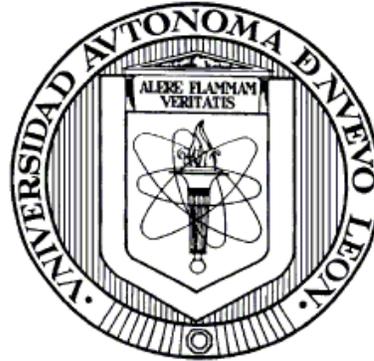


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**



**REMOCIÓN DE HIERRO EN CENIZA VOLANTE CLASE F**

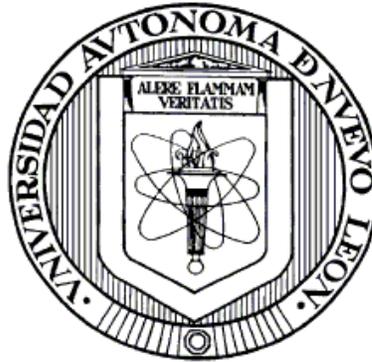
**POR**

**JUAN ANTONIO BARRIENTOS GASPAR**

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL  
GRADO DE MAestrÍA EN CIENCIAS CON  
ORIENTACIÓN EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**NOVIEMBRE, 2015**

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**REMOCIÓN DE HIERRO EN CENIZA VOLANTE CLASE F**

**POR**

**JUAN ANTONIO BARRIENTOS GASPAR**

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL  
GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS CON  
ORIENTACIÓN EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**NOVIEMBRE DE 2015**



**UANL**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



**FIC**

FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL  
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

**Oficio SEP-552-2015**

**ING. LÁZARO VARGAS GUERRA**  
Director del Departamento de Escolar y de  
Archivo de la UANL  
Presente.-

Estimado Ing. Vargas:

Por este conducto me permito comunicarle que el **Ing. Juan Antonio Barrientos Gaspar**, pasante de la **Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental**, ha solicitado su examen de grado, para lo cual a cubierto la totalidad de los requisitos académicos y administrativos que exige el Reglamento de Exámenes Profesionales y el Reglamento General de Estudios de Posgrado de nuestra Institución.

De la manera más atenta, le solicito su colaboración para que se dé el trámite correspondiente en el Departamento a su digno cargo.

Sin más por el momento, quedo a sus apreciables órdenes para cualquier duda o aclaración.

ATENTAMENTE,  
"ALERE FLAMMAM VERITATIS"  
Cd. Universitaria a 13 de noviembre del 2015

**DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO**  
Subdirector de Estudios de Posgrado



SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO

C.c.p. Archivo.  
Rtp.



"Educación de clase mundial,  
un compromiso social"

FO-SEP-01

Av. Universidad S/N Cd. Universitaria Apdo. Postal 17  
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México, C.P. 66455  
Tels.: (81) 1442 4400 ext. 4447 y 4448, 8329 4000 ext. 7216 y 7234  
<http://www.fic.uanl.mx>  
Correo: [subpos@uanl.mx](mailto:subpos@uanl.mx)



**UANL**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

**FIC**



FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL  
SUBDIRECCIÓN DE INVESTIGACIÓN

**DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO**

**Subdirector de Estudios de Posgrado**

**Presente**

Por este medio me permito comunicarle que el Ingeniero Civil **JUAN ANTONIO BARRIENTOS GASPAS** con número de matrícula 1696109 e inscrito en la Maestría en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, ha concluido su tesis titulada **“REMOCIÓN DE HIERRO EN CENIZA VOLANTE CLASE F”**. Por lo tanto, no se tiene inconveniente en solicitarle que amablemente gire instrucciones para dar paso a los trámites correspondientes y atender la solicitud del examen de grado del Ingeniero Civil **BARRIENTOS GASPAS**, para cumplir con los requisitos que exige el reglamento de exámenes profesionales de nuestra institución.

No teniendo más que agregar, le agradecemos la atención prestada.

ATENTAMENTE  
“ALERE FLAMMAM VERITATIS”

Cd. Universitaria a 28 de agosto de 2015

**DR. ANTONIO ALBERTO ZALDÍVAR CADENA**

**Director de tesis**

**DR. FRANCISCO VÁZQUEZ ACOSTA**

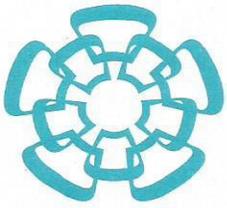
**Co-director de tesis**



“Educación de clase mundial,  
un compromiso social”

REUBI  
RAMIRO TORRES I.  
28/AGO/2015

Av. Universidad S/N Cd. Universitaria  
San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México, C.P. 66455  
Tel: (81) 8329-4000 ext. 7229  
www.ingenieriacivil.uanl.mx



**DR. CÉSAR ANTONIO JUÁREZ ALVARADO**  
**Subdirector de Estudios de Posgrado**  
**Facultad de Ingeniería Civil UANL.**

Estimado Dr. Juárez Alvarado:

En atención a su oficio en el que me informa que fui designado como Evaluador de la Tesis “**Remoción de hierro en ceniza volante clase F**”, que presenta el **Ing. Juan Antonio Barrientos Gaspar**, como requisito parcial para obtener el grado de Maestro en Ciencias con Orientación en Ingeniería Ambiental, me permito informar a Usted que después de haber leído y evaluado la calidad de la tesis, dictamino que la misma es **APROBADA**.

Sin otro en particular, le reitero mis distinguidas consideraciones y un afectuoso saludo.

*ATENTAMENTE,*

**12 de Noviembre de 2015 CINVESTAV UNIDAD SALTILLO**

**DR. MIGUEL ÁNGEL AGUILAR GONZÁLEZ**  
**CO-DIRECTOR DE TESIS**  
**EVALUADOR**

## **APROBACIÓN DE LA TESIS**

---

**Dr. Antonio Alberto Zaldívar Cadena**  
**DIRECTOR DE TESIS**

---

**Dr. Francisco Vázquez Acosta**  
**CO-DIRECTOR DE TESIS**

---

**Dr. Miguel Ángel Aguilar González**  
**EVALUADOR**

---

**Dr. César Antonio Juárez Alvarado**  
**SUBDIRECTOR DE POSGRADO DE LA F.I.C. – U.A.N.L.**

## Índice

<b>Capítulo I</b> .....	1
<b>Introducción</b> .....	1
1. El carbón como combustible para generar electricidad .....	2
1.1.Tipos de carbón mineral.....	2
1.2.Justificación.....	6
1.3.Hipótesis .....	6
1.4.Objetivo .....	7
1.5.Objetivos específicos .....	7
<b>Capítulo II</b> .....	8
<b>Antecedentes</b> .....	8
2.Emisiones de CO <sub>2</sub> por la combustión de carbón .....	9
2.1.La ceniza volante (CV) .....	9
2.2.Producción de ceniza volante .....	10
2.3.Tipos de ceniza volante.....	11
2.4.Producción de Ceniza Volante en México .....	12
2.5.Usos actuales de la ceniza volante en la industria.....	13
2.6.Características químicas de la ceniza volante .....	14
<b>Capítulo III</b> .....	16
<b>Metodología</b> .....	16
3.Metodología .....	17
3.1.Material utilizado .....	17
3.2.Calcinación de ceniza volante para coloración de referencia.....	17
3.3.Preparación de material previo a ataque químico .....	18
3.4.Reactivos utilizados en la remoción de hierro en la CV .....	19

3.5.Tratamiento magnético y ataques químicos utilizados en la remoción de hierro de la CV .....	20
3.5.1.Tratamiento magnético.....	20
3.6.Ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) y ácido clorhídrico (HCl) .....	21
3.7.Tratamiento químico en ácido fluorhídrico (HF) y Tiourea (CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S) .....	23
3.8.Ataque químico en ácido fluorhídrico (HF) y ácido oxálico (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) .....	24
3.9.Tratamiento térmico de muestras atacadas químicamente .....	25
3.10.Caracterización microestructural.....	26
3.11.Difracción de rayos X (DRX) .....	26
3.12.Parámetros utilizados en DRX .....	28
3.13.Microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	28
3.14.Fluorescencia de rayos X (FRX) .....	31
3.15.Microscopía Óptica .....	33
3.16.Identificación de esferas para su cuantificación .....	33
3.17.Cuantificación de esferas de CV en base a su coloración .....	34
3.18.Colorimetría por sistema CIEL*a*b* .....	36
<b>Capítulo IV</b> .....	<b>38</b>
<b>Resultados y Discusiones</b> .....	<b>38</b>
4.Caracterización microestructural de la ceniza volante .....	39
4.1.Fluorescencia de rayos X de la ceniza volante .....	40
4.2.Análisis de difracción de rayos X (DRX) de la ceniza volante .....	40
4.3.Tratamiento térmico de la ceniza volante.....	42
4.4.Tratamiento magnético con imanes de neodimio.....	43
4.5.Ataque químico de CV con ácido fluorhídrico (HF) y ácido clorhídrico (HCl).....	45
4.6.Ataque químico en ácido fluorhídrico (HF) y ácido oxálico (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) .....	49

