

**ESTABILIZACIÓN/SOLIDIFICACIÓN, UNA ALTERNATIVA PARA LA
DEPOSICIÓN SEGURA DE LODOS SATURADOS CON METALES
PESADOS.**

**SIXTA TULIA CASSERES CASSIANI
SANDRA LILIANA MESA ESPITIA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2008**

**ESTABILIZACIÓN/SOLIDIFICACIÓN, UNA ALTERNATIVA PARA LA
DEPOSICIÓN SEGURA DE LODOS SATURADOS CON METALES
PESADOS.**

**SIXTA TULIA CASSERES CASSIANI
SANDRA LILIANA MESA ESPITIA**

**Proyecto de grado para optar al título de
Ingeniero Químico**

Director

HUMBERTO ESCALANTE HERNÁNDEZ

Ingeniero Químico. Ph. D

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2008**

DEDICATORIA

A Dios por alentarme con su presencia.

A Papú y Mamú por hacer de nuestra casita el mejor hogar de mundo!

A Andrus y Xime porque además de hermanas son amigas.

A mi abuelita por sus oraciones.

A José Andrés por su escucha y compañía.

A los amiguitos de la casa y a Six.

Liliana Mesa.

Dedicatoria

A Dios por guiarme cada día y ser mi guardián.

A mi mami por ser mi fortaleza, todo este logro te lo debo a ti.

A mi hermano por siempre estar ahí.

A gloria por sus consejos y orientaciones.

A Blanca porque me tendió la mano cuando más lo necesitaba.

A mis amigos Liss, Naty, Javo, Álvaro y el Cacique.

Sixta Casseres.

CONTENIDO

	pág.
1. INTRODUCCIÓN	7
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	14
2.1 Materiales y Equipos	14
2.2 Variables de operación en el proceso E/S del lodo	16
2.3 Diseño factorial de experimentos para el proceso E/S del lodo	17
3. RESULTADOS Y DISCUSION	19
3.1 Diseño factorial de experimentos 1	23
3.2 Diseño factorial de experimentos 2	28
4. CONCLUSIONES	36
5. BIBLIOGRAFIA	37

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Ficha técnica del acelerante para fraguado Sikaset L.	17
Tabla 2. Niveles de experimentación para las variables de entrada de los diseños.	18
Tabla 3. Valores de niveles de experimentación para el Diseño 1	19
Tabla 4. Valores de niveles de experimentación para el Diseño 2	19
Tabla 5. Caracterización de efluentes de la empresa Fantaxias Ltda.	20
Tabla 6. Resultados de oxidación y precipitación de metales en los efluentes de la empresa Fantaxias Ltda.	20
Tabla 7. Caracterización fisicoquímica de lodos residuales.	21
Tabla 8. Concentración de metales presentes en el lodo y en el extracto TCLP.	22
Tabla 9. Mejores condiciones de operación reportadas por los diseños 1 y 2, para el proceso E/S de lodos.	32
Tabla 10. Error estándar para los análisis realizados de cada diseño de experimentos.	33
Tabla 11. Consumo de materiales para la E/S de lodos generados por Fantaxias Ltda.	34
Tabla 12. Condiciones de operación recomendadas para el proceso E/S de los lodos de Fantaxias Ltda.	34
Tabla 13. Costos de los materiales.	35
Tabla 14. Posibles aplicaciones para el concreto según la resistencia.	35

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Probetas de cemento-arena-grava-agua con lodo saturado de Cu, Ni y Zn.	23
Figura 2. Variación de Resistencia en las probetas (concreto-lodo) con el tiempo - Diseño 1	23
Figura 3. Gráfico de Pareto de resistencia-Diseño1	24
Figura 4. Gráfico de efectos principales de resistencia-Diseño1	24
Figura 5. Concentración de Cu retenida en las probetas - Diseño 1	25
Figura 6. Gráfico de Pareto de concentración de Cu-Diseño1	25
Figura 7. Gráfico de efectos principales de concentración de Cu-Diseño1	25
Figura 8. Concentración de Zn retenida en las probetas - Diseño 1	26
Figura 9. Gráfico de Pareto de concentración de Zn-Diseño1	26
Figura 10. Gráfico de efectos principales de concentración de Zn-Diseño1	26
Figura 11. Concentración de Ni retenida en las probetas -Diseño 1	27
Figura 12. Gráfico de Pareto de concentración de Ni-Diseño1	27
Figura 13. Gráfico de efectos principales de concentración de Ni-Diseño1	27
Figura 14. Variación de Resistencia en las probetas (concreto-lodo) con el tiempo - Diseño 2	28
Figura 15. Gráfico de Pareto de resistencia-Diseño2	29
Figura 16. Gráfico de efectos principales de resistencia-Diseño2	29
Figura 17. Concentración de Cu retenida en las probetas -Diseño 2	30

	Pág.
Figura 18. Gráfico de Pareto de concentración de Cu-Diseño2	30
Figura 19. Gráfico de efectos principales de concentración de Cu-Diseño2	30
Figura 20. Concentración de Zn retenida en las probetas - Diseño 2	30
Figura 21. Gráfico de Pareto de concentración de Zn-Diseño2	31
Figura 22. Gráfico de efectos principales de concentración de Zn-Diseño2	31
Figura 23. Concentración de Ni retenida en las probetas -Diseño 2	31
Figura 24. Gráfico de Pareto de concentración de Ni-Diseño2	32
Figura 25. Gráfico de efectos principales de concentración de Ni-Diseño2	32

RESUMEN

TITULO: ESTABILIZACIÓN/SOLIDIFICACION, UNA ALTERNATIVA PARA LA DEPOSICION DE LODOS CARGADOS CON METALES PESADOS¹

AUTORES: Sixta Tulia Casseres Cassiani
Sandra Liliana Mesa Espitia²

PALABRAS CLAVES: Inertización, Estabilización/Solidificación, lodos residuales, oxidación de cianuros, precipitación de metales.

DESCRIPCIÓN:

La industria de recubrimientos metálicos, en sus actividades diarias de producción, genera una gran cantidad de efluentes con elevadas concentraciones de cianuros y metales pesados (Cu, Ni y Zn). Como una alternativa para solucionar este problema ambiental, se reduce el cianuro por oxidación con hipoclorito de sodio y los metales se precipitan químicamente, de estos procesos se obtiene un efluente libre de contaminantes, pero se generan unos lodos que son catalogados por el IDEAM y el Procedimiento de Lixiviación Característico de Toxicidad (TCLP) como residuos tóxicos y peligrosos, debido a su elevada concentración de metales pesados. En este trabajo de investigación se propone disminuir el carácter tóxico de este residuo, de tal manera que pueda ser depuesto de forma segura en un vertedero, mediante un proceso de Estabilización/Solidificación, en una matriz de cemento Portland. Los resultados obtenidos muestran que es posible disminuir la migración de metales al ambiente, hasta muy por debajo de los límites establecido por la normatividad ambiental, de lodos con alta concentración de metales pesados como cobre, níquel y zinc, en una matriz de cemento Portland, arena fina, gravilla y agua, obteniéndose monolitos de alta integridad estructural que evidencian valores de resistencia alrededor de los 3000 psi.

¹ Proyecto de grado

² Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Humberto Escalante.

TITLE: STABILIZATION/SOLIDIFICATION, AN ALTERNATIVE FOR THE DEPOSITION OF HEAVY METAL LOADED SLUDGES³

AUTHORS⁴: Sixta Tulia Casseres Cassiani
Sandra Liliana Mesa Espitia

KEYWORDS: Inertization, stabilization/solidification, residual sludge, cyanide oxidation, metals precipitation

ABSTRACT

Nowadays, electroplating industry generates effluents on a large scale polluted with high concentrations of cyanide and heavy metals (Cu, Ni y Zn). As an alternative to solve this environmental problem, cyanide is reduced by means of an oxidation with sodium hypochlorite and metal ions are chemically precipitated. From both processes an effluent free of pollutants is obtained, but sludge catalogued by the IDEAM and the Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) as toxic and dangerous wastes (because of its high concentration of heavy metals) is generated as well. A process for diminishing the toxicity of the above mentioned solid waste by means of a stabilization/solidification process in a Portland cement matrix is proposed in this research work. This way, the sludge could be safely disposed in a rubbish dump. The obtained results show that decreasing migration of metal ions from loaded sludge in a matrix of Portland cement, fine sand and gravel to the environment, down to a level below the official regulations is possible. Monoliths of high structural integrity which evidence values of 3000 psi of compression resistance were obtained.

³ Grade Project.

⁴ Ability of Physiochemical Engineerings. School of Chemical Engineering. Director: Humberto Escalante.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de las actividades productivas en el sector industrial genera un sin número de residuos en forma de lodo los cuales son perjudiciales para el medio ambiente. La industria del papel produce lodos residuales celulósicos [1], la industria metalmeccánica origina lodos con altos contenidos de grasas y metales pesados [2], plantas de tratamiento de aguas generan lodos con compuestos orgánicos y las refinerías, lodos petrolizados [3, 4]. En el sector de la industria de la Galvanotecnia se generan efluentes con elevados niveles de cianuro, y metales pesados los cuales al ser sometidos a un proceso de oxidación y precipitación producen un precipitado en forma de lodo con una gran cantidad de metales pesados, entre ellos se destacan Cobre, Níquel y Zinc en concentraciones cercanas a 3000 ppm, 700 ppm, y 500 ppm, respectivamente [5].

El tratamiento de lodos industriales con elevadas concentraciones de metales y compuestos tóxicos ha sido ampliamente investigado [6], básicamente se busca la recuperación de metales, una aplicación industrial ó se estudia la mejor forma de deponerlos en un vertedero de seguridad. La recuperación de metales puede llevarse a cabo por medio de técnicas electroquímicas [7], sulfidación [8], extracción asistida por ultrasonidos [9], adsorción y electrodeposición [10], a pesar de que mediante estas técnicas pueden alcanzarse hasta un 60 % de recuperación del metal [11] estos procesos son costosos, y la tecnología es de difícil acceso para las pequeñas y medianas empresas. Cuando por cualquier circunstancia (económica u operativa) no es posible realizar a los lodos un proceso para recuperar sus componentes, debe optarse por un proceso de inertización a fin de deponerlos de forma segura. La deposición segura de residuos industriales tiene como objetivo el confinamiento de los mismos dentro de una matriz, minimizando las liberaciones de contaminantes hacia el medio. En el caso de residuos peligrosos lo más común es colocarlos en rellenos de seguridad, esta tecnología consiste en la disposición en el suelo utilizando obras civiles

especialmente diseñadas denominadas celdas de seguridad, cuyo diseño garantiza la no contaminación de las aguas superficiales y subterráneas y la ausencia de malos olores [12]. Finalmente, la reutilización industrial de residuos en forma de lodo esta enfocada a la implementación de técnicas que minimicen el nivel de toxicidad de los mismos, como es el caso de la inertización.

