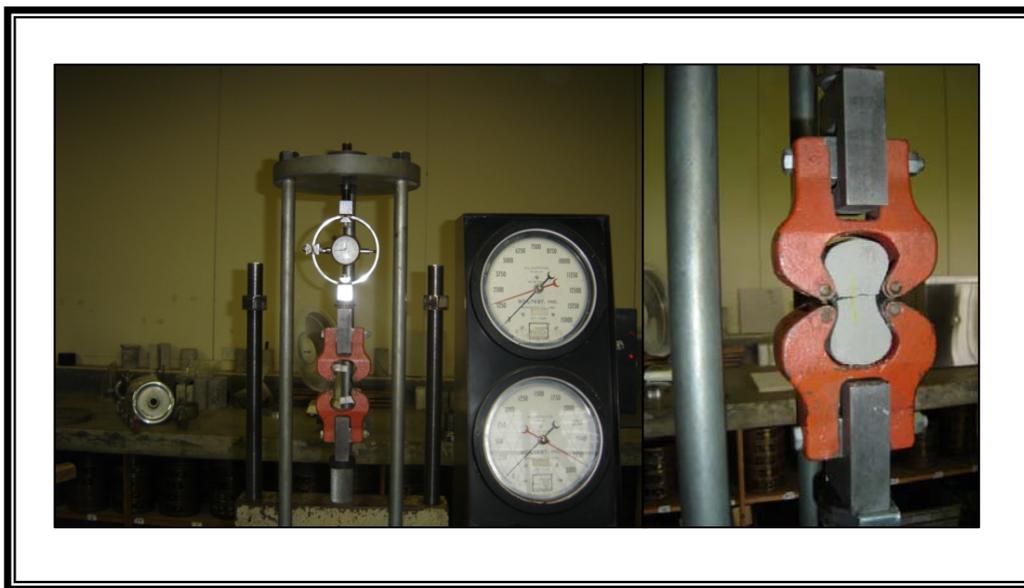
## **RESISTENCIA MECÁNICA**

La resistencia mecánica del cemento endurecido es una de las propiedades más importantes en las edificaciones hechas con este material ya que normalmente tiene una función estructural. La resistencia de un mortero depende de la cohesión de la pasta de cemento, de su adhesión a las partículas de los agregados. Para determinar la resistencia del cemento, se utilizan morteros de cemento-arena.

Existen varias formas de prueba de resistencia:

## - **RESISTENCIA A LA TENSIÓN**

Esta prueba consiste en aplicar tensión a una pieza de mortero preparada hasta llegar al punto de fractura de la pieza, tal y como lo muestra la figura 18.



**Figura 18. Equipo para la medición de la resistencia a la tensión de un cemento**

### **PROCEDIMIENTO.**

Para este ensayo se prepararon 9 probetas para dos diferentes tiempos de curado, 7 y 28 días respectivamente. Se siguió la norma ASTM C 190-85, para la preparación de especímenes y pruebas de medición de resistencia, así como la norma ASTM C-192-81<sup>(27)</sup> para las condiciones de curado. Se utilizó una prensa universal Versa y los accesorios correspondientes, tal y como se especifica en la norma y se muestra en la figura 18.

**RESULTADOS.**

**Cuadro 16. RESISTENCIA A LA TENSIÓN CON DIFERENTES PROPORCIONES DE LODO A FLUJO CONSTANTE (110±5) % Y CURADO A 7 DÍAS (Anexo 3.1-a)**

MEZCLA	% AGUA	RESISTENCIA MPA
MEZCLA1 (Patrón)	58,75	16,0
MEZCLA 2	95	1,7
MEZCLA 3	108,75	5,2
MEZCLA 4	123,75	2,7

**Cuadro 17. RESISTENCIA A LA TENSIÓN CON DIFERENTES PROPORCIONES DE LODO A FLUJO CONSTANTE (110 ± 5) % Y CURADO 28 DÍAS (Anexo 3.1-b)**

% MEZCLA	% AGUA	RESISTENCIA MPA
PATRÓN MEZCLA 2	95	18,6 1,6
PATRÓN MEZCLA 3	108,75	14,5 5,5
PATRÓN MEZCLA 4	123,75	12,4 2,5

**Cuadro 18. RESISTENCIA A LA TENSIÓN PARA DIFERENTES PROPORCIONES DE MEZCLAS CEMENTO - LODO A AGUA CONSTANTE 123,75 % Y CURADO A 28 DÍAS (Anexo 3.1-c)**

MEZCLA	RESISTENCIA MPA
MEZCLA1(Patrón)	12,4
MEZCLA 2	0,26
MEZCLA 3	1,5
MEZCLA 4	2,5

Para mantener una trabajabilidad adecuada se determinó la resistencia de los morteros a flujo constante de  $(110 \pm 5) \%$  (cuadros 16 y 17). Para el caso de especímenes curados por 7 días se observa que la resistencia disminuye con la adición de lodo, solamente la mezcla 3 (50% lodo-50% cemento), muestra un ligero incremento en la resistencia, sin embargo es muy bajo en comparación con la muestra patrón. La resistencia a la tensión de las diferentes mezclas presenta un comportamiento similar tanto en muestras de 7 y 28 días, lo cual indica que no existe un aumento significativo en la resistencia del mortero conforme se incrementa el tiempo.

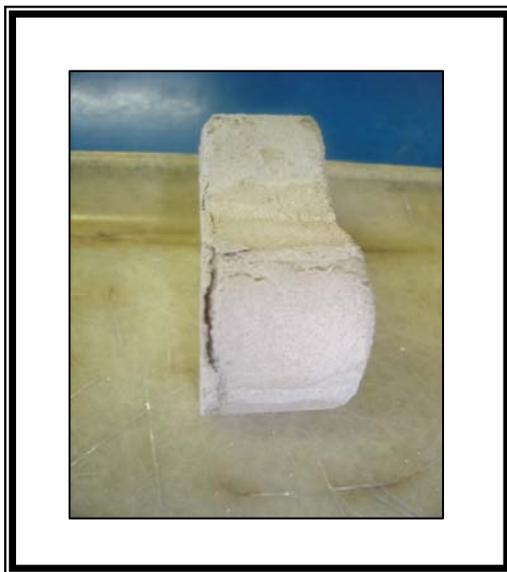
El cuadro 18 muestra como el agua es una variable importante en la resistencia de las mezclas, ya que todas las resistencias disminuyen cuando se incrementa la cantidad de agua pero la tendencia se mantiene como en los casos anteriores, en donde las adiciones de lodo disminuye la resistencia del mortero.