4.7.Tratamiento térmico posterior a los ataques químicos de CV .....	50
4.8.Fluorescencia de rayos X (FRX) .....	50
4.9.Cuantificación de esferas de CV por coloración en microscopio óptico .....	52
4.10.Análisis por microscopía óptica y SEM-EDS de esferas de CV .....	53
4.11.Resultados de colorimetría de ataques químicos de CV después de tratamiento térmico .....	55
4.12.Medición de color por sistema CIEL*a*b* para muestras sin ataque químico y con ataque químico.....	57

## Índice de Figuras

<b>Figura 1.</b> Zonas generadoras de ceniza volante (Termoeléctricas y Carboeléctricas) [10].	12
<b>Figura 2.</b> Rampa de calentamiento para el tratamiento térmico de la ceniza volante a 900°C.	18
<b>Figura 3.</b> Fenómeno de difracción.	27
<b>Figura 4.</b> Variaciones de dispersión con bajo y alto voltaje de aceleración.	29
<b>Figura 5.</b> Esquema general del análisis por fluorescencia de rayos-X [18].	32
<b>Figura 6.</b> a) Diseño del portamuestras b) Portamuestras impreso.	34
<b>Figura 7.</b> Software imageJ con esferas de diferente coloración.	35
<b>Figura 8.</b> Espacio de color CIEL *a*b*.	37
<b>Figura 9.</b> a) Micrografía y b) Análisis EDS de Ceniza Volante (CV).	39
<b>Figura 10.</b> Difractogramas de rayos X a) CV y CV atacada químicamente con b) HF+ HCl, c) HF+ tiourea y d) HF+ ácido Oxálico.	41
<b>Figura 11.</b> Difracción de rayos X en ceniza volante con tratamiento térmico a 900°C.	43
<b>Figura 12.</b> a) CV tratada magnéticamente, b) Esfera de CV hueca y c) Análisis EDS en interior de esfera hueca.	44
<b>Figura 13.</b> a) Micrografía de CV atacada químicamente con HF+HCl, b) Análisis EDS.	47
<b>Figura 14.</b> a) Micrografía y b) Análisis EDS de muestra de CV atacada químicamente con HF y Tiourea.	48
<b>Figura 15.</b> a) Micrografía de CV atacada químicamente con HF y ácido oxálico y su b) Análisis EDS.	50
<b>Figura 16.</b> Micrografía de esfera de CV de color negro vista en a) Microscopio Electrónico de Barrido, b) Microscopio Óptico y c) Análisis EDS.	53
<b>Figura 17.</b> a) Micrografía de esfera de CV de color ámbar, b) Esfera ámbar por medio en microscopía óptica y c) análisis EDS.	54

## Índice de Tablas

<b>Tabla 1.</b> Utilización de CV en la industria de la construcción en Europa [6]. ....	14
<b>Tabla 2.</b> Requerimientos químicos de la CV, Norma ASTM-C-618-03 [9]. .....	15
<b>Tabla 3.</b> Reactivos químicos utilizados en ataques químicos de CV. ....	19
<b>Tabla 4.</b> Soluciones de reactivos químicos utilizados en ataques químicos de CV. ....	19
<b>Tabla 5.</b> Composición química por FRX de la CV. ....	40
<b>Tabla 6.</b> Composición química por FRX de la CV antes y después de los ataques químicos. ....	51
<b>Tabla 7.</b> Cuantificación de esferas de CV por color. ....	52
<b>Tabla 8.</b> Coloraciones obtenidas antes y después de los ataques químicos. ....	56
<b>Tabla 9.</b> Colorimetría por sistema CIEL *a*b* para muestras de CV antes y después de ataques químicos. ....	57

## **Dedicatoria**

*Para mis padres y amigos que me apoyaron para iniciar y terminar esta etapa, pero especialmente a mi esposa Claudia Elvira González Cobos que ha estado a mi lado durante este tiempo, apoyándome y ayudándome a seguir adelante.*

## **Agradecimientos**

A la Facultad de Ingeniería Civil, a la Subdirección de Estudios de Posgrado y al CONACYT por otorgarme el apoyo de beca de posgrado.

A mis asesores el Dr. Antonio Alberto Zaldívar Cadena y el Dr. Francisco Vázquez Acosta por haber confiado en mí y darme su apoyo, conocimientos y paciencia durante este tiempo.

Al Dr. Miguel Ángel Aguilar González del CINVESTAV unidad Saltillo, por su gran apoyo en la realización de análisis en su laboratorio.

Al Dr. Arquímedes Cruz López y Dr. Víctor Hugo Guerra Cobián por haber confiado en mí y darme la oportunidad de ingresar al programa de estudios.

A la Dra. Nora Elizondo Villarreal de la Facultad de Ciencias Físico-Matemáticas por las facilidades otorgadas para realizar experimentación en el laboratorio de materiales Nanoestructurados.

A la M.C. Lirio Reyna Gómez y el M.C. Daniel López Serna por su apoyo, asesoramiento y observaciones durante la realización de este trabajo de tesis.

Al M.C. José Quijano por su apoyo en la realización de análisis.

A todos mis compañeros por su compañía durante este tiempo.

Al laboratorio Xperto Integral Systems por su apoyo en la realización de análisis de colorimetría.

# **Capítulo I**

## **Introducción**

## 1. El carbón como combustible para generar electricidad

El carbón es una roca sedimentaria y combustible que es el resultado de la descomposición lenta de materia vegetal existente en la tierra hace unos 300 millones de años. Dicha formación del carbón fue realizada por un conjunto de acciones naturales como son la temperatura, presión, reacciones químicas y bacteriológicas a lo largo de millones de años para así producir el carbón mineral que ahora conocemos y que es utilizado en la industria de la generación de energía eléctrica a partir de carbón mineral y del cual son obtenidas las cenizas volantes [1].

Esta constituido principalmente de carbón y de otros elementos en menor cantidad como el hidrógeno, azufre, oxígeno y nitrógeno [2]. Los carbones contienen además una fracción no combustible constituida por minerales como cuarzo, arcillas, óxidos de hierro, sulfatos o carbonatos, procedentes de los estratos de roca que quedaron englobados con el carbón durante su consolidación. Estos componentes no volátiles están presentes en cantidades variables que pueden alcanzar hasta el 45-50% en peso según los tipos de carbón. Durante la combustión, estos minerales se transforman por efecto de la temperatura dando origen a las cenizas del carbón [1].

### 1.1. Tipos de carbón mineral

El grado de carbonización, es decir el grado de cambio que ha sufrido la turba según se transforma en antracita, define en gran manera las propiedades

físicas y químicas del carbón y que son denominadas como “rango” del carbón. Los carbones de bajo rango, como el lignito y los carbones sub-bituminosos son típicamente suaves con apariencia terrosa. Se caracterizan por niveles de humedad muy altos y bajo contenido de carbono, lo que les imprime la característica de tener bajo poder calorífico. Los carbones de alto rango son generalmente duros y fuertes, de color negro y tienen un lustre vítreo. Contienen más carbono, menos humedad, y producen más energía. La antracita está en la cima de la escala y tiene de forma correspondiente más poder calorífico y humedades muy bajas. Existen varias clasificaciones de los carbones según su rango. Una de las más utilizadas divide a los carbones de mayor a menor rango en:

- Antracita
- Bituminoso bajo en volátiles
- Bituminoso medio en volátiles
- Bituminoso alto en volátiles
- Sub-bituminoso
- Lignito
- Turba

Los carbones de mayor contenido de volátiles son los bituminosos y sub-bituminosos [3]. Los elementos que además del carbón son necesarios mencionar para describir sus características principales son las siguientes [4].

