

Identificación del Trabajo	
Área:	Materiales
Categoría:	Alumno
Regional:	Santa Fe

Estudio del uso de tierras de diatomeas residuales en la generación de eco-cementos.

Nicolás ROSENHURT, Ludmila ROSSO, Lucía ALBANO

CECOVI (Lavaisse 610, Santa Fe), Facultad Regional SF, UTN

E-mail de autores: nico.rosenhurt@gmail.com, ludmilar1320@gmail.com, luciaalbano03@gmail.com

Este trabajo ha sido realizado bajo la dirección la Dra. Anabela Guilarducci, y el Ing. Néstor Ulibarrie en el marco del proyecto “Estudio para la utilización de tierras de diatomeas residuales en la generación de eco-cementos”. (2016 – 2019)

Resumen

Este trabajo presenta los resultados del estudio de las propiedades de la Tierra Diatomea (TD) para su reutilización en eco-cementos como reemplazo parcial del mismo. Esto, permitiría disminuir la demanda de cemento y, por lo tanto, el costo de producción del mismo y la contaminación ambiental causada por la emisión de CO₂ en la fabricación del Clinker. Además, se lograría aprovechar uno de los residuos de la industria cervecera que actualmente es desechado.

Con este fin, se estudiaron tres reemplazos: 10, 20 y 30 % en peso del total del material cementante. Los resultados de los ensayos indicaron que la TD tiene gran actividad puzolánica, es decir, que es capaz de combinarse con el hidróxido de calcio para formar principalmente silicato de calcio hidratado (CSH). Por otro lado, tiene como principal desventaja, un mayor requerimiento de agua respecto al cemento sin reemplazo, debido a su mayor superficie específica.

Palabras Claves: Tierra Diatomea; Cemento; Puzolana; Residuo

1. Introducción

Este proyecto pretende ser un antecedente en la investigación del residuo cervecero Tierra Diatomea (TD) y su uso como puzolana para la elaboración de eco-cementos. Se lo clasifica como eco-cemento ya que pretende reducir la contaminación ambiental que se genera en la fabricación del Clinker y emplear un material de descarte de la industria cervecera.

La tierra diatomea surge de la acumulación de algas muertas y conchas marinas que durante siglos estuvieron bajo el proceso de fosilización y compresión, dando como resultado una roca blanda y calcárea, Posi et al (2013).

La TD se caracteriza por ser un material permeable, con un alto porcentaje de porosidad, una buena resistencia a los productos químicos, elevada superficie específica, y buena adsorción de aceites y microorganismos, Yilmaz y Ediz (2007). Debido a estas propiedades se utiliza como elemento filtrante en el proceso de producción de la cerveza, quedando como un residuo desechable.

Las adiciones hidráulicas son aquéllas cuyos productos de reacción tienen propiedades hidráulicas y constituyen el gran grupo de las denominadas puzolanas. Las puzolanas tienen la capacidad de reaccionar con el hidróxido de calcio liberado durante la hidratación del cemento y

producir silicato de calcio hidratado de características similares al originado durante la hidratación del cemento portland, Rahhal et al (2012). A este grupo pertenece la diatomea.

Este trabajo tiene por objetivo analizar el rendimiento de la TD como adición y para poder optimizar su uso se debe definir un pretratamiento térmico. Con esto se busca eliminar la materia orgánica acumulada durante el proceso de filtración, para luego evaluar sus propiedades físicas y químicas, tanto como puzolana, como reemplazo del 10, 20 y 30% en el cemento, según el límite permitido en la norma IRAM 50000 (hasta 35% de reemplazo).

2. Metodología

Con la finalidad de obtener la TD en condiciones aptas para su uso como adición puzolánica, y para poder caracterizarla tanto a ella como al cemento mezcla, se realizaron los siguientes procedimientos y ensayos:

2.1. Pretratamiento de la tierra diatomea por calcinación

Dado a que la Tierra Diatomea es empleada como filtro en la industria cervecera, al ser descartada la misma posee gran cantidad de materia orgánica que ha retenido durante el proceso de filtrado.