**Figura 19. Briquetas moldeadas al 25% de lodo (mezcla 2)**

En la figura 19 se muestran tres briquetas moldeadas, en donde el primer espécimen de izquierda a derecha presenta bastante irregularidad, esta pieza correspondió al último molde preparado para la mezcla 2, lo cual muestra la poca trabajabilidad del material, ya que antes de terminar de colocar la pasta en este molde ya estaba empezando a endurecer la mezcla,

lo cual no permitió la correcta compactación del material, las otras piezas en la figura se observan bien conformadas, ya que se moldearon cuando la pasta tenía suficiente plasticidad.



**Figura 20. Briqueta moldeada al 75% lodo (mezcla 4)**

Esta figura muestra una briqueta, en donde se observa la baja cohesión que presenta la mezcla 4, cuando el motero está seco, esto se origina en parte por la gran cantidad de agua utilizada en la preparación de la mezcla.

## - **RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN**

Esta prueba mide la capacidad de resistencia que presenta un material a la compresión. Este tipo de prueba es muy importante ya que los cementos presentan mayor capacidad a la compresión que a la tensión, además los materiales estructurales en una construcción normalmente son sometidos a fuerzas de compresión ya que tienen que soportar peso.<sup>(23)</sup>



**Figura21. Equipo de medición para la resistencia a la compresión de un cemento.**

## **PROCEDIMIENTO.**

Al igual que en el caso anterior, resistencia a la tensión, se trabajó con 9 especímenes para tiempos de curado de 7 y 28 días. Se aplicó la norma ASTM C-109-99 para la preparación de especímenes y realización de pruebas mecánicas de resistencia. Se siguió también la norma ASTM C-192-81 para las condiciones de curado. Se utilizó una prensa universal marca Versa, y los accesorios correspondientes según la norma (figura 21).

## RESULTADOS.

**Cuadro 19. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE CUBOS, CON DIFERENTES PROPORCIONES DE LODO A FLUJO CONSTANTE (110 ± 5) % Y CURADO A 7 DÍAS. (Anexo 3.2-a)**

MEZCLA	% AGUA	RESISTENCIA	
		MPA	Kg/cm <sup>2</sup>
MEZCLA1(Patrón)	57	17,4	176,9
MEZCLA 2	94	0,8	8,0
MEZCLA 3	111	2,9	30
MEZCLA 4	122,6	0,9	9,6

**Cuadro 20. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE CUBOS, CON DIFERENTES PROPORCIONES DE LODO A FLUJO CONSTANTE (110 ± 5) % Y CURADO 28 DÍAS. (Anexo 3.2-b)**

%MEZCLA	% AGUA	RESISTENCIA	
		MPA	Kg/cm <sup>2</sup>
PATRÓN	94	12,4	126
MEZCLA 2		0,8	8,4
PATRÓN	111	8,3	84,7
MEZCLA 3		3,1	31,2
PATRÓN	122,6	7,7	78,1
MEZCLA 4		1,1	11,6

Como era de esperar el comportamiento ante la compresión es similar al ya descrito para la tensión. Es también evidente que la resistencia en los especímenes curados a 7 días y 28 días, no presentan diferencias significativa en sus resultados, por lo tanto entre estos dos tiempos de curado a 7 días se ha desarrollado la máxima capacidad de resistencia de los materiales. En todos los casos es mucho menor que el respectivo patrón.

**Cuadro 21. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN PARA DIFERENTES PROPORCIONES DE MEZCLAS CEMENTO- LODO A AGUA CONSTANTE 122,6 % Y CURADO A 28 DÍAS**  
(Anexo 3.2-c)

MEZCLA	RESISTENCIA	
	MPA	Kg/cm <sup>2</sup>
MEZCLA1 (Patrón)	7,7	78,1
MEZCLA 2	0,1	0,7
MEZCLA 3	0,8	8,5
MEZCLA 4	1,1	11,6

Para observar la influencia del agua en la resistencia del material, se midió esta con un porcentaje de agua constante, el cual fue la cantidad de agua establecida para la mezcla 4 (75% lodo-25% cemento) debido a que esta mezcla no es trabajable con menor cantidad de agua. Se observa que la resistencia de las diferentes mezclas son crecientes conforme se aumenta la cantidad de lodo, pero las resistencias desarrolladas por estos morteros son inferiores a la mezcla patrón.



**Figura 22. Cubos moldeados (de izquierda a derecha) al 25% 50% y 75% de lodo respectivamente.**

En esta figura se observa claramente que para la mezcla al 25 % de lodo se presentó baja compactación en algunos de los especímenes debido al corto tiempo de fragua que presentó la mezcla. La imagen del medio presenta especímenes bien conformados y se observa cohesión en las piezas, esta mezcla correspondió al 50% de lodo, y la última imagen muestra un espécimen al 75% de lodo que es bastante frágil y se desintegra fácilmente.

## **REDUCCIÓN DE LA RESISTENCIA Y TIEMPOS DE FRAGUA**

En el caso de las mezclas preparadas con cemento y lodo se observó un aumento en la velocidad del tiempo de fragua para las mezclas 2 y 3 y una reducción en la resistencia para todas las mezclas.

Esto sucedió debido que al agregar el lodo, se cambio la proporcionalidad de los materiales en el cemento y se dio origen a nuevas mezclas cementantes, que en este caso afectó de forma importante el tiempo de fragua y la resistencia del material.