La inertización es un procedimiento que minimiza la velocidad de migración de contaminantes al medio ambiente y/o reduce la toxicidad para cambiar o mejorar las características del desecho, de tal modo que hace posible su reutilización ó disposición final [13]. Dentro de las aplicaciones industriales para este tipo de residuo se encuentra la vitro-ceramización, esta técnica ha sido estudiada por diferentes autores [14,15,16], quienes abordaron el tratamiento medioambiental de lodos producto del tratamiento de aguas urbanas [14], residuos galvánicos[15], lodos de hidrometalurgia saturados con Zinc, cenizas volantes de centrales térmicas y cenizas y escorias de una planta de incineración de residuos sólidos urbanos [16], y obtuvieron materiales Vitro-cerámicos con un 40% en peso de residuos, con características de gran interés tecnológico como su gran resistencia al ataque alcalino y moderada resistencia al ataque ácido. Sin embargo, aun cuando se obtuvieron excelentes materiales vitro-cerámicos, con propiedades adecuadas para ser utilizados en construcción, los elevados costos del tratamiento térmico (1000 °C), no permiten implementarla en la industria.

La inertización de residuos industriales también es posible mediante la validación de la tecnología E/S (Estabilización/Solidificación). Según el documento de la Comunidad Europea, *A citizen's guide to Solidification/Stabilization* [17], esta técnica tiene como objetivos principales: i) reducir la movilidad o solubilidad del contaminante, minimizando el riesgo de propagación del mismo en otros medios, ii) mejorar el manejo del residuo mediante la formación de materiales sólidos sin líquidos libres para evitar su dispersión y iii) disminuir la superficie expuesta a la transferencia o pérdida de los contaminantes. [18].

La solidificación es un proceso mediante el cual se añade una cantidad suficiente de material solidificante, incluidos sólidos, a los residuos peligrosos para obtener una masa sólida monolítica. La matriz obtenida posee características de integridad estructural y resistencia mecánica que disminuye su compresibilidad y su permeabilidad [6]. La estabilización se refiere a la conversión del material contaminante en una forma menos tóxica y menos móvil ó soluble. Las transformaciones se dan por medio de reacciones químicas que fijan los compuestos tóxicos en la matriz encapsulante [15]. La solidificación no implica, necesariamente, una interacción química entre el residuo y el agente solidificante lo que si ocurre con la estabilización; de ahí el peligro de liberación del compuesto tóxico en caso de un impacto mecánico o bien una agresión química.

Diferentes autores han realizado estudios basados en la tecnología E/S. Coz A. y Andrés A. [19] estudiaron la migración de metales pesados al ambiente mediante diferentes ensayos de lixiviación y analizaron el comportamiento del contenido orgánico e inorgánico del desecho en la matriz encapsulante. Utilizaron Cemento Portland y Cal como encapsulantes, Carbón Activado y Carbón negro como aditivos, y lodos de fundición con alto contenido de Zn, Fe y Mn. Como resultado obtuvieron un monolito con las características establecidas por la regulación Europea para su disposición final en basureros y vertederos para residuos no peligrosos. Ruiz M.C. e Irabien A. [20], estabilizaron los contaminantes orgánicos e inorgánicos presentes en lodos de fundición, mediante el uso de cemento Portland como encapsulante y tres diferentes tipos de aditivos, bentonita organofílica, cal y cenizas volantes de carbón; llegando a concluir que la incorporación de la cal reduce la ecotoxicidad de la mezcla solidificada y refuerza la estabilización de organismos contaminantes. Sin embargo la alcalinidad de la cal incrementa el Zn lixiviado a concentraciones sobre el límite establecido por la regulación europea.

Valls S. y Vázquez E. [21], estabilizaron los lodos de digestión anaerobia, en una matriz de cemento y ceniza y estudiaron el efecto de la velocidad de fraguado, la hidratación de los productos formados y la estabilidad química. Los resultados mostraron que los hidratos del cemento Portland garantizan una alta alcalinidad del sistema, favoreciendo la neutralización y descomposición de microorganismos y compuestos orgánicos contenidos en los lodos. Pardo O.J. [22], estudió la estabilización con cemento Portland de lodos con alto contenido de metales pesados (Cr, Cu, Ca y Zn) mediante ensayos de lixiviación y pruebas de resistencia a la compresión y obtuvo excelentes porcentajes de retención de los metales, mejoramiento de las propiedades físicas de los lodos y resultados de permeabilidad hidráulica para los residuos evaluados que no cumplen con lo exigido por la normatividad internacional.

Toxicidad de Residuos

Según la normatividad ambiental [23], la elevada concentración de metales pesados en un residuo, es un parámetro para catalogarlo como tóxico o peligroso. La toxicidad de una sustancia esta definida como la capacidad que tiene para producir efectos adversos o indeseables en la salud humana y/o el medio ambiente. Para evaluar la toxicidad de un residuo, existen seis pruebas diferentes: a) TCLP (Procedimiento de lixiviación característico de toxicidad), b) SPLP (Procedimiento de lixiviación de precipitación sintética), c) bioluminiscencia bacterial, d) quimioluminiscencia bacterial, e) toxicidad para Daphnia y f) ensayo de inhibición de algas [24]. Estos ensayos, estudian dos enfoques diferentes de la toxicidad de un residuo: el referido a la salud humana bien sea en forma directa o indirecta, que incluye los ensayos de TCLP, SPLP, bioluminiscencia bacterial y quimioluminiscencia bacterial, y el que involucra la toxicidad acuática, que se basa en las pruebas de toxicidad aguda para Daphnia y ensayo de inhibición de algas [23]. La ejecución de estos procedimientos se inicia con el desarrollo de la prueba TCLP, este ensayo de lixiviación consiste en introducir al residuo en un medio ácido y mantenerlo allí durante cierto tiempo para determinar, la movilidad de

compuestos inorgánicos y orgánicos del residuo y de esta manera medir su toxicidad. Si el resultado del ensayo TCLP es positivo, es necesario continuar con los demás procedimientos. En contraste si el resultado es negativo, es decir, la movilidad de contaminantes al medio ambiente se encuentra dentro límites permisibles, se considera al residuo como no tóxico para la salud humana. El protocolo por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral, está contemplado en el decreto 4741 del 30 de diciembre de 2005 de la República de Colombia [23].

Estabilización de metales en una matriz de cemento

La mezcla de cemento, grava, arena y agua es conocida como concreto. La grava varía de tamaño desde 5 mm hasta 50 mm dependiendo de las características del concreto y de su futura aplicación: edificaciones, puentes, vías, presas, etc. La arena es el material granular que pasa el tamiz N °4, y debe estar libre de impurezas, especialmente orgánicas. El cemento suministra las propiedades adhesivas y cohesivas a la pasta, y para su hidratación requiere cerca del 25% de agua, sin embargo un exceso de 10 a 15% mejora la movilidad del cemento dentro de la pasta. En la industria de la construcción se recomienda que la relación agua-cemento (a/c) mínima sea de 0,35; no obstante para obtener mejor manejabilidad en el concreto se recomienda un exceso de agua. La relación a/c es uno de los parámetros que más afecta la resistencia del concreto, pues a medida que aumenta, se incrementan los poros en la masa y por ende disminuye la resistencia del concreto. [25]

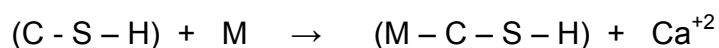
El proceso de inertización de un residuo en una matriz encapsulante de concreto, involucra su formulación (porcentajes de cemento y áridos), con el fin de encontrar una pasta de consistencia y manejabilidad adecuada que proporcione monolitos de durabilidad, resistencia y apariencia uniforme en el estado fraguado.

El cemento Pórtland es un compuesto ampliamente utilizado para formar matrices encapsulantes, debido a su bajo costo, fácil manipulación, obtención, a la capacidad que tiene para formar productos monolíticos [21] y a su adaptabilidad a residuos inorgánicos especialmente los que contienen metales pesados. En la estabilización de los metales con cemento, estos son retenidos como hidróxidos o carbonatos en la estructura solidificada como resultado del elevado pH (mayor de 11). Estudios realizados [18] muestran que el cemento Pórtland ofrece una encapsulación física y una fijación química mediante la inmovilización de iones metálicos (**M**) por su principal producto de hidratación (Silicato Cálcico Hidratado **C-S-H**). Metales como Pb, Cu, Zn, Sn, y Cd se unen a la matriz por fijación química, el Ni se convierte en hidróxido, mientras que el Hg es retenido por encapsulación física. El proceso de estabilización de un metal en una matriz con cemento es descrito mediante las siguientes reacciones:

a) Inmovilización por adición de nuevas reacciones, de acuerdo a la reacción:



b) Inmovilización por una reacción de sustitución, de acuerdo a la reacción:



El mecanismo de inmovilización de metales por adición de nuevas reacciones (a) ó por reacción de sustitución (b), depende de las propiedades del C-S-H, de la relación Ca/Si y del pH. A menor razón de Ca/Si mayor número de cationes pueden ser incorporados dentro del C-S-H; para poder lograr esto es necesario tener un control del pH = ±10 [22].

La Resistencia a la compresión es la propiedad más característica e importante del concreto, ya que según su magnitud se determina el tipo de construcción al

que puede ser aplicado. La resistencia se mide usualmente mediante el ensayo a compresión, para lo cual se fabrican cilindros de concreto que se denominan probetas, y son sometidos a un esfuerzo de compresión en una máquina denominada, maquina universal de ensayos. La resistencia del concreto es función del tiempo de fraguado, obteniéndose su máximo valor aproximadamente a los 28 días de envejecimiento [25]. La dimensiones de las probetas, para evaluar resistencia del concreto, dependen del tamaño del agregado, manteniendo constante la relación altura/diámetro en 2 [25].

Con el fin de garantizar que la resistencia a la compresión de los monolitos formados no se vea afectada por la inclusión de residuos en el proceso de estabilización de metales, es necesario utilizar un concreto que proporcione una resistencia a la compresión de aproximadamente 250 kgf/cm^2 (3500 psi). De igual manera, la inclusión de lodos saturados de metales pesados, en la matriz de cemento, afecta la velocidad de fraguado [21], por esta razón se recomienda, dependiendo de las aplicaciones que se le quieran dar al monolito, agregar un aditivo acelerador de fraguado, o plantear un diseño de mezcla en donde se aumente la cantidad de cemento en la matriz [20].