- **Humedad.** Es la cantidad de agua que contiene. De acuerdo a las condiciones de su fijación, se pueden distinguir, la humedad superficial que es el agua que se adhiere a la superficie y que se evapora en el almacenamiento al aire libre; la humedad higroscópica que es el agua ligada a la superficie interna del carbón que no se evapora en el almacenamiento al aire libre; y la Humedad total que la suma de la humedad superficial e higroscópica.
- **Cenizas.** Es la materia rocosa del carbón, y mide el residuo inorgánico que queda después de la combustión completa. Las rocas que forman las cenizas son normalmente lutitas o limonitas que forman capas delgadas o inclusiones como nódulos dentro de las capas de carbón. La ceniza es la materia inerte del carbón, cuyo exceso rebaja el poder calorífico y disminuye, por tanto, su valor.
- **Oxígeno y nitrógeno.** Entre los elementos que forman parte de la estructura del carbón se cuentan el oxígeno y el nitrógeno. El contenido de oxígeno disminuye el poder calorífico del carbón y su posible coquización.
- **Azufre.** El azufre se encuentra normalmente en forma de piritita o marcasita, como compuestos orgánicos y como sulfatos ( $\text{CaSO}_4$ ). En algunos casos conviene distinguir y determinar la proporción de azufre fijo y volátil. Sin embargo el azufre total rara vez excede de 5% y, a menudo, es inferior al 0,5%. Si el carbón se destina a usos metalúrgicos, el azufre juega un papel importante, ya que se une al metal que se beneficia, afectando sus propiedades.
- **Volátiles.** El carbón absorbe durante su formación cantidades considerables de gases, principalmente metano y otros hidrocarburos saturados

que no son extraídos durante el proceso de carbonización. El porcentaje de gas contenido en el carbón y que se desprende a baja temperatura, constituye las materias volátiles, dato fundamental para caracterizar y clasificar un carbón. Durante el proceso de minado del carbón por métodos subterráneos, al abrir los mantos de carbón y ponerlos en contacto con la presión atmosférica, y adicionalmente romper el carbón para su extracción, estos gases son liberados por desorción en forma espontánea lo cual representa tanto un problema de seguridad para los mineros como de contaminación a la atmósfera. La mera extracción del agua contenida en los mantos es suficiente para el inicio de la desorción de los gases. La desorción tiene lugar en todas las etapas de beneficio del carbón, desde su extracción en la mina, transporte a superficie, quebrado y limpieza, y transporte al sitio de consumo.

- Poder Calorífico. El poder calorífico representa la cantidad de calor que se libera en combustión completa por cada unidad de material quemado. El poder calorífico es una propiedad con grandes variantes entre los carbones, la cual puede influir en forma importante en los requisitos del equipo para manejo y pulverización, así como su almacenamiento. Como se indicó el poder calorífico depende del resto de las variables que se describen aquí, principalmente del contenido de carbono fijo y de la humedad.

## 1.2. Justificación

El crecimiento de la población y el requerimiento de energía eléctrica en nuestro país han generado un incremento en la producción de CV en las centrales eléctricas que utilizan el carbón como medio de combustión para la generación de energía eléctrica.

La CV por sus características químicas puede considerarse ser reutilizado en procesos de cerámica blanca o en algún proceso donde un material blanco con estas características sea requerido. Sin embargo, debido a su contenido de hierro y la coloración que presenta después de su calcinación a altas temperaturas 900°C o más no es posible incorporarlo fácilmente en algún proceso. Por lo anterior, es necesario remover el hierro presente en la CV para hacer factible dicha incorporación.

## 1.3. Hipótesis

El hierro causante de la coloración roja después de la calcinación de la ceniza volante, se encuentra libre y encapsulado dentro de esferas vítreas. Al exponer dicho hierro por algún método magnético y/o químico será posible su remoción y así producir un material blanco que podrá ser utilizado en procesos de cerámica blanca o algún proceso donde un material blanco sea requerido.

#### 1.4. Objetivo

Desarrollar un proceso que permita la remoción del hierro de la CV y con esto abrir nuevos campos de aplicación para este subproducto, especialmente en donde un material blanco sea requerido, contribuyendo a la reutilización de este subproducto y reduciendo el impacto al medio ambiente.

#### 1.5. Objetivos específicos

- a) Reducir o eliminar el contenido de hierro de la CV por medio de tratamientos magnéticos y físico-químicos.
- b) Caracterizar la CV por medios físicos, químicos y de microestructura antes y después de los tratamientos magnéticos y físico-químicos por técnicas de caracterización como SEM, DRX, FRX y colorimetría por sistema CIEL\*a\*b\*.

# **Capítulo II**

## **Antecedentes**

## 2. Emisiones de CO<sub>2</sub> por la combustión de carbón

La combustión de combustibles fósiles es la fuente principal de emisiones de CO<sub>2</sub> y de gases contaminantes a la atmósfera. Los principales contaminantes que se liberan en la combustión del carbón son los óxidos de azufre y nitrógeno (SO<sub>x</sub> y NO<sub>x</sub>) y algunos elementos traza. Actualmente, el carbón es responsable del 40% electricidad producida a escala global en los diferentes tipos de centrales termoeléctricas y según las previsiones de desarrollo, este porcentaje se mantendrá constante en las próximas décadas, por lo que se espera que el consumo de carbón se duplique en menos de 20 años, este incremento se puede mantener sobre todo en países que cuentan con grandes reservas de carbón como Estados Unidos, Rusia o Australia, algunos de los cuales no están comprometidos con el protocolo de Kyoto para reducción de las emisiones de CO<sub>2</sub> [5].

### 2.1. La ceniza volante (CV)

La ceniza volante se define como un polvo fino constituido principalmente por partículas esféricas y cristalinas que son un subproducto de la combustión de carbón mineral con propiedades puzolánicas y está compuestas principalmente de SiO<sub>2</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [6].

Ruiz-Román y col. [7] reportaron que la CV es un material de granulometría fina y de naturaleza heterogénea, compuesta por partículas vítreas de forma esférica. La composición química de la CV está conformada por cinco componentes principales como óxidos de sílice, alúmina, hierro, calcio, magnesio y de componentes menores como óxidos de Na, K, Ti, P y C.

Por otra parte, en los procesos industriales se genera una gran cantidad de residuos cuyo control o tratamiento constituye uno de los problemas más importantes en la actualidad, principalmente en los países desarrollados. La dificultad de establecer lugares adecuados para el confinamiento de aquellos residuos que sólo generan contaminación de alto volumen como la CV ha ocasionado que se considere el reciclado de los mismos como una solución alternativa, evitando no solamente el impacto que su acumulación produce, sino los costos que originan su traslado y almacenamiento.

En este sentido, se han realizado numerosas investigaciones donde se han empleado diferentes técnicas para el tratamiento de residuos que han conducido al desarrollo de nuevas tecnologías con el objetivo de reducir el impacto que tales desechos industriales ocasionan al medio ambiente [8].

## 2.2. Producción de ceniza volante

La CV es producida en centrales carboeléctricas que tienen como fuente de combustión el carbón mineral y previo a su calcinación es pulverizado para después ser quemado a una temperatura de 1,300 °C. En el proceso de quemado

de la CV existen partículas que no se queman completamente y estas precipitan en forma de ceniza que son colectadas en silos de almacenamiento o precipitadores electrostáticos [6].

### 2.3. Tipos de ceniza volante

La norma ASTM-C-618-03 divide en tres tipos la ceniza volante [9]:

**Clase N:** Puzolanas naturales calcinadas o sin calcinar, como algunas tierras diatomáceas; horstenos opalinos y pizarras; tobas y cenizas volcánicas o pumíticas, calcinadas o sin calcinar y varios materiales que requieren de calcinación para inducir propiedades satisfactorias, como algunas arcillas y pizarras.

**Clase F:** Ceniza volante normalmente producida de la calcinación del carbón antracítico o bituminoso. Esta clase de ceniza volante tiene propiedades puzolánicas.

**Clase C:** Ceniza volante normalmente producida de la calcinación del carbón subbituminoso o lignito. Esta clase de ceniza volante además de tener propiedades puzolánicas tiene propiedades cementantes

## 2.4. Producción de Ceniza Volante en México

La Alianza para la Formación e Investigación en Infraestructura para el Desarrollo de México (FIIDEM) ha reportado que la demanda de carbón se incrementará de 10.8 millones de toneladas anuales producidas en el año 2000 a 25.6 millones de toneladas para el año 2024 [10].

En la Figura 1 se muestra el mapa de la República Mexicana con las zonas generadoras de ceniza volante en México. En este proyecto de investigación se utilizó ceniza volante (CV) de la carboeléctrica ubicada en el estado de Coahuila.



