

Pontificia Universidad
JAVERIANA
Cali

Tesis de Grado

**Estudio del efecto del tamaño de partícula de
escoria de aluminio calcinada utilizada como
reemplazo parcial de cemento en las
propiedades mecánicas de morteros**

Dirigido por Ph. D. Adriana Gómez
Co-director Ph. D. Mario Muñoz

Orozco Erazo, Deimar Alejandro
novide@javerianacali.edu.co

Vega Báez, Jaime Andrés
jaimevegabaez@javerianacali.edu.co

2 de septiembre de 2022



Acta de Correcciones al Proyecto de Grado Ingeniería Mecánica

Fecha: 9 de septiembre de 2022

Autores: Deimar Alejandro Orozco Erazo y Jaime Andrés Vega Báez

Nombre del Proyecto de Grado: Estudio del efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada utilizada como remplazo parcial de cementos en las propiedades mecánicas de morteros

Director: Adriana Gómez Gómez
Co-Director: Mario Fernando Muñoz Vélez

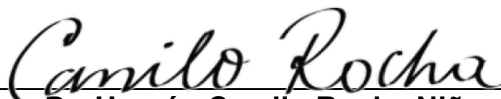
Como indica el artículo 2.27 de las Directrices de Trabajo de Grado, he verificado que los estudiantes indicados arriba han implementado todas las correcciones que los Jurados del Proyecto de Grado definieron que se efectuaran, como consta en el Acta de Calificación correspondiente.

Firma de Directora del Proyecto de Grado

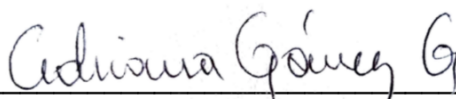
Firma de Co-Director del Proyecto de Grado

Nota de Aceptación

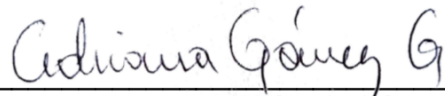
Aprobado por el Comité de Trabajo de Grado en cumplimiento de los requisitos exigidos por la Pontificia Universidad Javeriana para optar el título de Ingeniero Mecánico.



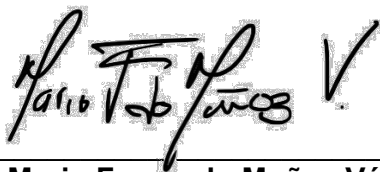
Dr. Hernán Camilo Rocha Niño
Decano de la Facultad de Ingeniería



Dra. Adriana Gómez Gómez
Directora de la Carrera de Ingeniería Mecánica.



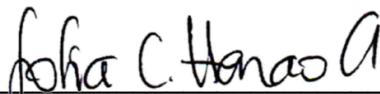
Dra. Adriana Gómez Gómez
Directora Trabajo



Dr. Mario Fernando Muñoz Vélez
Co-Director Trabajo



Dr. Manuel Alejandro Rojas Manzano
Jurado 1



ING. Sofía Catalina Henao Aguirre
Jurado 2

Santiago de Cali, 10 de agosto de 2022

Señores
Pontificia Universidad Javeriana Cali
Dr. Hernán Camilo Rocha Niño
Decano
Facultad de Ingeniería y Ciencias
Santiago de Cali

Cordial saludo,

Por medio de la presente nos permitimos presentarle el Trabajo de Grado titulado “Estudio del efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada utilizada como remplazo parcial de cemento en las propiedades mecánicas de morteros”.

Esperamos que este trabajo reúna todos los requisitos académicos, cumpla el propósito para el cual fue creado y sirva de apoyo para futuros proyectos relacionados con la materia.

Atentamente,



Deimar Alejandro Orozco Erazo (1801186)



Jaime Andrés Vega Báez (8939285)

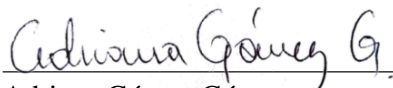
Santiago de Cali, 10 de agosto de 2022

Señores
Pontificia Universidad Javeriana Cali
Director Carrera de Ingeniería Mecánica
La ciudad

Cordial saludo,

Nos permitimos informarle que los estudiantes de Ingeniería Mecánica Deimar Alejandro Orozco Erazo y Jaime Andrés Vega Báez con código 1801186 y 8939285 respectivamente, trabajaron bajo nuestra dirección en el Trabajo de Grado denominado Estudio del efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada utilizada como remplazo parcial de cemento en las propiedades mecánicas de morteros el cual está listo para ser sustentado.

Atentamente,


Adriana Gómez Gómez


Mario Fernando Muñoz Vélez

Alejandro Orozco

A mis amados padres Deimar y Lorena, y a mi hermana Gabriela por su apoyo constante. A mi tía Tica por su compañía y buenos consejos. A mi novia Ana María por creer en mí siempre.

Jaime Vega

A mis padres Jose Noe y Edilma, por su amor, trabajo y sacrificio en todos estos años, gracias a ustedes he logrado llegar hasta aquí. Ha sido el orgullo y un privilegio ser su hijo, son los mejores padres. También a mis hermanas Gina y Juliana por estar siempre presentes, acompañándome y por el apoyo moral que me brindaron a lo largo de esta etapa de mi vida y por ultimo a todas las personas que me han apoyado y han hecho que el trabajo se realice con éxito en especial a aquellos que nos abrieron las puertas y compartieron sus conocimientos.

Agradecimientos

A nuestra Directora la doctora Adriana Gómez Gómez, por su inmenso apoyo, acompañamiento y paciencia con nosotros durante toda nuestra carrera académica y este trabajo. Por enseñarnos temas específicos, por dedicar más tiempo del designado para este trabajo, por apoyarnos y corregir nuestro texto, por ir siempre más allá para llevar a cabo una tarea, y por inspirarnos a ser excelentes profesionales.

A nuestro Co-Director el doctor Mario Fernando Muñoz Vélez por su colaboración con el proceso de calcinación y las micrografías SEM usadas en este trabajo.

A Erlo Travi, por su retroalimentación, guía y buenas conversaciones durante la fabricación de morteros.

A Mayra Alejandra Galvis Medina y Victoria Eugenia Cerón Galvis por su acompañamiento durante los procesos de calcinación.

A Daniel Parra y Byron Delgado por colaborar con nosotros en los ensayos de morteros.

A Juan David Contreras y Bleider Arizala por su colaboración con nosotros durante nuestra carrera.

A Daniel Escobar de la Universidad de Manizales por su ayuda con los ensayos de DRX de este trabajo.

A todos nuestros amigos y próximos colegas de nuestra carrera: Marcela, Laura, Nicol, Piedrahita, Eduardo, Juan José, Cristian, Martín y todos aquellos que nos conocieron, por su amistad y colaboración de siempre.

A nuestros profesores: Jhoan Acevedo, Hader Madera, Manuel Valencia, Jorge Estela, Jonnathan Muñoz, Janneth Torres, Sebero Ugarte y Olga Delgadillo que nos prepararon como profesionales.

A todos aquellos que de una forma u otra ayudaron a la realización de este trabajo.

Contenido

Índice de Figuras	10
Índice de Tablas	12
1. Planteamiento del Problema	16
2. Objetivos	18
2.1. Objetivo general	18
2.2. Objetivos específicos	18
3. Estado del Arte	19
3.1. Producción de aluminio	19
3.2. Escoria de aluminio	19
3.3. Técnicas para caracterización de escoria de aluminio	20
3.3.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	20
3.3.2. Técnica de fluorescencia de rayos X (FRX)	20
3.3.3. Método de bromo-metanol	21
3.3.4. Técnica de difracción de rayos X (DRX)	21
3.3.5. Morteros	22
3.3.6. Cementos	22
3.4. Revisión de antecedentes	22
3.4.1. Aplicaciones de la escoria de aluminio en la industria como subproducto	22
3.4.2. Calcinación de la escoria de aluminio	24
4. Materiales y métodos	25
4.1. Preparación de la muestra	26
4.2. Separación por tamaño de partícula	27
4.3. Calcinación	28
4.3.1. Macerado	29
4.4. Caracterización del material	31
4.4.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	31

4.4.2.	Difracción de Rayos X (DRX)	31
4.5.	Fabricación de morteros	31
4.5.1.	Preparación de la arena	33
4.5.2.	Selección del cemento	34
4.5.3.	Proceso de mezclado	34
4.5.4.	Ensayos de mezclas	35
4.5.5.	Formaleteado	35
4.5.6.	Desformaleteado y curado	36
4.6.	Caracterización mecánica de morteros	36
4.6.1.	Ensayo de flexión en vigas	37
4.6.2.	Ensayo de compresión en vigas y cubos	37
4.6.3.	Ensayo de absorción en cubos	39
4.6.4.	Ensayo de densidad relativa	39
5.	Resultados y Discusión	40
5.1.	Análisis de DRX	40
5.2.	Análisis de SEM & EDS	43
5.3.	Propiedades en Estado Fresco	46
5.4.	Propiedades en Estado Endurecido	47
5.4.1.	Influencia del tamaño de partícula y de la calcinación en la resistencia a la compresión	47
5.4.2.	Influencia del tamaño de partícula y de la calcinación en resistencia a la flexión	48
6.	Conclusiones	50
6.1.	Recomendaciones	50
7.	Bibliografía	51

Índice de Figuras

3.1. Diagrama explicativo de la Ley de Bragg para DRX.	21
4.1. Diagrama del proceso de la escoria de aluminio.	25
4.2. Recolección y tamizado de la escoria.	26
4.3. Máquina de los ángeles, escoria resultante de la molienda y las 12 bolas de hierro.	27
4.4. Tamices utilizados para la separación granulométrica de la escoria de aluminio.	27
4.5. Tamizadora utilizada para la separación granulométrica de la escoria de aluminio.	28
4.6. Mufla Terrigeno D8 utilizada para el proceso de calcinación con crisol de grafito.	29
4.7. Aglomeraciones de T1 después de la calcinación.	29
4.8. Experimento con micro-deval para desaglomerar la escoria después de la calcinación.	30
4.9. Comparación antes y después del macerado manual de T1.	30
4.10. Pulverización de las muestras calcinadas en el micro-deval.	31
4.11. Diagrama del proceso de fabricación de morteros.	32
4.12. Proceso de determinación de humedad de la arena para la mezcla.	33
4.13. Tamizado de 44 kg de arena para la mezcla.	33
4.14. Máquina mezcladora utilizada para humedecer la arena.	34
4.15. Arena, cemento, agua y escoria de aluminio para hacer la mezcla.	34
4.16. Ensayo de densificación de la mezcla.	35
4.17. Imágenes del ensayo de fluidez.	35
4.18. Formaletas, compactación, enrasado, cubierta en papel film y fraguado.	36
4.19. Desformaletado y curado de morteros.	36
4.20. Dimensiones y marcas para compresión y flexión en vigas.	37
4.21. Máquina universal de ensayos (flexión en vigas).	37
4.22. Dimensiones para los morteros en cubos, cubo en máquina de ensayos y <i>media-viga</i> con platinas.	38
4.23. Morteros con escoria calcinada después de ensayos de compresión, absorción y flexión.	38
5.1. Difractogramas de muestra sin lavar (E) y de muestra lavada (EL).	40
5.2. Curvas de difracción para muestras T1 SC.	41
5.3. Curvas de difracción para muestras calcinadas.	42

5.4. Micrografías antes y después del lavado de la escoria de aluminio (cristales en círculos rojos).	43
5.5. Imágenes SEM de escoria lavada T1, T2 y T3.	44
5.6. Imágenes SEM de escoria lavada vs. escoria calcinada (x5000) con estructuras cristalinas señaladas en círculos azules.	45
5.7. Micrografías de escoria lavada calcinada T1, T2 y T3 con zonas amorfas en rojo y cristales en azul.	45
5.8. Resistencia a la compresión en función de los días de curado de cubos, <i>Ref</i> y <i>SC</i> obtenidos por Parra [32].	47
5.9. Resistencia a la compresión en función de los días de curado de vigas, <i>Ref</i> y <i>SC</i> obtenidos por Parra [32].	47
5.10. Resistencia a la flexión en función de los días de curado de vigas, <i>Ref</i> y <i>SC</i> obtenidos por Parra [32].	48

Índice de Tablas

4.1. Comparación de la distribución granulométrica de la escoria de aluminio sin moler y molida.	28
4.2. Distribución granulométrica de la escoria de aluminio calcinada y macerada.	30
4.3. Diseño de mezcla ajustado para 4,4 L.	34
5.1. Análisis químico mediante EDS semi cuantitativo de las muestras de escoria.	43
5.2. Resultados del ensayo de fluidez de la mezcla con escoria calcinada.	46
5.3. Resultados del ensayo de fluidez de la mezcla con escoria sin calcinar (SC) obtenidos por Parra [32].	46
5.4. Densificación de la mezcla.	46
5.5. Resultados del ensayo de absorción, <i>Ref</i> y <i>SC</i> obtenidos por Parra [32].	48
5.6. Densidad relativa bulk o aparente, SSS y nominal para los morteros (Ds: densidad relativa).	49

Resumen

En este trabajo se utilizó escoria de aluminio, proveniente de la industria secundaria de aluminio, que fue calcinada y lavada para usarla como sustituto parcial de cemento en una mezcla para fabricar morteros. La escoria de aluminio sustituyó el 5 % del cemento en la mezcla, en tres tamaños de partícula diferentes: entre 300 μm y 150 μm , entre 150 μm y 75 μm y menos de 75 μm . Para ello, se pulverizaron 5 kg de escoria de aluminio en un molino rotatorio durante 30 min a 1.000 rpm, utilizando 12 bolas de acero. A continuación, se llevó a cabo un proceso de separación del tamaño de las partículas para garantizar el tamaño requerido. Posteriormente, se realizó el proceso de calcinación en un horno con una rampa de temperatura de 8 horas hasta alcanzar los 1.200 $^{\circ}\text{C}$, luego se mantuvo a esa temperatura durante 2 h y se enfrió durante 12 h al aire. La calcinación de la escoria de aluminio aglomeró el material, por lo que fue necesario un proceso de maceración y un segundo proceso de separación granulométrica para recuperar la granulometría de antes de la calcinación. Posteriormente, se fabricaron los morteros a los que se les realizaron ensayos de fluidez y densidad al concreto, así como ensayos de compresión y flexión a los 7, 28 y 56 días de curado. También se hicieron pruebas de absorción y densidad relativa a los 28 días de curado. La escoria de aluminio se caracterizó mediante el método de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de dispersión de energía. Los resultados mostraron que el proceso de lavado realizado a la escoria de aluminio atenuó la presencia de AlN, y que el proceso de calcinación promovió la cristalización del material y la transformación de las fases hasta obtener únicamente: Al_2O_3 y MgAl_2O_4 . Finalmente, las propiedades mecánicas de los morteros fueron iguales y en algunos casos mejores que las propiedades de morteros de referencia (morteros realizados con cemento puro).

Abstract

In this work washed calcinated aluminum dross, coming from aluminum secondary production, was used as a substitute of cement in a mixture to make mortars. The aluminum dross replaced 5 % of cement in the mixture in three different particle sizes: between 300 μm and 150 μm , between 150 μm and 75 μm and less than 75 μm . Five kilograms of aluminum dross were pulverized in a rotary mill during 30 min at 1.000 rpm using 12 steel balls. Then, a particle size separation process was performed to ensure the required particle size. The calcination process in the dross was carried out in a furnace using a temperature ramp of 8 hours until reaching 1.200 $^{\circ}\text{C}$, then this temperature was sustained during 2 h and after cooled for 12 h in air. The calcination of the aluminum dross produced the material agglomeration, therefore, maceration and second particle size separation processes were required in order to recover the original particle size. Afterwards, mortars were fabricated. Fluidity and density tests were done to the mortars as well as compression and flexure tests at 7, 28 and 56 days of curing. Also, absorption and relative density tests were done after 28 days of curing. The aluminum dross was characterized using x-ray diffraction method, scanning electronic microscopy and energy dispersive spectroscopy. The results showed that the washing process diminished the amount of AlN in the aluminum dross, and the calcination promoted the cristalization and the phase transformation to the Al_2O_3 and MgAl_2O_4 phases. Finally, the mechanical properties of the mortars were equal and in some cases better than the reference mortars (done with pure cement).

Introducción

El aluminio es utilizado ampliamente en el sector de manufactura y construcción, que a su vez, son sectores responsables por el 31 % de gases de efecto invernadero producidos anualmente en el mundo [1]. En 2020, se produjeron aproximadamente 3,800 millones de toneladas según la Organización Internacional de Aluminio [2]. China el país con mayor producción desde hace más de dos décadas [2]. Esta producción presenta un impacto ambiental, especialmente por la generación de un subproducto de la producción secundaria de aluminio denominado *escoria*, que se genera en grandes cantidades durante al proceso de fundición [3]. Generalmente, el polvillo no tiene ningún uso y es depositado sobre el suelo en las fundidoras que presentan dificultades para hacer una disposición adecuada de él. El manejo de este subproducto aún es materia de investigación puesto que es muy abundante.