Con el fin de disminuir el porcentaje de materia orgánica se procede a determinar la temperatura mínima y el tiempo mínimo óptimo al que se debe calcinar el material para luego ser empleado como reemplazo. Para ello se realizan las siguientes evaluaciones:

- Se determina la pérdida por calcinación de la Tierra Diatomea Utilizada (TDU) a 900°C.
- Se determina la pérdida de masa al calcinar la muestra TDU por un período de 20 minutos a diferentes temperaturas entre 400 y 700 °C.
- Una vez definida la temperatura de calcinación se realiza el pretratamiento a la TDU, realizando controles de masa aleatorios.

Para realizar un control de pérdida de peso en cada tanda de calcinación se pesan 3 muestras de aproximadamente 43 [g] de TDU, se registra este valor, y se vuelca cada una de ellas en una bandeja metálica. Se colocan las bandejas en horno para realizar el pretratamiento. Una vez finalizado, se las deja enfriar y se las pesa nuevamente. Cada 5 o 6 tandas de calcinación se realiza este control registrando los valores en una planilla y sacando el promedio de la pérdida de peso de las tres muestras.

Dado a que las muestras brindadas por la Cervecería Santa Fe se presentan como una roca blanda y porosa, es necesario moler la muestra con un mortero a fin de reducir y homogeneizar el tamaño de las partículas.

2.2. Ensayos de puzolana

En esta instancia se evalúan las características de la puzolana una vez hecho el pretratamiento. Para esto se realizan ensayos para determinar parámetros tanto físicos como químicos. Los mismos se realizan según los procedimientos descritos en las normas IRAM, para el presente trabajo se determinan los siguientes parámetros:

Ensayos para la determinación de parámetros físicos

- Densidad (Norma IRAM 1624)
- Contenido de humedad (Norma IRAM 1654-2)

Ensayos para la determinación de parámetros químicos

- Pérdida por calcinación (Norma IRAM 1504)
- Trióxido de azufre (Norma IRAM 1654-2)
- Cal fijada (28 días) (Norma IRAM 1654-2)

2.3. Ensayos de cementos

En esta instancia se pretende evaluar el comportamiento del eco-cemento con el fin de poder definir a futuro el porcentaje de reemplazo óptimo. Se propone realizar reemplazo del 10, 20 y 30%.

Todos los ensayos correspondientes a la caracterización del cemento se realizan por triplicado tanto para cemento portland normal (CPN), como para los reemplazos con la puzolana del 10, 20 y 30%.

Al igual que para los ensayos de puzolana su metodología puede ser consultada en las normas IRAM correspondientes. Los parámetros determinados en el presente trabajo son:

- Densidad (Norma IRAM 1624)
- Pasta consistencia normal (Norma IRAM 1612)
- Tiempo de fragüe (Norma IRAM 1619)
- Puzolanicidad por vía química (Norma IRAM 1651)

La determinación de la puzolanicidad por vía química se hizo a 28 días, empleando una edad de ensayo distinta a la indicada por norma.

3. Resultados y Discusiones

3.1. Pretratamiento de la Tierra Diatomea por calcinación.

A partir de la calcinación de la TDU a 900°C se determina que la misma presenta una pérdida porcentual del peso de 18,52 %, lo que permite inferir que la muestra posee un elevado contenido de materia orgánica.

Dado a que los requisitos establecidos por la norma IRAM, tanto para cementos como puzolanas, permiten un máximo de 10% de pérdida de masa por calcinación, es necesario realizar un pretratamiento a la TDU.

Al evaluar la pérdida de peso de la muestra al calcinarla a distintas temperaturas por un periodo de 20 minutos, se establece que el pretratamiento térmico se realizara a 550°C ya que es la mínima temperatura a la que se alcanza una pérdida de masa significativa, tal como se indica en la Figura 1.