**Figura 1.** Zonas generadoras de ceniza volante (Termoeléctricas y Carboeléctricas) [10].

## 2.5. Usos actuales de la ceniza volante en la industria

A nivel mundial la ceniza volante es utilizada en grandes cantidades especialmente en la producción de cementos y concretos, rellenos estructurales y no estructurales, muros de contención, estabilización de desechos, bases y sub-bases para pavimentos, acondicionador de suelos y pavimentos [11].

La aplicación más común de la CV es en la industria de la construcción por lo que es necesario encontrar nuevas aplicaciones de este sub-producto debido a la gran cantidad producida y al reducido campo de aplicación. En este proyecto de investigación se busca la remoción de hierro causante de la coloración rojo ladrillo después de la calcinación para una aplicación a corto plazo como es la cerámica blanca.

En Europa la asociación europea para el empleo de los subproductos de la combustión del carbón (ECOBA) publicó la cantidad de CV utilizada en la industria de la construcción en los años 2004, 2006, 2007 y 2008. En la Tabla 1 se muestra que en el año 2008 se consumieron un poco más de 17 kilotoneladas en la rama de la construcción [6].

**Tabla 1.** Utilización de CV en la industria de la construcción en Europa [6].

Aplicaciones en Europa		2004		2006		2007		2008	
		kt	%	kt	%	kt	%	kt	%
Edificación y puentes	Cemento	8.155	37	7.905	39,3	8.280	41,4	6.323	35,7
	Hormigón	5.871	26,7	6.119	30,4	5.900	29,5	5.760	32,5
	Bloques de hormigón prefabricado	1.556	7,1	1.078	5,4	1.160	5,8	974	5,5
	Áridos ligeros	141	0,6	-	-	-	-	-	-
	Ladrillos	97	0,4	78	0,4	-	-	93	0,5
Terraplenes y rellenos		2.685	12,1	2.628	13,0	2.470	11,4	3.397	19,2
Carreteras		1.243	5,6	1.355	6,7	1.330	7,6	661,5	3,7
<b>TOTAL</b>		<b>16.595</b>	<b>89,5</b>	<b>19.163</b>	<b>95,2</b>	<b>19.140</b>	<b>95,7</b>	<b>17.208</b>	<b>97,1</b>

## 2.6. Características químicas de la ceniza volante

Las características químicas de la CV varían de acuerdo al tipo de carbón utilizado durante su combustión. La norma ASTM-C-618-03 menciona que la composición química debe estar acorde con los requerimientos de la Tabla 2 [9].

**Tabla 2.** Requerimientos químicos de la CV, Norma ASTM-C-618-03 [9].

Requerimientos químicos	Clase		
	N	F	C
Dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) + óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) + óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), % min.	70	70	50
Trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ), % máx.	4	5	5
Contenido de humedad, % máx.	3	3	3
Pérdida por calcinación, % máx.	10	6	6

# **Capítulo III**

## **Metodología**

### 3. Metodología

En este capítulo se hace una descripción de materiales y métodos utilizados, presentando la descripción de actividades que se llevaron a cabo durante esta investigación como son: Material, equipos y métodos utilizados para la remoción del hierro de la CV.

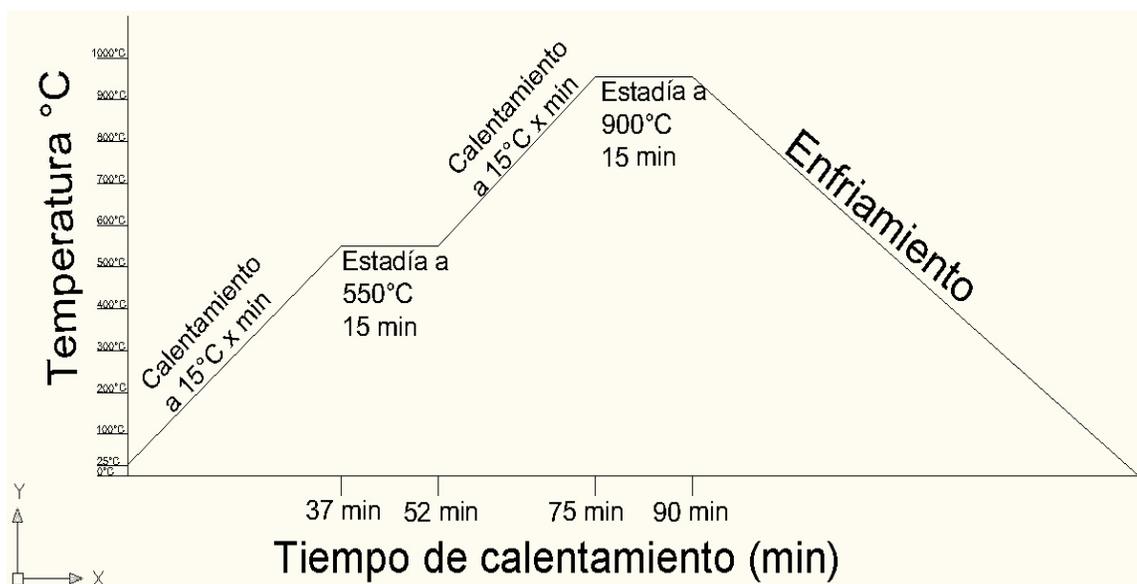
#### 3.1. Material utilizado

Para la realización de esta investigación fue utilizada CV procedente de la carboeléctrica José López Portillo, ubicada en la ciudad de Nava, en el estado de Coahuila, México.

#### 3.2. Calcinación de ceniza volante para coloración de referencia

Con la finalidad de tener una coloración de referencia en la ceniza volante se hizo un tratamiento térmico a una muestra de 1 g de CV en una mufla de la marca Thermo Scientific. En la Figura 1 se muestra la curva de calentamiento empleada que consistió en un calentamiento a 15 °C/min hasta una temperatura de 550°C con un tiempo de residencia de 15 minutos y posteriormente se continuo con la misma velocidad de calentamiento de 15 °C/min hasta una temperatura de 900°C con un tiempo de residencia de 15 minutos y enfriamiento hasta temperatura ambiente dentro de la mufla. Es importante señalar que este mismo tratamiento térmico fue utilizado para las muestras de CV después de ser atacadas químicamente.

En la Figura 2 se pueden observar las rampas de calentamiento utilizadas para el tratamiento térmico, este mismo tratamiento fue utilizado para las muestras después de ser atacadas químicamente.



**Figura 2.** Rampa de calentamiento para el tratamiento térmico de la ceniza volante a 900°C.

### 3.3. Preparación de material previo a ataque químico

Previo a los ataques químicos y con la finalidad de tener un tamaño de partícula homogéneo en la CV se hizo un tamizado utilizando mallas 100 (150  $\mu\text{m}$ ) y 325 (45 $\mu\text{m}$ ) obteniendo un tamaño de partícula igual o inferior a 45  $\mu\text{m}$ . Lo anterior permitió observar más fácilmente cambios físicos del material después de los ataques químicos utilizados para la remoción del hierro en la CV [12].

### 3.4. Reactivos utilizados en la remoción de hierro en la CV

En la Tablas 3 y 4 se presentan los reactivos químicos y soluciones utilizados en la remoción de hierro de la CV.

**Tabla 3.** Reactivos químicos utilizados en ataques químicos de CV.

Reactivo	Marca	Concentración (%)
Ácido Fluorhídrico (HF)	CTR	37.6
Ácido Clorhídrico (HCl)	CTR	48
Tiourea (CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S)	Sigma Aldrich	≥ 99
Acido Oxálico ( C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	Sigma Aldrich	≤ 100

**Tabla 4.** Soluciones de reactivos químicos utilizados en ataques químicos de CV.

Reactivo	Concentración
Agua desionizada (H <sub>2</sub> O)+ Ácido Fluorhídrico (HF)	10ml – 5ml
Agua desionizada (H <sub>2</sub> O) + Ácido Clorhídrico (HCl)	5ml – 10ml
Agua desionizada (H <sub>2</sub> O) + Tiourea (CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S)	100ml – 1g
Agua desionizada (H <sub>2</sub> O) + Ácido Oxálico (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	100ml – 0.8g
Ácido sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0.25 M

### 3.5. Tratamiento magnético y ataques químicos utilizados en la remoción de hierro de la CV

#### 3.5.1. Tratamiento magnético

Los imanes permiten remover una cierta cantidad de hierro de la CV. Existen varios tipos de imanes como los de acero al carbono, Alnico, Ferrita y de tierras raras de Neodimio que tienen una mayor fuerza de atracción por lo que se eligió este tipo imanes para el tratamiento magnético en la remoción de hierro en la CV [13].