También, ocurre que el aluminio no se degrada cuando se recicla y en el año 2009 se estimó que un 75 % de todo lo producido hasta entonces aún estaba en uso [4]. Sin embargo, el proceso de *fundición*¹ con el que se produce generalmente, consume el 4 % de la energía eléctrica global y genera grandes cantidades de *escoria de aluminio*² [5]. Además, para producir 1 kg de aluminio primario, se requieren 4 kg de *bauxita*, roca sedimentaria y principal fuente de aluminio del mundo. De la que previamente se tuvo que extraer 1,93 kg de alúmina. Luego, en el proceso de fundición se generan entre 0,4 – 0,5 kg de CO₂ junto con una cantidad de escoria de aluminio [6]. Sin embargo, este valor no incluye otros aspectos como las emisiones generadas por: la minería de la bauxita, el proceso de electrólisis para obtener la alúmina, el consumo de electricidad o el transporte que pueden contribuir con 3,3 kg sólo de CO₂, además de otros gases. Se estima que un 50 – 80 % de las emisiones generadas en la fundición de aluminio son por factores externos [7].

Por otra parte, al sector de la construcción se le atribuye un gran impacto ambiental. Especialmente por la producción del cemento. El cemento se fabrica principalmente de *piedra caliza*, que constituye un 85 % del total del compuesto. Pero, el problema se da porque el proceso es básicamente: piedra caliza más calor, que resulta en CO₂ más óxido de calcio (CaO) [8]. Esta reacción inherente a la producción del cemento, lo convierte en uno de los retos ambientales más importantes de la actualidad, por cada tonelada producida de cemento, se genera de manera inevitable una tonelada de CO₂ [9]. No se han realizado grandes avances en la industria del cemento porque se ha evidenciado que al añadir otros compuestos al calcio (extraído de la piedra caliza), se afecta de manera negativa el desempeño mecánico y ambiental³ de los productos cementosos [10].

Con el fin de disminuir el impacto ambiental generado por la producción de cemento gran parte de las investigaciones estén centradas en la captura, manejo y almacenamiento del CO₂ durante su producción. Sin embargo, otra posibilidad de mitigar el impacto ambiental puede ser buscar distintas alternativas de sustitución de este materia por ejemplo, haciendo uso de la escoria de aluminio rica en *alúmina* para producir morteros [11, 3].

Ahora bien, estudios preliminares han explorado la posibilidad de usar escoria de aluminio en la fabricación de morteros y cemento [3, 11], y se ha encontrado que el tamaño de partícula afecta las propiedades mecánicas de los cementos al adicionarse como sustituto parcial del material de relleno [12, 13].

Por otro lado, estudios previos⁴ han mostrado que la alúmina, material muy demandado en la industria

¹Ver sección 3.1

²Ver sección: 1

³Refiriéndose a la resistencia a factores ambientales tales como la lluvia y la exposición directa al sol.

⁴La escoria lavada es escoria que ha pasado por un proceso de lavado con agua, éste proceso elimina ciertos compuestos no deseables para un buen desempeño mecánico de una mezcla de cemento, el lavado se explica en la sección 4.1.

debido a sus excelentes propiedades químicas y físicas, mejora las propiedades mecánicas de morteros al ser utilizado como reemplazo del cemento [14], y este material puede ser obtenido a partir de procesos de calcinación⁵ de la escoria [15]. Teniendo en cuenta todo lo anterior, en este el objetivo de este trabajo es estudiar el efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada en las propiedades mecánicas de morteros, al ser utilizada como reemplazo parcial de cemento en morteros.

⁵Ver sección: 4.3

Capítulo 1

Planteamiento del Problema

En el mundo se generan en promedio 5 mega-toneladas de escoria de aluminio al año, de las cuales cuatro son de escoria blanca y una es de escoria negra [16]. De la escoria negra aproximadamente el 95 % es descartada en rellenos sanitarios, debido a que este subproducto generado de la fundición secundaria de aluminio no tiene aún una utilidad [16]. Además, posee un gran índice de contaminación debido a la presencia de nitruro de aluminio en la escoria [17]. Esto ocurre debido a que, al entrar en contacto con el agua, se emiten a la atmósfera gases como el hidrógeno o amoníaco. Siendo éste último el que tiene mayor presencia en la escoria. También es uno de los principales gases contribuyentes al efecto invernadero, llegando a perjudicar la biodiversidad en las zonas aledañas al sitio de depósito de estos desperdicios. La exposición a los gases como el amoníaco tiene efectos directos sobre la salud de las personas. Esto también puede generar malestar en los animales y afecta a toda la población, que respira el aire contaminado. De aquí, surge la necesidad de buscar una reutilización de este subproducto, que por su porcentaje de alúmina puede servir como aditivo para aumentar dureza, resistencia, disminuir la corrosión, aislante térmico, recubrimiento, entre otros [16].

Además, cómo se mencionó antes, en la producción de cemento, se generan inevitablemente gases de efecto invernadero. Más aún, como la producción y consumo del cemento y la fundición de aluminio, se encuentran estrechamente ligados al progreso de un país, entonces no se debe minimizar la producción de ambos materiales [1]. Por otro lado, en referencia al aluminio, se puede evidenciar que su fundición se ha mantenido en un aumento constante durante más de dos décadas, donde China es el país que lidera la lista en cuanto a producción total de aluminio [2]. Por esto, es importante hallar un uso para la cantidad de escoria que se obtiene como residuo de la fundición.

Por otra parte, con el cemento ocurre una situación similar. La producción de cemento se ha mantenido constante desde hace más de dos décadas, y en el año 2019 se produjeron 4,100 millones de toneladas de cemento [18], y para lograr llegar en el año 2050 al “Cero-neto”¹, se necesita que se produzcan como máximo 0,59 toneladas de CO₂ por cada tonelada de cemento [18, 19].

En vista de que el impacto ambiental en ambos procesos es inevitable por el momento, combinar el residuo de la fundición (escoria de aluminio) dentro de una mezcla con cemento, evitaría en un porcentaje la cantidad de cemento a producir, reduciendo directamente las emisiones generadas por éste, la energía incorporada y la extracción de recursos naturales no renovables. Así, se le encontraría un uso a un residuo industrial. Entre mayor sea el porcentaje de escoria de aluminio en la mezcla, menor será la cantidad de cemento que hay que producir y por tanto, menores emisiones de CO₂ habrá. Además se le daría un uso a la escoria, evitando así que se disponga en rellenos sanitarios y se podría estar más cerca de la meta.

Se podría dar un valor a la escoria de aluminio que sería aprovechada por las compañías productoras de cemento y se elimina o reduce el residuo de los depósitos que se forman en las fundidoras que perjudican el medio ambiente. Además, en Europa y en Estados Unidos se están aplicando políticas que fomentan el uso de *cementos de bajo CO₂* en cualquier tipo de construcción [1]. Esto significa que una empresa productora de cemento, con sólo agregar 5 % de escoria de aluminio a su mezcla de cemento, ya tendría la posibilidad de ofrecer en su catálogo “*cemento Low-CO₂*” [20]. Y conserva la posibilidad de permanecer competitiva ante

¹El “Net-Zero.” es la meta de capturar la misma cantidad de CO₂ que se produce.

un mercado que busca reducir las emisiones de gases de efecto invernadero para cumplir con las metas del *Net-Zero* [19].

En resumen, los efectos positivos del reemplazo de cemento por escoria de aluminio en una mezcla de concreto son:

- Disminución de los gases de efecto de invernadero.
- Reducción del consumo de energía por la fabricación del cemento.
- Reutilización de un residuo industrial.

Capítulo 2

Objetivos

A continuación se presentan los objetivos planteados para este proyecto.

2.1. Objetivo general

Estudiar el efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada como remplazo parcial de cemento en las propiedades mecánicas de morteros.

2.2. Objetivos específicos

- Evaluar la composición química de escoria de aluminio proveniente de una empresa del Valle del Cauca dedicada a la fabricación de productos de aluminio, utilizando difracción de rayos X (DRX)¹, con el fin de definir las fases cristalinas presentes en el material.
- Determinar el cambio en la composición química de la escoria mediante difracción de rayos X después de los procesos de lavado y calcinación.
- Estudiar el efecto de la calcinación de la escoria en las propiedades mecánicas de los morteros con diferentes tamaños de partícula.

¹Técnica de Difracción de Rayos X.

Capítulo 3

Estado del Arte

3.1. Producción de aluminio

El aluminio es un material no ferroso de gran abundancia de la corteza terrestre. Este no se encuentra puro en la naturaleza sino que aparece fundamentalmente combinado con el oxígeno, formando así óxidos e hidróxidos, que a su vez se encuentran mezclados con óxidos de otros metales y sílice. El material del cual principalmente se extrae el aluminio se denomina bauxita [21].

La industria del aluminio se divide en industria primaria y secundaria. En la primaria el aluminio se obtiene a partir del mineral de bauxita. En la secundaria, el aluminio se produce a partir de la fundición de lingotes de aluminio provenientes de la industria primaria y de chatarra.

La obtención primaria del aluminio se divide en dos fases:

- **La extracción de la alúmina a partir de la bauxita:** La fase de obtención consiste en aislar la alúmina de los materiales que la acompañan. Para ello el primer paso es triturar la bauxita hasta obtener un polvo fino que será mezclado con sosa cáustica líquida y calentado a alta presión, la sosa cáustica disuelve los compuestos del aluminio.

Los materiales no aluminicos se separan por decantación. La solución cáustica del aluminio se enfría para luego recristalizar el hidróxido y separarlo de la sosa, que se recupera para su posterior uso. Finalmente se calcina el hidróxido de aluminio a temperaturas cercanas a 1000°C para así formar la alúmina [21].

- **La extracción de aluminio a partir de la alúmina por medio de electrólisis:** Se mezcla la alúmina con fluoruro de sodio (criolita) para eliminar los óxidos creados en fases anteriores. Luego se somete al proceso de electrólisis, sumergiendo en la cuba unos electrodos de carbono (tanto cátodo como ánodo). Al pasar la corriente eléctrica a través de la mezcla descompone la alúmina en oxígeno y en aluminio; el metal fundido se acumula en la parte inferior de la cuba en el polo negativo (cátodo), mientras que el oxígeno se acumula en el polo positivo (ánodo). Así obteniendo el aluminio con una pureza del 99,5% al 99,9% [21].

3.2. Escoria de aluminio

La escoria de aluminio es el principal residuo del proceso de fundición del aluminio, el cual se genera a partir de la reacción química entre el metal líquido y la atmósfera, generando así una capa superficial. La composición de la escoria de aluminio depende de la aleación que se esta fundiendo, pero en general se ha encontrado que puede estar compuesta principalmente por aluminio metálico Al, y otros óxidos tales como el óxido de aluminio o corundo Al_2O_3 , espinelio MgAl_2O_4 , espinelio defectuoso $\text{Mg}_{0,388}\text{Al}_{2,04}\text{O}_4$, diaoyudaoite $\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$ y nitruro de aluminio [22]. También, este material se divide en tres subcategorías que se pueden clasificar de la siguiente manera:

Escoria con alto contenido de metal: Se caracteriza por su gran contenido de aluminio que ronda en más del 50 % de su peso total y es denominada escoria blanca. Surge durante la producción primaria de aluminio y está constituida por un porcentaje en peso del 60-75 % de aluminio, 20-30 % de óxido y un 5-10 % de sales [23].

Escoria con bajo contenido de metal: Es generada mediante la fundición secundaria del aluminio, por lo que tiene un contenido de aluminio en peso menor que la escoria blanca en su composición. En promedio contiene entre el 5-20 % de aluminio y posee en mayor contenido sales. Esta escoria es denominada escoria negra [16].

Escoria salina: Se denomina “saltcake” o “escoria salina”, contiene un porcentaje de aluminio residual menor al 7 %, entre 15-30 % de óxido de aluminio, entre el 30-55 % de cloruro de sodio y un 15-30 % de cloruro de potasio. Proviene de la industria secundaria de aluminio o del reciclaje de escoria, procesos en los que se usan sales fundentes para disminuir la oxidación de la superficie. Dependiendo del tipo de material (chatarra) utilizada en la fundición podría presentar impurezas como carburos, nitruros, sulfuros y fósforos [23].

3.3. Técnicas para caracterización de escoria de aluminio

Para determinar la composición química de este material existen diversas técnicas. Como son: la microscopía electrónica de barrido (SEM), la técnica de fluorescencia de rayos X (FRX), el método de bromo-metanol y la técnica de difracción de rayos X (DRX).

3.3.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido (SEM) es una técnica que se basa en el principio de la microscopía óptica, pero se sustituye el haz de luz con uno de electrones. Su funcionamiento principal consiste en realizar un barrido de electrones sobre la muestra. Al alcanzar la superficie de la muestra genera unas partículas que principalmente son: electrones retro-dispersados, electrones secundarios, rayos X y otras partículas. El microscopio contiene unos detectores que recogen la energía y las transforma en imágenes y datos. Y se clasifican de la siguiente manera: detector de electrones secundarios con los que se obtienen imágenes de alta resolución; detector de electrones retro-dispersados con los que se obtiene una menor resolución de imagen, pero un gran contraste para identificar su superficie; y detector de energía dispersa que detecta los rayos X generados y permite realizar un análisis de la composición de la muestra. Esta técnica permite hacer el análisis de la morfología de las partículas al obtener imágenes tridimensionales de estas. También permite hacer análisis químico, con la desventaja de que este estudio es cualitativo, y se realiza a partir de la espectroscopia de energía dispersiva (EDS), que es una técnica analítica que permite la caracterización química y análisis elemental de materiales, por lo que no se podría determinar las fases cristalinas presentes en el material [3].

3.3.2. Técnica de fluorescencia de rayos X (FRX)

La técnica de fluorescencia de rayos X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X generada al excitar una muestra con una fuente de radiación X. La radiación X incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones, radiación X fluorescente o secundaria, con una longitud de onda característica que depende del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, y una intensidad directamente relacionada con la concentración química en la muestra [24].

Las principales ventajas de esta técnica es la facilidad a la hora del montaje de la muestra y su rapidez al hacer el ensayo. No obstante, esta técnica tiene la misma desventaja que la técnica (SEM), que entrega resultados cualitativos de los elementos químicos más no cuantitativos ni da las fases cristalinas del material si no solo un análisis de los elementos [23].

3.3.3. Método de bromo-metanol

El método de bromo-metanol es una técnica que consiste en disolver en una mezcla de metanol y bromo. La muestra de la escoria para determinar su contenido de aluminio, pesando antes y después de disolver la escoria en el metanol, y con el diferencial de peso se calcula el contenido de aluminio en la escoria. Este método solo requiere conseguir el metano y el bromo para luego calentarlos en una estufa común. Su mayor desventaja es que solamente determina el porcentaje de aluminio más no determina otras fases obtenidas en este material. También este método tiene un porcentaje de error elevado por lo que no es muy confiable [11].

3.3.4. Técnica de difracción de rayos X (DRX)

Según Gómez [17] la técnica de difracción de rayos X es una de las más utilizadas para determinar la composición química y las fases presentes en un material, que es básicamente el fenómeno de interacción entre los rayos X incidentes y los electrones del material. No obstante, sus principales desventajas son su elevado costo y la complejidad para montar la muestra en el equipo.

Los rayos X son ondas electromagnéticas como la luz pero de más alta energía. O en otras palabras, de longitud de onda (λ) más corta. La generación de rayos X se realiza en un tubo al vacío, con un cátodo como fuente de electrones y un ánodo como objetivo. Al aplicar un alto voltaje entre las placas, los electrones chocan con el ánodo y al perder energía se producen los rayos X. Estos rayos X son dirigidos hacia la muestra en un ángulo θ (ver Figura 3.1) [17]. El rayo incidente sobre los átomos de la muestra excita los electrones que irradian radiación en todas las direcciones generando un fenómeno de interferencia constructiva o destructiva por ciertos grupos de planos cristalinos.

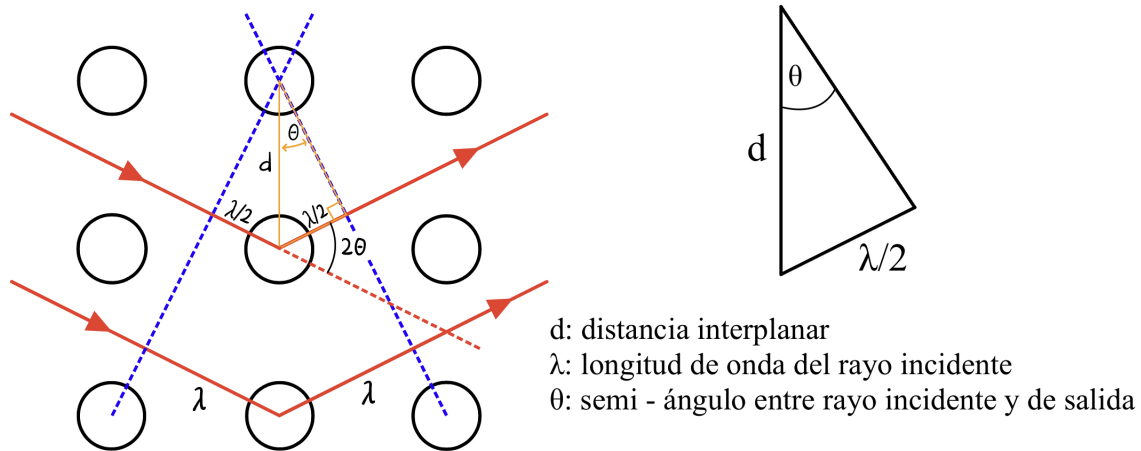


Fig. 3.1: Diagrama explicativo de la Ley de Bragg para DRX.

