V. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 Materiales a utilizar

Para la realización de esta tesis se empleará como material de trabajo lo siguiente:

- Cemento puzolánico
- Probetas de acero Inoxidable
- Sales metálicas
  - Óxido de Plomo
  - Sulfato de Cadmio
  - Sulfato de Níquel
  - Ácido Crómico

De los cuales partirá todo el proceso de experimentación que dará validez a datos de este trabajo.

5.2 Determinación de Humedad

Esta prueba se realiza para determinar la cantidad de agua contenida en los materiales que se utilizan para la experimentación (cemento, grava y arena), puede determinarse el porcentaje en base seca o húmeda. Esta prueba es una característica importante para cualquier análisis a un sólido.

5.2.1 Equipo y Material de Laboratorio Utilizado

- Crisoles (tres)
- Balanza analítica
- Estufa
- Desecador

Figura 5.1. *Estufa.*

5.2.2 Reactivos

- Cemento
- Arena
- Grava

5.2.3 Metodología para determinación de humedad

1. Lavar crisoles y secarlos
2. Introducir a estufa y llevarlos a peso constante
3. Pesar crisoles
4. Pesar dos gramos de cada muestra (cemento, grava y arena)
5. Verter la muestra en los crisoles y pesar
6. Someter las muestras a la estufa nuevamente
7. Sacar muestras y dejar reposar en un desecador hasta que alcancen temperatura ambiente.
8. Pesar los crisoles
9. Meterlos a la estufa y repetir los pasos 7 y 8 hasta que alcancen peso constante

5.2.4 Cálculo para determinar humedad

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100$$

Ecuación 5.1. Fórmula para determinar el porcentaje de humedad

Dónde:

W = Peso (g).

m_1 = masa en gramos, antes del secado.

m_2 = masa en gramos, después del secado.

5.3 Determinación de volumen de probeta

Debido a que el propósito de este trabajo de tesis, es el estudio del comportamiento de los desechos metálicos mediante la técnica de cementación, uno de los objetivos es el no generar gran cantidad de desechos, por tal motivo será necesario implementar probetas de un tamaño menor al señalado al de las dimensiones de una probeta estándar (6X12cm), es por ello que se hicieron probetas que cumplieran con las dimensiones siguientes:

Tabla 5.1. *Dimensiones de la probeta utilizada.*

Dimensiones de Probeta	
d (cm)	h (cm)
4	8

Para determinar las dimensiones de la probeta será necesario conocer que la altura debe ser dos veces el diámetro de éste, lo anterior para que al ser aplicada una fuerza ésta sea proporcional en todas direcciones de la probeta. Al tener las probetas listas es necesario determinar su volumen, para posteriormente obtener la relación de materiales respecto al volumen de la probeta.

5.4. Ajuste de relación de materiales

Para la realización de un concreto se debe tomar en cuenta la proporción de los materiales a utilizar, es decir, la cantidad de cada uno de los materiales (cemento, grava, arena y agua) que debe contener la mezcla, con la finalidad de obtener un concreto de calidad. La relación de materiales depende algunos factores tales como; tipo de cemento y resistencia que se requiera.

La referencia de la relación de materiales que se tiene es para obtener un metro cúbico de concreto de cemento puzolánico con una resistencia de 250 Kg/cm^2. Debido a

que las probetas que se utilizarán presentan un volumen menor a 1 m^3 se tendrá que realizar un ajuste de los pesos para proporción de materiales.

5.4.1 Metodología

1. Determinar volumen de probeta
2. Conocer relación de materiales
3. Realizar cálculo para el volumen (de la probeta) obtenido

Al conocer el volumen de las probetas a utilizar, por medio de una regla de tres se obtendrá el peso de cada uno de los materiales para el volumen requerido.

Las proporciones de materiales son las cantidades de cada uno de los materiales que serán utilizada para la probeta de blanco o testigo, es decir, concreto que no presentará ninguna sal metálica en su composición.