El tratamiento magnético consistió en utilizar imanes de neodimio para remover el hierro que se encuentra libre en la ceniza volante y para este procedimiento se tomaron muestras de 50g de ceniza volante que fueron colocados sobre papel encerado y los imanes de neodimio fueron colocados dentro de bolsas de plástico. Los imanes fueron acercados hasta tocar la muestra de CV y realizando movimientos circulares a favor de las manecillas del reloj y en donde se pudo observar que la muestra de CV y el hierro fueron atraídos hacia los imanes, después procediendo a realizar un retiro manual del exceso de muestra de la bolsa plástica y observando que el hierro de coloración negra se mantiene adherido a la bolsa plástica la cual finalmente es puesta por su cara interior y al mismo tiempo retirando los imanes de su interior para que el hierro sea liberado de la atracción magnética y este sea depositado en un recipiente para su posterior pesado en un bascula. El tratamiento con los imanes de neodimio para recuperación de hierro fue realizado hasta que ya no quedaba hierro adherido a los imanes.

Finalmente la muestra es pesada para conocer la cantidad en peso que pudo ser removida por los imanes de neodimio teniendo como hierro removido o recuperad 1.3g que representa el 2.6% de hierro removido de la muestra inicial de 50g.

### 3.6. Ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) y ácido clorhídrico (HCl)

Los ataques químicos aplicados a las muestras de CV fueron divididos en dos etapas siendo la primera etapa un ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) para remover o reducir el espesor de vidrio que pudiera estar encapsulando al hierro. Es importante señalar que el ataque químico con HF fue igual para los ataques con HCl,  $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$  y  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ . La segunda etapa fue utilizada para remover el hierro presente en la muestra de CV después de haber sido expuesto con el ataque químico con HF.

El ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) fue preparado en una campana de extracción y en un vaso de precipitado de plástico con capacidad de 150 ml se agregaron 10 ml de agua desionizada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) y 5 ml de ácido fluorhídrico (HF). Posteriormente fue añadido 1 g de CV previamente tamizado y tratado magnéticamente y en una plancha de calentamiento con agitación de la marca Daigger se dio agitación a una velocidad de 400 rpm durante 5 minutos con la finalidad de remover el vidrio que encapsula el hierro y que pueda ser expuesto para su posterior remoción con el ataque químico de ácido clorhídrico,

posteriormente se puso a precipitar la muestra de CV por 15 minutos y después por decantación fue retirada la solución de HF.

Finalmente, se agregaron 50 ml de agua desionizada a la muestra de CV y se puso en agitación a 400 rpm durante 5 minutos para después dejar precipitar la muestra y retirar el agua desionizada por decantación y secado de la muestra en plancha de calentamiento a 110 °C.

Para el segundo ataque químico se agregaron 5 ml de agua desionizada ( $H_2O$ ) y 10 ml de ácido clorhídrico (HCl) [14] a la muestra de CV que fue recuperada del primer ataque químico y se le dio agitación a una velocidad de 400 rpm y calentamiento a 50°C durante 15 minutos para remover el hierro que ha sido expuesto después del ataque químico con ácido fluorhídrico. En la siguiente etapa se dejó precipitar la muestra de CV durante 15 minutos y por decantación se retiró la solución de agua desionizada y HCl. Enseguida se agregaron 50ml de agua desionizada a la muestra recuperada de CV y se dio agitación durante 5 minutos a 400 rpm para después por decantación retirar el agua desionizada y la muestra es secada en la plancha de calentamiento a 110°C y posterior pesado de la muestra para conocer su eficiencia de recuperación.

### 3.7. Tratamiento químico en ácido fluorhídrico (HF) y Tiourea (CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S)

La primera etapa del ataque químico con ácido fluorhídrico es igual a la descrita en el punto 3.5.2. La segunda etapa o ataque químico consistió en agregar 10 ml de una solución de 100 ml de agua desionizada (H<sub>2</sub>O) y 1 g de Tiourea(CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S) en un vaso de precipitado de vidrio de 150 ml dentro de una campana de extracción. Además, se adicionó una solución de ácido sulfúrico 0.25 M hasta obtener un pH entre 2 y 3 y posterior calentamiento una plancha de calentamiento hasta 90°C [15]. Una vez calentada la solución se agregó la muestra recuperada del primer tratamiento 0.3g y se puso en agitación y calentamiento a 400rpm durante 120 minutos y la muestra se dejó precipitar y enfriar durante 40 minutos para después extraer la solución de Tiourea. La muestra fue lavada añadiendo 50 ml de agua desionizada con agitación durante 5 minutos y precipitación durante 15 minutos. Finalmente, el agua de lavado es extraída y la muestra es puesta a secar sobre la plancha de calentamiento a una temperatura de 110°C hasta que la muestra no presentará humedad.

### 3.8. Ataque químico en ácido fluorhídrico (HF) y ácido oxálico

(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)

La primera etapa de ataque químico con HF es igual a la descrita en el punto 3.5.2. En la segunda etapa como ataque químico se utilizó ácido oxálico. En una campana de extracción fue colocado un vaso de precipitado de 150 ml de vidrio y fue agregado una solución de agua desionizada (H<sub>2</sub>O)+ácido oxálico (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>). La solución de ácido oxálico fue preparada agregando 0.8g en 100ml de la cual se tomaron 10ml y fue agregado ácido sulfúrico al 0.25M hasta que la solución tuviera un pH entre 2 y 3 para garantizar la remoción de hierro. El vaso de precipitado fue colocado sobre una plancha de calentamiento y agitación hasta 90°C [16] y fue agregada la muestra recuperada del primer tratamiento 0.3g y puesto en agitación a 400 RPM por 120 minutos dejando precipitar la muestra durante 40 minutos. La solución de ácido oxálico fue extraída para lavar la muestra y para ello se agregaron 50 ml de agua desionizada y puesta en agitación durante 5 minutos dejando precipitar la muestra 15 minutos. Finalmente el agua de lavado fue extraída y la muestra fue puesta a secar sobre la plancha de calentamiento a una temperatura de 110°C hasta que la muestra no presentará humedad.

### 3.9. Tratamiento térmico de muestras atacadas químicamente

El tratamiento térmico es la última etapa después de los ataques químicos y la finalidad de este es el poder observar que los ataques químicos hayan podido reducir la cantidad de hierro presente en la CV dando el indicio de este por medio de la coloración de la muestra a simple vista, ya que con este tratamiento es posible observar si las muestras atacadas químicamente pudieron tomar una coloración blanca por la ausencia o baja presencia de hierro que haya sido removido con los ataques químicos.

El tratamiento consiste en tomar las muestras recuperadas después de los ataques químicos utilizados los cuales son ácido fluorhídrico (HF)+ácido clorhídrico (HCl), ácido fluorhídrico (HF)+Tiourea ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ) y ácido fluorhídrico (HF)+ácido oxálico ( $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ), cada una de esas muestras recuperadas después de los tratamientos es colocada sobre un crisol de cerámica y son colocadas dentro de una mufla de calentamiento de marca Thermo Scientific la cual es programada para trabajar con rampas de calentamiento, la primer rampa fue programada para trabajar con rampas de calentamiento, la primer rampa fue programada con una velocidad de calentamiento de  $15^\circ\text{C}$  por minuto hasta llegar a  $550^\circ\text{C}$  una vez alcanzada esa temperatura se mantiene durante 15 minutos a  $550^\circ\text{C}$ , terminando el tiempo de estadía de temperatura se continua con una segunda rampa de calentamiento la cual es programada para calentar a  $15^\circ\text{C}$  por minuto hasta llegar a  $900^\circ\text{C}$  al alcanzar dicha temperatura se mantiene constante durante 15 minutos y finalmente la mufla es apagada y las muestras se enfrían dentro de la mufla hasta llegar a temperatura ambiente.

Una vez que las muestras están frías se retiran de la mufla y se observa su coloración a la vista para saber si los diferentes ataques químicos dieron resultados positivos en la remoción del hierro de la CV.