La interferencia constructiva ocurre cuando el ángulo del rayo incidente es igual al ángulo de reflexión. Esto significa que la amplificación fuerte de los rayos X ocurrirá sólo en números enteros de λ . Por ejemplo, en la Figura 3.1 ocurre interferencia constructiva porque los rayos reflejados están alineados. Es decir, que el segundo rayo debe viajar un número entero de longitud de onda. En este caso, una mitad ($\lambda/2$) viajó en el lado incidente, y la otra mitad en el lado reflejado entre los dos primeros planos, resultando en una longitud de onda completa. En los dos planos siguientes, se tiene una longitud de onda en el lado incidente y otra en el lado reflejado, lo que suma 2λ . Este *refuerzo* ocurre a lo largo del cristal, lo que genera **picos** en ángulos muy específicos de incidencia, permitiendo identificar las fases y los elementos presentes en la muestra por el fenómeno de difracción de rayos X.

Ahora bien, la ley de Bragg permite calcular el espacio entre átomos aplicando la función *seno*. Para el triángulo que se observa en la Figura 3.1, aplicando la función *seno* y reordenando la ecuación se obtiene la Ley de Bragg en la Ecuación 3.1.

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d} \Rightarrow n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

3.3.5. Morteros

El mortero es una pasta trabajable que se prepara agregando agua a una mezcla de material aglutinante (también llamado matriz), agregado fino y en algunas ocasiones aditivos. Es prácticamente hormigón sin el agregado grueso. Dependiendo de su endurecimiento existen dos tipos de morteros: Los aéreos que son aquellos que endurecen al aire al perder agua por secado y fraguan lentamente por un proceso de carbonatación, y los hidráulicos o acuáticos que endurecen bajo el agua, debido a que su composición les permite desarrollar resistencias iniciales relativamente altas [25], también dependiendo la variación de las proporciones y los componentes que se le adicionan como el yeso, la cal o cemento, dan a lugar distintos tipos de morteros como:

- Cemento: que son una combinación homogénea de cemento, arena y agua. Los diferentes morteros de cemento se obtienen mezclando diferentes proporciones de argamasa y agregados.
- Cal: que son un tipo de mortero en el que se utiliza la cal como material aglutinante y la arena como agregado fino. Generalmente la cal que se utiliza en construcción es en forma de hidróxido de calcio.
- Yeso: que consisten en la mezcla de yeso con arena blanda como material aglutinante y agregado fino; tiene gran adhesión, no es fácil de pulverizar o agrietar, es fácil de usar y ahorra costos [26].

3.3.6. Cementos

Algunas características que se destacan del cemento son que es un ligante de tipo hidráulico. Esto significa que se endurece después de estar bajo la acción del agua y luego dejarse al aire libre, también este material interviene en la instalación de pavimentos, revocos, morteros y bloques de hormigón, lo que demuestra que puede desempeñar muchas funciones en un sitio de construcción[27]. El cemento dependiendo el uso que se le vaya a dar se clasifica en distintos tipos según NTC 121:

- Tipo UG: es fabricado y usado muy comúnmente en todo el mundo debido a su versatilidad.
- Cemento resistente a los sulfatos (ARS): es fabricado para resistir el ataque de sulfatos en el hormigón.
- Cemento hidráulico tipo ART (Alta Resistencia Temprana): tiene propiedades mecánicas como alta resistencia inicial, rendimientos en formaleta, desmolde y elevadas resistencias finales. Es usado comúnmente en concreteras de prefabricados, concretos pretensados y postensados y en concretos de muy alto desempeño.

3.4. Revisión de antecedentes

A continuación se presentan las aplicaciones de la escoria de aluminio en la industria, sus productos derivados, una comparación con la alúmina¹ y los métodos convencionales y los actuales para la extracción de contenido metálico de la alúmina.

3.4.1. Aplicaciones de la escoria de aluminio en la industria como subproducto

Debido a que se presenta el reto de ingeniería de encontrar aplicaciones y métodos para otorgar valor a la escoria de aluminio, existen dos formas principales para generar productos de valor a partir de la escoria. La primera consiste en separar el contenido metálico y comercializarlo por sí solo, y la segunda forma es hacer productos a base de escoria de aluminio en este trabajo se explicarán las aplicaciones donde se ha utilizado en derivados del cemento porque es el objetivo de este trabajo.

3.4.1.1. Separación del aluminio metálico

Según investigadores del *National Institute of Technology* de India, se ha logrado extraer el contenido metálico sin embargo, a un costo más alto que con el uso convencional de hornos de sal rotatorios (RSF)² [28].

¹La alúmina tiene fórmula química Al_2O_3 .

²Por sus siglas en inglés "Rotary Salt Furnace".

El método de extracción de contenido metálico de la escoria de aluminio convencional se hace por medio del RSF, y requiere del uso de un combustible (generalmente gasolina) y de sales fundentes. El proceso consta de introducir al horno ya encendido la escoria de aluminio y un flujo de sales. Este flujo de sales es el 50 % en peso de la escoria introducida, y presenta tres ventajas principales: protege el metal de la oxidación, aumenta la aglomeración del metal y separa la matriz de óxido del metal haciendo que se recupere gran parte del contenido metálico dentro de la escoria [28].

El método RSF presenta una creciente preocupación por su alto consumo energético para fundir el flujo de sales y por su alto impacto ambiental. Esto es porque al fundir las sales también se genera “vapor de sales” que requieren su propia unidad de reciclaje. Asimismo, cuando se introduce al horno una tonelada de escoria, se genera una tonelada de *salt-cakes* como residuo del proceso, agravando su impacto ambiental [28].

En consecuencia, A. Meshram et. al. [28] implementó nuevos métodos para la extracción de aluminio metálico que involucran la lixiviación y lavado de esta, denominados colectivamente tecnologías libres de sal (SFT)³. Estos procesos liberan gases de H₂, CH₄ y NH₃ que también han conseguido ser captados para ofrecerse como productos [28].

3.4.1.2. Aplicaciones de la escoria de aluminio para fabricar derivados del cemento

A la escoria de aluminio se le ha dado diversos usos, sea como aditivos o complemento en mezclas para la fabricación de concreto de refuerzo, otorgándole mejores propiedades mecánicas a los materiales en algunos casos. A continuación se presentan algunos trabajos en los que se ha utilizado la escoria buscando su reutilización:

- **Adición al hormigón:**

Se ha buscado utilizar la escoria de aluminio como agregado fino en la mezcla para la creación de bloques de hormigón sin una función estructural.

Con el propósito de investigar el uso de material no metálico (escoria de aluminio) en la producción de bloques de concreto, Shinzato et. al. [29] evaluaron la presencia de compuestos químicos y realizaron análisis mineralógicos que revelaron que la escoria de aluminio estaba compuesta por α -Al₂O₃, MgAl₂O₄, SiO₂ y α -Al(OH)₃. Sus bloques de concreto tenían un diseño de mezcla de dos partes material no metálico (pasado por un tamiz de apertura de malla de 75 μ m) a una parte de cemento y cuatro partes de agregado fino (arena). Los ensayos realizados a sus bloques de cemento se hicieron basados en la norma estándar de Brasil (NBR7173/1982), donde concluyeron que los ensayos de absorción y humedad superaron el estándar. Sin embargo, no pasaron el ensayo de resistencia a la compresión. Shinzato et. al. concluyen que si se hubiera usado una proporción más alta de cemento habría existido un mejor resultado en este ensayo al igual que si se hubiera hecho un lavado del material que redujera elementos indeseables como los cloruros y los álcalis. Además, llegan a la conclusión que la presencia del material no metálico en la muestra reduce el tiempo de curado de los bloques.

- **Sustituto de los componentes finos en materiales refractarios y hormigones:**

Llanos y Rodriguez [3] estudiaron la posibilidad de aprovechar la escoria de aluminio proveniente de Fundición Agram como sustituto de la arena en la fabricación de morteros. Para ello, estudiaron 3 mezclas diferentes de arena-escoria: 75 %-25 %, 65 %-35 % y 55 %-45 %. El tamaño de partícula de la escoria se dejó constante. A la escoria se le realizó un proceso de apagado que consistió en dejarla en agua durante 6 horas, y posteriormente se secó en una mufla a una temperatura de 54 °C durante 24 horas. Se analizó la resistencia a la compresión de los morteros y se compararon con morteros de referencia, elaborados con una parte de cemento por 2.75 partes de arena normalizada, para tiempos de curado de 7, 28 y 56 días. Los resultados mostraron que la resistencia a la compresión disminuyó para todos los porcentajes de escoria con relación a la referencia, y además, también hubo una disminución en esta propiedad a medida que aumentó el tiempo de curado. Al hacer una observación de los morteros mezclados con escoria, se observó que presentaron porosidad, debido probablemente a que el proceso de apagado no fue suficiente para eliminar el AlN de la escoria, y esto afectó la resistencia a la compresión de los morteros.

³Por sus siglas en inglés: “Salt Free Technologies”.

■ Incorporación de escoria de aluminio en la fabricación de morteros de cemento:

Chen Dai [12] usó escoria de aluminio como sustituto parcial en una mezcla de cemento (cemento Portland) para evaluar las propiedades mecánicas de morteros. Usó tamaños de partícula menores a 150 μm , entre 150 μm - 300 μm , y entre 300 μm - 600 μm , reemplazando el 10 % y el 20 % de cemento en el diseño de mezcla para cada uno de los cuatro tipos. Luego, comparó los resultados de los ensayos de resistencia a la compresión y a la flexión con dos grupos de control. Un grupo hecho de 100 % cemento y otro utilizando arena en lugar de la escoria de aluminio, con el mismo tamaño de partícula de la escoria. La evaluación de las propiedades mecánicas revelaron la posibilidad de que los desechos de escoria se utilicen como relleno en el concreto, ya que para la muestra lavada tipo I de tamaño de partícula menor a 150 μm , se encontró una resistencia a la flexión un 40 % mayor y una resistencia a la compresión un 15 % mayor en comparación con el cemento puro.

3.4.2. Calcinación de la escoria de aluminio

S. Anis Sofia et al. [15] sintetizaron $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a partir de escoria blanca de aluminio mediante un proceso de calcinación de la escoria a 1300 °C. Los análisis de difracción de rayos X mostraron que la calcinación de la escoria produjo una transformación de la fase gibbsita a $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Además de que los picos se volvieron más intensos y más finos, lo que se traduce en una mayor cristalinidad de fase. A esta conclusión se llegó después de agregar dos dispersantes distintos en un proceso de molienda húmeda de la escoria. Una muestra de escoria fue molida con *lauril éter sulfato sódico* (SLS) y otra con agua destilada (DW). Al estudiar los efectos de la presencia de estos dispersantes en la molienda de la escoria (realizada en un molino de bolas durante 4 horas a 550 rpm), determinaron que el tamaño del cristalito de la muestra molida con SLS fue más pequeño que el de la muestra molida con DW. S. Anis Sofia et. al. concluyeron que la descomposición térmica en conjunto con la molienda de la escoria a 1300 °C aumenta la cristalinidad, disminuye la aglomeración de la escoria y aumenta la presencia de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la muestra.

Además, V. Isupov et. al. [30] proponen un nuevo método para sintetizar α -alúmina fina basado en la descomposición térmica de hidróxido de aluminio fino obtenido por intercalación-deintercalación de sales de litio en gibbsita. Aunque no es escoria de aluminio, la descomposición térmica (calcinación) que realizaron se hizo entre 1180 °C - 1200 °C y lograron sintetizar $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ de la gibbsita. Este método no tiene residuos en la etapa de síntesis de hidróxido fino, se considera una baja temperatura de calcinación, la ausencia de agentes fluorantes y no tiene necesidad de pulverizar la alúmina sintetizada.

Por último, es importante resaltar que no se encontraron trabajos donde se estudiara el efecto de la escoria de aluminio calcinada en materiales a base de cemento.

Capítulo 4

Materiales y métodos

En la Figura 4.1 se observa un diagrama a manera de resumen para distinguir las etapas del proceso realizado a la escoria para luego fabricar los morteros con ella.

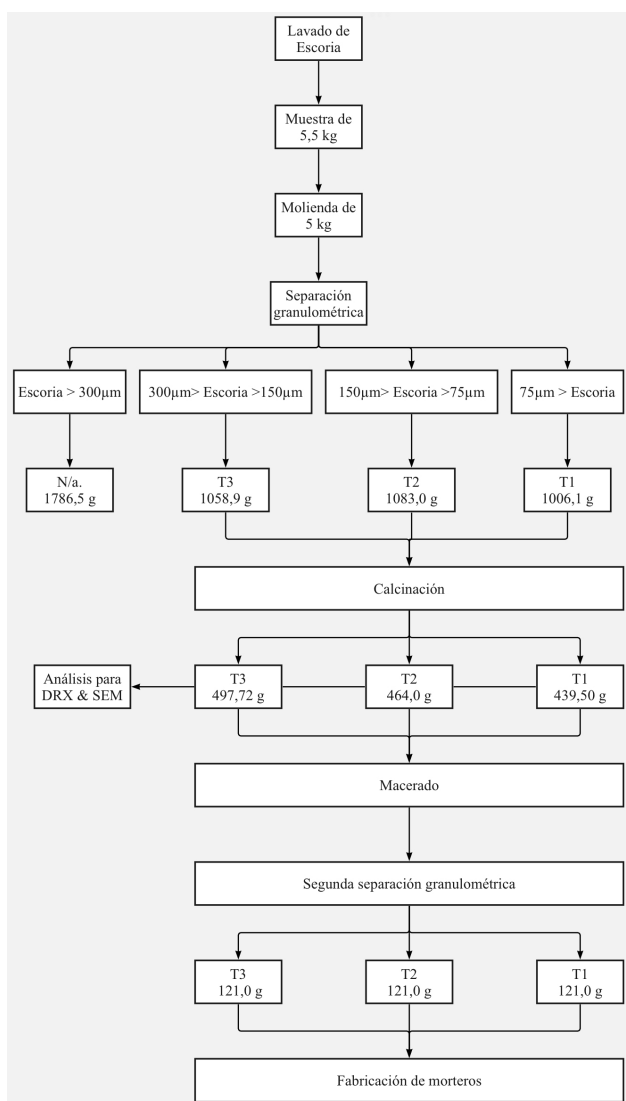


Fig. 4.1: Diagrama del proceso de la escoria de aluminio.

La escoria utilizada en este trabajo es escoria negra que proviene de una empresa del Valle del Cauca dedicada a la fabricación de productos de aluminio, es decir, que proviene de la industria secundaria. Esta escoria no proviene de una aleación en particular, porque es resultado de la producción secundaria de aluminio. Y es depositada en un lote bajo techo, como se observa en la Figura 4.2.



Fig. 4.2: Recolección y tamizado de la escoria.

Para obtener la muestra de 25 kg, se fue tomando con una pala la escoria, teniendo cuidado de recogerla de diferentes partes del lote para garantizar la representatividad. Posteriormente, se pasó por una malla con una abertura de aproximadamente 2 mm. El material con tamaño de partícula superior a este no se utilizó.

4.1. Preparación de la muestra

La escoria de aluminio es considerada tóxica ya que puede generar gases como el hidrógeno, metano y amonio. Según Shinzato [29], el hidrógeno es generado durante la hidrólisis del aluminio metálico y el metano por la reacción entre los carburos y el agua. Los carburos vienen de los restos de aceite adherido al aluminio (chatarra) durante la fundición; y el amonio es producido por la hidrólisis de los nitruros que fueron generados durante la fundición por la reacción entre el nitrógeno presente en la atmósfera con el aluminio metálico. Por esto, para la preparación de la muestra se realizó un lavado de la escoria de aluminio para eliminar el amonio (NH_3). Debido a que la escoria al entrar en contacto con el agua desprende dicho gas. Después, se distribuyó la escoria sobre una superficie amplia y se le agregaron 20 litros de agua diarios durante 5 días. A continuación, se secó toda la escoria en un horno a $115\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas. Por último, se dejó la escoria seca al sol durante 7 días para luego guardarla en contenedores plásticos [16].