Al realizar la evaluación de las distintas posibles temperaturas de pretratamiento se pudo observar que en el entorno a los 600 °C la tierra diatomea presenta una ganancia de masa, esto puede ser atribuido a la formación de nuevos compuestos. Se propone evaluar a futuro la composición química de las muestras tratadas a distintas temperaturas para corroborar esto. A su vez pudo observarse que las muestras calcinadas a diferentes temperaturas presentan distinta coloración.

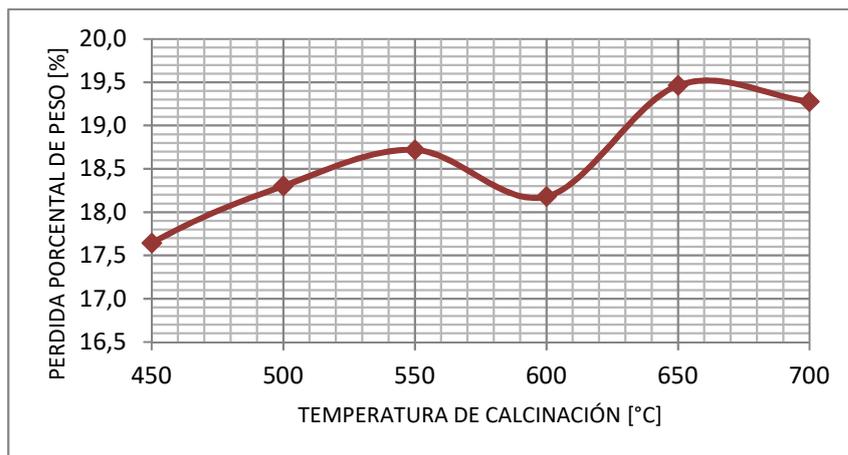


Figura 1. Variación de la pérdida porcentual de peso al variar la temperatura de calcinación.

Una vez definida la temperatura del tratamiento térmico se procede a realizar el acondicionamiento de TDU para luego ser empleada como reemplazo.

A partir de ahora a la tierra diatomea pretratada se le asignarán las siglas TDUT que hacen referencia a la Tierra Diatomea Usada Tratada.

Se verifica que los resultados del control de pérdida de peso de las muestras en el pretratamiento están dentro de una dispersión aceptable, establecida en el 10%.

La muestra calcinada presenta una coloración diferente dependiendo de la posición de la bandeja en el horno. A medida que se encuentra más lejos de la fuente de calor su color se vuelve más oscuro. Esto es consistente con el comportamiento de la TDU a distintas temperaturas. En la figura 2 se puede observar lo mencionado anteriormente.



Figura 2. Muestras de tierra diatomea luego de ser calcinadas a 550°C.

3.2. Pérdida por calcinación (Puzolana)

Para evaluar el efecto de las distintas coloraciones en el resultado del pretratamiento se realiza un control de pérdida por calcinación a 900°C según norma IRAM y se obtienen los siguientes resultados.

Las muestras fueron ensayadas con las mismas condiciones ambientales.

Tabla 1. Resultados ensayo pérdida por calcinación.

Muestra	1	2	3
Pc (%)	2,37	2,04	2,14
Promedio	2,18		

Como puede observarse los resultados arrojados por el ensayo son consistentes con los límites definidos por la norma IRAM 1504 para el uso de puzolana (menor a 10%), por lo tanto, se concluye que las distintas coloraciones no tienen influencia en las propiedades de la TD como puzolana.

3.3. Densidad (Puzolana y Cemento)

Se ensayó en base al procedimiento que propone la Norma IRAM 1624. Previamente se determinó la cantidad de TDUT a colocar en el frasco de Le Chatelier para obtener resultados aceptables, de manera de no sobrepasar la capacidad del mismo, ni tampoco quedar por debajo de las marcas disponibles para la medición. De esta manera, se obtuvo un resultado aceptable para 40 g. Se puede notar anticipadamente la diferencia notable entre la densidad del CPN y la TDUT, ya que para el cemento se utilizan 64 g. de muestra.