### 3.10. Caracterización microestructural

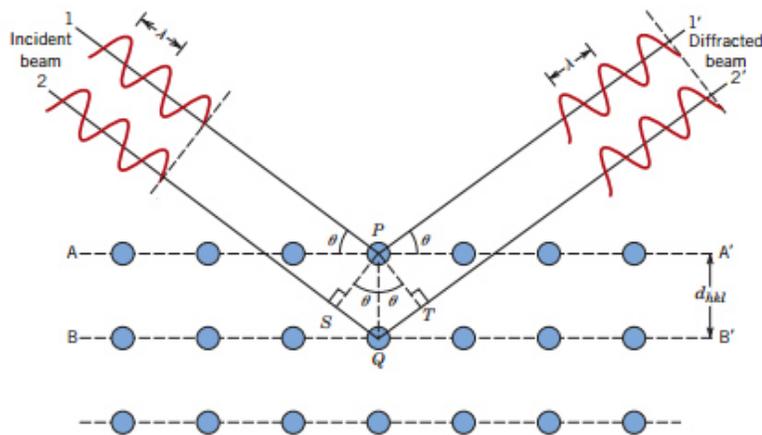
La caracterización de las muestras fue realizada por Difracción de rayos X (DRX) para la determinación de fases presentes, Microscopía electrónica de barrido (MEB) para estudiar su morfología y análisis químico, Fluorescencia de rayos X (FRX) para determinar la composición química, Microscopía Óptica para la cuantificación de esferas y Colorimetría por sistema CIEL \*a\*b\* para el análisis de su color.

### 3.11. Difracción de rayos X (DRX)

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética que tiene alta energía y una longitud de onda corta del orden de espacios atómicos en materiales sólidos. Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, una parte será difractada en muchas direcciones por los electrones asociados en cada átomo del material. Cuando dos ondas son difractadas puede ocurrir que estas se refuercen mutuamente y sus amplitudes se integren. Por otro lado, puede resultar que las dos ondas se cancelen o cancelen una con otra donde se obtiene como resultado una amplitud cero. Considerando las condiciones necesarias para una difracción de rayos X.

Si se tienen dos planos de átomos A-A' y B-B', como se muestra en la Figura 3, que poseen los mismos índices de Miller h,k y l. Asumiendo que un haz de rayos-X de longitud de onda  $\lambda$ , paralelo, monocromático y coherente (en fase) incide en estos dos planos con un ángulo  $\theta$ , dos rayos de este haz (1 y 2), son dispersados por los átomos P y Q. Ocurrirá una interferencia constructiva entre los rayos dispersados (1' y 2') a un ángulo  $\theta$  de los planos, si la diferencia de la longitud del camino recorrido entre 1-P-1' y 2-Q-2' (p.ej., SQ +QT ) es igual a un número n, de longitudes de onda. Esta es la condición de difracción [17]:

$$n\lambda = \bar{S} \bar{Q} + \bar{Q} \bar{T}$$



**Figura 3.** Fenómeno de difracción.

### 3.12. Parámetros utilizados en DRX

Los análisis fueron realizados en un difractómetro de rayos X de modelo X'pert<sup>3</sup> de PANalytical a un voltaje de excitación de 40KV y una densidad de corriente de aceleración de 40mA, un tiempo de paso de 0.5 segundos y una velocidad de barrido de 0.05 °2 $\theta$ /seg en un ángulo inicial 2 $\theta$  de 10° y un ángulo final 2 $\theta$  de 80°. El equipo utilizado permite analizar muestras en polvo de estado sólido, no corrosivas y piezas solidas de dimensiones máximas permitidas por el porta muestras del equipo. El mínimo de detección de fases que pueden ser detectadas es del 5% e.p. Para la interpretación y análisis de resultados se utilizó la base de datos del software MATCH! que permite observar el Difractograma e indexar las fases presentes en la muestra con la ayuda de una base de datos cristalográfica de la ICDD.

### 3.13. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto, es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos y orgánicos. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra.

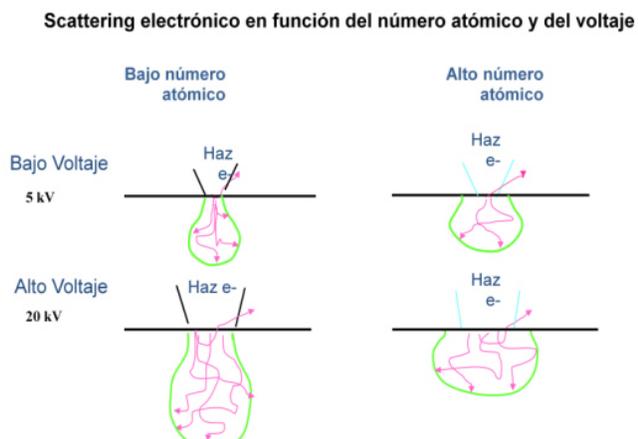
El mecanismo por el cual la imagen es magnificada es simple. La zona barrida por el haz de electrones sobre la muestra es menor que la región mostrada en la pantalla. La magnificación lineal está dada por la relación entre la longitud

barrida sobre la muestra (l) y la longitud del barrido sobre el tubo de rayos catódicos.

La interacción haz incidente-muestra produce una variedad de señales, las cuales brindan distinta información sobre la superficie de la muestra. Dichas señales pueden ser captadas por sus correspondientes detectores.

Volumen de excitación primaria: Cuando un haz de electrones choca contra una muestra, los electrones incidentes penetran en el material una distancia que es directamente dependiente de la energía del haz e inversamente dependiente del número atómico de los átomos que componen la muestra. La región en la cual los electrones penetran la muestra se conoce como volumen de excitación primaria.

En la figura 4, se aprecian las variaciones de dispersión electrónica cuando se utilizan bajos y altos voltajes de aceleración en materiales de bajo y alto número atómico.



**Figura 4.** Variaciones de dispersión con bajo y alto voltaje de aceleración.

La profundidad de penetración y el volumen de excitación aumentan con el incremento de la energía del haz incidente y decrece con el incremento del número atómico. Una muestra compuesta por átomos de alto número atómico tendrá más partículas disponibles para detener la penetración del haz, que un material compuesto de elementos de bajo número atómico.

Con el incremento de la energía del haz los electrones pueden penetrar más profundamente en la muestra por lo tanto, el volumen de excitación aumenta su diámetro y profundidad. Esto provocará una pérdida del detalle de la estructura superficial en la imagen debido al incremento de la generación de señales adicionales (ruido). Esta es una de las razones por las cuales el voltaje de aceleración es uno de los elementos limitantes de la resolución en el MEB.

Naturaleza de la interacción: En el volumen de excitación primaria, ocurren interacciones que generan señales tales como: electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos x característicos, electrones Auger, catodoluminiscencia.

Electrones secundarios: son emitidos desde la muestra como consecuencia de las ionizaciones surgidas de las interacciones inelásticas. Poseen baja energía, brindan una imagen de la morfología superficial de la muestra.

Electrones retrodispersados: provienen de las interacciones elásticas y por lo tanto, tienen alta energía. Estos electrones tienen energías cercanas a la del haz incidente. Pueden interactuar con átomos de la muestra para generar

electrones secundarios y los otros tipos de señales nombradas anteriormente. Son empleados para obtener imágenes de contraste por número atómico y contraste topográfico.

La lente objetivo, demagnifica la imagen del filamento produciendo un haz de diámetro “d” sobre la muestra. La distancia entre la parte inferior de la lente objetivo y la superficie de la muestra es llamada distancia de trabajo (wd).

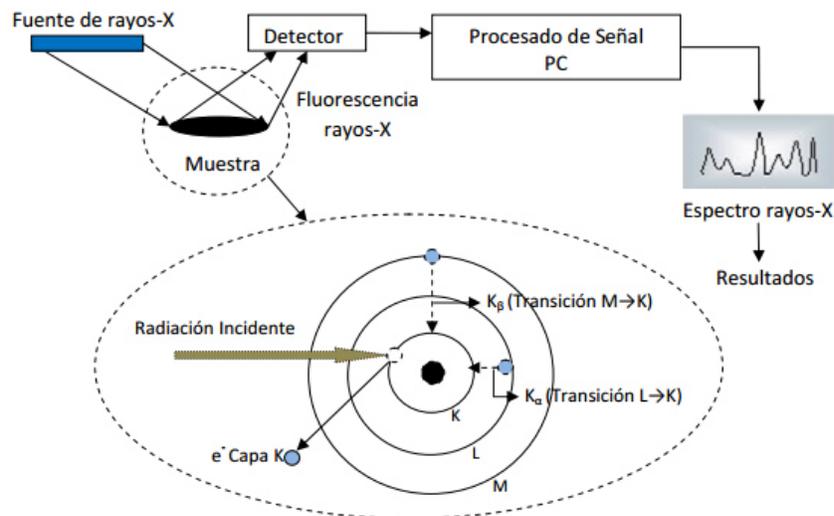
Para llevar a cabo el análisis por MEB de la CV sin ataque químico se tomó una muestra representativa y fue colocada sobre un portamuestras y después fue recubierta con oro, el microscopio fue utilizado a un voltaje de 10 KeV, para las muestras tratadas químicamente se utilizó un voltaje de 15KeV y realizando análisis EDS.