Posterior al lavado, se hizo una molienda a 5 kg de escoria en la máquina de los ángeles. Se calculó que para fabricar los morteros se necesitaban 4,4 l de mezcla. Para un 5% de escoria como remplazo de cemento, se necesitaban 121 g en la mezcla de cada tamaño de partícula. Así que, como la máquina de los ángeles (ver Figura 4.3) perdía su efectividad de molienda con menos de 5 kg de material en su interior, no fue necesario moler más material dado la exigencia de este trabajo. Ésta se dejó durante 30 minutos a una velocidad del molino de 1.000 RPM, con 12 bolas de hierro al interior del cilindro. Esto se hizo con el propósito de reducir el tamaño de partícula de la escoria.



Fig. 4.3: Máquina de los ángeles, escoria resultante de la molienda y las 12 bolas de hierro.

4.2. Separación por tamaño de partícula

Después de elaborar el proceso de lavado y molienda, se realizó el análisis granulométrico de forma mecánica, utilizando los tamices No. 50 (abertura de malla de 300 μm), No. 100 (abertura de malla de 150 μm) y No. 200 (abertura de malla de 75 μm) que se observan en la Figura 4.4. Esto se realizó en 10 ciclos de aproximadamente 500 gramos cada uno en la tamizadora (ver Figura 4.5), obteniendo los siguientes resultados:

- 1.786,5 g retenidos en tamiz de abertura de malla de 300 μm .
- 1.058,9 g retenidos en tamiz de abertura de malla de 150 μm .
- 1.083,0 g retenidos en tamiz de abertura de malla de 75 μm .
- 1.006,1 g pasante por tamiz de abertura de malla de 75 μm .



Fig. 4.4: Tamices utilizados para la separación granulométrica de la escoria de aluminio.



Fig. 4.5: Tamizadora utilizada para la separación granulométrica de la escoria de aluminio.

Con el fin de determinar la efectividad de la molienda en la granulometría, se tomó una muestra representativa de 500 g de la misma escoria de donde se sacaron 5 kg sin moler que se molieron, para compararlas entre sí. Los resultados del tamizaje para ambas partes se observan en la Tabla 4.1, donde se evidencia una distribución porcentual más homogénea después de la molienda (x: tamaño de partícula).

Tamaño de partícula	Sin moler (g)	Porcentaje	Molida (g)	Porcentaje
> 300 μm	240,0	47,7	1.786,5	36,2
300 μm > x > 150 μm	107,1	21,3	1.058,9	21,5
150 μm > x > 75 μm	73,4	14,6	1.083,0	21,9
< 75 μm	81,9	16,3	1.006,1	20,4
TOTAL	502,4	99,9	4.934,5	100

Tabla 4.1: Comparación de la distribución granulométrica de la escoria de aluminio sin moler y molida.

4.2.0.1. Nomenclatura

En adelante, las muestras se les denomina de la siguiente manera:

- Escoria menor o igual a 75 μm : calcinada **T1**, lavada **T1 SC**.
- Escoria mayor a 75 μm y menor a 150 μm : calcinada **T2**, lavada **T2 SC**.
- Escoria mayor 150 μm y menor a 300 μm : calcinada **T3**¹, lavada **T3 SC**.

La terminación *SC* implica que la escoria estaba *sin calcinar*, es decir, escoria de aluminio a la que sólo se le ha realizado el lavado.

4.3. Calcinación

Para el proceso de calcinación se utilizó una mufla marca Terrigeno modelo D8 con temperatura máxima de operación de 1200 °C² que se observa en la Figura 4.6. La calcinación es un proceso que consiste en llevar un material a altas temperaturas para provocar una descomposición térmica o un cambio de estado en su constitución física o química [31]. Para llevar a cabo este proceso y gracias a pruebas realizadas previamente, se utilizó un crisol de grafito de 4 libras, debido a su resistencia a altas temperaturas, al que se le adicionaron aproximadamente 500 g de escoria.

¹La escoria denominada **T3 - Rep**, es una escoria con la que se hicieron morteros sin hacer un tamizado después de la calcinación. Esta escoria sirve como referencia más adelante en las Tablas de densificación 5.4 y fluidez 5.2. Además, en un tamizado que se hizo a esta escoria se confirmó que se conservó el 74 % del tamaño de partícula original después del calcinado. Sin embargo, el 26 % restante (distribuido en tamaños de partícula menores y mayores) afectó el desempeño en las Tablas mencionadas anteriormente.

²En la sección 3.4.2, se evidencia que la descomposición térmica se ha realizado en otros estudios entre 1180-1300°C. Por esto, y debido la limitación de la mufla Terrigeno D8, se decidió hacer la calcinación a su temperatura máxima de operación.



Fig. 4.6: Mufla Terrigeno D8 utilizada para el proceso de calcinación con crisol de grafito.

Primero, se realizó una limpieza interna a las paredes refractarias de la mufla con un cepillo para evitar impurezas en la muestra durante la calcinación. Posterior a esto se procedió a ingresar el crisol de grafito con la muestra dentro de la mufla para comenzar el proceso. En pruebas previas se evidenció que el choque térmico puede romper el crisol, para evitar esto, se programó una rampa de 8 horas para llegar a una temperatura de 1.200 °C. Después, se sostiene a 1.200 °C durante 2 horas para provocar en la muestra un cambio de estado en su constitución física o química. Por último, se deja enfriar el recipiente para manipular la escoria calcinada.

En el momento de retirar la muestra de la mufla, se evidenció que la escoria se había aglomerado debido a la calcinación dentro del crisol.

El caso más crítico fue el de la escoria T1 que se observa en la Figura 4.7. Sin embargo, ocurrió lo mismo en un menor grado para las escorias T2 y T3 que por lo menos al final del proceso de calcinación, aún eran mayormente polvillo.



Fig. 4.7: Aglomeraciones de T1 después de la calcinación.

4.3.1. Macerado

El proceso de calcinación provocó una aglomeración de la escoria. Por esto, no fue posible garantizar el tamaño de partícula terminado el proceso de calcinación. Así que, se realizó una prueba preliminar en un micro deval (ver Figura 4.8) para determinar si éste podía devolver el tamaño de partícula original. Sin embargo, aunque el proceso podría ser caracterizado con un tiempo y una cantidad de bolas de hierro específicas, se decidió hacer un macerado a mano porque el micro deval disminuyó el tamaño de partícula con relación al tamaño que tenía antes de la calcinación.



Fig. 4.8: Experimento con micro-deval para desaglomerar la escoria después de la calcinación.

Por otro lado, el macerado permite observar la textura de la escoria al tiempo que se hace el trabajo manual. Este proceso se llevó a cabo en morteros convencionales para cada tamaño de escoria. En la Figura 4.9 se pueden observar los cambios antes y después del macerado.



Fig. 4.9: Comparación antes y después del macerado manual de T1.

Una vez terminado el proceso de macerado, fue necesario realizar un segundo proceso de separación granulométrica para poder asegurar el tamaño de partícula. Debido a que el proceso de macerado es manual y no es exacto, se obtuvo pequeños porcentajes de tamaños de partículas diferentes al esperado, llegando a disminuir el tamaño de partícula o no eliminar las aglomeraciones como se observa en la Tabla 4.2. Por lo que fue necesario tamizar la escoria después de haberla macerado para preservar el tamaño de partícula original.

Tamaño de partícula	T3 (g)	%	T2 (g)	%	T1(g)	%
> 300 μm	67,5	18,6	16,4	3,5	0,0	0,0
300 μm > x > 150 μm	240,4	66,1	56,1	12,1	10,7	3,5
150 μm > x > 75 μm	31,8	8,7	284,1	61,3	17,0	5,6
< 75 μm	24,1	6,6	106,9	23,1	278,0	90,9
TOTAL	363,8	100,0	463,5	100,0	305,7	100,0

Tabla 4.2: Distribución granulométrica de la escoria de aluminio calcinada y macerada.

4.4. Caracterización del material

Para la caracterización del material se utilizaron dos métodos para determinar su composición química antes y después de ser calcinado y así evaluar el nivel de efectividad que esta tiene sobre la muestra, siendo estos SEM y DRX.

4.4.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Para realizar estas pruebas se utilizó un microscopio electrónico de barrido JOELJSM-6490 analizando cada muestra durante 10 minutos. Se ubicaron aproximadamente 1 g de muestra de cada escoria y se utilizó recubrimiento con oro para que fueran conductoras. Se analizaron las muestras de escoria sin lavar E, escoria lavada EL, las escorias lavadas T1 SC, T2 SC y T3 SC y a las escorias calcinadas T1, T2 y T3. Se utilizó cinta aislante adhesiva de carbono de doble cara para fijar las partículas de escoria al portamuestras. Se realizaron análisis EDS para determinar los elementos presentes en cada una de las muestras.

4.4.2. Difracción de Rayos X (DRX)

Para este trabajo se realizó DRX sobre escoria sin lavar (E), las escorias lavadas T1 SC, T2 SC, T3 SC y a las calcinadas T1, T2 y T3.

Los patrones de difracción se obtuvieron en un difractómetro Rigaku Multiflex, con una geometría Bragg-Brentano y radiación $K\text{-}\alpha$ de Cu. La configuración utilizada en la máquina de DRX fue: paso $0,02^\circ$, tiempo por paso 8 segundos. El rango angular medido fue de 6 a 10° . La apertura de las rendijas de divergencia fue de $0,5^\circ$ y la de recepción fue de $0,8$ mm.

Las muestras calcinadas se molieron en el micro-deval de la Figura 4.10 durante 15 minutos a 100 rpm (aproximadamente 130 g de muestra de cada tamaño de partícula) con 1.250 g en bolas de acero de 1 cm de diámetro. Y se tamizaron utilizando el tamiz con apertura de malla de 75 μm . La identificación de las fases se hizo utilizando el programa *Search-Match*.



Fig. 4.10: Pulverización de las muestras calcinadas en el micro-deval.

4.5. Fabricación de morteros

Para la fabricación de morteros previamente se deben realizar distintas tareas: la preparación de la arena, selección del cemento, la debida preparación de la escoria de aluminio, preparación y engrasado de las formaletas y preparación del instrumental a utilizar para los diferentes ensayos a realizar.

En la Figura 4.11, se tiene un diagrama del proceso de fabricación de morteros una vez terminados los procesos realizados a la escoria de aluminio³.

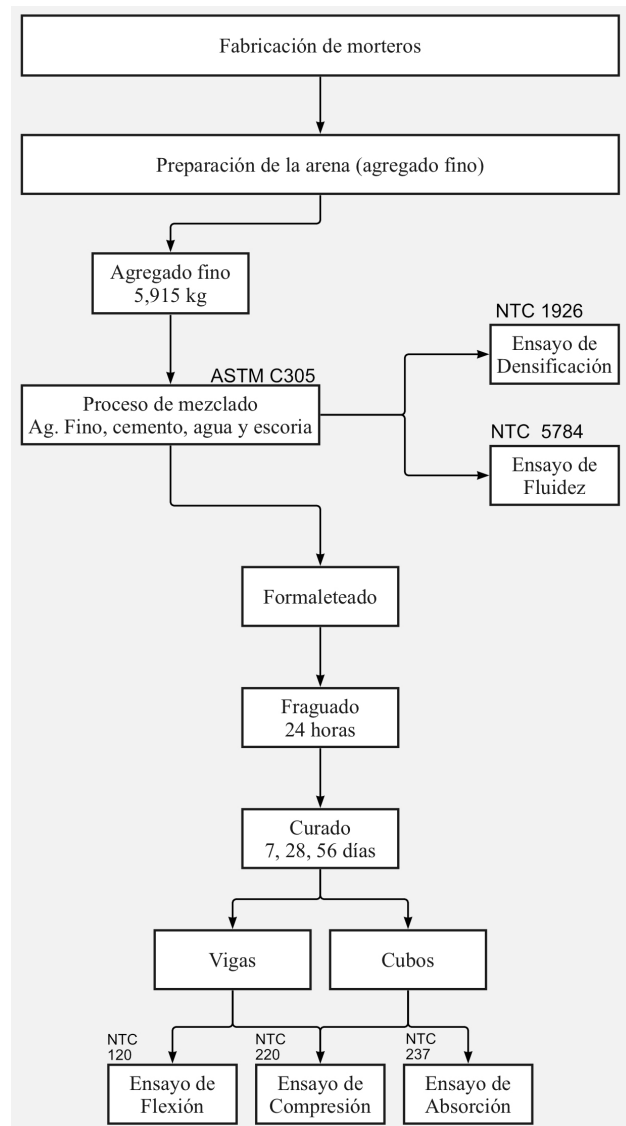


Fig. 4.11: Diagrama del proceso de fabricación de morteros.

³Los resultados de los morteros con escoria de aluminio sin calcinar, más adelante referidos como los morteros *SC*, fueron provistos por el Ing. Daniel Parra quién los fabricó con los mismos materiales, en el mismo laboratorio y con los mismos equipos de este trabajo, para su tesis de maestría en ingeniería civil inédita [32], dirigida por Ph. D. Alejandro Rojas.

4.5.1. Preparación de la arena

La arena utilizada fue una arena extraída del Río Cauca a la cual se le realizaron ensayos de granulometría según la normativa NTC 77 (2018), con el fin de determinar el módulo de finura utilizado en el diseño de la mezcla. La densidad y la absorción del agua influyen en la dosificación de la mezcla (la humedad de la arena complementa el agua que se le debe agregar a la mezcla).

De esta arena no se conocía su humedad relativa, por lo que se realizó un proceso para calcularla. Se extrajo una muestra de arena húmeda que fue pesada y luego secada en la estufa que se observa en la Figura 4.12. Posteriormente, se volvió a pesar y mediante la ecuación 4.1 se calculó la humedad de esta. Obteniendo como resultado una humedad relativa del 12,03 %.

$$\text{Humedad} = \frac{(\text{Peso del recipiente con material húmedo}) - (\text{Peso del recipiente con material seco})}{(\text{Peso del recipiente con material seco}) - (\text{Peso del recipiente})} \quad (4.1)$$



Fig. 4.12: Proceso de determinación de humedad de la arena para la mezcla.

La humedad relativa de la arena se maneja generalmente entre el 8 % y el 10 %. Como la arena que se tenía resultó con una humedad relativa de 12,03 %, era necesario disminuir su humedad relativa en la preparación. Con el objetivo de preparar 50 kg de arena, se pasaron 44 kg de la arena húmeda por el tamiz número 4 con una apertura de malla 4,75 mm, (ver Figura 4.13). Luego, se puso la arena en la mezcladora de la Figura 4.14. Se fue agregando 2 kg de arena seca previamente tamizada y se dejaba mezclando por 3 minutos hasta que se volvía a agregar otros 2 kg de arena seca. Así, hasta llegar a las 50 kg de arena que se deseaba. Se calculó la humedad y aún se encontraba por encima del porcentaje deseado. Entonces, por prueba y error, se repitió el procedimiento y se calculó la humedad hasta que en 55 kg la humedad dio 9,9 %.



Fig. 4.13: Tamizado de 44 kg de arena para la mezcla.



Fig. 4.14: Máquina mezcladora utilizada para humedecer la arena.

4.5.2. Selección del cemento

Para este material se realizaron los ensayos de finura siguiendo la normativa NTC 33(2019), densidad siguiendo la normativa NTC 221 (2019c), pasta de consistencia normal siguiendo la normativa NTC 110(2019a) y tiempo de fraguado siguiendo la normativa NTC 118 (2020a) y se concluyó que el cemento a utilizar era un cemento de alta resistencia temprana caracterizado por Parra [33].

4.5.3. Proceso de mezclado

Con los materiales preparados y listos para realizar la mezcla de concreto, se extrajo la cantidad necesaria basada en el diseño de mezcla que se observa en la Tabla 4.3, donde *Ref*, se refiere al mortero de referencia y *Esc* se refiere a la mezcla que reemplaza un 5% de cemento por escoria de aluminio.

	Agua	Cemento	Ag.Fino	Escoria Al	% Reemplazo
Masa Hum Ref 4,4 L (kg)	1,103	2,420	5,915	0,121	5,00
Masa Hum Esc 22 L (kg)	1,103	2,299	5,915	0,121	5,00

Tabla 4.3: Diseño de mezcla ajustado para 4,4 L.

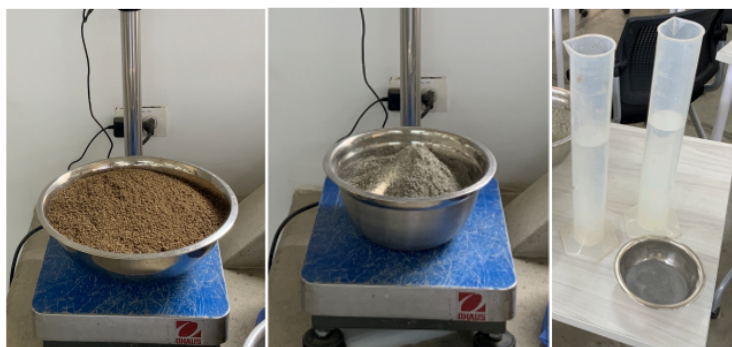


Fig. 4.15: Arena, cemento, agua y escoria de aluminio para hacer la mezcla.