Esta situación se genera probablemente debido a que en esta nueva formulación, no existe la suficiente cantidad de  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$  para inhibir la siguiente reacción<sup>(28)</sup>:



Sin sulfato de calcio el aluminato de calcio reacciona con el agua directamente a aluminato de calcio hidratado, llenando los espacios entre las partículas de cemento con cristales grandes, generando un falso pero muy rápida solidificación de la pasta de cemento. No permitiendo la hidratación del silicato tricalcico y silicato dicalcico los cuales son los responsables del desarrollo de la resistencia del cemento Pórtland.<sup>(28)</sup>

Con suficiente sulfato de calcio se da la siguiente reacción<sup>(28)</sup>:



Esta reacción permite que se forme cristales de estringita, los cuales son tan finos inicialmente que estos no pueden construir espacios entre las partículas de cemento y así no se forma una estructura sólida. Por esta reacción se da la demora en la solidificación del cemento.<sup>(28)</sup>

Normalmente un cemento Pórtland solidifica después de 1 a 3 horas, periodo en el cual las finas agujas de cristales de estringita recrystalizan en forma de agujas mas largas en la cual enlazan las partículas de cemento.

En el caso particular de las mezclas lodo cemento, posiblemente el CaO del cemento reaccionó con los óxidos de aluminio hidratados aportado por el lodo, generando mas  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  hidratado, lo cual también inhibió la hidratación del silicato tricalcico y silicato dicalcico.

Por lo tanto la carencia de sulfato de calcio propició el fraguado rápido de las mezclas por la formación directa a aluminatos de calcio hidratado, reacción que fue también favorecida al suministrarse una mayor cantidad de óxido de aluminio, este efecto se observa en algunos de los especimenes de las figuras 20 y 22.

La baja resistencia este asociada entonces en el caso de las mezclas 2 y 3 con el rápido fraguado y la generación de aluminato de calcio hidratado, que son frágiles y a su vez no permiten la generación de estringita principal causante del endurecimiento del cemento.

La mezcla 3 presenta un mayor tiempo de fragua que permite mas tiempo a la reacción por lo cual se logra una mejor resistencia aunque no muy significativa para fines constructivos.

Para el caso de la mezcla 4, aunque se presentó un mayor tiempo de fraguado, no se generó una resistencia adecuada del material, por lo que se demuestra la baja capacidad cementante del lodo bajo las condiciones de trabajo.

Otro factor importante que afectó la resistencia de las mezclas fue la cantidad de agua utilizado en las mezclas, ya que existe una relación inversamente proporcional entre la cantidad de agua y la resistencia del cemento.

Conforme se incrementó la cantidad de lodo se incrementó la demanda de agua en las mezclas, lo cual generó una mayor captación de aire generando un aumento de porosidad los cuales se convierten en puntos de falla, reduciendo la resistencia de las mezclas.<sup>(19)</sup>

## CONCLUSIONES

- Se prepararon mezclas lodo-cemento con porcentajes de alúmina superiores a los encontrados en el cemento convencional, empleando entonces el lodo como material de reemplazo del cemento.
- Conforme se incrementa la proporción de lodo en las mezclas, se incrementa notablemente el consumo de agua al trabajar a un flujo constante ( $110 \pm 5$ )%. Este comportamiento del lodo afecta negativamente las resistencias desarrolladas por los morteros ya que los incrementos de agua reducen las resistencias de los materiales.
- Las pruebas realizadas a las diferentes mezclas demuestra que el lodo incorporado al cemento modifica las características iniciales del cemento, acelerando los tiempos de fragua y reduciendo la resistencia del material.
- El lodo tiene un efecto acelerante del tiempo de fragua en las mezclas 2 y 3 para el caso de la mezcla 4 no se observa el efecto contrario.
- Las resistencias de los morteros caen significativamente, lo cual tiene relación con la proporción de agua en las mezclas y los tiempos de fragua. Sin embargo en las pruebas tanto de compresión y tensión se observa un comportamiento no lineal, en donde el mejor resultado se logra con la mezcla 3.
- Las bajas resistencias desarrolladas por las diferentes mezclas indican que el material no puede utilizarse para fines estructurales.

**CAPITULO III**

**ESTUDIO DE LA CAPACIDAD  
REFRACTARIA Y AISLANTE DEL  
CEMENTO MODIFICADO**

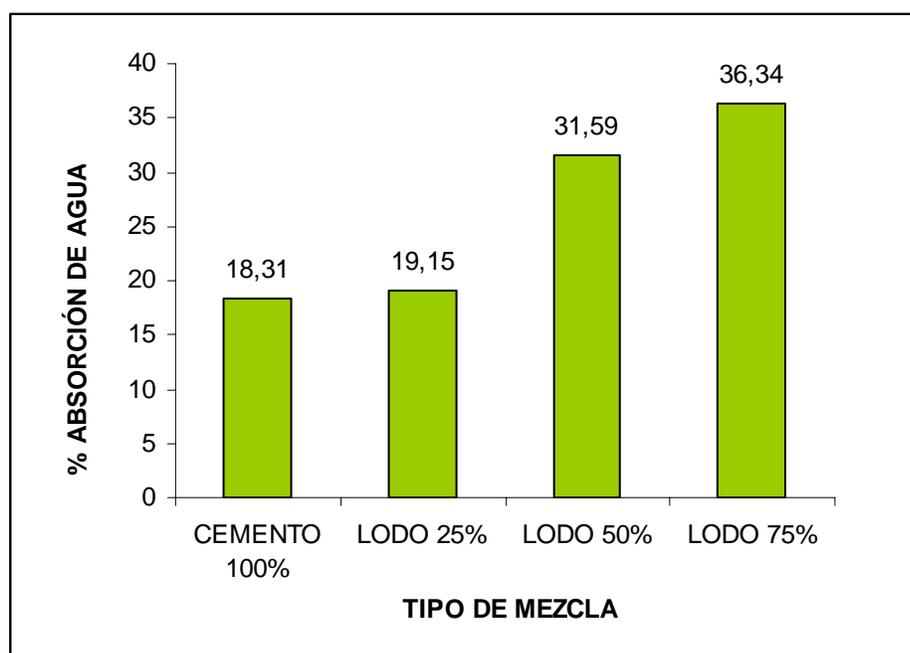
Al buscar otros usos potenciales del cemento modificado con la alúmina hidratada distinto al constructivo, se formuló la pregunta de cual sería su comportamiento térmico y aislante. Una de las primeras observaciones es la ligereza de las piezas como cubos y briquetas fabricados y su aparente alta porosidad. Para conocer mejor estas propiedades se midió la porosidad y se observó el comportamiento de probetas cúbicas sometidas a 1300 °C. Estas probetas fueron preparadas como morteros y también como cemento fraguado sin el agregado de sílice. Por último se midieron la conductividad térmica de algunas muestras.