Otra característica notable al realizar el ensayo fue la poca afinidad de la TDUT con el kerosene, por lo cual la tarea de colocarla en el frasco fue un poco dificultosa.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos:

Tabla 2. Resultados de la densidad puzolana.

Muestra	Densidad [g/cm ³]	Promedio
TDUT-1	2,23	2,26
TDUT-2	2,25	
TDUT-3	2,31	
TDUT-4	2,23	

Se realizó también el ensayo de densidad para el CPN con el fin de hacer un análisis comparativo entre estas dos.

Tabla 3. Resultados de la densidad del CPN.

Muestra	Densidad [g/cm ³]	Promedio
P-1	3,12	3,12
P-2	3,14	
P-3	3,12	
P-4	3,11	

Como puede verse la puzolana presenta una menor densidad, por lo cual dependiendo del reemplazo podría llegar a superar el volumen de cemento utilizado, como podría ocurrir con el reemplazo de 30%. En trabajos futuros se determinará la densidad de los cementos con reemplazos del 10%, 20% y 30% de TDUT.

3.4. Contenido de humedad (Puzolana)

Para determinar el contenido de humedad se ensayaron tres muestras y se realizó un promedio de los valores obtenidos, verificando que la desviación de los resultados quedara dentro del 10%. En el caso de la muestra número 2 este valor se descartó del promedio, debido a que la desviación daba mayor al límite establecido.

Se determinó que la TDUT posee un contenido de humedad de 1,49%. Debe tenerse en cuenta que la puzolana se le realiza un pretratamiento a altas temperatura, por lo que esto concuerda con el bajo porcentaje de contenido de agua.

Tabla 4. Resultados ensayo contenido de humedad.

TDUT	%w	Promedio (%)
1	1,4574	
2	1,1623	1,49
3	1,5238	

El valor obtenido cumple con la norma IRAM 1668, dado que es inferior al 3%.

3.5. Trióxido de azufre (Puzolana)

Se busca determinar el contenido de sulfatos presente en la puzolana, para verificar que estén dentro de los límites impuestos por la norma IRAM 1668. Para ello se realiza un ensayo según norma 1654-2, teniendo tres muestras de TDUT (1, 2 y 3) y una muestra de contraste llamada blanco (B), esta última se realiza como forma de control de las soluciones utilizadas para el ensayo.

Tabla 5. Resultados ensayo trióxido de azufre.

Muestra	SO ₃ [%]	Promedio [%]
1	0,15	
2	0	0,07
3	0,07	
B	0	

Como se puede observar en la tabla el porcentaje de sulfatos presentes en la puzolana es bajo, por lo que cumple con los requisitos de la norma (3%).

3.6. Cal Fijada (Puzolana)

Se realiza este ensayo para determinar el porcentaje de óxidos de calcio (CaO) que toma la puzolana de una muestra saturada de cal, a los 28 días de preparada la muestra.

Tabla 6. Determinación CaO.

Material	Muestra	[Ca ²⁺]	Promedio
Blanco	28d	14,3	-
	TDUT-28d-1	1,6	
Puzolana	TDUT-28d-2	1,4	1,6
	TDUT-28d-3	1,9	

Tabla 7. Determinación OH.

Material	Muestra	[OH ⁻]	Promedio
Blanco	28d	21,0	-
	TDUT-28d-1	0,3	
Puzolana	TDUT-28d-2	0,5	0,4
	TDUT-28d-3	0,7	

La marcada diferencia entre el valor dado por el blanco y el promedio de las muestras es un parámetro que nos indica la alta reactividad de la puzolana para reaccionar. Esto quiere decir que tienen una alta capacidad de reaccionar con el hidróxido de calcio disuelto (Ca(OH)₂) para formar compuesto de silicato de calcio (CSH) y aluminato de calcio (C₃A) capaces de desarrollar resistencia.