Después de separar los materiales, se realizó el mezclado siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM C305 (2014). Primero, se agregó el agua a la mezcladora y se encendió a la velocidad 1 para poder agregar el cemento lentamente. Al primer contacto del cemento con el agua se contabilizan 30 segundos para luego poder agregar la arena y mezclar por otros 30 s. Después, se detiene la mezcladora y se le aumenta la velocidad de giro de 1 a 2 y se mantuvo en esta durante otros 30 s. Finalizado los 30 s se detuvo la mezcladora y se

realizó un raspado en las paredes del contenedor con una espátula para poder eliminar las aglomeraciones de cemento y arena que se generan durante 90 s. Por último, después de pasados los 90 s de raspado se encendió de nuevo a una velocidad 2 en donde se mantuvo así durante 60 s. Finalizando el proceso.

4.5.4. Ensayos de mezclas

Se le realizaron dos ensayos a la mezcla, el ensayo de densidad en estado fresco y el ensayo de fluidez. Ambos se realizan inmediatamente después del proceso de mezclado en simultáneo. Para el ensayo de fluidez se siguió la norma NTC 5784 (2021) y para densidad en estado fresco la norma NTC 1926 (2013).

4.5.4.1. Ensayo de densidad en estado fresco

El ensayo de densidad en estado fresco determina la densidad de la mezcla. En este se vierte la mezcla en tres capas iguales en un contenedor cilíndrico de peso conocido. Para este caso, el recipiente tenía un peso de 1,863 kg. Cada vez que se vierte una nueva capa, se le atraviesa con una varilla metálica 25 veces sin cruzar la frontera entre capas y cubriendo la mayor área posible dentro del contenedor como se observa en la Figura 4.16. Este procedimiento se le conoce como compactación. Y su propósito es homogeneizar la mezcla y minimizar la cantidad de burbujas de aire atrapadas en ella.



Fig. 4.16: Ensayo de densificación de la mezcla.

4.5.4.2. Ensayo de Fluidez

El ensayo de fluidez se hace en una máquina denominada *mesa de fluidez*. En el centro del disco se ubica un recipiente cónico por donde se vierte la mezcla hasta rebosarlo. Después se retira el recipiente cónico lo cual deja la mezcla en la forma del recipiente y se da inicio al ensayo como se observa en la Figura 4.17. Esta máquina se compone de un disco que se eleva y se deja caer 25 veces por acción de una leva. Después de los 25 ciclos se mide cuánto se dispersó la mezcla sobre el disco. Estas mediciones se hacen a lo largo de 4 radios marcados sobre el disco.

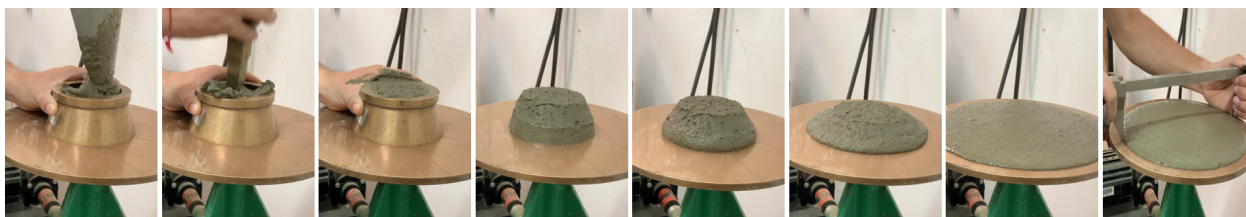


Fig. 4.17: Imágenes del ensayo de fluidez.

4.5.5. Formateado

Para la fabricación de los maderos (cubos y vigas) se utilizaron formaletas de acero que fueron engrasadas para luego realizar el proceso de compactación de la mezcla en ellas. Este proceso consiste en realizar cierta cantidad de golpes de forma uniforme en las formaletas. En el caso de las vigas se realizan dos capas de mezcla cada una siendo compactada con 12 golpes largos sin cruzar la frontera entre capas y cubriendo la

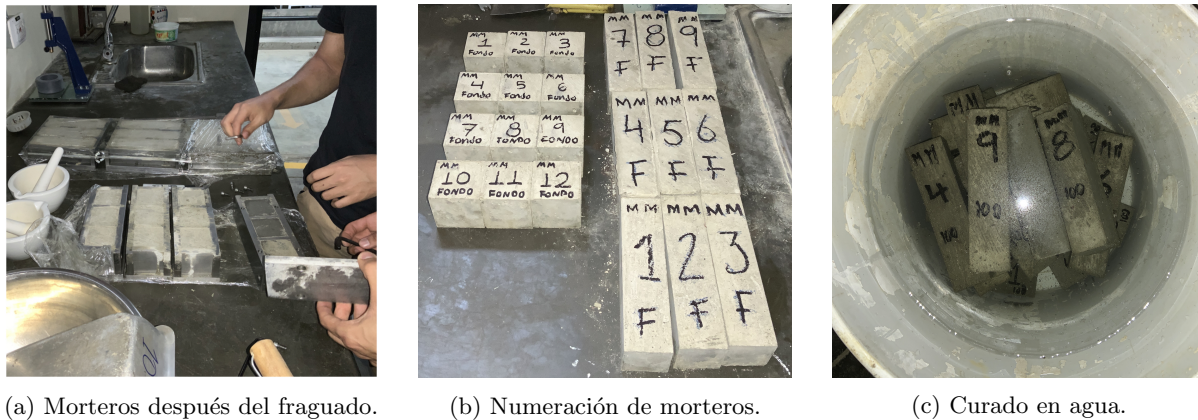
mayor área posible dentro de la formaleta. En el caso de los cubos, se realizan dos capas de mezcla cada una siendo compactada con 32 golpes. Posteriormente, se procede a quitar el exceso de mezcla que reboza de la formaleta (enrasado), luego se envuelven las formaletas en papel film o vinipel con la mezcla ya compactada para dar inicio al proceso de *fraguado* de los morteros, el cual consiste en dejar los morteros envueltos en papel film por 24 horas. Las imágenes del proceso de formaleteado se observan en la Figura 4.18.



Fig. 4.18: Formaletas, compactación, enrasado, cubierta en papel film y fraguado.

4.5.6. Desformaleteado y curado

Terminado el proceso de fraguado (transcurridas 24 horas), se retira el papel film de las formaletas y se desarman para obtener la mezcla solidificada en forma de cubos y vigas (Figura 4.19). Seguido, se marcan los 12 cubos y las 9 vigas sobre las caras que estaban en contacto con el papel film. Esto se hace para que los ensayos a realizar más adelante, no se lleven a cabo sobre caras que no sean uniformes. Dado que los morteros exudan durante el proceso de fraguado y puede que estas caras superiores sobresalgan del molde de la formaleta. El riesgo es que si una de las caras en contacto con las máquinas para los ensayos no es uniforme, el cubo o la viga puede fallar de manera temprana y dar una lectura inexacta.



(a) Morteros después del fraguado.

(b) Numeración de morteros.

(c) Curado en agua.

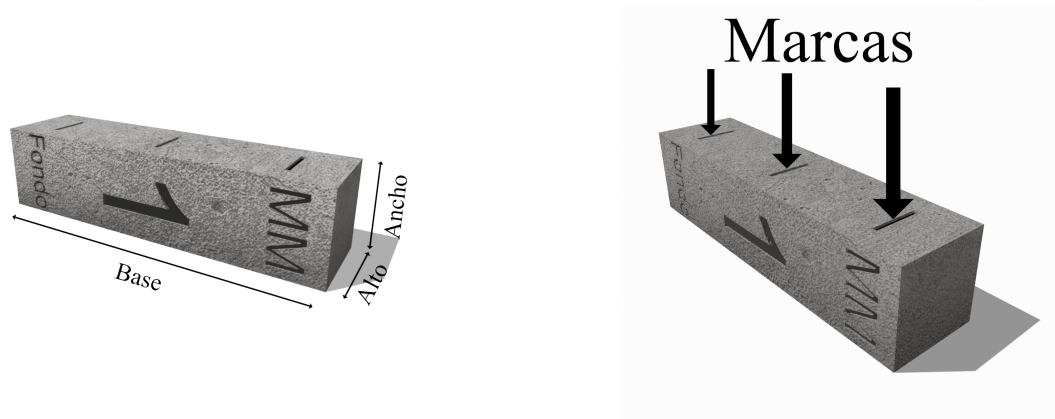
Fig. 4.19: Desformaleteado y curado de morteros.

4.6. Caracterización mecánica de morteros

Para la caracterización mecánica de los morteros, se hicieron dos ensayos a la mezcla y tres ensayos a los morteros. Los ensayos hechos a los morteros fueron los ensayos de flexión (NTC 120:2022), compresión (NTC 220:2022), absorción (NTC 5653:2008 y NTC 237:2020) y densidad relativa (NTC 176:2019), realizados a los 7, 28 y 56 días de curado (absorción y densidad sólo a los 28). La metodología para estos ensayos se describe a continuación.

4.6.1. Ensayo de flexión en vigas

Para el ensayo de flexión en vigas, se tomó cada una de las vigas y se hizo una medición de sus dimensiones. Las mediciones se hicieron teniendo como referencia la cara que fue marcada, como se ve en la Figura 4.20a. Después se hicieron tres líneas sobre las caras que entrarán en contacto con la máquina universal de ensayos (ver Figura 4.20b). Estas líneas se hicieron para posicionar correctamente la viga en la máquina como se observa en la Figura 4.21. Las marcas se hicieron a 2 cm de los extremos y en el centro de la viga.



(a) Dimensiones de los morteros en vigas.

(b) Marcaciones para flexión en vigas.

Fig. 4.20: Dimensiones y marcas para compresión y flexión en vigas.

Después se posicionó la viga usando las marcas mencionadas y se ajustó la máquina para dar inicio al ensayo. La máquina se configuró a una velocidad de 066, que se traduce a 2,7 mm/min y se tomó el valor en kN después del fallo de la viga. El procedimiento se repitió para todas las vigas.



Fig. 4.21: Máquina universal de ensayos (flexión en vigas).

4.6.2. Ensayo de compresión en vigas y cubos

El ensayo de compresión en vigas se realizó sobre las dos partes resultantes del fallo a flexión de cada una (dos *medias vigas*, ver Figura 4.22c). Por esto, se observó en las tablas de ensayos de compresión en vigas una terminación X-1 o X-2, por cada número X de viga. Para este ensayo en vigas, se ubicaron dos platinas metálicas cuadradas de área 40 mm^2 a 2 cm del borde. Es decir, donde se había marcado previamente la viga.

Después, se ubicó la *media viga* con sus platinas en la máquina. En este caso, la máquina hizo un ensayo 5R-2, con un gradiente de 0,250 MPa/s, una carga de inicio de 0,5 kN, una carga de rotura del 10% y se especificó el área de 40 mm^2 proveniente de las platinas y se dio inicio a los ensayos.

El procedimiento se repitió para todas las *medias vigas* y fue igual para los cubos, como se observa en la Figura 4.22. A excepción de que el área especificada varía según las dimensiones de base y alto medidas de cada cubo. 4.22a.

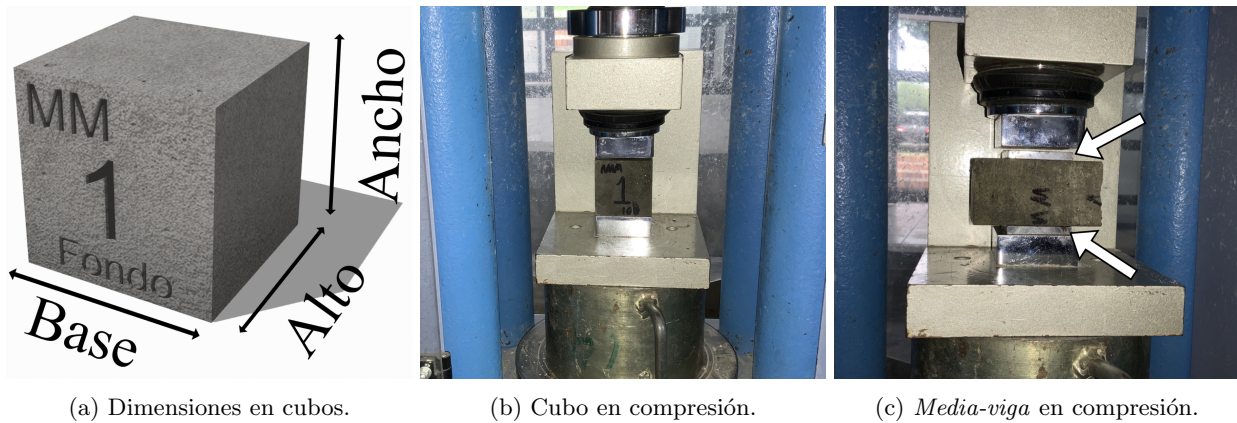


Fig. 4.22: Dimensiones para los morteros en cubos, cubo en máquina de ensayos y *media-viga* con platinas.

En la Figura 4.23 se aprecian los 48 morteros en forma de cubos y los 36 morteros en forma de vigas después de los ensayos de compresión, flexión y absorción⁴. En la Figura 4.23a se aprecia que los morteros numerados 1, 4 y 7 de cada tamaño de partícula fueron los utilizados en los ensayos a 7 días de curado. Asimismo, en la Figura 4.23b a 28 días de curado, fueron los numerados 2, 5 y 8 junto con los 10, 11 y 12 para absorción. Y por último en la Figura 4.23c los morteros numerados 3, 6 y 9. La razón por la que se hace esta numeración es para asegurar que en cada ensayo se esté utilizando un mortero de cada formaleta. Un ejemplo de esta numeración se puede apreciar en la Figura 4.19b, donde se observan los morteros con la marcación *MM - 1, 2, 3, ..., 12 - Fondo*. Las siglas *MM* los distinguen como morteros calcinados, el *número* indica a qué grupo de cuántos días de curado debe ser ensayado, y la última marcación *fondo*, indica qué tamaño de partícula fue remplazado por el 5% de cemento.

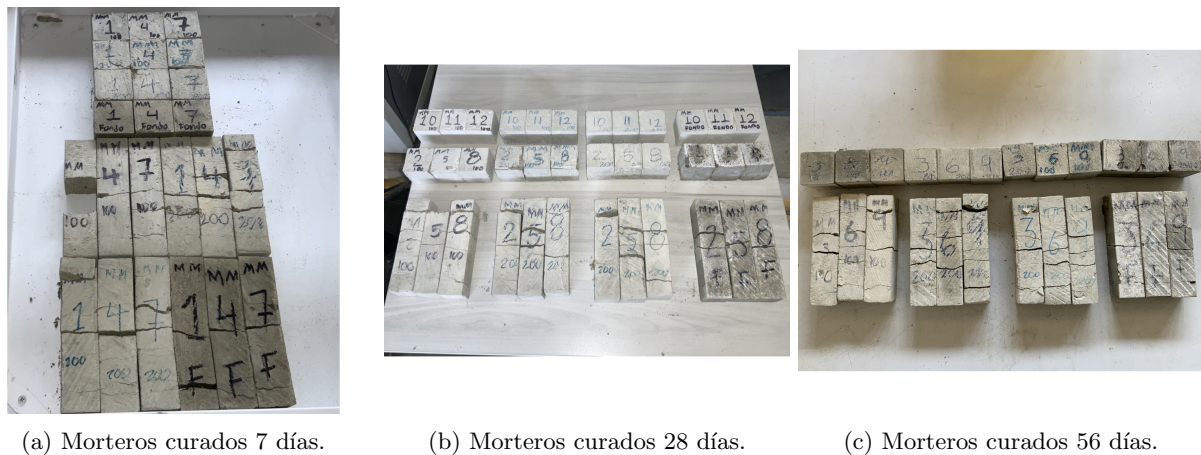


Fig. 4.23: Morteros con escoria calcinada después de ensayos de compresión, absorción y flexión.

⁴Para un total de 84 morteros, 36 ensayos de compresión en cubos, 72 ensayos de compresión en vigas, 36 ensayos de flexión en vigas y 12 ensayos de absorción en cubos.

4.6.3. Ensayo de absorción en cubos

El ensayo de absorción se hace en los cubos siguiendo la NTC 5653 (2008). En este caso se hizo a los 28 días de curado a los cubos numerados 10, 11 y 12 de cada tamaño de partícula. El ensayo consiste en pesar el cubo recién salido del agua del curado. Después, se sujeta por la parte inferior de la báscula una canasta que queda sumergida en un recipiente con agua y se hace la tara. Seguido, se introduce el cubo en la canasta y se toma la medida del peso sumergido en el agua. Por último se deja secando en un horno a 100 °C durante 24 horas. Una vez transcurridas 24 horas, se toma el peso seco del cubo. Por último, el porcentaje de absorción se calcula restando el peso húmedo del peso seco y dividiendo el resultado entre el peso húmedo.

4.6.4. Ensayo de densidad relativa

El ensayo de densidad relativa se hizo tomando los datos obtenidos del ensayo de absorción y usándolos para calcular, según la norma NTC 176:2019, los valores de densidad aparente (bulk), densidad en condición saturada y superficialmente seca (SSS) y la densidad seca en horno (SH) o nominal.