Ciclo de vida de los contaminantes dentro de una matriz

El elevado contenido de contaminantes en un residuo sólido, es un criterio a tener en cuenta para su deposición. Una de las alternativas más utilizadas para la inmovilización de los metales contaminantes, presentes en un residuo sólido, es la técnica de Estabilización/Solidificación (E/S). Esta técnica presenta ventajas en cuanto a: i) la estabilidad de los componentes del residuo en el producto final, ii) la facilidad en la obtención de las materias primas para la matriz encapsulante, iii) la posible reutilización del producto estabilizado y iv) el desempeño de la técnica no requiere maquinaria ni equipos de difícil acceso.

El proceso para inmovilizar los contaminantes presentes en un lodo, mediante la técnica de E/S involucra las siguientes etapas: el diseño de la matriz, la fabricación

de las probetas (matriz – lodo) y los ensayos de TCLP a los monolitos, que permiten evaluar la capacidad de migración de los contaminantes al medio ambiente. Después del tiempo de fraguado, se determina la resistencia a la compresión de las probetas, con el fin de establecer la integridad estructural del concreto para evaluar su posible aplicación en obras civiles. Finalmente las probetas se someten a un ensayo de lixiviación TCLP para determinar la migración de contaminantes al medio ambiente. El ensayo de lixiviación TCLP consiste en simular un ambiente agresivo para el monolito, para esto lo más común, es utilizar ácidos fuertes como fluidos extractantes. El contacto entre el monolito y el fluido extractante se realiza en un agitador mecánico, por un tiempo establecido. Luego la mezcla es filtrada y se evalúa la concentración de metales en el lixiviado; que representa la cantidad de metales que no es retenida por el monolito. Esta concentración se confronta con los parámetros establecidos por la normatividad ambiental vigente y define si el monolito (matriz- residuo) se puede deponer con seguridad en un vertedero. En Colombia, para el caso de Cu, Ni y Zn el decreto 1594/84 [26] establece que la concentración máxima de estos metales en un efluente líquido, debe ser de 5 mg/L, 3 mg/L y 2 mg/L respectivamente.

El objetivo principal de este trabajo de investigación fue inertizar un lodo, con elevada concentración de Cu, Ni y Zn, mediante la técnica de estabilización/solidificación (E/S), utilizando una matriz encapsulante compuesta de cemento Pórtland, gravilla de piedra de $0,7 \pm 0,2$ cm de diámetro, arena fina (que pasa el tamiz N°4), acelerante de fraguado para concreto Sikaset L.

Como prototipo de residuo contaminante se seleccionó un lodo producto del proceso de oxidación de cianuros y precipitación de metales, presentes en un efluente líquido, de la empresa de herrajes Fantaxias Ltda. de Bucaramanga, la cual realiza procesos de electrorrecubrimiento a piezas metálicas.

La viabilidad del proceso de estabilización/solidificación de los lodos, con cemento Pórtland, se evaluó con base en un ensayo de lixiviación [TCLP], reconocido por

la comunidad europea (Method 1311 of SW-846. U.S.EPA.) para simular el contacto entre el residuo encapsulado y ácidos orgánicos generados en basureros municipales de desechos sólidos; de igual manera se evaluó la resistencia a la compresión de los monolitos obtenidos con el fin de establecer la integridad estructural de concreto y observar su posible aplicación en obras de construcción.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales y Equipos

Como materia prima se utilizó lodo procedente de la oxidación de cianuros y precipitación de metales de los efluentes, del proceso de electrorrecubrimiento, de la empresa de Herrajes y piezas metálicas Fantaxias Ltda. de Bucaramanga. A los lodos se les realizó una caracterización física y química. La determinación de la concentración de metales (Cu, Ni, Zn, Cl, Na, Si, Fe,) presente en los lodos se realizó en un Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X de Energía Dispersa marca *Shimadzu* modelo *EDX 800 HS*.

La toxicidad del lodo se validó mediante el protocolo metodológico para la evaluación de la toxicidad de un residuo del Instituto de Hidrología, Meteorología y estudios ambientales (IDEAM) [23], en el que se establece que si en la caracterización de un residuo sólido, se superan los valores límite de concentración de metales, al residuo debe realizársele un ensayo de lixiviación TCLP, establecido por la comunidad Europea y proporcionado por la Environmental Protection Agency. (Method 1311 of SW-846. U.S.EPA).

El procedimiento que se llevó a cabo para el ensayo de lixiviación TCLP del residuo fue el siguiente: Para determinar el fluido extractante a utilizar se tomó una submuestra del residuo (5 gramos), se redujo a un tamaño de partícula menor o igual a 1 mm de diámetro y se colocó en un erlenmeyer de 500 mL. Se le añadió 96,5 mL de agua destilada y se agitó vigorosamente durante 5 minutos. El ajuste y medición de pH se hizo utilizando un pHmetro con electrodo de Platino Metrohm modelo 6.0258.000. Debido a que el pH fue > 5 se añadieron 3,5 mL de HCl 1N, se calentó a 50 °C y se hirvió durante 2 minutos. Se dejó enfriar la solución a temperatura ambiente y se midió el pH, como éste fue > 5 se utilizó el fluido N°2. El fluido N°2 se obtuvo diluyendo 5,7 mL de ácido acético glacial con agua destilada hasta 1 litro. El pH fue de $2,88 \pm 0,02$.

Una vez determinado el fluido extractor, se realizó el ensayo de lixiviación, la muestra se pesó y se mezcló con una cantidad de fluido extractante igual a 20

veces el peso de la muestra. El sistema se colocó en un de agitación rotatorio a 30 r.p.m. durante 18 horas. La temperatura se mantuvo en 25 ± 2 °C, pasadas las 18 horas, se filtró cada muestra. Se determinó la concentración de Cu, Ni y Zn presente en las disoluciones acuosas (lixiviados), mediante Absorción Atómica en un espectrofotómetro Perkin Elmer 2380. A partir de un balance de masa se calculó la concentración de los metales que permanecen confinados en el monolito, siendo está la variable respuesta final para validar su capacidad encapsulante.

Para la formulación de la matriz encapsulante se utilizó cemento Pórtland marca Diamante, arena fina (pasa por tamiz N° 4), gravilla de $0,7 \pm 0,2$ cm. de diámetro, agua potable y adicionalmente se evaluó el uso de un acelerante comercial para el fraguado de concreto: Sikaset L. Las probetas de experimentación se construyeron utilizando moldes cilíndricos, de tubos de PVC de 2,54 cm de diámetro y 5 cm de longitud, conservando una relación altura/diámetro de $2 \pm 0,1$ [25]. Se procedió a preparar una mezcla homogénea de arena, gravilla, lodos secos, cemento Pórtland y agua; la mezcla fue vertida en los moldes y las probetas formadas se dejaron expuestas al medio ambiente para un secado directo. Se considero un tiempo total de fraguado de 28 días, desencofrando las probetas a los 5 días para realizarles las pruebas de resistencia a la compresión, y el ensayo de lixiviación (TCLP). La evolución de la resistencia del concreto se evaluó mediante la resistencia a la compresión de las probetas, a los días 7, 14, 21 y 28 días, utilizando una Maquina Universal de Ensayos Trebel.

Igualmente los ensayos de lixiviación TCLP, se realizaron a las probetas que se sometieron a la prueba de resistencia en los días 7, 14, 21 y 28. Con el fin de observar la evolución de la retención de metales en el monolito durante el tiempo de fraguado del concreto.

2.2 Variables de operación en el proceso E/S del lodo

Las diferentes proporciones de los componentes del concreto, le dan mayor o menor resistencia y por ende definen su posterior uso; ya sea, muros y losas sin refuerzo, mortero para pisos u hormigones para columnas [27, 28]. Por lo anterior para la formulación de la mejor matriz encapsulante de los lodos residuales de la empresa Fantaxias Ltda., se estudió el efecto de las variables: porcentaje de residuo dentro de la matriz, relación agua/cemento (a/c), relación cemento / áridos (c/ar), y uso de un aditivo comercial acelerante del fraguado.

Para introducir un residuo en una matriz encapsulante, es necesario conocer el grado de influencia de los componentes del residuo, tanto para determinar la dosificación máxima recomendable de lodo como para prever las posibles alteraciones en las características del concreto. Al incorporar un residuo en un concreto, la relación de los componentes cemento-arena-grava-agua se ve afectada. Por consiguiente es necesario encontrar una nueva formulación de la mezcla, que garantice un concreto con nivel de resistencia adecuado para la utilización posterior del monolito [20]. Por ejemplo una relación agua/cemento menor de 0,45 disminuye la manejabilidad del concreto, dejándolo demasiado rígido para trabajar y una relación superior a 0,50 aun cuando facilita su manejabilidad lo hace demasiado fluido, disminuyendo su resistencia y posterior utilidad [29]. La masa de lodo que se puede adicionar al concreto influye directamente en el fraguado y en el tiempo de desencofrado de la probeta [30]. Al adicionar un porcentaje mayor a 15 % de lodo a un concreto se incrementa el tiempo de fraguado y desencofrado de la probeta a 15 días.

Es recomendable el uso de un acelerante de fraguado como aditivo a la matriz, con el objetivo de disminuir el efecto retardador de fraguado que tienen algunos componentes del lodo. La cantidad de acelerante a utilizar está dada por el fabricante del producto y es 3% y 1% con relación al peso del cemento. En la tabla 1 se presenta la ficha técnica del acelerante para fraguado utilizado.

Tabla 1. Ficha técnica del acelerante para fraguado Sikaset L.

Sikaset® L Acelerante para concreto	
Descripción	Aditivo líquido de color ámbar, con acción acelerante sobre el fraguado y las resistencias mecánicas del concreto.
Dosificación	Dependiendo del grado de aceleramiento deseado, se dosifica del 1 al 3% del peso del cemento. El efecto acelerador varía con el tipo y temperatura del cemento.
Datos Técnicos	Sikaset L cumple con las Normas ASTM C-494 e Icontec 1299 como aditivo tipo C. Densidad = 1,3 Kg/l aproximadamente
Precauciones	El uso de acelerantes exige un rápido y completo curado. La sobredosificación causa efectos inesperados en la mezcla de concreto.
Medidas de Seguridad	Se recomienda el uso de anteojos protectores y guantes. En caso de salpicadura en los ojos, lávelos con abundante agua, en caso de ingestión consulte a un médico.