### 3.14. Fluorescencia de rayos X (FRX)

La fluorescencia de rayos-X (FRX) es una técnica espectroscópica [18] que utiliza la emisión secundaria o fluorescente generada en una muestra cuando ésta se excita con una fuente de radiación X. Esta radiación incidente, denominada primaria, expulsa electrones de las capas internas del átomo. Los estados excitados son inestables, y el átomo tiende a volver a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones de los niveles más externos para cubrir el hueco producido. En este proceso hay un desprendimiento de energía en forma de radiación cuya longitud de onda dependerá de la diferencia de energía entre los dos niveles involucrados en la transición ( $K\alpha$ ,  $K\beta$ , ...), cuando la expulsión del

electrón se produce de la capa K, como se puede ver en la Figura 5. Si la vacante se produce en alguno de los subniveles de la capa L, las transiciones desde niveles superiores dan lugar a las radiaciones características ( $L\alpha$ ,  $L\beta$ , ...). Lo mismo puede decirse para la capa M.

El esquema general a la hora de efectuar la medida por fluorescencia, viene resumida en la Figura 5.



**Figura 5.** Esquema general del análisis por fluorescencia de rayos-X [18].

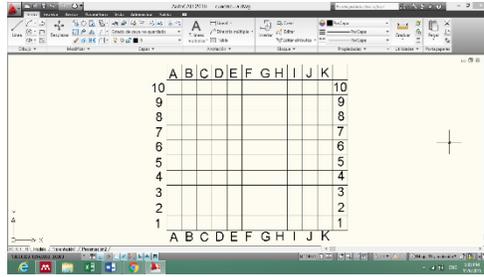
Para esta investigación fue utilizado un equipo Epsilon2-XL, en el cual la muestra fue colocada en polvo, sobre un contenedor de plástico y puesta a un voltaje de aceleración de 10 kV, el tiempo de lectura fue de 15 minutos aproximadamente.

### 3.15. Microscopía Óptica

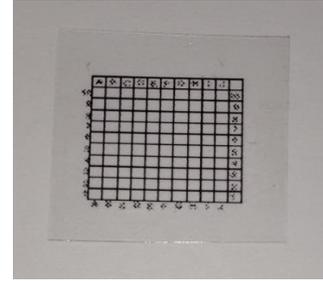
Se utilizó un microscopio óptico LEICA DMEX a una magnificación de 500X, por medio de este equipo fue posible observar las partículas y su coloración así como su identificación en un portamuestras y para conocer la composición química de las esferas observadas se utilizó la combinación de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

### 3.16. Identificación de esferas para su cuantificación

Para llevar a cabo la cuantificación de las esferas se elaboró un portamuestras, el cual se fabricó con un acetato para impresión (de oficina) y fue impreso con la ayuda de una impresora láser monocromática Brother HL-1112, teniendo una cuadrícula con cuadrantes X, Y donde en el cuadrante X se colocaron las letras desde A hasta J y en el cuadrante de las Y se colocaron los números del 1 al 10 para así hacer más fácil la identificación del cuadrante en el microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido, dichos cuadrantes tienen una separación entre ellos de 0.5mm. Por otra parte, utilizando microscopía óptica se pudo observar que la CV contiene esferas de diferente coloración entre las que se pueden encontrar negras, gris, ámbar, verdes y blanco vítreo. En la Figura 6 a) Se muestra el diseño de la plantilla con la ayuda de software AutoCAD 2010 y en b) impresión del acetato de celulosa impreso con la cuadrícula para la identificación de los cuadrantes.



a)



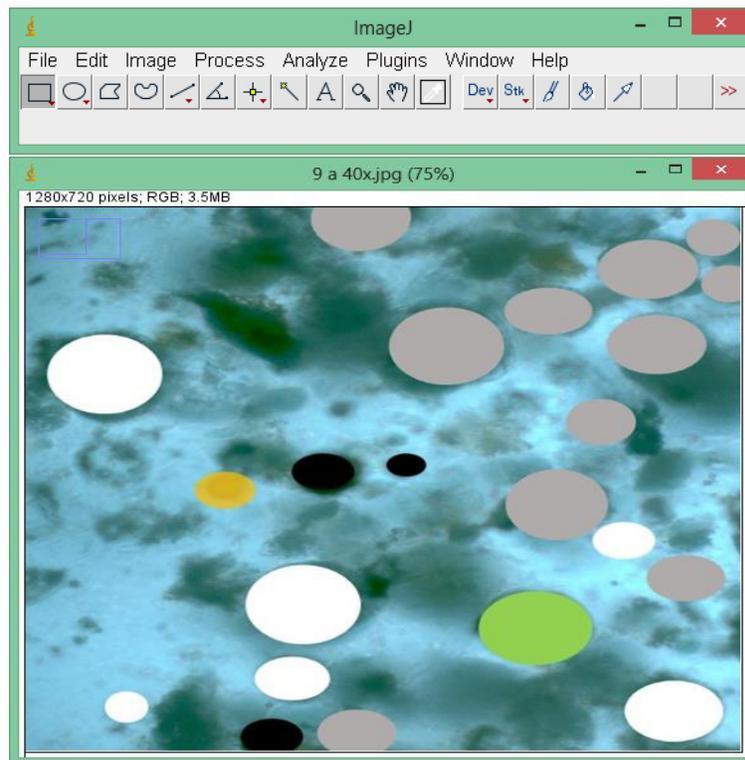
b)

**Figura 6.** a) Diseño del portamuestras b) Portamuestras impreso.

### 3.17. Cuantificación de esferas de CV en base a su coloración

Para realizar la cuantificación de esferas se tomaron microfotografías de diferentes zonas a una magnificación de 500X utilizando un microscopio LEICA DMEX. Para la identificación y cuantificación del área ocupada se utilizó el software ImageJ, seleccionando las esferas previamente identificadas, dichas esferas fueron pintadas con el color correspondiente (negro, gris, verde, amarillo y blanco) para que el software pudiera identificar cada color como único, ya que las tonalidades de cada esfera podían variar aun y cuando se tratara del mismo color, es por esto que se englobaron los colores en los antes mencionados.

El software imageJ trabaja midiendo el área en pixeles ocupada por un color a partir de una fotografía, la fotografía utilizada fue tomada desde un microscopio LEICA DMEX, la cual fue cargada al software. La unidad de medida del software ImageJ son los pixeles y fue necesario hacer la conversión de pixeles a milímetros cuadrados. En la Figura 7 se muestra una captura de pantalla del software ImageJ en donde se pueden observar las áreas seleccionadas para su medición, realizando un muestreo de 10 microfotografías para la determinación del área ocupada para las esferas en las 10 zonas.



**Figura 7.** Software imageJ con esferas de diferente coloración.

Después de identificar las esferas por microscopía óptica, se procedió a identificarlas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) utilizando la misma magnificación de la microfografía óptica y después realizar el análisis EDS para conocer su composición química.

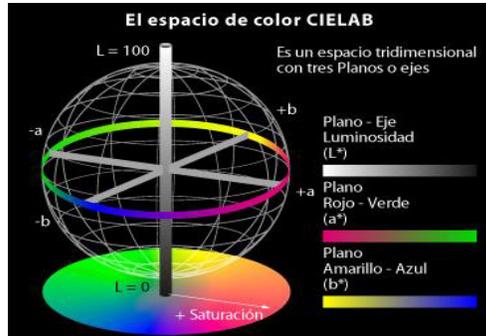
### 3.18. Colorimetría por sistema CIEL\*a\*b\*

El color es una de las características más importantes y fáciles de identificar, un color se puede observar a simple vista, pero para poder obtener una descripción objetiva del mismo se utilizan los sistemas de medición de color.