Capítulo 5

Resultados y Discusión

5.1. Análisis de DRX

En la Figura 5.1 se presentan los difractogramas de la escoria de aluminio antes y después del lavado. Cabe aclarar que estas muestras se analizaron antes de realizar la separación granulométrica. Como se observa en la 5.1a se identificaron las siguientes fases en la escoria sin lavar: Al_2O_3 , AlN-H , MgAl_2O_4 , AlN-C , $\text{Mg}_{0,388}\text{Al}_{2,408}\text{O}_4$ y Al .

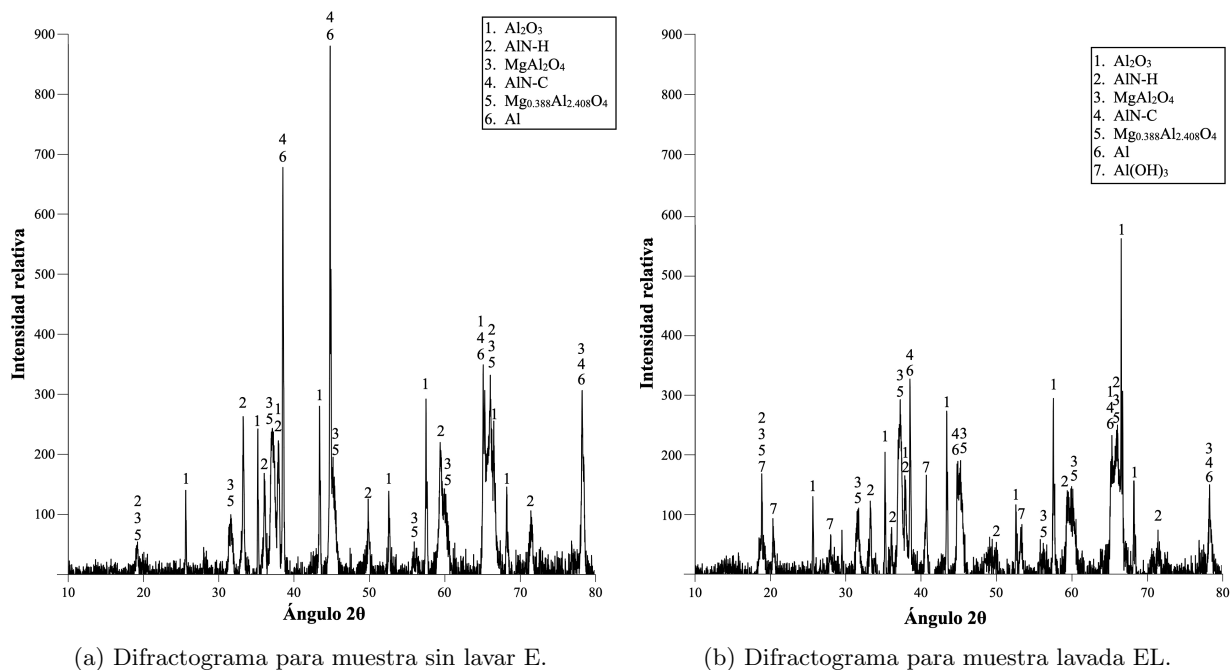


Fig. 5.1: Difractogramas de muestra sin lavar (E) y de muestra lavada (EL).

Las fases identificadas coinciden en su mayoría con las identificadas por A. Gómez en [17]. Además, se encontraron dos fases distintas de AlN , una hexagonal (AlN-H) y otra cúbica (AlN-C). Por otro lado, se identifica que en el lavado se formó hidróxido de aluminio (Al(OH)_3). Por último, se presentó una disminución en la intensidad relativa de los picos en especial de las fases de AlN-C y Al después del lavado. El principal objetivo del lavado de la escoria es eliminar o al menos disminuir la cantidad de AlN para evitar su reacción con el agua durante la mezcla con el cemento. Como se observa, aunque no se eliminó totalmente, si hubo una disminución de esta fase.

En la Figura 5.2 se observa el difractograma de T1 SC con sus fases. Estas mismas fases se identificaron en T2 SC y T3 SC. Además, contienen las mismas fases de la escoria lavada (Figura 5.1b) pero con una menor intensidad de los picos. Como se puede observar los picos son gruesos, lo que indica que las muestras no son completamente cristalinas, dificultando así la identificación de las fases en el material, pues hay mucha superposición de picos.

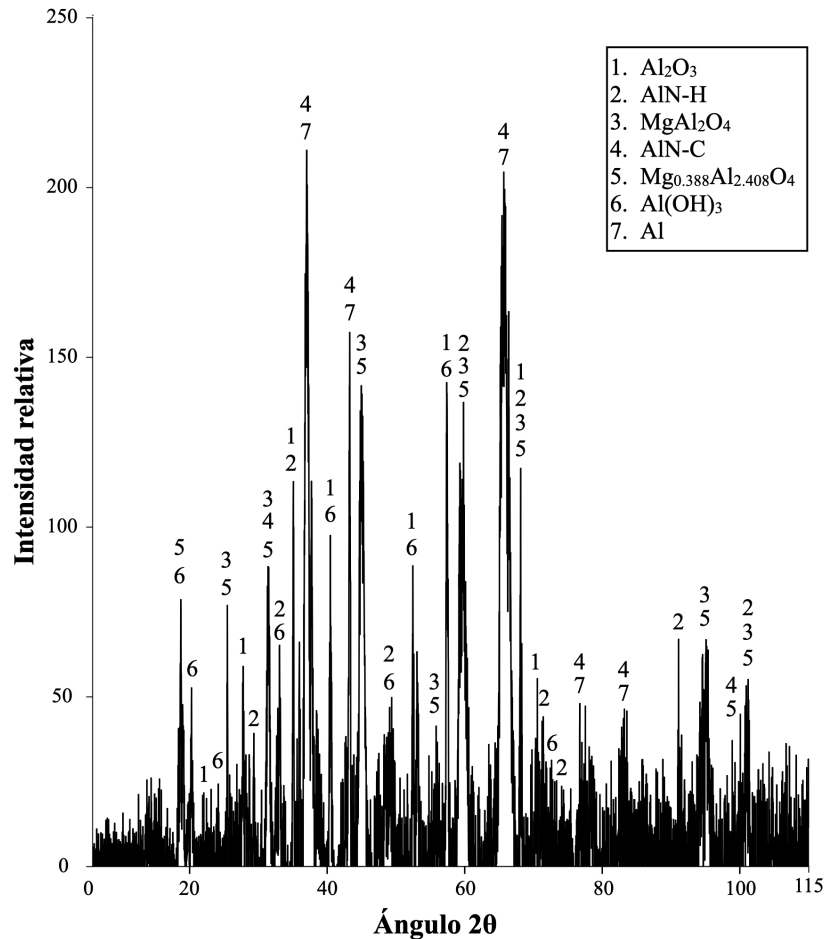


Fig. 5.2: Curvas de difracción para muestras T1 SC.

En la Figura 5.3 se presentan los difractogramas de las tres muestras calcinadas de diferentes tamaños de partícula (T1, T2 y T3). Todas presentaron los mismos picos pero con intensidades distintas, y sólo se identificaron las fases Al_2O_3 y MgAl_2O_4 en la muestras, indicando que el aumento de la temperatura produjo una transformación de las fases. En el caso de la muestra más gruesa (T3), la intensidad de los picos disminuyó con respecto a las muestras más finas (T1 y T2), que presentan sus picos con intensidades muy similares entre ellas.

El cambio en la composición química en la escoria de aluminio después de la calcinación se puede observar al comparar la Figura 5.2 con la Figura 5.3. Las fases que desaparecieron después de la calcinación fueron AlN-H, AlN-C, $\text{Mg}_{0.388}\text{Al}_{2.408}\text{O}_4$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ y Al. Además, los picos de las fases restantes son delgados, lo que indica que el material se volvió más cristalino en comparación a las muestras sin calcinar.

Por último, se observó que los picos de espinelio (MgAl_2O_4) de la Figura 5.3 son los más intensos en la muestra más gruesa (T3). En cambio, los picos de alúmina (Al_2O_3) son los más intensos en las muestras con menor tamaño de partícula T2 y T1.

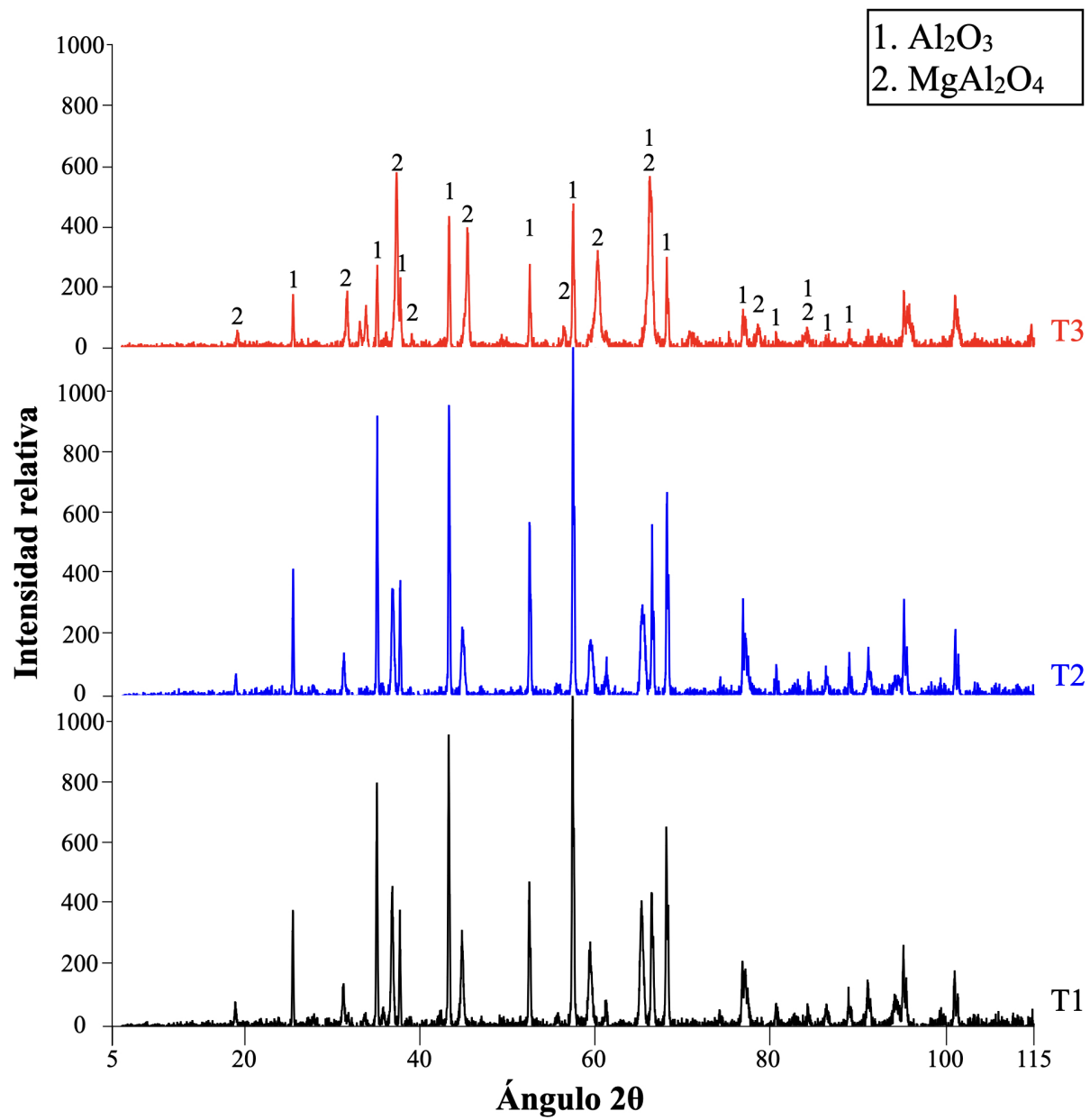


Fig. 5.3: Curvas de difracción para muestras calcinadas.

5.2. Análisis de SEM & EDS

Utilizando EDS¹, se logró obtener un análisis semi-cuantitativo de las muestras de escoria sin lavar (E), escoria lavada (EL), T1 SC, T2 SC, T3 SC y T1, T2 y T3. Los resultados se observan en la Tabla 5.1. Estos resultados confirman que el principal constituyente es el Al y que se encuentran en las muestras cantidades menores de Mg, Na, Fe, Si, Ca, Ti y K. Parte de este aluminio se encuentra en forma metálica y otra parte en forma de óxido u otros compuestos. Por esto se observa que en la Tabla 5.1, los dos elementos con mayor porcentaje en peso en todas las muestras son el O y el Al. Estos resultados coinciden con lo observado en la Sección 5.1 dado que el análisis cualitativo dio como resultado que las muestras después de la calcinación son principalmente $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Muestra	Porcentaje en peso [%]									
	<i>O</i>	<i>Na</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Cl</i>	<i>K</i>	<i>Ca</i>	<i>Ti</i>	<i>Fe</i>
E	38,63	-	11,24	38,72	3,51	5,51	-	1,08	1,31	-
EL	46,92	1,57	2,37	30,86	7,03	0,88	-	1,95	0,71	7,70
T3 SC	44,67	1,19	2,44	35,81	6,07	0,80	1,73	2,41	-	4,88
T2 SC	44,83	1,59	4,12	42,06	1,62	0,98	1,94	1,35	-	1,51
T1 SC	46,43	0,89	3,46	40,10	2,74	1,02	0,43	3,42	-	1,50
T3	41,23	-	2,99	50,48	5,30	-	-	-	-	-
T2	48,76	-	4,33	39,83	4,70	-	-	2,39	-	-
T1	50,30	1,64	5,26	34,53	2,76	-	-	1,81	-	3,69

Tabla 5.1: Análisis químico mediante EDS semi cuantitativo de las muestras de escoria.

En la Figura 5.4, se observa que la escoria después del lavado presenta una morfología más cristalina. Se nota que la escoria sin lavar es más amorfa que la escoria lavada. En dos círculos rojos se marcan algunos cristales, mientras que en la muestra sin lavar no se logran identificar. Se evidencia que después del lavado la escoria está menos aglomerada y ha eliminado gran parte de los granos de menos tamaño.

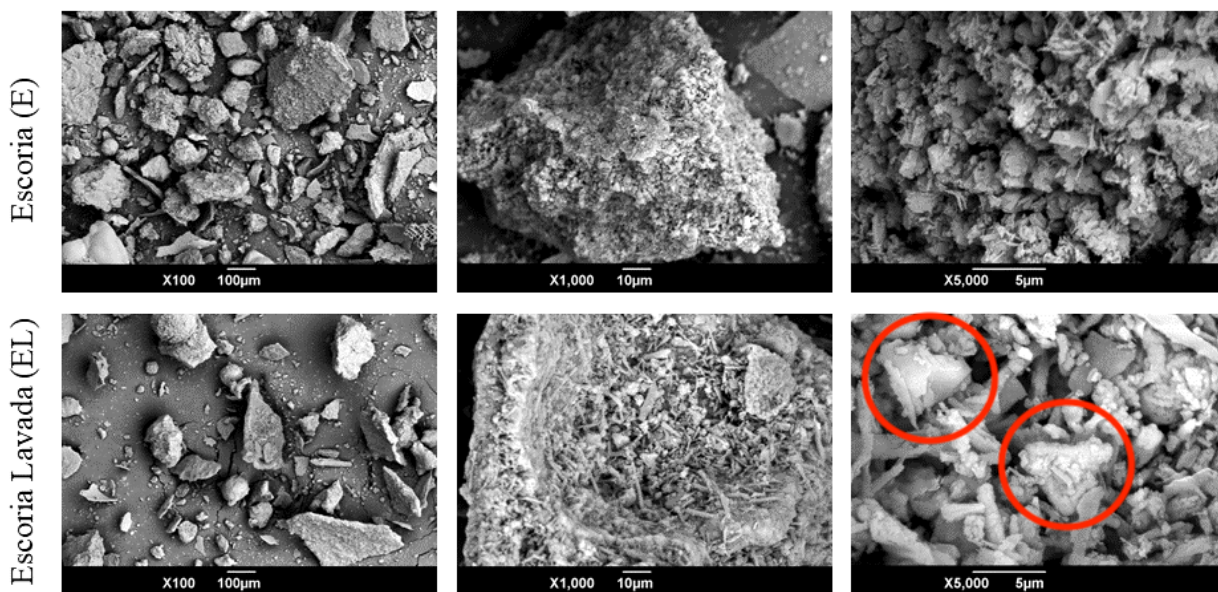


Fig. 5.4: Micrografías antes y después del lavado de la escoria de aluminio (cristales en círculos rojos).