2.3

2.4 Diseño Factorial de Experimentos para el proceso E/S del lodo

Para determinar las mejores condiciones de operación, que garanticen una excelente matriz encapsulante de los metales presentes en los lodos de Fantaxias Ltda., se plantearon dos diseños factoriales de la forma 2^k [31]., donde k es el número de variables de entrada. La necesidad de plantear dos diseños de experimentos surge debido a que al incluir un residuo en una matriz encapsulante se ve afectado el tiempo de fraguado [20,21], por lo que se estudió el comportamiento de la mezcla lodo-matriz con y sin la adición de un acelerante de fraguado. En el primer diseño se estudió el efecto de la inclusión de lodo en la matriz, variando la cantidad de cemento de la misma; para tal efecto las proporciones de cemento-arena-grava y agua se seleccionaron con base a estudios de E/S de diferentes residuos [19, 20, 21, 22]. Las variables de estudio en este experimento fueron: el porcentaje de lodo, la masa de agua y la cantidad de cemento en la matriz, por lo que se planteo el uso de una matriz 1:1:1 y una matriz 2:1:1 donde la relación es Cemento:Arena:Grava .

Al agregar lodo a un concreto se afecta el tiempo de fraguado [20,21], y por ende la resistencia del material, por esta razón se planteó un segundo diseño de

experimentos, en el que se estudió el comportamiento de la mezcla al adicionar un acelerante comercial para fraguado. Las variables de estudio fueron: masa de lodo, masa de agua y porcentaje de acelerante adicionado a la mezcla. En los dos diseños las variables respuesta fueron: la resistencia y la capacidad del material para la retención de los metales, luego de la etapa de lixiviación. Las proporción de los componentes de la matriz encapsulante para el diseño 2, es 1:1:1 lo cual indica que se deben utilizar la misma cantidad de Cemento:Arena:Grava.

Cada diseño generó un total de 8 experimentos y adicionalmente se realizaron 3 experimentos, de parámetros iguales, con el fin de evaluar la reproducibilidad y el intervalo de confianza del diseño Factorial de Experimentos. Los 11 experimentos se realizaron de forma aleatoria con el objetivo de proteger los resultados de variables ocultas. En la tabla 2 se presentan la selección de los valores máximos y mínimos de las variables para los dos diseños. La masa de agua requerida se calculó para una base de cemento de 100 g [21].

Tabla 2. Niveles de experimentación para las variables de entrada de los diseños.

DISEÑO 1			DISEÑO 2		
Matriz encapsulante M (cemento:arena:grava)	Nivel máximo +	2:1:1	Porcentaje de acelerante AC	Nivel máximo +	3
	Nivel mínimo -	1:1:1		Nivel mínimo -	1
Porcentaje de Residuo R	Nivel máximo +	15	Porcentaje de Residuo R	Nivel máximo +	15
	Nivel mínimo -	5		Nivel mínimo -	5
Cantidad de agua (g) A	Nivel máximo +	50	Cantidad de agua (g) A	Nivel máximo +	50
	Nivel mínimo -	45		Nivel mínimo -	45

En las tablas 3 y 4 se presentan los niveles de experimentación para los diseños factoriales 1 y 2.

Tabla 3. Valores de niveles de experimentación para el Diseño 1.

EXPERIMENTOS DISEÑO 1.								
Variables	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8
M	1:1:1	1:1:1	1:1:1	1:1:1	2:1:1	2:1:1	2:1:1	2:1:1
AC	50	45	50	45	45	50	50	45
R	5	15	15	5	5	5	15	15

Tabla 4. Valores de niveles de experimentación para el Diseño 2.

EXPERIMENTOS DISEÑO 2.								
Variables	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8
AC	1	1	1	1	3	3	3	3
A	50	45	50	45	45	50	50	45
R	15	15	5	5	5	5	15	15

El análisis completo de los resultados de los diseños de experimentos se realizó mediante el software Statgraphics Versión 5.1, que permite elaborar los diagramas de Pareto y los de Efectos Principales para cada una de las variables de respuesta. El gráfico de Pareto muestra una variable respuesta estimada como una función de cada variable de entrada, ajusta los datos de los experimentos realizados y traza estimaciones de efectos experimentales o variables de entrada en orden decreciente de importancia. El gráfico de efectos principales es análogo al diagrama de Pareto y señala por medio de la pendiente de la línea trazada, la incidencia de cada efecto experimental sobre la variable de respuesta seleccionada para el análisis [31].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La empresa de herrajes y piezas metálicas Fantaxias Ltda. genera 4000 L/día de efluentes cuyas características se presentan en la tabla 5.

Tabla 5. Caracterización de efluentes de la empresa Fantaxias Ltda. [5].

PUNTO DE MUESTREO	Cianuro (ppm)	pH (Unidades de pH)	Cobre (ppm)	Níquel (Ni)	Zinc (ppm)
M1	0	10	2.356	2.36	0.743
M2	0	3.19	4.177	1.87	279.2
M3	1894.50	9.87	692	7.368	1.91
M4	0	2.34	3.512	4.35	111.55
M5	0	7.53	1.321	690.50	0.266
M6	36.17	9.11	0.22	2.98	0.197
M7	0	12.18	4.55	3.52	2.79
M8	0	2.61	4.99	3.27	43
M9	2554.64	9.75	2012	12.03	242.50
M10	5574.28	10.03	5656	22.2	2404
M11	0	6.85	1.056	608	507
M12	3247.45	9.85	3027	716	503

La caracterización fisicoquímica de los efluentes de la empresa Fantaxias Ltda. se realizó en los diferentes puntos de muestreo M1, M2, ... M12 y presenta valores de concentración de metales y cianuro que sobrepasan la normatividad ambiental colombiana; estos resultados evidencian la necesidad de realizar un proceso de remediación.

Los efluentes fueron sometidos a un proceso de oxidación del cianuro, con hipoclorito de sodio y a un subsiguiente proceso de precipitación de metales [5]. Una vez se trataron los efluentes se obtuvo un agua libre de contaminantes y un lodo residual, cuyas caracterizaciones químicas se presentan en las tablas 6 y 7 respectivamente [5].

Tabla 6. Resultados de oxidación y precipitación de metales en los efluentes de la empresa Fantaxias Ltda.

VARIABLE	CONCENTRACION (ppm)				
	Niveles permitidos por la Normatividad Ambiental	Efluentes M12	Efluentes proceso de Oxidación de Cianuros	Efluentes proceso de Precipitación de Metales	Lodos Residuales
CN ⁻		3247,45	<1	<1	<1
Cu	3	3027	40.4	1.04	3026
Ni	2	716	11.3	1.25	714
Zn	5	503	21.6	0.83	502
pH	6-10	9.85	8.5	11	10.75

La tabla 6 presenta la concentración inicial y final de los contaminantes para los efluentes, en esta se indica y se comprueba la efectividad de la eliminación de cianuros y precipitación de metales [5] ya que la normatividad ambiental para Cu, Ni y Zn es de 5 ppm, 3 ppm y 2 ppm respectivamente [26]. Luego del proceso de oxidación de cianuros y precipitación de metales a los 4000 L/día de efluentes de la empresa Fantaxias Ltda. se generan 7 Kg/día de lodos secos.

En la tabla 7 se presenta la caracterización físico-química de los lodos, en esta se observa que el contenido de Cu, Ni y Zn esta por encima de los límites establecidos por la normatividad ambiental [26], estos metales pueden causar en los seres humanos diferentes tipos de cáncer, reacciones alérgicas y afecciones cardiacas, sin mencionar los daños al ambiente en caso de ser vertidos directamente, esto causa preocupación a la empresa Fantaxias Ltda. y la motiva a dar solución a este problema.

Tabla 7. Caracterización fisicoquímica de lodos residuales.

VARIABLE	Valor
Densidad (g/cm ³)	1,11 ± 0,02

CuO	53,225%
Na₂O	18,829%
P₂O₃	12,138%
NiO	5,545%
SiO₂	3,476%
SO₃	2,494%
ZnO	2,421%
CaO	1,350%
Fe₂O	0,493%
K₂O	0,030%

Ensayo de lixiviación TCLP a lodos sin tratamiento

En la tabla 8 se encuentran las concentraciones totales de metales presentes en el lodo y en el lixiviado del ensayo TCLP.

Tabla 8. Concentración de metales presentes en el lodo y en el extracto TCLP.

Metal	Concentración Inicial (ppm.)	Concentración TCLP (ppm.)
Cu	3026	1430
Ni	714	560
Zn	502	480

Los lodos residuales utilizados en las pruebas de E/S tenían una concentración inicial de 3000 ppm de Cu, 700 ppm de Ni y 500 ppm de Zn aproximadamente, con el fin de simular las concentraciones de metales alcanzadas en la empresa en época de producción máxima [5]. El objetivo de utilizar estas concentraciones iniciales fue validar la técnica E/S de lodos residuales para cuando se presenta la máxima concentración de metales.

De acuerdo a los resultados de la tabla 8, el test TCLP cataloga a los lodos, procedentes del proceso de oxidación de cianuros y precipitación de metales de los efluentes de Fantaxias Ltda., como residuos **tóxicos y peligrosos**. Ante este resultado es necesario resaltar que estos lodos no pueden verterse directamente sin que se le realice un correcto tratamiento de estabilización /solidificación, que garantice la inertización de los metales.

Influencia del lodo en la resistencia de la probeta

Durante el curso de los experimentos del diseño factorial 1, cada 7 días hasta el día 28 se desencofraron 2 probetas, para realizar la prueba de resistencia a la compresión y posteriormente el ensayo TCLP. En la figura 1, se muestra un conjunto de probetas expuestas a secado directo al medio ambiente.

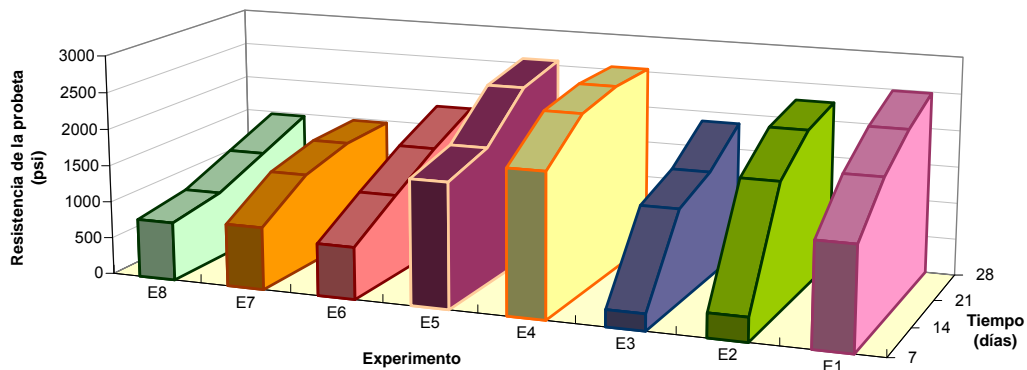
Figura 1. Probetas de cemento-arena-grava-agua con lodo saturado de Cu, Ni y Zn.