3.7. Pasta consistencia normal (P.C.N.) (Cemento)

Se realiza el ensayo determinando primero el porcentaje de agua que requiere el cemento sólo, y luego con los reemplazos del 10%, 20% y 30%. Para cada uno se procede a colocar una determinada cantidad de agua estimativa y se realiza la medición según la norma utilizando el aparato de Vicat. Se obtuvieron así, los siguientes resultados:

Tabla 8. Resultados ensayos PCN.

Muestra	% de agua de mezclado
CPN	28,00
10%	40,00
20%	52,00
30%	66,60

Se puede observar que a mayor reemplazo del cemento se incrementa el contenido de agua requerido para la consistencia normal, siendo el reemplazo del 30% el de mayor consumo con casi 40% más que el patrón (CPN).

Como se ve en los resultados, la finura y el aumento de la superficie específica que presenta la TD hace que haya una mayor superficie de hidratación lo cual se traduce en un mayor requerimiento de agua para lograr la misma consistencia que la muestra sin reemplazo.

3.8. Tiempo de fragüe (Cemento)

Al realizar los respectivos ensayos de tiempo de fragüe se obtuvieron resultados diferentes a lo que se creía que iba a ocurrir, la muestra con 20% de reemplazo daba un tiempo de fragüe menor al del 10%. Como se muestra en el gráfico de barras (Ilustración 2). En el trabajo publicado por Li et al (2019) se encuentra un comportamiento similar, con una caída del tiempo cuando el reemplazo supera el 20%. Sin embargo, se prevé realizar en un futuro una repetición del ensayo a fines de corroborar los mismos, teniendo en cuenta las mismas condiciones ambientales en la que fue realizado el primero.

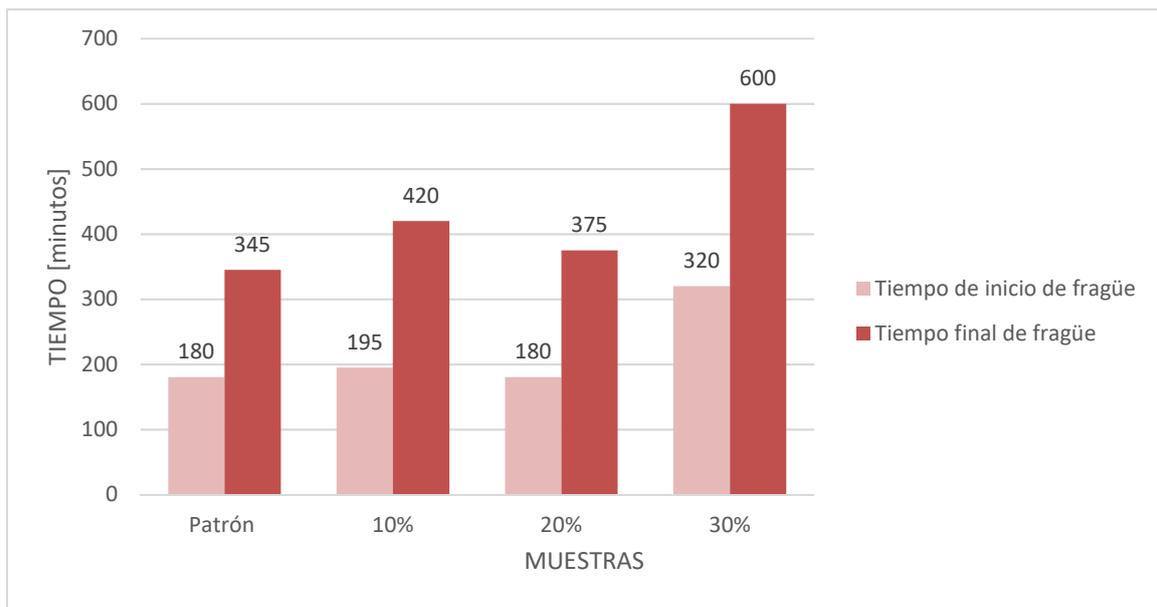


Figura 3. Resultados de la determinación del tiempo de fragüe.