En la Figura 5.5 se muestran las micrografías SEM a diferentes aumentos de los distintos tamaños de partícula estudiados de la escoria de aluminio lavada. La morfología de las tres muestras no presentan dife-

¹Por sus siglas en inglés, *Energy Dispersive Spectroscopy* es una técnica de caracterización química para identificar elementos.

rencias relevantes entre ellas. Sin embargo, estas muestran una aparente superficie menos rugosa con respecto a la escoria sin lavar.

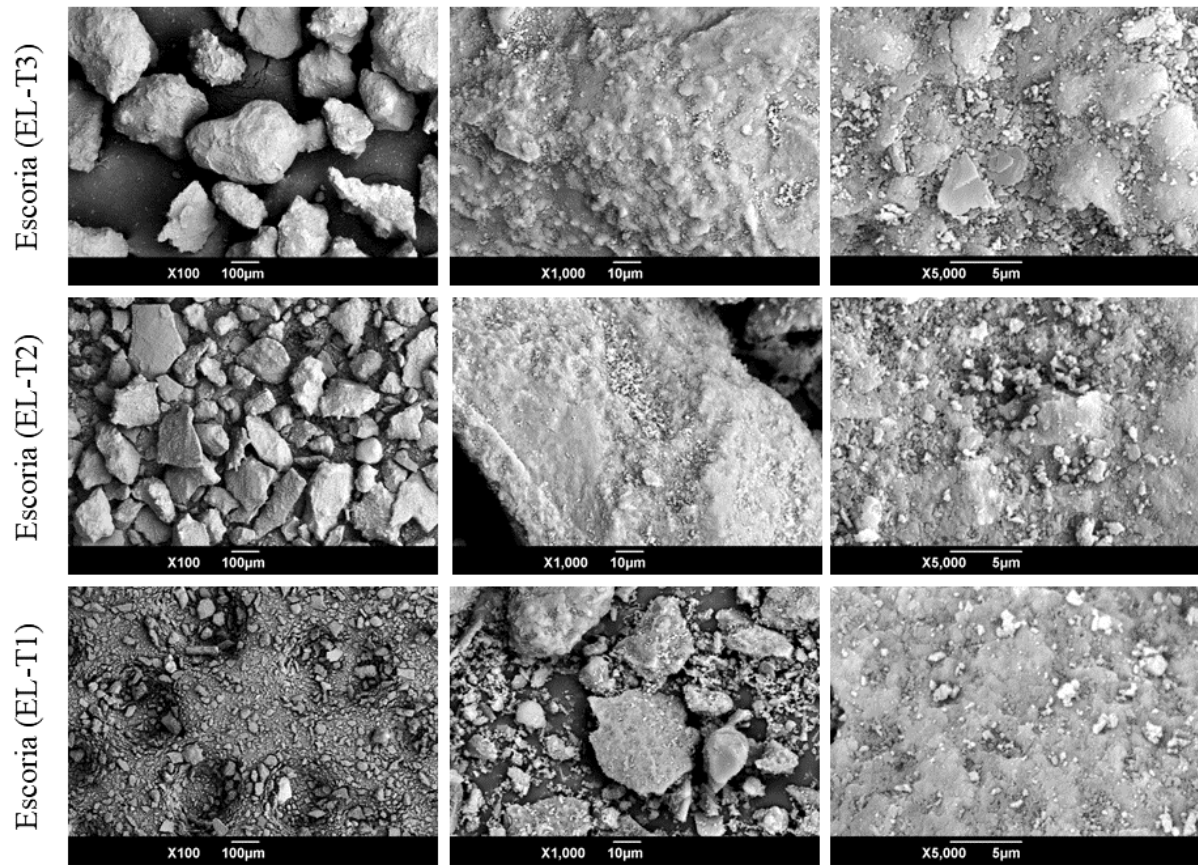


Fig. 5.5: Imágenes SEM de escoria lavada T1, T2 y T3.

En comparación entre la escoria lavada y la escoria calcinada que se observa en la Figura 5.6, a una magnificación de 5000x, se nota que para T3, la calcinación hizo la textura superficial de los granos más áspera porque eliminó impurezas de la escoria que dejó en su mayoría alúmina (como se evidenció en los resultados del DRX Sección 5.1). En T2 y T1 calcinadas, se observa un progreso hacia una morfología más cristalina.

Esto se confirma en la Figura 5.6, dónde se observa que después del calcinado, en todos los tamaños de partícula, la morfología se torna más cristalina. Al igual que al disminuir el tamaño de partícula, porque se encuentran menos impurezas.

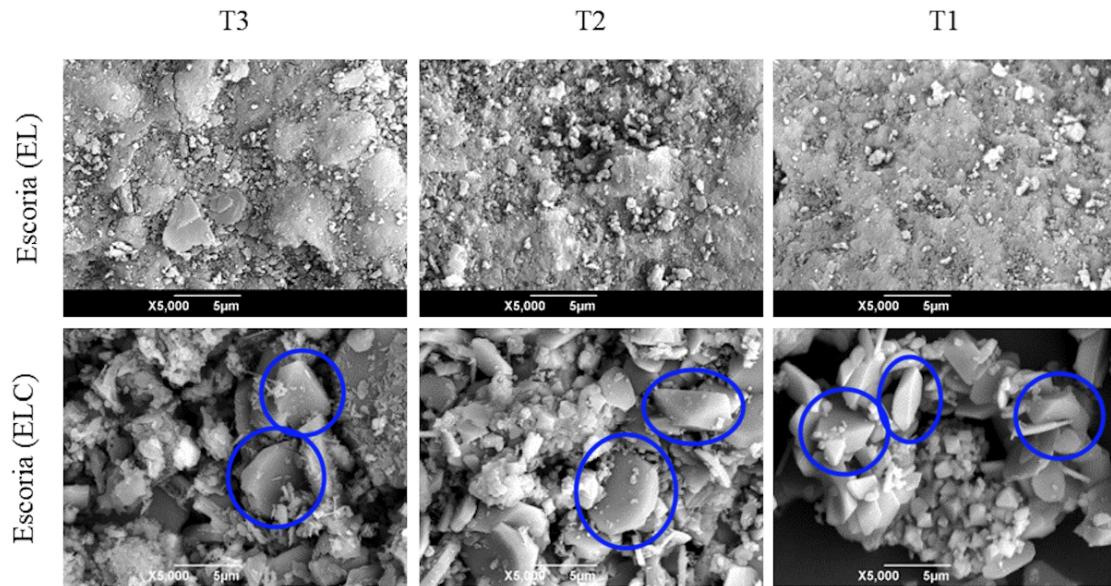


Fig. 5.6: Imágenes SEM de escoria lavada vs. escoria calcinada (x5000) con estructuras cristalinas señaladas en círculos azules.

Por último, en la Figura 5.7 se analiza el cambio en la morfología después de la calcinación variando el tamaño de partícula. En magnificación 5000x, se ven ciertas zonas amorfas marcadas en un círculo rojo y algunos cristales que se marcan en un círculo azul. Teniendo en cuenta los resultados de DRX, se confirma que la calcinación fomenta una morfología más cristalina en la escoria y, entre más pequeño sea el tamaño de partícula, menos impurezas se van a presentar en la muestra.

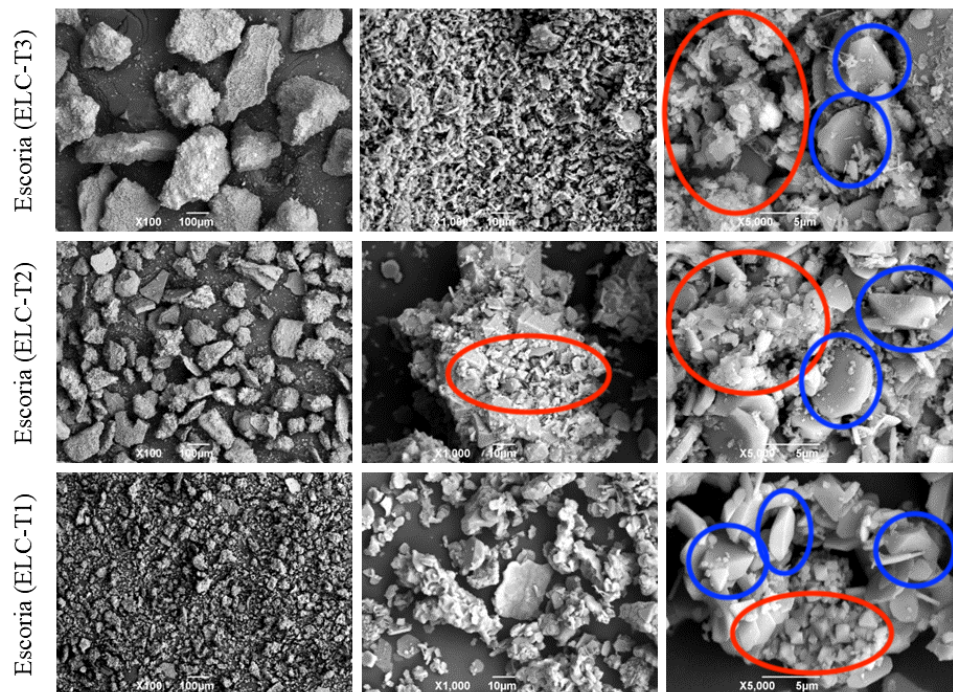


Fig. 5.7: Micrográficas de escoria lavada calcinada T1, T2 y T3 con zonas amorfas en rojo y cristales en azul.

5.3. Propiedades en Estado Fresco

Primero, es importante resaltar que en adelante los resultados de los morteros y de las mezclas con terminación *SC* y el mortero de referencia *Ref* de las propiedades en estado fresco y en estado endurecido fueron obtenidos por Parra [32]. Sus resultados son útiles para realizar las comparaciones y análisis con los morteros realizados para este trabajo.

Existe una diferencia entre los morteros calcinados y los no calcinados en la fluidez de la mezcla. Aunque el agregado fino se preparó con igual humedad para ambos casos y proviene del mismo origen, la fluidez de la mezcla de los morteros con escoria sin calcinar fue mayor a la de los morteros con escoria calcinada. Comparando los resultados entre las Tablas 5.2 y 5.3, se evidencia que en todos los casos la escoria sin calcinar obtuvo una mezcla más fluida que la mezcla con escoria calcinada. La razón de esta pérdida de fluidez en la mezcla debe estar relacionada con la interacción entre la escoria calcinada y el resto de los materiales en la mezcla porque la preparación y la cantidad de material fue idéntica para ambos tipos de morteros.

	<i>Fluidez [mm]</i>				<i>Promedio</i>
T1	28,9	27,9	26,5	27,0	27,6
T2	28,3	29,1	29,7	28,4	28,9
T3	27,5	27,0	26,8	26,9	27,1
T3 - Rep	34,0	34,9	34,2	35,0	34,5

Tabla 5.2: Resultados del ensayo de fluidez de la mezcla con escoria calcinada.

La trabajabilidad de la mezcla baja cuando hay alúmina en la composición. Se recomienda hacer análisis más profundos en la influencia de la escoria calcinada en la trabajabilidad de los morteros. Si se logra establecer una relación entre la fluidez y la cantidad de agua necesaria para compensar por la pérdida de humedad debido a la presencia de escoria calcinada se podría suplir el agua necesaria para obtener una trabajabilidad más cercana al mortero de referencia (Tabla 5.3 y Figura 5.10).

	<i>Fluidez [mm]</i>				<i>Promedio</i>
T1 SC	31,0	32,0	32,0	32,9	32,0
T2 SC	32,0	33,0	32,5	33,0	32,6
T3 SC	30,5	31,0	33,0	33,0	31,9
Ref	33,0	33,0	34,0	32,0	33,0

Tabla 5.3: Resultados del ensayo de fluidez de la mezcla con escoria sin calcinar (SC) obtenidos por Parra [32].

En la Tabla 5.4 se observan los resultados del ensayo de densidad en estado fresco. No hubo diferencia entre la densidad de la mezcla de T2 con la de T3. Y la densidad para la mezcla con T1 dió ligeramente superior a las otras dos. Este resultado se puede dar gracias a que el tamaño de partícula más pequeño de T1 podría permitir una mezcla más densa en comparación con T2 y T3.

	<i>Peso de mezcla y recipiente [kg]</i>	<i>Peso del recipiente [kg]</i>	<i>Volumen del recipiente [m³]</i>	<i>Densidad de la mezcla [kg/m³]</i>
T1	7,868	1,863	0,00278	2.160,1
T2	7,764			2.122,7
T3	7,764			2.122,7
T3 - Rep	7,912			2.175,9

Tabla 5.4: Densificación de la mezcla.

5.4. Propiedades en Estado Endurecido

5.4.1. Influencia del tamaño de partícula y de la calcinación en la resistencia a la compresión

En la Figura 5.8 se observan los resultados de resistencia a la compresión en cubos variando el tamaño de partícula. Primero, se evidencia que entre escorias calcinadas, la disminución en el tamaño de partícula mejora la resistencia a la compresión de los morteros. Sin embargo, T3 y T2 tienen un comportamiento muy similar. Además, T1 (75 μm .) es el tamaño de partícula que en promedio más se acerca a la resistencia del mortero de referencia *Ref (Cub)*.

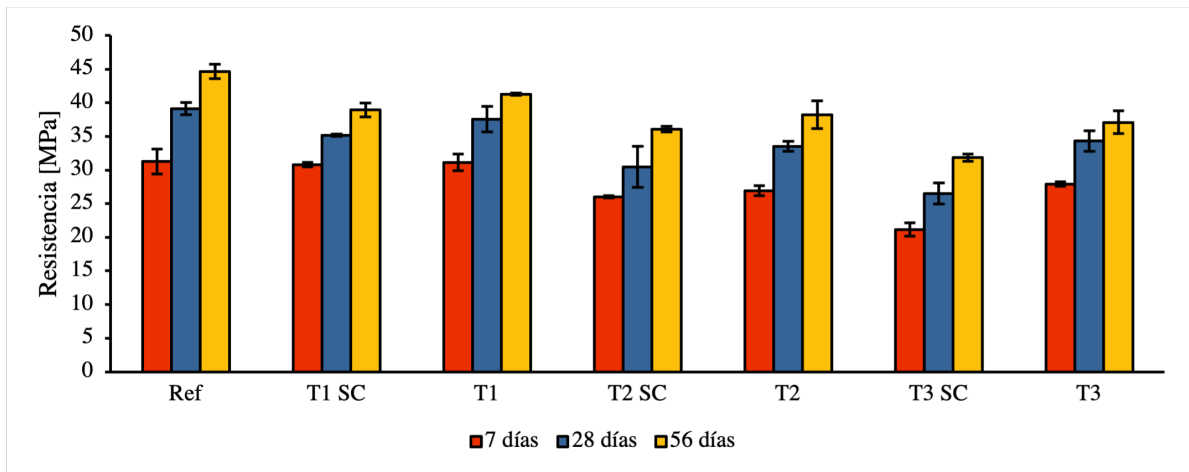


Fig. 5.8: Resistencia a la compresión en función de los días de curado de cubos, *Ref* y *SC* obtenidos por Parra [32].

Por otro lado, la calcinación mejoró la resistencia a la compresión en todos los tamaños de partícula con relación a las muestras sin calcinar. Esto puede ser explicado con los resultados del DRX donde se observó que las muestras calcinadas están compuestas únicamente por alúmina y espinelio. Esto está acorde con los resultados obtenidos por L. Moutei et. al. [14], donde agregaron alúmina en polvo como remplazo del cemento en porcentajes del 12% al 20% y obtuvieron mejoras en los ensayos a compresión, y concluyeron que la alúmina en polvo mejora la resistencia a la compresión porque promueve la reacción puzolánica en la mezcla.

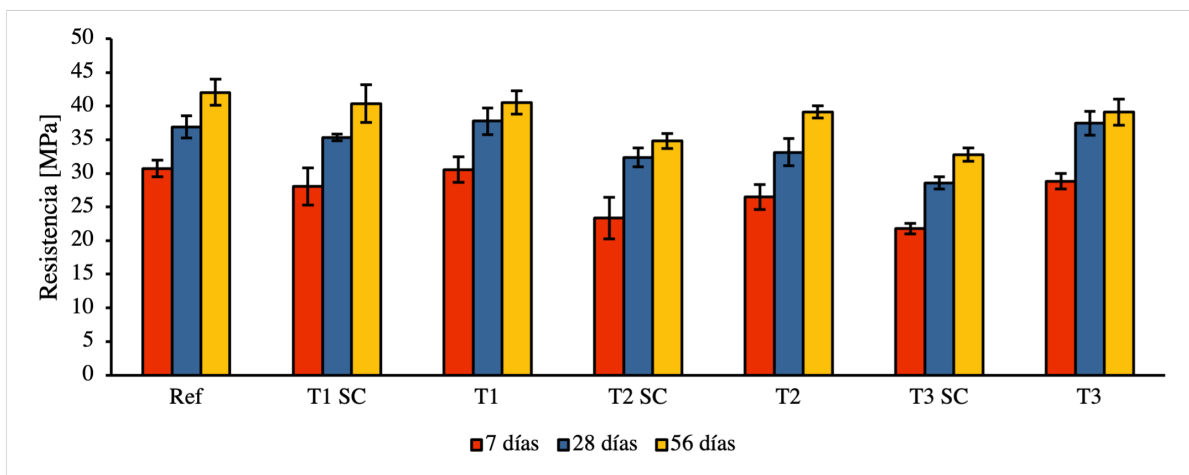


Fig. 5.9: Resistencia a la compresión en función de los días de curado de vigas, *Ref* y *SC* obtenidos por Parra [32].