## **POROSIDAD Y SINTERIZADO DE MORTEROS PREPARADOS CON EL CEMENTO MODIFICADO.**

### **- POROSIDAD DE MORTEROS Y CEMENTOS CRUDOS**

Para la determinación de la porosidad del material se utilizaron cubos con los diferentes tipos de mezclas, las muestras permanecieron por 28 días en el cuarto húmedo, se sacaron, pesaron y se colocaron en una estufa por 24 horas a 110 °C, nuevamente se pesaron y se determinó la pérdida de humedad en base a peso seco.

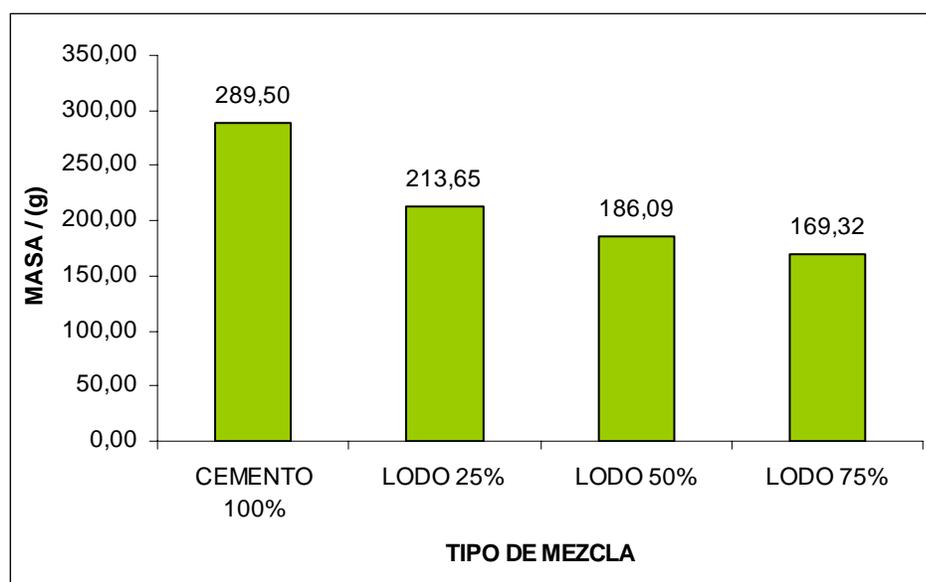
### **- RESULTADOS**



**Figura 23. Absorción de agua para diferentes mezclas lodo-cemento**

Según la figura 23 muestra un aumento en el porcentaje de absorción del agua, conforme se incrementa la cantidad de lodo, este cambio es bastante notorio, entre las mezclas al 25% y 50%.

También se pudo observar que no hubo cambio en el tamaño de los especímenes húmedos y secos, es decir no se presentaron contracciones en el tamaño de los especímenes de las diferentes mezclas.



**Figura 24. Masas secas de las diferentes mezclas preparadas con arena**

Según la figura 24, se observa que conforme se incrementa la cantidad de lodo se reduce el peso de los especímenes, dando origen a un material más liviano que el cemento, lo que sugiere un potencial uso del material en estructuras de tipo arquitectónico, si se logra mejorar la resistencia del material.

## PRUEBAS DE SINTERIZACIÓN

### PROCEDIMIENTO

Se realizaron pruebas de sinterización solamente a las mezclas 1 y 3 (cuadro 8) a una temperatura de 1300 °C. Siendo la mezcla uno el patrón de cemento y la mezcla 3 la de mayor resistencia mecánica y mejor comportamiento en su trabajabilidad y consistencia normal. Todas las pruebas fueron realizadas por triplicado.

### RESULTADOS

Al material sinterizado se le realizaron pruebas de resistencia y porosidad obteniéndose los siguientes resultados

#### - POROSIDAD PIEZAS SINTERIZADAS

La prueba de porosidad se realizó sumergiendo en agua por 24 horas los especímenes, midiendo luego la masa de la pieza en base seca y húmeda.

**Cuadro 22. ABSORCIÓN DE AGUA EN MUESTRAS DE CUBOS 50% LODO-50% CEMENTO –ARENA HORNEADAS A 1300°C**

<b>No DE MUESTRA</b>	<b>MASA HUMEDA ±0,02</b>	<b>MASA SECA ±0,02</b>	<b>POROSIDAD (%)</b>
PATRON -CEMENTO	272,22	239,26	13,78
50% LODO	198,00	173,50	14,12

El cuadro 22 muestra una reducción en la absorción del agua tanto en el patrón de cemento como en el mortero con el cemento modificado, esto obedece a la reducción del tamaño de los poros debido al proceso de sinterización.



**Figura 25. Especímenes sinterizados de la mezcla 50% lodo-50% cemento.**

En la figura 25 se muestra las piezas sinterizadas de lodo-cemento-arena correspondiente a la mezcla 3.

En la imagen de la izquierda se observa un cambio en la textura entre la pieza cruda y la sinterizada, cambios pequeños en las dimensiones, así como también la generación de grietas, lo cual está relacionado con la transformación de los hidróxidos de aluminio hidratado en alfa-alúmina y la consecuente pérdida de peso y contracción en el proceso de sinterizado.

Una característica importante que demuestra que se dio el proceso de sinterización es que se generan piezas más compactas y de mayor dureza, tal como se muestra al lado derecho de la imagen.

## - RESISTENCIA A LA COMPRESION

### PROCEDIMIENTO

La prueba de resistencia se realizó según procedimiento de la norma ASTM C-109-99.