Las variables que pueden influir en el tiempo de fragüe, según Yılmaz y Ediz (2007), son la superficie específica de la partícula, la finura y la mineralogía del material a estudiar. Esto ayuda a entender los parámetros por los cuales en el 30% se genera un gran aumento del tiempo para lograr el fin de fragüe.

3.9. Puzolanidad por vía química (Cemento)

Se realizó este ensayo a los 28 días de preparada la muestra debido a que es el tiempo de mayor actividad puzolánica para la tierra diatomea según Degirmenci y Yılmaz (2008). Se espera realizar a su vez el ensayo para muestras preparadas a 2, 7 y 90 días.

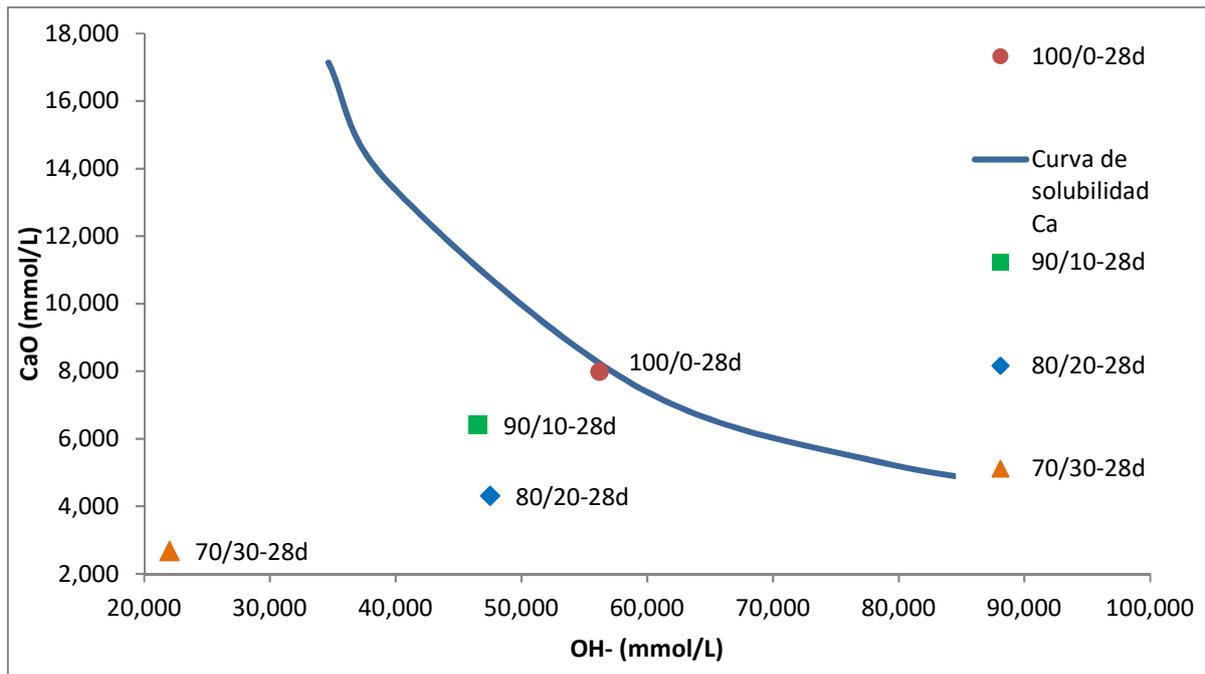


Figura 4. Gráfica comparativa de los resultados del ensayo de puzolanidad por vía química.

Se puede observar que el comportamiento de la TDUT está significativamente por debajo de la curva de solubilidad del Ca, lo que indica que tiene una gran actividad puzolánica una vez reemplazada. Otra observación importante del gráfico es que la reacción se dispara para el reemplazo del 30% y que los valores del 20% y 10% son muy cercanos entre sí, por lo que es indistinto utilizar uno u otro teniendo en cuenta solamente este aspecto.