En la figura 2 se representa la influencia del lodo sobre la resistencia y tiempo de fraguado de las probetas.

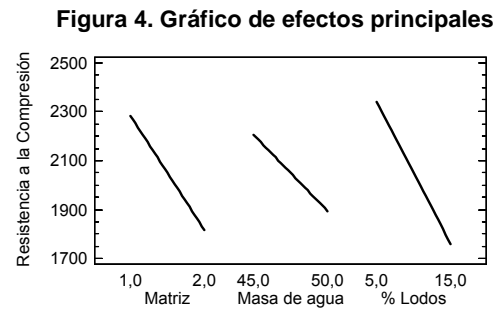
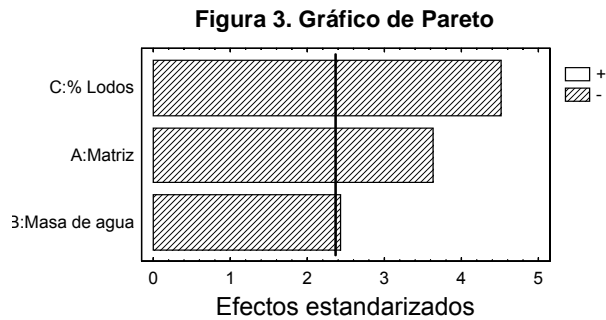
3.1 Diseño de Experimentos 1

Figura 2. Variación de Resistencia en las probetas (concreto-lodo) con el tiempo - Diseño 1



En la figura 2, se observa que la resistencia del monolito para todos los experimentos se incrementa directamente con el tiempo de fraguado, llegando a obtenerse los máximos valores a los 28 días, cumplido este tiempo la probeta alcanza el 75% del total de su resistencia [32].

Los experimentos E1, E4 y E5 evidencian el mayor valor de resistencia, 2500 psi, este comportamiento se debe a la composición de la mezcla utilizada. En los tres experimentos se utilizó el mínimo porcentaje de residuo y diferentes cantidades de agua y cemento, lo cual indica que la adición del residuo a la matriz influye en su resistencia; en contraste con la respuesta de los experimentos E7 y E8 (resistencia de 1500 psi), donde se incluyó el máximo porcentaje de lodos (15%). Aun cuando los tres experimentos alcanzaron los máximos valores de resistencia cabe resaltar que en el experimento 1 se utiliza la matriz con menor cantidad de cemento, lo que representa un menor gasto al implantar la técnica de E/S, lo único que debe tenerse en cuenta es que a la probeta debe dársele 28 días de tiempo de fraguado para su posterior deposición.



$$RC_1 = 6272,44 - 465,195 * R - 62,026 * M - 57,797 * A \quad [\text{Ecuación 1}]$$

Donde:

A: gramos de agua adicionados a la matriz (g)

M: Matriz (gramos de cemento)

R: Porcentaje de lodo en la matriz

RC₁: Resistencia a la compresión

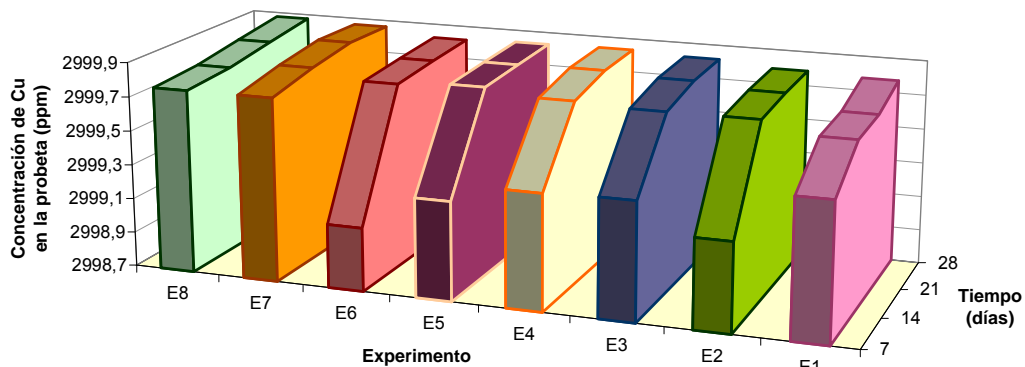
La ecuación 1 es un modelo para la variable respuesta resistencia a la compresión, que permite predecir el comportamiento de esta variable si se presentan cambios en las variables de entrada en los rangos establecidos.

En las figuras 3 y 4 se indica que la variable con mayor influencia en el modelo de resistencia es el porcentaje de lodos y demuestran que al utilizar menor porcentaje de lodos en la matriz se incrementa la resistencia a la compresión, resultados que concuerdan con los observados en la figura 2.

Evaluación de la capacidad de la mezcla Cemento-Arena-Grava para encapsular Cu, Ni y Zn.

Los resultados del ensayo de lixiviación, correspondientes a las concentraciones de Cu, Ni y Zn que han sido retenidos por las diferentes probetas, se presentan en las graficas siguientes.

Figura 5. Concentración de Cu retenida en las probetas - Diseño 1



Según la figura 5, la retención de metales en la estructura del monolito no presenta una variación significativa después de los 14 días de fraguado. En los experimentos E2 y E6, se muestran las concentraciones de Cu más bajas retenidas por el monolito; sin embargo en ningún caso la concentración de Cu que migró al ambiente superó los límites establecidos según la normatividad ambiental (5 ppm).

Figura 6. Gráfico de Pareto

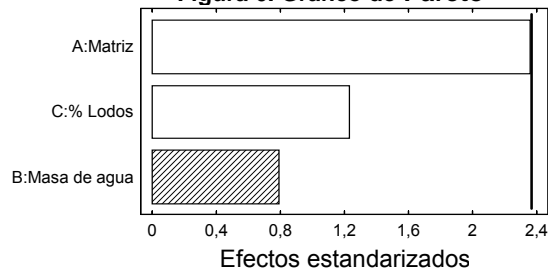
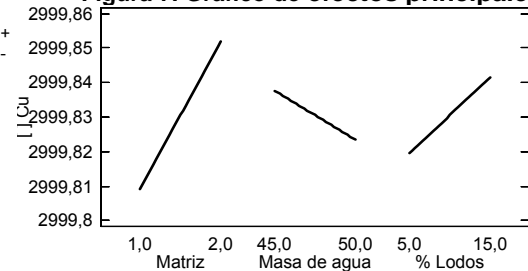
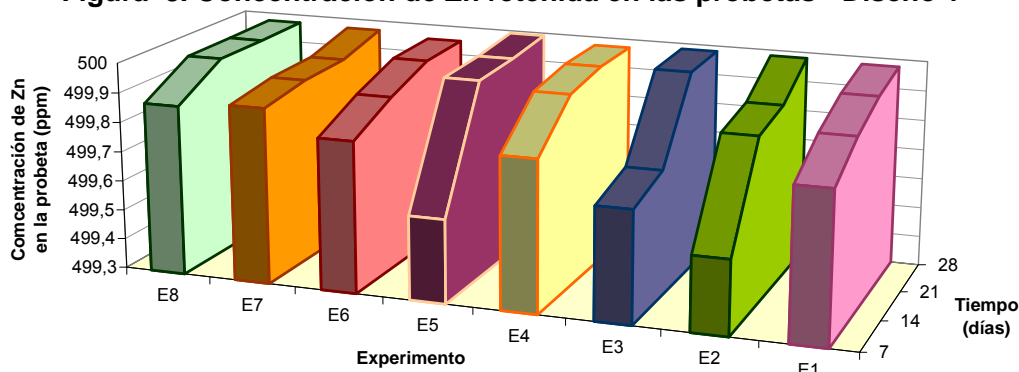


Figura 7. Gráfico de efectos principales



Las figuras 6 y 7 corresponden al gráfico de Pareto y al gráfico de efecto principales para la concentración de Cu que retuvo el monolito, en estas figuras se puede apreciar que ninguna de las variables de entrada tienen una influencia significativa en la variación de la retención de Cu en la matriz, es decir que aun cuando se utilice el máximo porcentaje de lodos, no se presenta migración de Cu por encima del valor límite (5 ppm).

Figura 8. Concentración de Zn retenida en las probetas - Diseño 1



La figura 8 muestra que el tiempo de fraguado para el que la retención de Zn en el monolito se mantiene constante es de 21 días, la normatividad ambiental establece que el límite de concentración para Zn es de 2 ppm, a pesar de que se presentó variación en la retención de Zn en los primeros 21 días, se observa que en ningún caso se superaron los límites establecidos.

Figura 9. Gráfico de Pareto

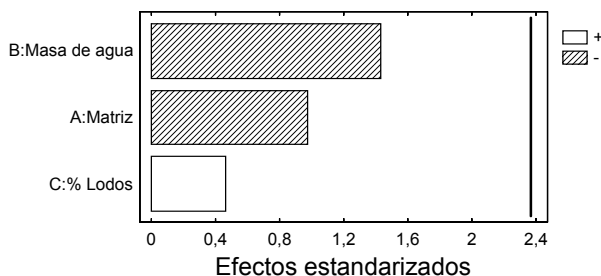
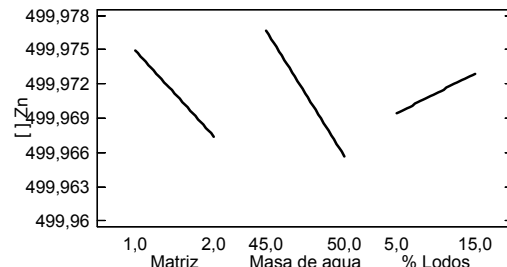
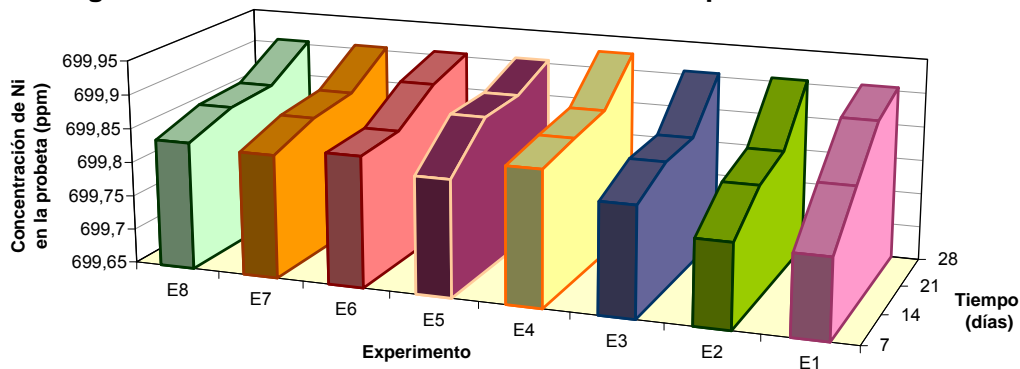


Figura 10. Gráfico de efectos principales



El grafico de pareto (figura 9) para la concentración de Zn en el monolito muestra que ninguna de las variables de entrada influye sobre la retención de Zn, puede observarse que el porcentaje de adición de lodos no representa peligro alguno para el medio ambiente ya que en los rangos establecidos no se presenta migración por encima de los límites permisibles.