### RESULTADOS

**Cuadro 23. RESISTENCIA A LA COMPRESION DE PIEZAS HORNEADAS A 1300°C. (Anexo 3.2-d).**

MUESTRA	RESISTENCIA A LA COMPRESION MPa
PATRÓN	9,8
MEZCLA 3	1,5

Para el caso de los resultados del cuadro 23, se observa una reducción en la resistencia a la compresión, lo cual es originado en su mayor parte a las fisuras que presentan los especímenes que actúan como puntos de falla.

## **POROSIDAD Y SINTERIZADO DE PROBETAS CÚBICAS PREPARADOS CON EL CEMENTO MODIFICADO SIN ARENA.**

### - POROSIDAD DE PIEZAS CRUDAS

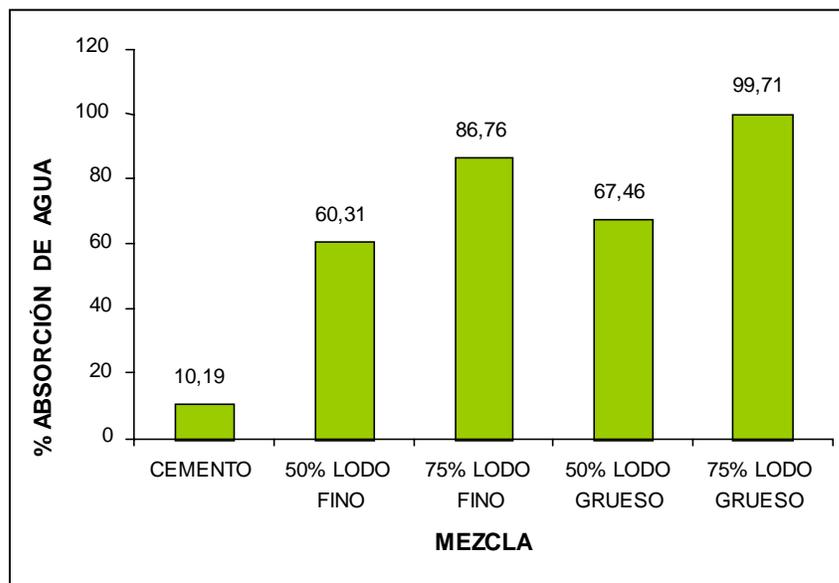
#### PROCEDIMIENTO

Se prepararon mezclas según las proporciones de materiales lodo-cemento de las mezclas 1, 2, 3 y 4, pero utilizando lodo en dos granulometrías: Fino y Grueso (figuras 1 y 2, capítulo I), con el fin de observar diferencias especialmente en la porosidad con las distintas granulometrías. Las mezclas se realizaron, manteniendo los tiempos y velocidades de mezclado establecido por las normas ASTM C-109-99 para morteros. La mezcla 2 no fue

apta para estas pruebas ya que una vez seco el material perdía cohesión, y fácilmente se fracturaba.

La prueba de porosidad se realizó sumergiendo en agua por 24 horas los especímenes, midiendo luego la masa de la pieza en base seca y húmeda. Todas las medidas fueron realizadas por triplicado.

## RESULTADOS



**Figura 26. Absorción de agua en mezclas cemento –lodo sin arena.**

Las mezclas lodo-cemento sin arena presentan mucho mayor absorción de agua que las mezclas preparadas con arena, lo que significa mayor porosidad del material.

Por otra parte conforme se aumenta la cantidad de lodo en la mezcla, aumenta la absorción de agua lo que implica que aumenta la porosidad del material lodo-cemento.

El aumento en la granulometría del lodo también incrementa la capacidad de absorción de agua, ya que genera un material con mayor diámetro de poro.

## RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE PIEZAS CRUDAS

### PROCEDIMIENTO

La prueba de resistencia se realizó según la norma ASTM C-109-99.

### RESULTADOS

**Cuadro 24. RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MEZCLAS LODO-CEMENTO SIN ARENA EN CRUDO A 7 DÍAS DE CURADO** (*Anexo 3.2-d*)

% LODO	RESISTENCIA		
	LODO FINO MPa	LODO GRUESO MPa	CEMENTO 100% MPa
50	4,9	3,2	18,3
75	0,6	0,7	

El cuadro anterior muestra que en las mezclas al 50% de lodo, el tamaño de partícula genera un efecto importante en la resistencia del material, entre mas fino es el material mejor es la resistencia debido posiblemente a que se logra una mayor superficie de contacto entre el lodo y el cemento favoreciéndose la reacción.

Adicionalmente la mezcla al 50% sin arena, presentó mejor resistencia que su análoga preparada con arena, lo que hace estas piezas más fáciles de manipular.

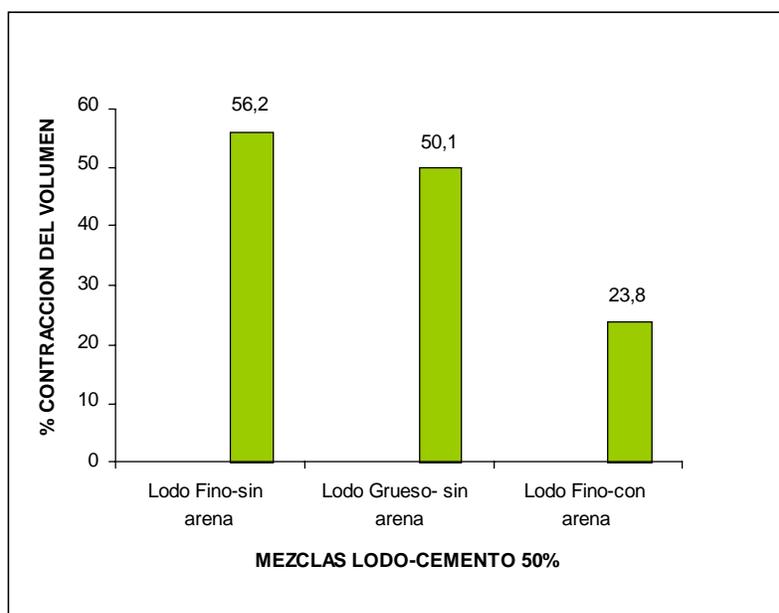
Para el caso de las mezclas al 75% no se observa un cambio significativo en las resistencias a la compresión lo cual parece indicar que el lodo no reacciona, comportándose simplemente como un material inerte.