5.5 Determinación de concentraciones

Como se ha mencionando, uno de los objetivos de esta tesis es experimentar con probetas de concreto que contengan sales metálicas, para esto es necesario realizar algunos ajustes en los pesos de los materiales que componen una mezcla para concreto, así mismo, se manejaran sales metálicas a diferentes composiciones para realizar un análisis del comportamiento que presenta la resistencia del concreto con referencia a la cantidad de sal que esté contenida en la mezcla. Para tal propósito se modificarán las cantidades que componen la mezcla, para esto es necesario tomar en cuenta los siguientes aspectos:

1. Conocer la sal a emplear
2. Investigar peso molecular de la sal metálica
3. Investigar peso molecular del metal
4. Conocer grado de pureza de la sal metálica

Figura 5.2. Sales metálicas a utilizar.

Obteniendo los datos anteriores es posible realizar el cálculo para la obtención de la relación molar para cada una de las sales a utilizar, para posteriormente obtener la cantidad de sal necesaria para cada una de las concentraciones a las que se trabajaran.

A continuación se muestran las tablas obtenidas para cada una de las sales empleadas.

Tabla 5.6. *Concentraciones para Óxido de Plomo*

Muestra (g)	Óxido de Plomo									
204	Peso (g)	0%	0.25%		0.75%		1.25%		1.75%	
Cemento	37.37	18.32%	37.27	18.27%	37.09	18.18%	36.90	18.09%	36.71	18.00%
Arena	66.05	32.38%	65.88	32.30%	65.55	32.13%	65.22	31.97%	64.89	31.81%
Grava	79.38	38.91%	79.18	38.81%	78.78	38.62%	78.39	38.42%	77.99	38.23%
Agua	21.21	10.40%	21.15	10.37%	21.05	10.32%	20.94	10.27%	20.84	10.21%
Sal	0.00	0.00%	0.51	0.25%	1.53	0.75%	2.55	1.25%	3.57	1.75%
Metal	0.00	0.00%	0.46	0.23%	1.39	0.68%	2.31	1.13%	3.24	1.59%
	204.00	100.00%	204.00		204.00	100.00%	204.00	100.00%	204.00	100.00%
	204.00		203.49		202.47		201.45		200.43	
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	Ok		ok		ok		ok		ok	

Tabla 5.7. *Concentraciones para Sulfato de Cadmio*

Muestra (g)	Sulfato de Cadmio									
204	Peso (g)	0.00%	1.00%		3.00%		5.00%		7.50%	
Cemento	37.37	18.32%	36.99	18.13%	36.25	17.77%	35.50	17.40%	34.56	16.94%
Arena	66.05	32.38%	65.39	32.05%	64.07	31.40%	62.75	30.76%	61.09	29.95%
Grava	79.38	38.91%	78.58	38.52%	77.00	37.74%	75.41	36.97%	73.42	35.99%
Agua	21.21	10.40%	21.00	10.29%	20.57	10.08%	20.15	9.88%	19.62	9.62%
Sal	0.00	0.00%	2.04	1.00%	6.12	3.00%	10.20	5.00%	15.30	7.50%
Metal	0.00	0.00%	0.89	0.44%	2.68	1.31%	4.47	2.19%	6.70	3.29%
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	204.00		201.96		197.88		193.80		188.70	
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	ok		ok		ok		ok		ok	

Tabla 5.8. Concentraciones para Sulfato de Níquel

Muestra (g)	Sulfato de Níquel									
204	Peso (g)	0.00%	1.00%		3.00%		5.00%		10.00%	
Cemento	37.37	18.32%	36.99	18.13%	36.25	17.77%	35.50	17.40%	33.63	16.49%
Arena	66.05	32.38%	65.39	32.05%	64.07	31.40%	62.75	30.76%	59.44	29.14%
Grava	79.38	38.91%	78.58	38.52%	77.00	37.74%	75.41	36.97%	71.44	35.02%
Agua	21.21	10.40%	21.00	10.29%	20.57	10.08%	20.15	9.88%	19.09	9.36%
Sal	0.00	0.00%	2.04	1.00%	6.12	3.00%	10.20	5.00%	20.40	10.00%
Metal	0.00	0.00%	0.46	0.22%	1.37	0.67%	2.28	1.12%	4.56	2.23%
	204.00	100.00%	204.00	100.00%	204.00	100.00%	204.00	100.00%	204.00	100.00%
	204.00		201.96		197.88		193.80		183.60	
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	Ok		ok		Ok		ok		ok	