Figura 11. Concentración de Ni retenida en las probetas -Diseño 1



La figura 11 muestra que hubo variación de la concentración de Ni retenida por el monolito en el periodo de tiempo comprendido entre el día 7 y el día 28, presentándose la mayor retención del metal en el día 28, por esta razón es necesario dar al monolito 28 días de tiempo de fraguado para su vertimiento.

Figura 12. Gráfico de Pareto

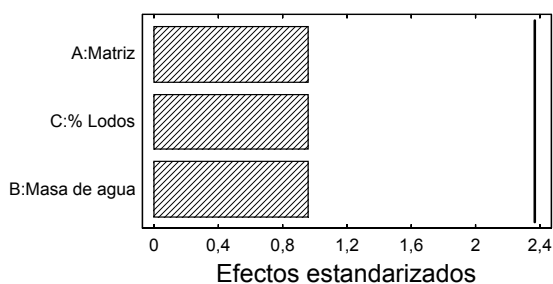
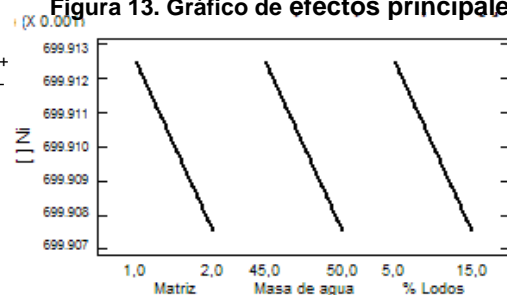


Figura 13. Gráfico de efectos principales



El hecho de que en el gráfico de Pareto (figura 12) las barras para las variables de entrada estén ubicadas antes de la línea vertical, significa que ninguna de estas variables de entrada influye en el modelo de la variable respuesta, este comportamiento se observa para la retención de los tres metales, por lo que dar importancia a las ecuaciones de variable respuesta no tiene sentido en los rango de variables de entrada establecidos.

En las figuras 5, 8 y 11 se observa la concentración de metales que permanece en la estructura interna del monolito después de realizarse el ensayo de lixiviación.

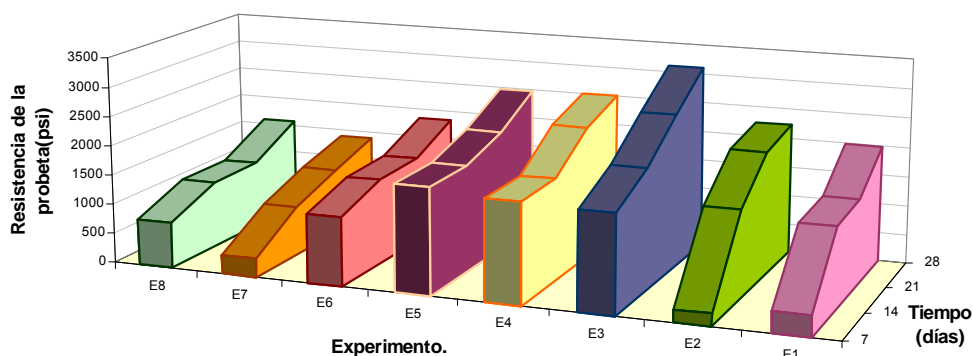
Para los tres metales puede observarse el mismo comportamiento, es decir, a medida que aumenta el tiempo, el monolito retiene una mayor cantidad de metales en su estructura, esto sucede para todos los experimentos planteados, es decir, aun si se utiliza la máxima cantidad de residuo en la matriz (15 %) y/o la mínima cantidad de cemento (1:1:1) la retención de los metales en la estructura interna del monolito es satisfactoria. En ningún caso se presento migración al ambiente de Cu, Ni ó Zn por encima de 1 ppm, cumpliéndose los parámetros establecidos por la normatividad ambiental Colombiana [26].

Los resultados obtenidos en el diseño de experimentos 1 para la retención de metales en la estructura del monolito son similares a los obtenidos por otros autores, quienes trabajaron con metales como Zn [19,20], Cu [20], Fe [20] y Ni [20].

3.2 Diseño de Experimentos 2

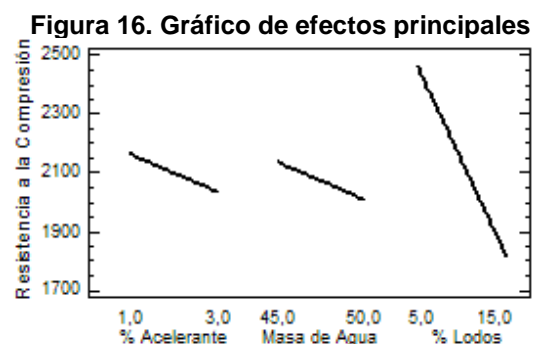
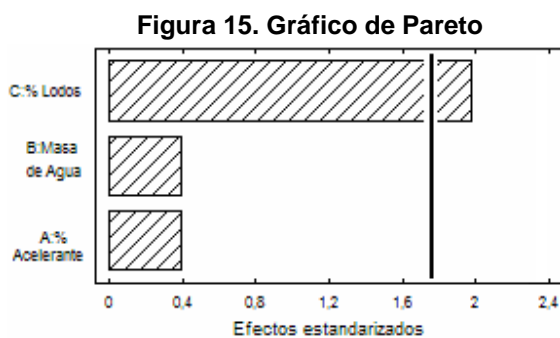
Evaluación del efecto de un acelerante comercial en el tiempo de fraguado de las probetas de cemento-arena-grava-agua y lodo saturado con Cu, Ni y Zn. En la figura 14 se presenta como se ve influenciada la resistencia de las probetas con la adición del acelerante comercial.

Figura 14. Variación de Resistencia en las probetas (concreto-lodo) con el tiempo - Diseño 2



Se observa que los experimentos E7 y E8 presentan los menores valores de resistencia, en ellos se utilizó el mayor porcentaje de residuo (15%). Mientras que en los experimentos E3, E4 y E5 se manejó el menor porcentaje de lodo (5%) obteniéndose con estos, los valores más altos de resistencia. Este comportamiento es una evidencia de que a pesar que en el diseño de experimentos 2 se mantuvo constante la cantidad de cemento en la matriz (1:1:1) y se adicionó un acelerante para fraguado, la mayor influencia sobre la resistencia a la compresión del concreto la tiene el porcentaje de residuo agregado a la matriz.

El acelerante cumplió con su objetivo principal, acelerar el fraguado y permitir el desencofrado de las probetas en un tiempo más corto (3 días); sin embargo no se presentó una variación significativa en el comportamiento de la resistencia del concreto.



$$RC_2 = 4040,0 - 317,177 * R - 25,374 * A - 12,687 * AC \text{ [ecuación 2]}$$

Donde:

A: gramos de agua adicionados a la matriz (g)

R: Porcentaje de lodo en la matriz

RC₂: Resistencia a la compresión

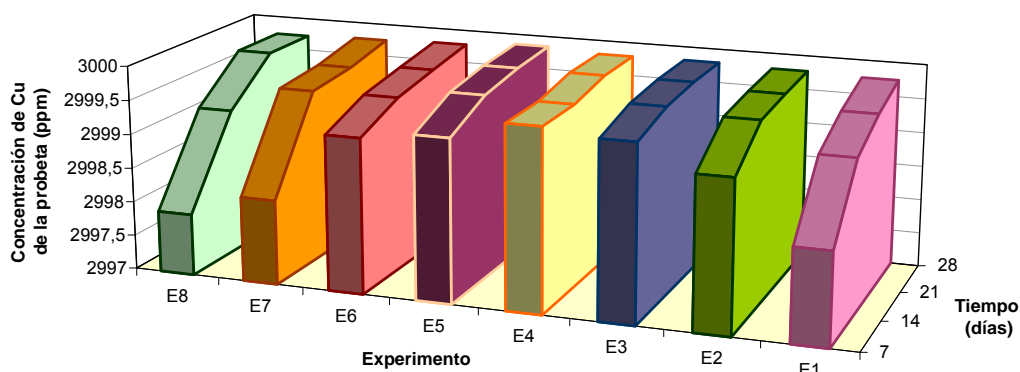
AC: Porcentaje de acelerante de fraguado

La ecuación 2 es un modelo para la variable respuesta resistencia a la compresión, que permite predecir el comportamiento de esta variable si se presentan cambios en las variables de entrada en los rangos establecidos.

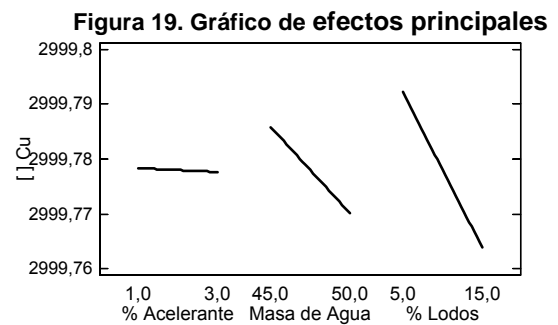
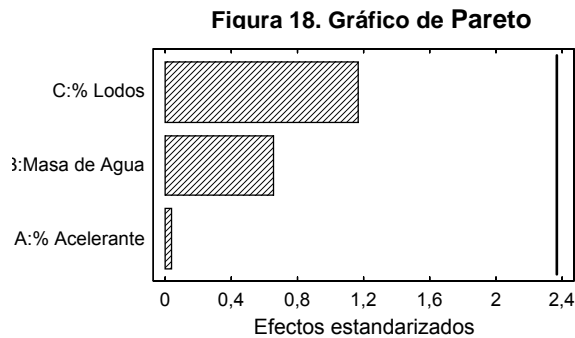
El diagrama de Pareto (figura 15) y el diagrama de efectos principales (figura 16) para la resistencia muestran resultados que concuerdan con la figura 14, es decir que la mayor incidencia en la resistencia a la compresión la tiene el porcentaje de adición de lodos y factores como la masa de agua y la adición de acelerante no tienen influencia alguna en el modelo de resistencia.