## - PRUEBAS DE SINTERIZACION

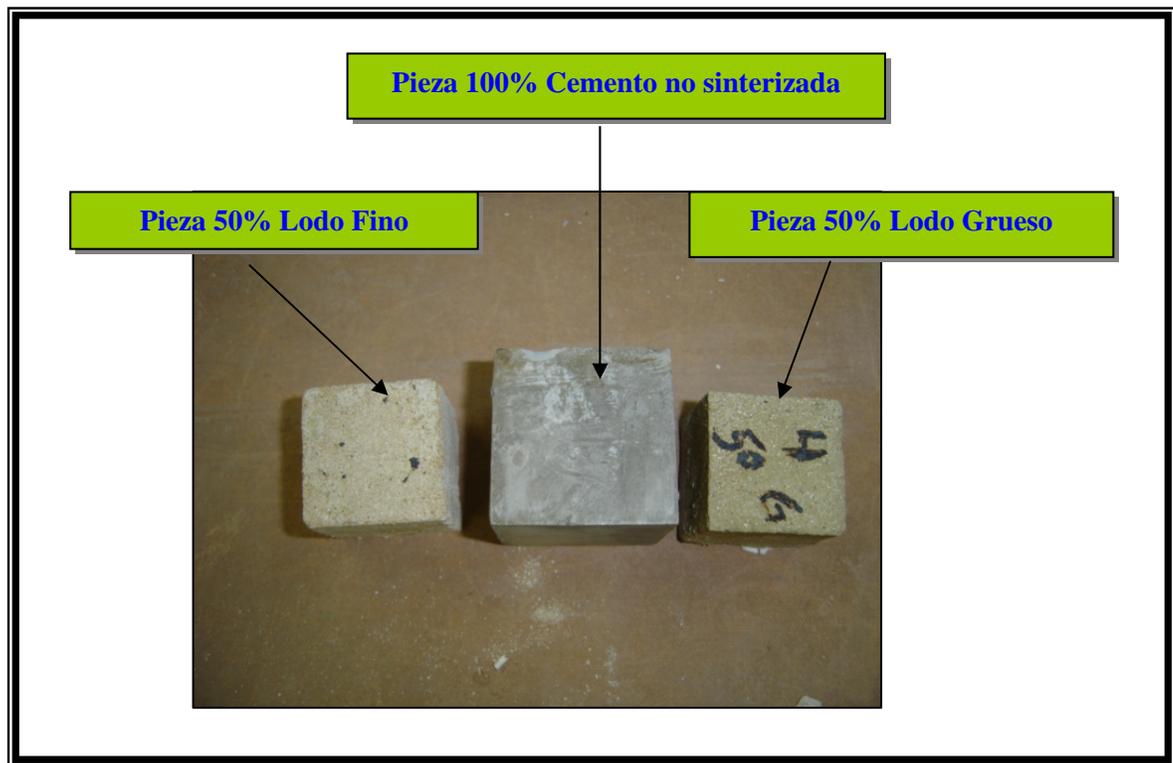
Se realizaron pruebas de sinterización solamente a las mezclas 1 y 3 a una temperatura de 1300 °C. La mezcla 3 fue preparada tanto con lodo fino, como grueso.

Según la figura 27 y la imagen de la figura 28, se muestra como la presencia de lodo ejerce un efecto importante en la contracción del volumen de las piezas horneadas. La ausencia de arena y el hecho que los óxidos de aluminio hidratado que componen los lodos pierden aproximadamente el 40% de su peso al a pasar a corindón, explican la fuerte reducción del tamaño.

Otro aspecto importante de mencionar es que la pieza de cemento puro se fundió, lo que indica el aumento de la capacidad refractaria del cemento modificado.



**Figura 27.** Contracción del volumen para diferentes especímenes al 50 % lodo – cemento sinterizados a 1300 °C. (Anexo 4)



**Figura 28.** Especímenes sinterizados a 1300 °C para mezclas al 50 % lodo – cemento sin arena

## CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

Se valoró la conductividad térmica del material lodo-cemento mediante un método basado en la medición del flujo de calor a través de varios materiales y la aplicación de la ecuación de Fourier<sup>(29)</sup>. (Anexo 5)

**PROCEDIMIENTO:**

Se prepararon tres placas de material (Figura 29), con la siguiente composición:

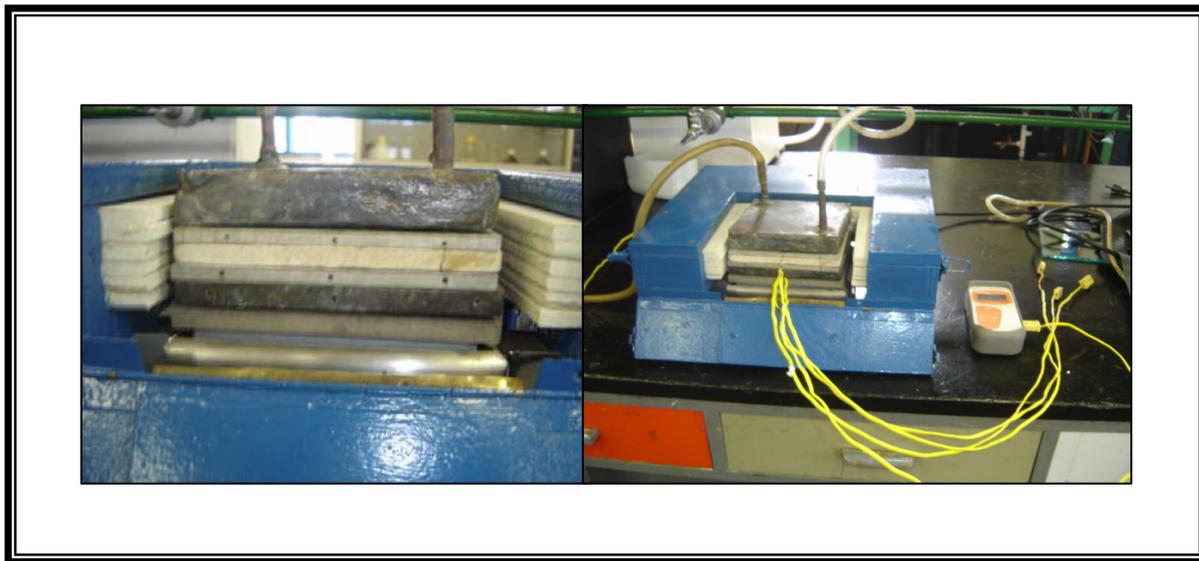
- Cemento 100%
- 50% lodo fino- 50% cemento
- 50% lodo grueso- 50% cemento
- 