En la Figura 5.9 se observan los resultados a compresión de las *medias-vigas*. Se nota que el comportamiento de T1 con el mortero de referencia es muy similar. De hecho, a 28 días de curado el promedio de resistencia a la compresión de T1 fue casi 2 MPa mejor con relación a la referencia. En esta misma figura también se observó un comportamiento inesperado de la escoria T3 a 28 días. Fue mejor que el mortero de referencia y casi igual a T1 además de haber sido superior a T2. Sin embargo, la anomalía no parece ser un efecto de T3, porque en la fabricación de los morteros T2 se presentó una exudación inusual de agua. Esto coincide con los resultados de fluidez de la Tabla 5.2, siendo T2 los morteros de la mezcla más fluida de todas. Esto puede ser una causa para un desempeño más bajo que T3.

5.4.2. Influencia del tamaño de partícula y de la calcinación en resistencia a la flexión

En la Figura 5.10 se observan los resultados de resistencia a la flexión de las vigas. La calcinación obtuvo resultados iguales estadísticamente con respecto al mortero de referencia. Además, a 56 días de curado, el promedio de todos los tamaños de partícula superaron al mortero de referencia.

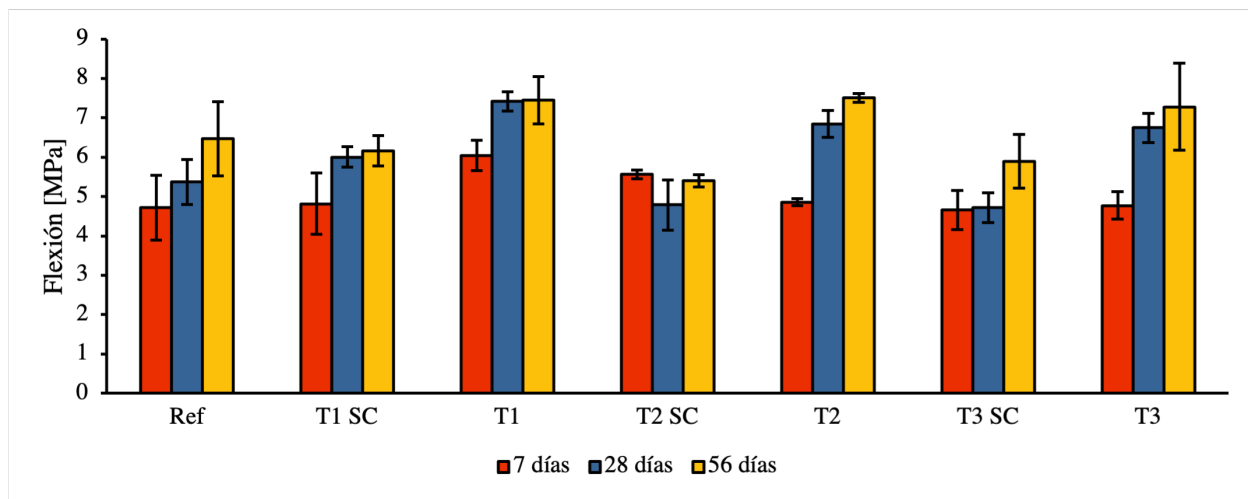


Fig. 5.10: Resistencia a la flexión en función de los días de curado de vigas, *Ref* y *SC* obtenidos por Parra [32].

En la Tabla 5.5 se encuentran los resultados de absorción de los morteros en estado endurecido. De los resultados se observó que la absorción de las muestras calcinadas está más aproximada al mortero de referencia que las muestras sin calcinar. Además de que los morteros SC aparentan ser más porosos que los morteros con muestras calcinadas entre un 1% y un 4%.

Tamaño	Ref.	Calcinadas			Sin calcinar		
		T1	T2	T3	T1	T2	T3
Absorción [%]	11,0	11,0	12,0	8,0	13,0	13,0	12,0

Tabla 5.5: Resultados del ensayo de absorción, *Ref* y *SC* obtenidos por Parra [32].

En la Tabla 5.6 se encuentran los resultados de densidad relativa en los morteros 10, 11 y 12 de cada tamaño de partícula calcinada y sin calcinar, además del mortero de referencia. En todos los casos ocurre que el promedio de la densidad relativa de las muestras SC es mayor que en las calcinadas. Las dos excepciones fueron en la densidad aparente (bulk) y la densidad SSS de la muestra de tamaño T3. Sin embargo, los valores de densidad relativa no presentan diferencias significativas, indicando que la adición de escoria de aluminio en general no afecta la densidad relativa de los morteros.

Morteros	Resultados	Ds Bulk	Ds SSS	Ds Nominal
Ref	<i>Máx.</i>	1,90	2,18	2,65
	<i>Mín.</i>	1,88	2,17	2,63
	<i>Promedio</i>	1,89	2,18	2,64
T1	<i>Máx.</i>	1,91	2,16	2,55
	<i>Mín.</i>	1,89	2,13	2,49
	<i>Promedio</i>	1,90	2,14	2,51
T1 SC	<i>Máx.</i>	1,93	2,19	2,61
	<i>Mín.</i>	1,92	2,17	2,57
	<i>Promedio</i>	1,93	2,18	2,59
T2	<i>Máx.</i>	1,90	2,15	2,53
	<i>Mín.</i>	1,89	2,14	2,52
	<i>Promedio</i>	1,89	2,14	2,53
T2 SC	<i>Máx.</i>	1,91	2,17	2,57
	<i>Mín.</i>	1,88	2,13	2,50
	<i>Promedio</i>	1,90	2,15	2,54
T3	<i>Máx.</i>	1,99	2,16	2,39
	<i>Mín.</i>	1,96	2,14	2,39
	<i>Promedio</i>	1,97	2,15	2,39
T3 SC	<i>Máx.</i>	1,92	2,14	2,49
	<i>Mín.</i>	1,88	2,11	2,44
	<i>Promedio</i>	1,90	2,13	2,47

Tabla 5.6: Densidad relativa bulk o aparente, SSS y nominal para los morteros (Ds: densidad relativa).

Capítulo 6

Conclusiones

Se estudió la composición química de la escoria y se encontró que estaba compuesta por las fases Al_2O_3 , AlN-H , MgAl_2O_4 , AlN-C , $\text{Mg}_{0,388}\text{Al}_{2,408}\text{O}_4$ y Al . Además, se observó que el material no era completamente cristalino.

El proceso de lavado de la escoria durante 24 horas produjo un cambio en la intensidad relativa de las fases, evidenciando que disminuyó la cantidad de AlN-C y Al .

El proceso de calcinación realizado produjo una transformación de fases, quedando únicamente espinelio y alúmina. Además los picos se volvieron más altos y delgados, indicando que las fases se volvieron más cristalinas.

El tamaño de partícula también tuvo influencia en la eficiencia de la transformación de la escoria, pues la escoria más fina fue la más cristalina.

Las muestras de escoria más finas (con tamaño de partícula menores a $75\ \mu\text{m}$) sin calcinar, presentaron resistencia a la compresión superior a las muestras más gruesas. Sin embargo, en todos los casos la resistencia a la compresión fue inferior a la muestra de referencia y esto ocurrió para los tres tiempos de curado.

La calcinación mejoró todas las propiedades mecánicas en todos los casos con relación a las muestras sin calcinar. Esto podría ser explicado por la mayor cristalinidad de las muestras y el aumento del contenido de alúmina después de la calcinación.

6.1. Recomendaciones

El proceso de calcinación que se realizó primeramente en éste trabajo, se realizó en crisoles cerámicos que se rompieron incluso después de haberlos dejado volver a la temperatura ambiente durante 12 horas. Por esto, se recomienda usar crisoles de grafito, que en general son más resistentes a las altas temperaturas que los cerámicos y son más económicos.

Además, hay la posibilidad de generar crisoles con geometrías más eficientes para la calcinación. Es decir, cuando la escoria fue retirada de los crisoles posterior a la calcinación, se presentó un gradiente en el color de la escoria. La escoria de la parte superior del crisol era más blanca que la escoria en el fondo del crisol. Esto puede deberse a que la escoria superior reacciona más con el aire que la escoria más abajo en el recipiente. Sin embargo, este hallazgo no fue estudiado en este trabajo, pero podría ser estudiado en el futuro.

Por otra parte, el macerado de la escoria después de la aglomeración podría ser realizado en un molino (o micro deval) usando un número de bolas de hierro y un tiempo específico para retornar la escoria a su tamaño de partícula original. En experimentos que se realizaron durante este trabajo, fue claro que se podía llegar a especificar un tiempo y un número de bolas específico para no disminuir el tamaño de partícula de la escoria más de lo necesario. Sin embargo, para agilizar el proceso, se decidió hacer el macerado manual, pero se podría realizar un macerado o *remolido* de la escoria.

Capítulo 7

Bibliografía

- [1] B. Gates, *How to avoid a climate disaster: the solutions we have and the breakthroughs we need*. New York: Alfred A. Knopf, first edition ed., 2021. OCLC: on1122802121.
- [2] IAI, “Primary aluminium production.” <https://international-aluminium.org/statistics/primary-aluminium-production/>, 2021. Accessed: 2021-11-01.
- [3] K. L. Ortega and J. D. R. Giraldo, “Estudio del aprovechamiento de la escoria de aluminio de la empresa fundición agram,” Master’s thesis, Pontificia Universidad Javeriana Cali, 2012.
- [4] M. Bertram, K. J. Martchek, and G. Rombach, “Material flow analysis in the aluminum industry,” *Journal of Industrial Ecology*, vol. 13, pp. 650–654, 10 2009.
- [5] S. Sgouridis, M. Ali, A. Sleptchenko, A. Bouabid, and G. Ospina, “Aluminum smelters in the energy transition: Optimal configuration and operation for renewable energy integration in high insolation regions,” *Renewable Energy*, vol. 180, pp. 937–953, 12 2021.
- [6] J. Thonstad, P. Fellner, G. M. Haarberg, J. Hives, H. Kvarde, and A. Sterten, “Aluminium electrolysis: Fundamentals of the hall-herault process,” *Beuth Verlag GmbH*, 2001.
- [7] J. Haraldsson, S. Johnsson, P. Thollander, and M. Wallén, “Taxonomy, saving potentials and key performance indicators for energy end-use and greenhouse gas emissions in the aluminium industry and aluminium casting foundries,” *Energies*, vol. 14, no. 12, p. 3571, 2021.
- [8] Q. Wang, Q. Lu, X. Li, Z. Wang, and X. Lyu, “Characterization and comparison of the cement produced using clam wreckage and limestone: Cement clinker, freeze–thaw resistance, and hydration products,” *Construction and Building Materials*, vol. 310, p. 125219, 12 2021.
- [9] U. Environment, K. L. Scrivener, V. M. John, and E. M. Gartner, “Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-co2 cement-based materials industry,” *Cement and Concrete Research*, vol. 114, pp. 2–26, 2018.
- [10] P. C. R. Abrão, F. A. Cardoso, and V. M. John, “Efficiency of portland-pozzolana cements: Water demand, chemical reactivity and environmental impact,” *Construction and Building Materials*, vol. 247, p. 118546, 6 2020.
- [11] A. Gómez, N. B. Lima, and J. A. Tenório, “Quantitative analysis of aluminum dross by the rietveld method,” *Materials Transactions*, vol. 49, pp. 728–732, 4 2008.
- [12] C. Dai, “Development of aluminum dross-based material for engineering applications,” Master’s thesis, Worcester Polytechnic Institute, 2012.
- [13] Z. Li, L. Huang, S. Wang, Z. Yang, and L. Yu, “Using alumina-rich sludge and phosphogypsum manufactures low-co2 cement,” *Construction and Building Materials*, vol. 288, p. 123016, 6 2021.

- [14] L. Moutei, Y. Benbrahim, T. El ghailassi, A. Bouih, S. Labied, T. Guedira, and O. Benali, "The effect of the addition of alumina powder on the confinement properties of a cement mortar," *MATEC Web of Conferences*, vol. 149, p. 01055, 2018.
- [15] S. A. Sofia, N. Samat, M. Yusoff, and S. Meor, "Effect of dispersants on microstructures of nano alpha alumina developed from aluminium dross waste," *Advanced Materials Research*, vol. 1115, p. 378, 01 2015.
- [16] M. Rojas Manzano, A. Gómez, E. Lemos Micolta, and J. Maya, "Uso de la escoria de aluminio en el concreto - revisión del estado del arte," in *IX Congreso Internacional y 23 Reunión Técnica*, 11 2020.
- [17] A. G. Gómez, *DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ALUMÍNIO EM DROSSSES BRANCAS DE ALUMÍNIO UTILIZANDO DIFRAÇÃO DE RAIOS-X*. PhD thesis, Escola Politécnica da USP, 2006.
- [18] IEA, "Global cement production, 2010-2019." <https://www.iea.org/data-and-statistics/charts/global-cement-production-2010-2019>, 2019. Accessed: 2021-11-01.
- [19] IEA, "Direct co2 intensity of cement production in the net zero scenario, 2015-2030." <https://www.iea.org/data-and-statistics/charts/direct-co2-intensity-of-cement-production-in-the-net-zero-scenario-2015-2030>, 2021. Accessed: 2021-10-15.
- [20] Joe Emerson, "Low carbon concrete – starting from the ground up." <https://zeroenergyproject.org/2020/11/09/low-carbon-concrete-starting-from-the-ground-up/>, 2020. Accessed: 2021-10-12.
- [21] C. M. Z. P. Franklin Mauricio Pando Bacuilima, "Análisis del proceso de fundición de aluminio y propuestas de mejoras en la eficiencia de producción de bases dentadas en la empresa press forja sa." Tesis de grado, Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca, jun 2012. Acceso: oct 2021.
- [22] A. Gómez-Gómez, L. E. Vinasco-Isaza, N. B. de Lima, and J. A. S. Tenório, "Relationship between the particle size and the crystalline phases amount of an aluminum dross," *DYNA (Colombia)*, vol. 85, pp. 348–354, 7 2018.
- [23] J. P. Osorio, "Caracterización y recuperación del aluminio presente en la escoria generada de los procesos de refusión en hornos tipo reverbero durante la producción de la aleación aa6063 con diferentes mezclas de aluminio reciclado," Master's thesis, Massachusetts Institute of Technology, Cali, Colombia, May 2015.
- [24] S. T. de Investigación. Universidad de Alicante, "Espectroscopía de fluorescencia de rayos x."
- [25] D. S. de Guzman, "Morteros," *Tecnología del concreto y del mortero*, 2001.
- [26] chryso, "Tipos de morteros y sus usos — chryso." <https://www.chryso.es/news/757/Tipos+de+Morteros+y+sus+usos>, 2021.
- [27] chryso, "Tipos de cementos y morteros." <https://www.chryso.es/news/364/Tipos+de+cementos+y+morteros>, 2022.
- [28] A. Meshram, R. Jha, and S. Varghese, "Towards recycling: Understanding the modern approach to recover waste aluminium dross," *Materials Today: Proceedings*, vol. 46, pp. 1487–1491, 2021.
- [29] M. C. Shinzato and R. Hypolito, "Solid waste from aluminum recycling process: characterization and reuse of its economically valuable constituents," *Waste Management*, vol. 25, pp. 37–46, 1 2005.
- [30] V. Isupov, L. Chupakhina, G. Kryukova, and S. Tsybulya, "Fine alpha-alumina with low alkali: New approach for preparation," *Solid State Ionics*, vol. 141-142, p. 471–478, 2001.
- [31] Maria José Muñoz Portero, "Extracción de metales por pirometalurgia: Procesamiento de hierro, acero, cobre y aluminio." <http://hdl.handle.net/10251/68339>, 2016. Accessed: 2021-11-05.
- [32] D. P. Molina, "Estudio del comportamiento mecánico de morteros con sustitución parcial de cemento por escoria de aluminio y del efecto de la reducción tamaño de partícula (tesis de maestría inédita)," Master's thesis, Pontificia Universidad Javeriana Cali, 2022.

- [33] D. P. Molina, “Estudio del comportamiento mecánico de morteros con sustitución parcial de cemento por escoria de aluminio y del efecto de la reducción tamaño de partícula,” Master’s thesis, Pontificia Universidad Javeriana Cali, 2022.

Anexos

Anexo a éste trabajo se encuentra el archivo *Pruebas mecánicas de morteros.xlsx* de las propiedades mecánicas de morteros. En formato XLXS como lo exige la Facultad de Ingeniería de la Pontificia Universidad Javeriana de Cali para la presentación de éste trabajo.