En las figuras 17, 20 y 23 se presenta la concentración de Cu, Ni y Zn respectivamente que ha sido retenida en la matriz encapsulante.

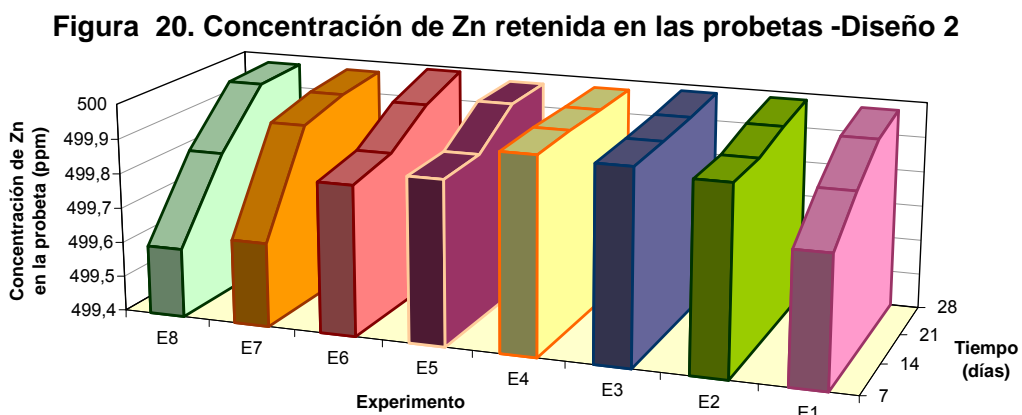
Figura 17. Concentración de Cu retenida en las probetas -Diseño 2



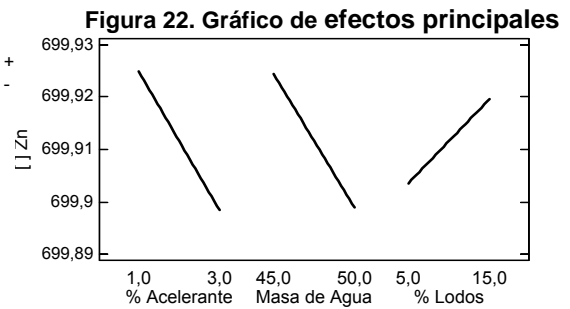
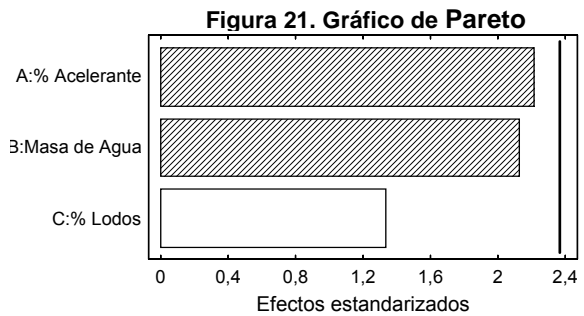
En los experimentos E1, E7 y E8 de la figura 17 se presentó la mayor migración de Cu al medio ambiente, sin embargo estos valores no son superiores a 2 ppm lo que asegura el cumplimiento de la normatividad ambiental para Cu (límite máximo 5 ppm). Al comparar los resultados del diseño 1 con los del diseño 2, puede observarse que en el diseño 2 se presenta una menor retención de Cu en el monolito debido a la inclusión del acelerante de fraguado, no obstante los dos diseños cumplen con los límites establecidos.



El gráfico de Pareto (figura 18) y el gráfico de efectos principales (figura 19) muestran que ninguna de las tres variables de entrada influye en la retención de Cu por el monolito, lo que permite utilizar el porcentaje máximo de adición de residuos planteado.

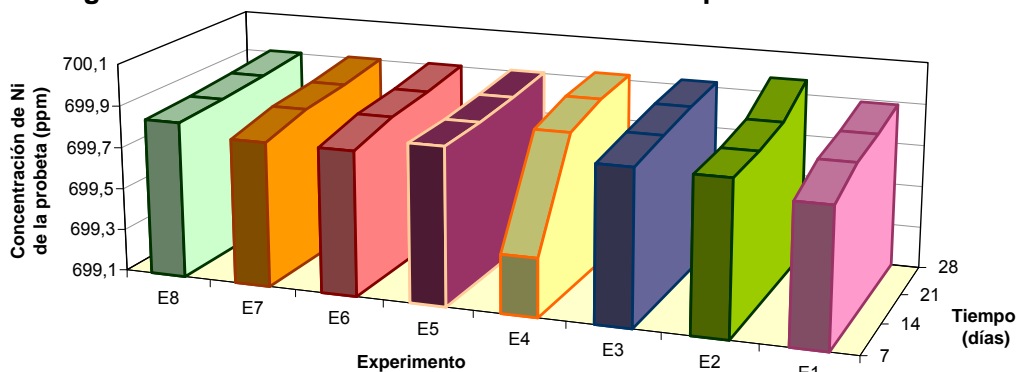


En la figura 20 se muestra que los experimentos E2, E3 y E4 del diseño 2 presentan una retención de Zn efectiva desde el día 7, ensayos como el E7 y E8 presentan mayor variación en cuanto a la concentración de Zn retenida, aun así estos valores no son superiores a 0,5 ppm.

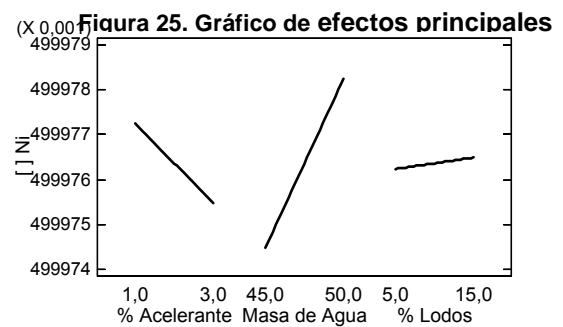
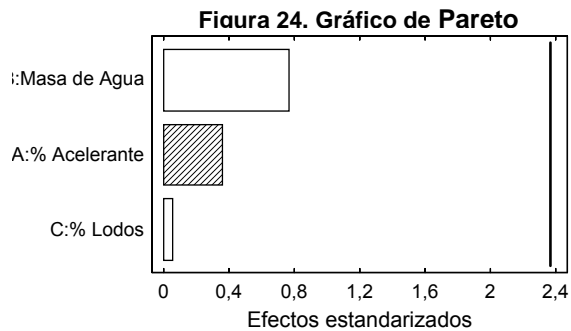


Para la retención de Zn en el monolito, el gráfico de Pareto (figura 21) y el gráfico de efectos principales (figura 22) muestran que ninguna de las tres variables de entrada presenta una influencia significativa, la adición del mayor porcentaje de acelerante, hace que se presente una menor retención de Zn en la estructura del monolito.

Figura 23. Concentración de Ni retenida en las probetas –Diseño2



En la figura 23 se muestra que el único experimento en el que no se observó una retención de Ni desde el día 7 fue el experimento E4, sin embargo la migración de Ni para este experimento no fue mayor a 0,7 ppm, este valor se encuentra por debajo de los límites establecidos por la normatividad ambiental.



En las figuras 24 y 25 se confirma el hecho de que para ninguno de los tres metales estudiados (Cu, Ni y Zn) en el diseño 2, las tres variables de entrada tienen influencia significativa en la retención de metales por la estructura del monolito, por lo que dar importancia a las ecuaciones de variable respuesta no tiene sentido en los rango de variables de entrada establecidos.

Aunque la retención de metales en el diseño de experimentos 2 es satisfactoria, es decir cumple con la normatividad ambiental, en las figuras 17, 20 y 23, puede observarse que al adicionarse un acelerante para fraguado, la cantidad de metales que migran al medio ambiente aumenta levemente.

En la tabla 9 se muestran los valores de cada una de las variables de entrada, generados por statgraphics que maximizan la Resistencia a la compresión.

Tabla 9. Mejores condiciones de operación reportadas por los Diseños 1 y 2, para el proceso E/S de lodos.

Variables de Entrada	Diseño 1	Diseño 2
Relación Agua/Cemento	0,45	0,45
Porcentaje de lodos	5	5
Cantidad de cemento en la matriz	1	-
Porcentaje de Acelerante	-	1

Para los dos diseños de experimentos planteados, se obtuvo un nivel de confianza de 95%, y los valores de los errores estándar para cada diseño se presentan en la tabla 10.

Tabla 10. Error estándar para los análisis realizados de cada diseño de experimentos.

	Resistencia a la Compresión	Concentración Cu	Concentración Ni	Concentración Zn
Diseño 1	15%	0,01%	0,005%	0,007%
Diseño 2	9,25 %	0,02 %	0,004 %	0,01 %

Los dos diseños de experimentos planteados cumplen con el objetivo principal de este trabajo, la estabilización/solidificación de lodos residuales; para cada uno de los diseños se obtienen resultados idénticos y satisfactorios en cuanto a la Resistencia a la compresión y a la retención de Cu, Ni y Zn en el monolito.

Se recomienda implementar el diseño de experimentos 1, debido a que la influencia de la tercera variable de entrada, correspondiente a la adición de acelerante de fraguado en el diseño 2, sobre las variables respuesta es mínima, si se tiene en cuenta el gasto adicional que implica la inversión en el aditivo.

Alternativa para la implementación de la tecnología Estabilización/Solidificación de lodos residuales de la empresa Fantaxias Ltda. de Bucaramanga

La empresa fantaxias Ltda. en su actividad productiva genera 4 m³/día [5] de efluentes residuales que deben someterse al tratamiento de oxidación de cianuros y precipitación de metales. Como resultado de este tratamiento, se generan aproximadamente 7 kg/día de lodos secos, para la estabilización/solidificación de

dichos lodos se recomienda el uso de moldes de 12 cm. de diámetro por 24 cm. de altura, la cantidad de materiales necesaria para encapsular los 7 kg/día de lodos se presentan en la tabla 11.