Se siguió el procedimiento descrito por Vázquez <sup>(30)</sup>, en donde se utilizó un equipo que consiste de una plantilla de calentamiento como fuente de calor, sobre las cuales se disponen una serie de placas de materiales en el siguiente orden: cobre, aluminio, material (k desconocida), aluminio, baño de agua. Se colocaron termopares entre cada una de las placas, para determinar los cambios de temperatura en el proceso de transferencia de calor. (Figuras 30 y 31).

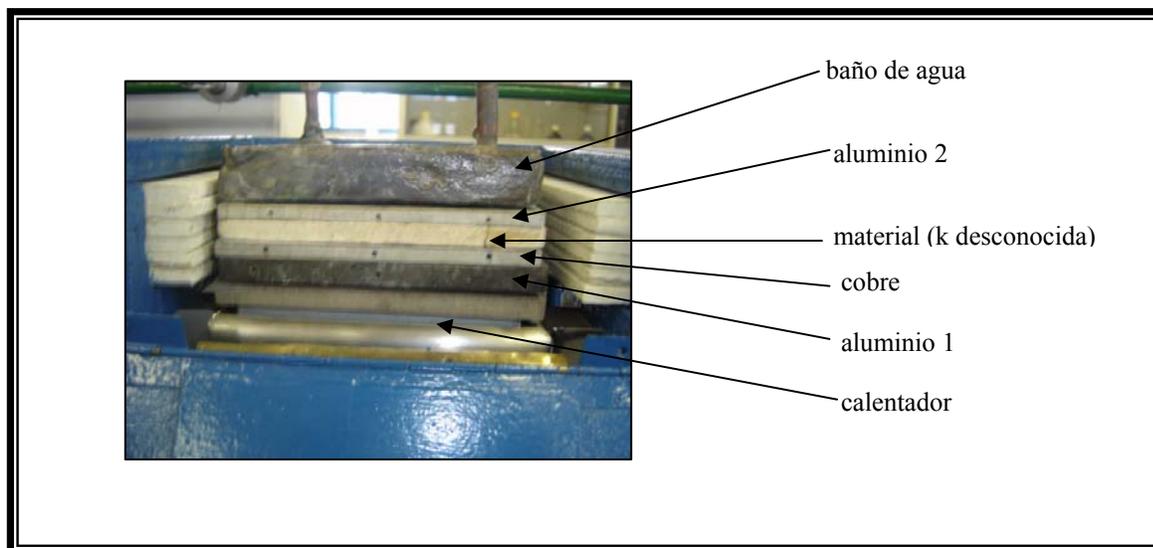
Se encendió el calentador al mínimo (Aprox 250W), se tomaron lecturas con un potenciómetro digital (marca Termocupla Temp. JKT, Acorn Series) hasta alcanzar el estado estacionario.



**Figura 29. Placas de cemento y lodo cemento para la determinación de la conductividad térmica**



**Figura 30.** Sistema para la determinación de la capacidad calórica (k), de las piezas de cemento y lodo-cemento.



**Figura 31.** Distribución de las capas de los diferentes materiales, para la determinación de la capacidad calórica (k) de las piezas de cemento y lodo cemento.

## RESULTADOS

**Cuadro 25. CONDUCTIVIDADES TERMICAS DEL CEMENTO MODIFICADO Y CEMENTO DE USO GENERAL. (Anexo 5)**

<b>MATERIAL</b>	<b>DENSIDAD (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>CONDUCTIVIDAD TERMICA (k) J/sm°C</b>
ASBESTO	1,34	26,5
100% CEMENTO	2,00	41,2
50% LODO FINO-50% CEMENTO	1,26	25,87
50% LODO GRUESO-50% CEMENTO	1,19	22,89

Según los resultados del cuadro anterior, se puede determinar que los cementos modificados, presentan menores conductividades y densidades que el cemento de uso general, lo cual tiene congruente con el resultado de porosidad determinado en pruebas anteriores, (figura 26), en donde los cementos modificados presentan mayores porosidades.

Los poros en el material generan pequeñas espacios llenos de aire que actúan como cámaras aislantes, reduciendo la masa del material y capacidad de transferencia de calor de un material.

Según los resultados experimentales, el cemento modificado presenta conductividades térmicas muy cercanas al asbesto, lo cual lo convierte en un material interesante para el desarrollo de aislantes para fines constructivos.

## CONCLUSIONES

- La porosidad aumenta significativamente en el cemento modificado, especialmente en las probetas de solo cemento y con lodo grueso.
- La resistencia de las probetas de solo cemento son similares e inclusive mayores para las probetas de mortero.
- Las piezas con cemento modificado son mucho más ligeras que el cemento de uso normal.
- Las piezas sometidas a 1300 °C se sinterizan disminuyendo su porosidad, no se llegan a fundir, lo que le da cierto carácter refractario.
- Es importante la presencia de la sílice para minimizar la deformación de las piezas al sinterizarlas.
- El cemento modificado presenta una menor conductividad térmica en comparación al cemento de uso general, por lo que lo convierte en un mejor aislante.



**CONCLUSIONES Y  
RECOMENDACIONES  
FINALES**

Las pruebas realizadas a las diferentes mezclas demuestra que el lodo incorporado al cemento, modifica sus características iniciales, acelerando los tiempos de fragua ,aumentando la porosidad del material, condición que afectó negativamente la resistencia del cemento, pero aumentó su capacidad aislante, adicionalmente el análisis termogravimétrico demuestra que el lodo es un material con cualidades refractarias.