Tabla 5.9. Concentraciones para Cromo +3

Muestra (g)	Cromo +3									
204	Peso (g)	0%	0.50%		1.00%		2.50%		5.00%	
Cemento	37.37	18.32%	37.18	18.23%	36.99	18.13%	36.43	17.86%	35.50	17.40%
Arena	66.05	32.38%	65.72	32.21%	65.39	32.05%	64.40	31.57%	62.75	30.76%
Grava	79.38	38.91%	78.98	38.72%	78.58	38.52%	77.39	37.94%	75.41	36.97%
Agua	21.21	10.40%	21.10	10.34%	21.00	10.29%	20.68	10.14%	20.15	9.88%
Sal	0.00	0.00%	1.02	0.50%	2.04	1.00%	5.10	2.50%	10.20	5.00%
Metal	0.00	0.00%	0.36	0.18%	0.72	0.35%	1.80	0.88%	3.60	1.77%
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	204.00		202.98		201.96		198.90		193.80	
	204.00		204.00		204.00		204.00		204.00	
	Ok		ok		ok		ok		ok	

5.6 Reducción de cromo +6 a cromo +3

$$3NaHSO_3+K_2Cr_2O_7+3H_2SO_4 \rightarrow Cr_2(SO_4)_3+2KOH+3NaHSO_4+2H_2O$$

Para realizar la reducción de cromo +6 a cromo +3, es necesario revisar la reacción que se va a llevará a cabo.

Las cantidades de reactivos a utilizar son los siguientes:

- Para la preparar la solución será necesario:
  - 124.84 g de $K_2Cr_2O_7$
  - 725.81 ml de H_2O
  - 160 g de $NaHSO_3$

5.6.1 Material y Equipo de laboratorio

- Vasos de precipitados
- Agitador Magnético

- Parrilla de agitación
- Varilla de vidrio
- Campana de extracción

5.6.2 Reactivos

- $K_2Cr_2O_7$
- H_2SO_4
- $NaHSO_3$
- Agua

5.6.3 Metodología

1. Pesar la cantidad necesaria e $K_2Cr_2O_7$
2. Colocar en un vaso de precipitados
3. Agregar la cantidad necesaria de agua
4. Agitar la solución
5. Agregar ácido sulfúrico hasta alcanzar un pH de 2.5
6. Adicionar $NaHSO_3$ (con exceso de 20%) a la solución de $K_2Cr_2O_7$ y H_2SO_4
7. Agitar, observar vire, cambio de color (naranja a azul).

5.7 Preparación de Concreto

Este paso es fundamental debido a que es el material con el que serán llenadas las probetas

5.7.1 Equipo y Materiales

- Charola para hacer mezcla
- Cuchara para hacer revoltura
- Probeta
- Balanza granataria

- Atomizador
- Piseta

5.7.2. Reactivos

- Cemento
- Arena
- Grava
- Agua
- Sales metálicas

5.7.3. Metodología

1. Pesar las cantidades necesarias de los materiales (cemento, grava, arena, agua y sales metálicas) reportadas en las tablas 5.6, 5.7, 5.8 y 5.9 según los metales a utilizar.
2. Una vez pesados, se vierte en la charola la grava, se rociara sobre ella una cantidad mínima de agua, con el propósito de hidratar el material y de esta manera evitar que absorba el agua que está destinada para la mezcla.
3. Verter sobre la grava la arena, repitiendo el proceso de hidratación, con e mismo fin.
4. Inmediatamente después agregar el cemento, omitiendo el paso de hidratación .
5. Seguido a esto se revuelven los materiales hasta observar una homogeneidad de su composición.
6. Agregar el agua y continuar revolviendo hasta obtener una mezcla de buena consistencia, es decir fácil de manejar.
7. Si se realiza una probeta que contenga sal metálica, como último paso se agrega la cantidad de esta sal que se requierá.

NOTA: es importante que los materiales sean agregados conforme se ha descrito anteriormente para obtener una mezcla de agregados de buena calidad " recomendado por el fabricante", el objetivo de agregar al final las sales metálicas es para evitar reacción alguna con los demás agregados.

Figura 5.3. Materiales a utilizar para realización de mezcla.

Figura 5.4. ***(****izquierda)* primer paso del proceso de mezcla. **Figura 5.5** *(derecha)*paso dos de la mezcla, agregar grava y arena, respectivamente.