Tabla 11. Consumo de materiales para la E/S de lodos generados por Fantaxias Ltda.

Material	Consumo diario Kg.
Cemento Pórtland	13,33
Arena fina	13,33
Gravilla	13,33
Agua	6,33

Las variables de operación para proceso E/S de los lodos residuales generados por la empresa Fantaxias Ltda. se presentan en la tabla 12, el tratamiento para 7 kg/día de lodo seco genera 24 probetas/día del tamaño especificado. En la tabla 13 se presenta el costo de los materiales utilizados para la fabricación de las probetas; las posibles aplicaciones para el concreto según su resistencia se encuentran en la tabla 14.

Tabla 12. Condiciones de operación recomendadas para el proceso E/S de los lodos de Fantaxias Ltda.

Variable de operación	Valor
Relación Agua/Cemento	0,475
Porcentaje de lodos	15%
Matriz (Cemento:arena:grava)	1:1:1

Tabla 13. Costos de los materiales.

Materiales	Costo (\$)	Costo(\$)/Probeta Matriz 1:1:1
Cemento (Kg.)	500	60
Arena	250	30
Gravilla (Kg.)	600	72
Total		162

Tabla 14. Posibles aplicaciones para el concreto según la resistencia.

Tipo de Construcción	Resistencia a la Compresión (Kgf/cm²)
Mampostería de Bloque prensado	40
Plantillas, medias canas, muros y losas sin refuerzo	100
Antepisos en concreto	140
Muros reforzados	175
Gradas peatonales de ingreso	180
Columnas Superiores	210
Andenes	210
Losa o placa de contrapiso	210
Concreto Zapata	210
Vigas superiores	240
Losas de entrepiso	240
Cadenas de amarre	240
Columnas	245
Vigas reforzadas	245
Estribos (Pórticos, vigas y columnas)	280

A pesar de que cada probeta tiene un costo de \$162, este valor es mínimo si es comparado con el daño que causaría el vertimiento directo del residuo a la salud humana y al medio ambiente, sin embargo la resistencia del concreto obtenida luego del proceso E/S de los lodos presenta valores para los que se le puede dar a las probetas aplicaciones como las exhibidas en la tabla 14.

4. CONCLUSIONES

Es viable inertizar el Cu, Ni y Zn presentes en un lodo del sector industrial de la galvanoplastia, mediante la técnica de Estabilización/solidificación diseñando una matriz encapsulante 1:1:1 compuesta por cemento Pórtland, arena fina, grava de $0,7 \pm 2$ mm de diámetro y una relación agua/cemento de 0,475, con una resistencia promedio entre 2500 – 3000 psi.

Las concentraciones de Cu (0,228 ppm), Zn (0,051 ppm) y Ni (0,095 ppm) presentes en los lixiviados del ensayo TCLP demostraron que la inclusión de hasta un 15% de lodo en la matriz diseñada 1:1:1 (cemento: arena: grava), permite una retención del 99% de Cu, Ni y Zn garantizando que los monolitos que contienen el residuo pueden ser depuestos en un vertedero sin riesgo de contaminación.

En el diseño de la matriz encapsulante se comprobó que, aun cuando la resistencia del cemento esta directamente relacionada con el tiempo de fraguado, la mayor incidencia en la resistencia a la compresión la tiene el porcentaje de lodos adicionados, mientras que la masa de agua y la adición de un acelerante no tienen influencia significativa. Por consiguiente no se recomienda incluir un acelerante de fraguado comercial.

El proceso Estabilización/solidificación para los 7 kg/día de lodos residuales secos de la empresa Fantaxias Ltda. genera alrededor de 24 probetas/día de 24 cm de altura por 12 cm. de diámetro, las cuales pueden ser utilizadas como banquetas, pisos firmes, trabes, bloques y cadenas.

5. BIBLIOGRAFÍA

1. SANPEDRO PEREZ Luis. la biodegradación de los lodos residuales celulosicos de la industria papelera: estudio del proceso y desarrollo de vermicompostaje a escala piloto. Universidad VIGO, Facultad de Ciencias. 1999.
2. CERVERÓ Marcel. Situación Medioambiental del sector metalmeccánico. Econoticias. Revista N°3. IV trimestre 1999.
3. ESPINOZA ECHE. José Jorge. Tratamiento y disposición final de residuos industriales generados en una refinería. Revista del Instituto de Investigación de la Facultad de Geología, Minas, Metalurgia y Ciencias Geográficas. versión electrónica 1682 – 3087. 2003
4. LOZADA P, ESCOBAR J, PEREZ A, IMERY R, NATES P, SÁNCHEZ G, SÁNCHEZ M, BERMUDEZ A. Influencia del material de enmienda en el compostaje de lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales-ptar. Revista ingeniería e investigación. Vol 25 N° 2 Agosto de 2005.
5. BALLESTEROS Edwin, MARTINEZ Rubén. Diseño de alternativas para la oxidación de cianuros y remoción de metales presentes en los efluentes de la empresa de electrorrecubrimientos Fantaxias Ltda. Bucaramanga, 2007, Trabajo de grado (Ingeniero Químico) Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química.

6. ELIAS, Xavier. Nuevas vías para la valorización de residuos industriales. Revista Teorema Ambiental. Publicado 1 junio de 2002. ELIAS, Xavier. www.teorema.com.mx
7. BERENQUER Álvaro. Recuperación / Eliminación metales pesados en aguas residuales mediante tecnología electroquímica. Universidad de Alicante. Investigación, desarrollo e Innovación SGITT-OTRI. 2002
8. KUCHARA D, FUKUTAB T, ONYANGO M, MATSUDAA H, Sulfidation treatment of metal compounds involved in plating sludges. Science Direct. Volumen 211, 144-155. (2007)
9. KAZI T., JAMALI M., SIDDIQUI A., KAZI G., ARAIN M. AFRIDI H An ultrasonic assisted extraction method to release heavy metals from untreated sewage sludge samples. Science Direct. Volumen 63, 411-420. (2006)
10. DUTRA A., ROCHA G, POMBO F.. Copper recovery and cyanide oxidation by electrowinning from a spent copper-cyanide electroplating electrolyte. Science Direct. 2007
11. ROSSINI G, BERNARDES A. Galvanic sludge metals recovery by pyrometallurgical and hydrometallurgical treatment. Science Direct. Volumen 131. 210-216 2006.
12. Tratamiento y disposición final de Residuos Industriales Peligrosos. II Congreso de Ingeniería Mecánica ASME Perú Lima, 15 y 16 de septiembre de 2006.

13. ELIAS, Xavier. Aplicación de las Técnicas Cerámicas a la Valorización de Residuos. Dirección de la bolsa de Subproductos de Cataluña. Ponencia 4^o sesión. 2005
14. CUSIDO, Joan A.; CREMADES, Lázaro. Nuevos materiales cerámicos para la construcción mediante valorización de lodos de aguas urbanas: Proyecto ECOBRICK[®]. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC). 2001
15. MELLO-CASTANHO, S.R.H; DA SILVA, A.C; ESTEBAN-CUBILLO, A.; PECHORROMAN, C.; MOYA, J.S. Vidrios de silicato a partir de residuos galvanicos con alto contenido en Cr y Ni: Boletín de la sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Madrid. España: Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid. Febrero de 2006.
16. ROMERO, M; RINCON, J. M^a. El proceso de vitrificación / cristalización controlada aplicado al reciclado de residuos industriales inorgánicos. Boletín de la sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Madrid. España: Instituto Eduardo Torroja de Ciencias de la Construcción Febrero de 2000.
17. Environmental Protection Agency. (2001) A citizen's guide to Stabilization/Solidification. Washington, D.C. Autor.
18. Ortiz Mejía, J. R. 2004. *Estudio de la estabilización y solidificación de metales pesados mediante la técnica de cementación*. Tesis Licenciatura. Ingeniería Química con área en Ingeniería Ambiental. Departamento de Ingeniería Química y Alimentos, Escuela de Ingeniería, Universidad de las Américas Puebla. Mayo. 2004, Universidad de las Américas Puebla.
19. COZ, Alberto; ANDRÉS, Ana; SORIANO, Sonia; IRABIEN, Ángel. Environmental behaviour of stabilised foundry sludge: Journal of Hazardous

Materials. Santander. España: Universidad de Cantabria. Departamento de Ingeniería Química y Química Orgánica. Mayo de 2004.

20. RUIZ, M.C; IRABIEN, A. Environmental behavior of cement-based stabilized foundry sludge products incorporating additives: Journal of Hazardous Materials. Santander. España: Universidad de Cantabria. Departamento de Ingeniería Química y Química Orgánica. Junio de 2003.

21. VALLS, S; VAZQUEZ, E. Stabilisation and solidification of sewage sludges with Portland cement: Cement and Concrete Research 30. Barcelona, Spain: Universitat Politecnica de Catalunya. Department of Construction Engineering. July 2000.

22. PARDO O. J. Evaluación preliminar del proceso de estabilización / solidificación de residuos peligrosos basado en el uso de cemento Pórtland – Estudio para lodos de metales pesados. *Universidad de los Andes, Bogotá D. C. Colombia. 2005.*

23. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. IDEAM. Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial. Resolución 0062 de 2007. República de Colombia. p. 106.

24. Decreto 4741 del 30 de diciembre de 2005. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial. Republica de Colombia

25. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería y Arquitectura. <http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/sedes/manizales>

26. Decreto 1594 del 26 de Junio de 1984. Ministerio de Agricultura. Colombia.

27. TOMAS C, Kinneary; JAMES R, Taylor. Investigación de Mercados. Quinta Edición. Mc Graw Hill. 2001
28. LARSON, Thomas D. Concretos de cemento Pórtland y asfaltos. Compañía editorial continental S.A Mexico. 1966.
29. CHÁVEZ MACHADO, Jesús Ángel. BUENDÍA RÍOS, Hildebrando. Perfiles de Penetración de cloruro en estado iónico en concretos del A/C0.45 A 0.65. Rango Facultad de ingeniería civil, Universidad nacional Federico Villareal. 2000.
31. Matamala, J. M^a. Utilització de llots secs per a la fabricació de morters amb ciment Pórtland. Propietats físiques i mecàniques. Tesina d'especialitat ETSECCPB- UPC. Setembre, 2000.
32. GUTIERREZ, Humberto; DE LA VARA, Román. Análisis y Diseño de Experimentos. México D.F: McGraw-Hill 2003. 571 p.
33. Instituto Colombiano de Productores de Cemento. Manual de dosificación de mezclas de concreto.