En cuanto a las bajas resistencias del cemento modificado considero que se deberían de realizar futuros estudios mejorando la molienda para obtener un material mas fino y lograr una mejor reacción con el cemento. También se debería de probar con cementos de mayor resistencia y hacer los ajustes de yeso a la mezcla final con el objetivo de aumentar los tiempos de fragua y lograr de esta manera desarrollar mejores resistencias.

Los resultados no son del todo satisfactorios en base a las expectativas de los objetivos del proyecto, pero considero que este estudio es bastante preliminar y que esta dando la pauta hacia donde dirigir las investigaciones futuras de este residuo, que a mi criterio debería de orientarse hacia el desarrollo de ladrillos refractarios, materiales aislantes y por la alta porosidad que presentó los cementos modificados, se podría emplear como aditivo en sistemas que se requiera la permeabilidad por ejemplo en concretos para carreteras.

Un aspecto interesante de trabajo es que se está desarrollando investigación aplicada a las necesidades de nuestro sector industrial, que en este caso particular se está tratando de darle uso a un residuo, que hasta el momento se está desechando y que es un material que presenta potencialidades de utilización en el desarrollo de otros materiales.



## **APORTES Y ALCANCES**

El aporte mas importante de esta investigación es la interacción Universidad- Industria, en donde la universidad colabora con el sector productivo del país en la solución de problemas, los cuales por las actuales estructuras y factores económicos de nuestro sector productivo, muy pocos tienen la posibilidad de realizar investigación. Este campo debe ser desarrollado a través del trabajo conjunto Universidad- Industria y conjuntamente tratar de encontrar soluciones propias a nuestros problemas locales.

Considero que esta investigación está dentro de este perfil antes mencionado, en donde se trató de darle un uso al lodo residual de la Empresa Extralum .S.A, que siendo este un material rico en óxidos de aluminio se está disponiendo en un relleno sanitario implicando esto no solamente el desaprovechamiento de un material con potencialidades sino también, el uso de un espacio físico, que por sus características debemos de tratar de optimizar su uso, como lo son los rellenos sanitarios.

En cuanto al alcance de esta investigación considero que cumplieron todos los objetivos planteados, sin embargo sería interesante realizar una segunda fase en la cual se realizaran los ajustes mencionados en las conclusiones finales y recomendaciones.



# **BIBLIOGRAFIA**

- 1) Araya, W. "Reporte Nacional de Manejo de Materiales". PROARCA USAID CNP+ Costa Rica.2002.
- 2) Acuerdo bilateral de Desarrollo Sostenible Costa Rica-Holanda. "Manejo de Desechos Sólidos y Peligrosos", Costa Rica.1994.
- 3) Bravo, M. "Minimización de Residuos". Seminario Internacional CYTED, Costa Rica, 1999.
- 4) Carranza, C. "Alternativas para la Reducción y Aprovechamiento de los Lodos Residuales de Extralum.S.A", Tesis, Universidad de Costa Rica, 2002.
- 5) Ecocim. "Co-procesamiento de residuos industriales". Costa Rica, 2005.
- 6) Carranza, C. Montero, M. *Tecnología en Marcha*, ITCR, **2002**, Vol 15, No 3, p53.
- 7) Información suministrada por el Sr. Carlos Carranza.
- 8) Eart, G; Davis, H; Kelly, J. "Composition and Properties of Concrete".2da Edición. McGraw-Hill: New York, 1968.
- 9) Bhatti, J. "Role of Minor Elements in Cement Manufacture and Use", Research and Development Bulletin RD 109T, Portland Cement Association, Skokie: Illinois, U.S.A, 1995.
- 10) Escalante, J.*Avance y Perspectiva*, **2002**, Vol 21, p79-87.
- 11) Información suministrada por el Instituto Costarricense del Cemento y del Concreto. San José. Costa Rica, 2005.
- 12) Rossi, F. *Ing.Cienc.Quím.***2004**. Vol 21, No 1-2, 56-58.
- 13) Reglamento Técnico RTCR383:2004 Cementos Hidráulicos. Especificaciones. La Gaceta Diario Oficial: Costa Rica .No 49. Jueves 10 de marzo del 2005.
- 14) ASTM. "Standard Specification for Portland Cement". C 150-00.
- 15) Environmental Protection Agency. "Method 3050B: Acid digestion of Sediments, Sludges and Soils". 1996.
- 16) Mora, M: "Manual Curso de Laboratorio de Concreto". CIVCO-ITCR: Costa Rica.1985.
- 17) ASTM "Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency". C305-99
- 18) ASTM "Standard Specification for standard Sand". C778-00

- 19) Neville, A. "Tecnología del Concreto. Tomo II". Editorial Limusa.S.A: México, 1989.
- 20) ASTM. "Specification for Flow Table for Test of hydraulic Cement". C230-98.
- 21) ASTM. "Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (using 2 in. 50mm cube specimens)". C109-99.
- 22) ASTM. "Test Method for Tensile Strength of Hydraulic Cement Mortar". C190-85.
- 23) Neville, A. "Tecnología del Concreto. Tomo I". Editorial Limusa.S.A: México, 1989.
- 24) ASTM. "Standard Test Method for Normal Consistency of Hydraulic Cement".C187-98.
- 25) Venuit, M; Papadakis, M. "Control y Ensayo de Cementos, Morteros y Hormigones". URMO S. A .de Ediciones: España, 1975.
- 26) ASTM. "Test Method for Time of Setting of Hydraulic Cement Mortar by Vicat Needle". C191-99.
- 27) ASTM. "Making and Curing Concrete Test Specimens in the Laboratory". C 192-81.
- 28) Büchnor, W; Schliebs, R; Winter, G; Büchel, KH. "Industrial Inorganic Chemistry". Editorial VCH: Alemania, 1989.
- 29) Incropera, Frank; De Witt, D. "Fundamentos de Transferencia de Calor". 4ta edición. Prentice Hall: México, 1999.
- 30) Vásquez, Alvaro. "Diseño de un Laboratorio para la medición dela Conductividad Térmica y la Capacidad Calorífica". Tesis, Universidad de Costa Rica, 1989.



# **ANEXOS**