Figura 5.6. *(izquierda).* Tercer paso del proceso de mezcla. **Figura 5.7.** *(derecha)* Cuarto paso del proceso de mezcla. Agregado de cemento y agua, respectivamente.

Figura 5.8. *(izquierda).* Quinto paso del proceso de mezcla. **Figura 5.9.** *(derecha)* Sexto paso del proceso de mezcla. Revoltura y agregado de sal metálica, respectivamente.

Figura 5.10. *(izquierda).* Séptimo paso del proceso de mezcla. **Figura 5.11.** *(derecha)* Octavo paso del proceso de mezcla. Agregado de sal metálica y revoltura final, respectivamente.

5.8. Preparación de Probetas

Para llevar acabo la primera parte de experimentación que comprende este trabajo de tesis, es necesaria la utilización de probetas de acero inoxidable, como moldes. La preparación de éstas consiste en:

- Limpieza de probetas
- Amarre
- Engrasado
- Llenado
- Enrasado
- Marcado
- Desmolde
- Curado

Como primer punto se tiene la **limpieza de probetas**, esta acción se lleva acabo para retirar cualquier impureza (rebabas, residuos de mezclas anteriores) de la superficie a utilizar, así se evitará que éstas formen parte del concreto a estudiar. El **amarre** se realiza con la finalidad de cerrar la apertura que se encuentra en la probeta, el cierre tiene como fin que no se escape la mezcla que es vertida dentro de la probeta. Posteriormente, se **la probeta es engrasada** (grasa automotriz) para facilitar el proceso de desmolde. El **llenado de las probetas** se realiza cuando se han hecho los pasos anteriores y obviamente cuando se tiene la mezcla. Este paso se lleva a cabo por partes, para que la compactación del concreto sea homogénea en todos los puntos de la probeta, la compactación se realiza con una varilla de acero inoxidable con punta de bala, es decir, redondeada, después de compactar se golpea la probeta a los lados para eliminar el aire que pudiera quedar atrapado en la mezcla, después de realizar esta acción se repite el llenado, compactación y eliminación de aire hasta que la probeta quede totalmente llena. Inmediatamente después de que son llenadas las probetas éstas son **marcadas** para tener identificadas cada una de ellas así como su composición y concentración. Posteriormente, se dejan fraguar alrededor de 24 horas para asegurar un

endurecimiento de la mezcla que se vertió dentro de ellas. Transcurridas las 24 horas, las probetas son **desmoldadas** para continuar con el proceso de fraguado del concreto, posteriormente, son acomodadas dentro de una charola con agua para comenzar el **curado**, ahí permanecerán durante 28 días, que son los días recomendados por la America Society for Testing Materials (ASTM), para que el concreto obtenido alcance la máxima resistencia.

Figura 5.12. Realización de todos los pasos de preparación de probetas.

5.9. Cabeceo de Azufre

Esta prueba se realiza antes de aplicar la prueba de resistencia a la compresión, esto implica sólo los extremos de la probeta, para que se tenga una superficie lisa y la fuerza aplicada sobre la probeta sea homogénea en todos los puntos. Esto se realizará después de que las probetas hayan cumplido los 28 días de edad.

5.9.1 Materiales

- Crisol de aluminio
- Cucharón
- Espátula
- Equipo de cabeceo
- Campana de extracción

Figura 5.13. Crisol de aluminio.

Figura 5.14. Equipo para cabeceo de azufre.

5.9.2. Reactivos

- Azufre
- Probetas de concreto

5.9.3. Metodología

El azufre es vertido al crisol de aluminio, el cuál se calentará a una temperatura de 150°C, cuidando que no suba esta temperatura debido a las propiedades del azufre, si la temperatura aumenta el azufre presentará una consistencia chiclosa y de esta forma no nos servirá, por lo que se tendrá que cuidar la temperatura, al tener el azufre líquido se podrá utilizar, el azufré se verterá sobre el molde de cabeceo inmediatamente después se pondrá la probeta de concreto sobre el molde de forma vertical de tal manera que la probeta quede dentro de éste, se mantendrá de esta forma hasta que el azufre se enfríe y endurezca (aproximadamente 5 minutos), se saca la probeta se repite esta serie de pasos para realizar el cabeceo del lado faltante. Este ejercicio se hará con todas las probetas que serán sometidas a la prueba de resistencia a la compresión.