4. Conclusiones

En este trabajo se presentan los primeros resultados obtenidos al evaluar la factibilidad del uso de tierra diatomea de descarte como adición puzolánica. A partir de esta experiencia inicial es posible concluir que:

- Se debe tratar térmicamente la tierra diatomea utilizada (TDU) para reducir el contenido de materia orgánica.
- Se define como pretratamiento calcinar la muestra de descarte a una temperatura de 550°C por 20 minutos.
- Los ensayos de caracterización de la TDUT como puzolana y los de cementos con reemplazos indican que los mismos están dentro de los requisitos establecidos por las normas IRAM 1668 y 5000, tal como se indica en la Tabla 9
- La diferencia de agua requerida para lograr la misma consistencia aumenta significativamente a medida que se aumenta el contenido de reemplazo, esto se traduce en un mayor tiempo de fragües, excepto para el caso del reemplazo del 20%.
- La reactividad de los reemplazos del 10% y 20% son muy similares entre sí, en cambio, con el reemplazo del 30% la reactividad se dispara y aumenta significativamente.

Teniendo en cuenta estos parámetros de análisis, y sabiendo que hace falta realizar más ensayos para determinar cuál reemplazo es el más conveniente, se puede decir, que el reemplazo del 20% resulta el más efectivo hasta el momento.

Los ensayos que se prevén realizar a futuro son:

- *Ensayo de cemento*: Resistencia mecánica a 2 y 28 días; Absorción; Conductividad; Contracción por secado; Puzolanidad por vía química (2, 7 y 90 días).
- *Ensayos de Puzolanidad*: Índice de actividad puzolánica con cemento (28 días); Requerimiento de agua; Contracción por secado; Cal fijada (2, 7 y 90 días).

Tabla 9. Resumen de resultados de los ensayos realizados.

Ensayo	Muestra	Resultados	Norma IRAM	Cumple [SI/NO]	
<i>Densidad</i> [g/cm ³]	CPN	3,12	-	-	
	TDUT	2,26	1668	SI	
<i>Contenido de humedad</i> [%]	TDUT	1,49		SI	
<i>Pérdida por calcinación</i> [%]	TDUT	2,18	1668	SI	
<i>Trióxido de azufre</i> [%]	TDUT	0,07		SI	
<i>Tiempo de fragüe</i> [minutos]	CPN	180	50000	SI	
	<i>Inicio de Fragüe</i>	10%			195
		20%			180
		30%			320
	CPN				345
	<i>Fin de Fragüe</i>	10%			420
		20%			375
	30%	600			

Reconocimiento

Al Centro de Investigación y Desarrollo para la Construcción y la Vivienda CECOVI, y a la Dra. Anabela Guillarducci por brindarnos nuevos conocimientos que nos permitieron dar nuestros primeros pasos en la investigación y realizar el presente trabajo.

Bibliografía

- Li, J., Zhang, W., Li, C., Monteiro, P. (2019). Green concrete containing diatomaceous earth and limestone: Workability, mechanical properties, and life-cycle assessment. *Journal of Cleaner Producción*, 666.
- Posi, P., Lertnimooolchai, S., Sata, V., Chindaprasirt, P. (2015). Pressed lightweight concrete containing calcined diatomite aggregate. *Journal of Cleaner Producción*, 896.
- Yilmaz, B., Ediz, N. (2007). The use of raw and calcined diatomite in cement production. *Science Direct*, 202, 208.
- Degirmenci, N., Yilmaz, A. (2008). Use of diatomite as partial replacement for Portland cement in cement mortars. 284.
- Rahhal, V., Eperjesi, L. (2012). Capítulo 3. En: Ese material llamado Hormigón. Ciudad: Buenos Aires. Asociación Argentina de Tecnología del Hormigón.