El cabeceo se tiene que realizar con un mínimo de dos horas de anticipación previo a la prueba de resistencia a la compresión, según lo que dicta la ASTM C39.

Figura 5.15. Cabeceo de azufre para probeta.

Figura 5.16. Probetas de plomo.

5.10. Resistencia a la compresión

La resistencia a la compresión se realiza con la finalidad de medir la fuerza que es capaz de aguantar la muestra a estudiar y de esta manera comparar con la resistencia reportada y recomendada por el fabricante.

5.11.1 Materiales

- Probetas con cabeceo
- Prensa

5.11.2 Metodología

1. Ajustar la prensa a la fuerza requerida
2. Cerrar válvulas de aíre
3. Calibrar bases
4. Poner probeta sobre prensa
5. Bajar la prensa hasta que la probeta no tenga movilidad
6. Ajustar la aguja a cero
7. Girar la perilla de carga a un cuarto de su capacidad
8. Esperar a que la probeta se fracture
9. Registrar la fuerza ejercida

Figura 5.17. Probeta en prensa de compresión.

Figura 5.18. Probeta fracturada en prensa de compresión.

Figura 5.19. Probeta sometida a prueba de resistencia a la compresión.

5.12. Análisis CRETIB (Extracción PECT)

Se realiza para determinar la peligrosidad de un residuo. Este análisis se llevará a cabo después de la prueba de resistencia a la compresión, ya que en ésta prueba se hará uso de los trozos resultantes de la prueba anterior (resistencia a la compresión)

5.12.1 Reactivos y Materiales

- Matraces Erlenmeyer de 250 mL.
- Vasos de precipitados
- Agitador magnético

- Embudos
- Vidrio de reloj
- Equipo de extracción
- Potenciómetro
- Reactivos de extracción
- Ácido Nítrico
- Ácido Sulfúrico
- Ácido Clorhídrico
- Agua Destilada
- Muestras a analizar (residuos de probetas)
- Tubos de dilución
- Parafilm

5.12.2 Metodología

1. Pesar cinco gramos de muestra
2. Pulverizar la muestra
3. Verter en un vaso de precipitados
4. Agregar 96.5 mL de agua destila
5. Agitar vigorosamente por cinco minutos
6. Tapar con vidrio de reloj
7. Medir pH, si éste es mayor a 2, agregar 5 mL de HCl, calentar a 50 °C y mantener a está temperatura por 10 minutos. Enfriar a temperatura ambiente medir pH, si este es mayor a 2 usar el reactivo dos, sino utilizar el reactivo de extracción dos.
8. Pesar muestras para cada matraz
9. Verter en matraz
10. Agregar reactivo de extracción, hasta que cubra por completo la muestra.
11. Sellar el matraz con tapón y parafilm.

12. Colocar en el equipo de extracción a 60 rpm.
13. Dejar por 24 horas (+- 3hrs).
14. Filtrar con papel filtro número 40
15. Guardar en tubos de dilución, los cuales serán lavados con ácido sulfúrico previamente.
16. Mantener en refrigeración a 4°C, por no más de 14 días.

Figura 5.20. Preparación de muestras para llevar a cabo prueba de extracción PECT.

Figura 5.21. Muestras en el equipo de extracción.

5.13.1 Reactivos y Materiales

- Tubos de dilución con muestra
- Agua destilada
- Ácido Clorhídrico 1N
- Reactivos para curva de calibración
- Equipo de Absorción Atómica

5.13.2 Metodología

- Después de tener el equipo encendido y abierto el software para el manejo de éste, se prosigue a:
  1. Colocar lámpara del metal al cual se le realizará el análisis.
  2. Dar nombre a la curva de calibración que se realizará.
  3. Ajustar la orientación de la lámpara, para obtener la posición más óptima.
  4. Calibrar el equipo con reactivos para curva de calibración, incluyendo el cero instrumental, el cuál se realiza con la

lectura de ácido clorhídrico 1N.

5. Análisis de muestras por triplicado.
6. Registro de datos, absorbancia y concentración.
   - Al cambiar de metal a analizar se tendrá que cambiar la lámpara y repetir todos los pasos anteriores.

Figura 5.22. Equipo de Absorción Atómica.