El sistema de color CIEL\*a\*b\* es el modelo cromático usado normalmente para describir todos los colores que percibe el ojo humano, este sistema fue desarrollado para superar los problemas del modelo X, Y por la Comisión Internationale de l'Éclairage (CIE) razón por la que se abrevia CIELab. Los asteriscos representan los tres parámetros del modelo [19]:

- 1) L\*: Claridad, expresada como porcentaje, desde 0 que indica negro y hasta 100 que indica blanco.
- 2) a\*: Posición del color verde hasta el magenta, sus parámetros son de -120 hasta +120 donde los valores negativos indican verde y los positivos magenta.
- 3) b\*: Posición de color entre azul y amarillo, sus parámetros son de -120 hasta +120 donde los valores negativos indican azul y los positivos amarillo.

El espacio de color puede ser observado en la Figura 8 y en donde se puede observar los parámetros de color para dicho sistema de color.



**Figura 8.** Espacio de color CIE L\*a\*b\*.

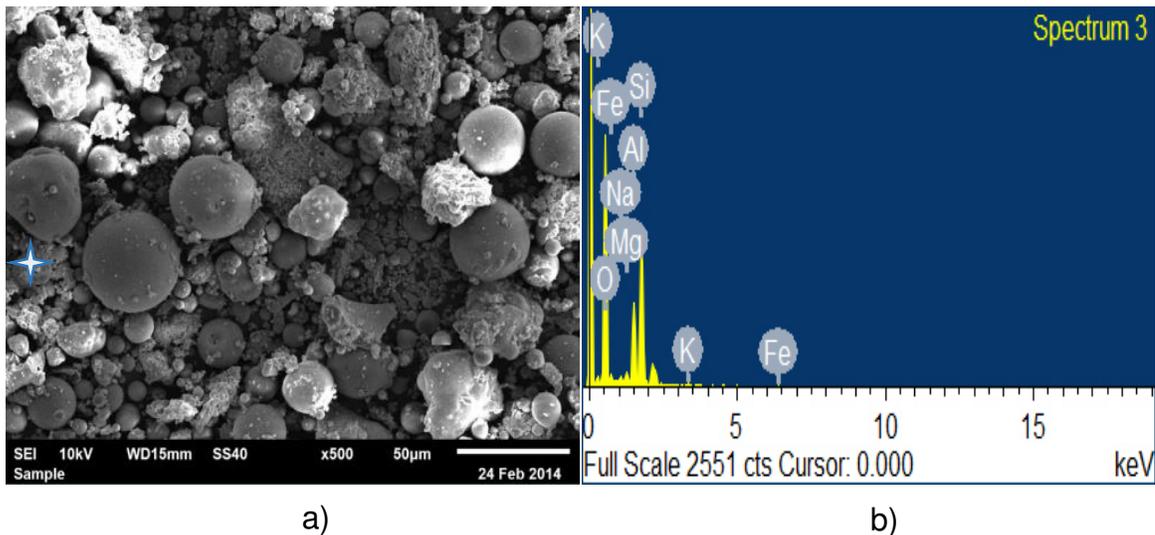
Para el caso de esta investigación el color más importante es el blanco, por lo que el parámetro de mayor relevancia es el  $L^*$  ya que representa la claridad así que entre más cercano sea a 100 el valor de  $L^*$  y más cercanos a 0 los parámetros  $a^*$  y  $b^*$  la muestra será más blanca, con este dato podremos demostrar que ataque químico fue el que pudo hacer más blanca la muestra. La medición de color se realizó a las muestras atacadas químicamente, así como a la muestra original así también a la muestra que solo fue tratada con imanes de neodimio.

# **Capítulo IV**

## **Resultados y Discusiones**

#### 4. Caracterización microestructural de la ceniza volante

En la Figura 9 a) se muestra una micrografía de la Ceniza Volante (CV) y en donde se observan esferas de una morfología definida y amorfas que pudieran ser materia orgánica o carbón no quemado en planta durante la generación de energía eléctrica. En la Figura 9 b) se observa el espectro de composición de la ceniza volante realizado sobre una esfera de CV identificada con una estrella y que indica la presencia de Hierro (Fe), Silicio (Si), Aluminio (Al) y Magnesio (Mg). Además, es importante señalar que se observa un pico con una alta concentración de hierro debido a que alta temperatura da una coloración roja a la muestra de CV lo que limita su uso en la cerámica blanca.



**Figura 9.** a) Micrografía y b) Análisis EDS de Ceniza Volante (CV).

#### 4.1. Fluorescencia de rayos X de la ceniza volante

En la Tabla 5 se muestra la composición química de la CV por medio de FRX y en donde se puede observar una concentración de hierro en forma de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  del 7.5 % e.p. suficiente para dar una coloración roja en la CV que impide su utilización en aplicaciones de cerámica blanca.

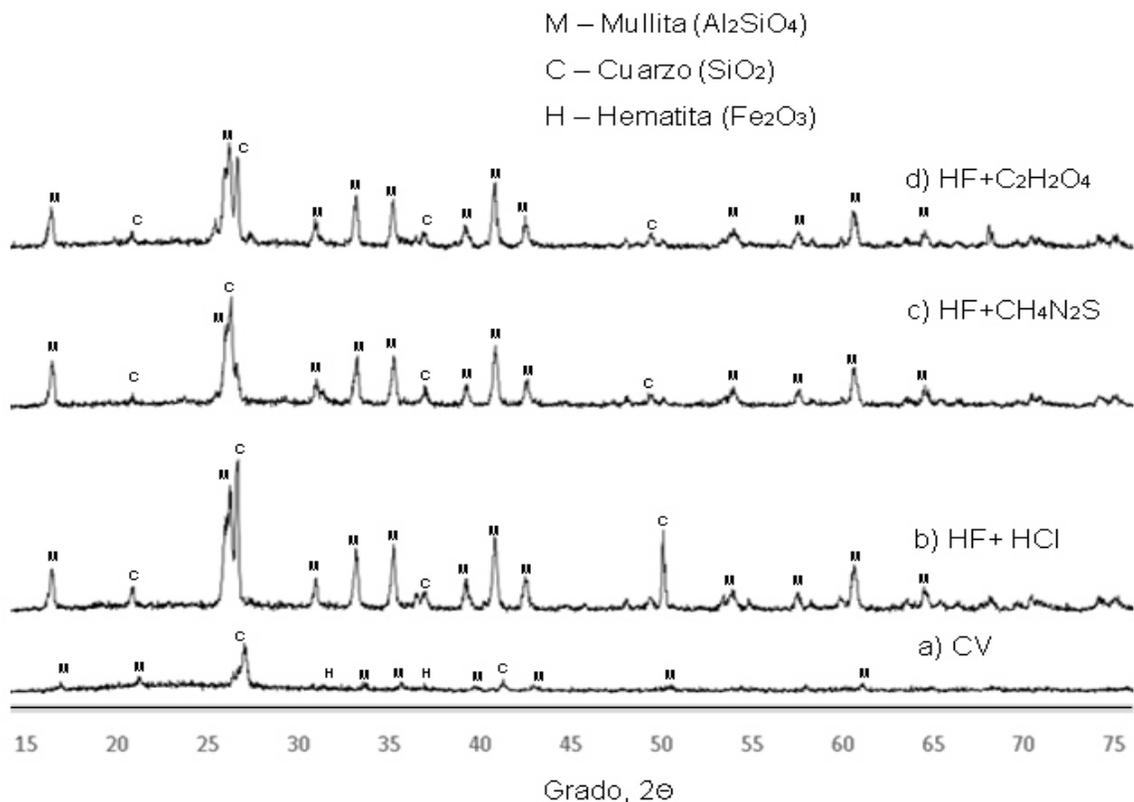
**Tabla 5.** Composición química por FRX de la CV.

Compuesto	Sin ataque químico (% e.p.)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	22.131
$\text{SiO}_2$	61.499
$\text{MgO}$	0.245
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	7.512
$\text{CaO}$	3.426
$\text{TiO}_2$	1.855
$\text{P}_2\text{O}_5$	1.421
$\text{K}_2\text{O}$	1.837
$\text{MnO}$	0.023
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0.009
$\text{V}_2\text{O}_5$	0.044

#### 4.2. Análisis de difracción de rayos X (DRX) de la ceniza volante

En la Figura 10 se pueden observar los Difractogramas de Rayos X de la CV sin ataque químico y con los diferentes ataques químicos utilizados y en donde

se pudieron identificar picos de difracción de Mullita ( $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$ ) PDF: 96-900-1322, Cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ) PDF: 96-900-9667 y Hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) PDF: 96-900-0140.



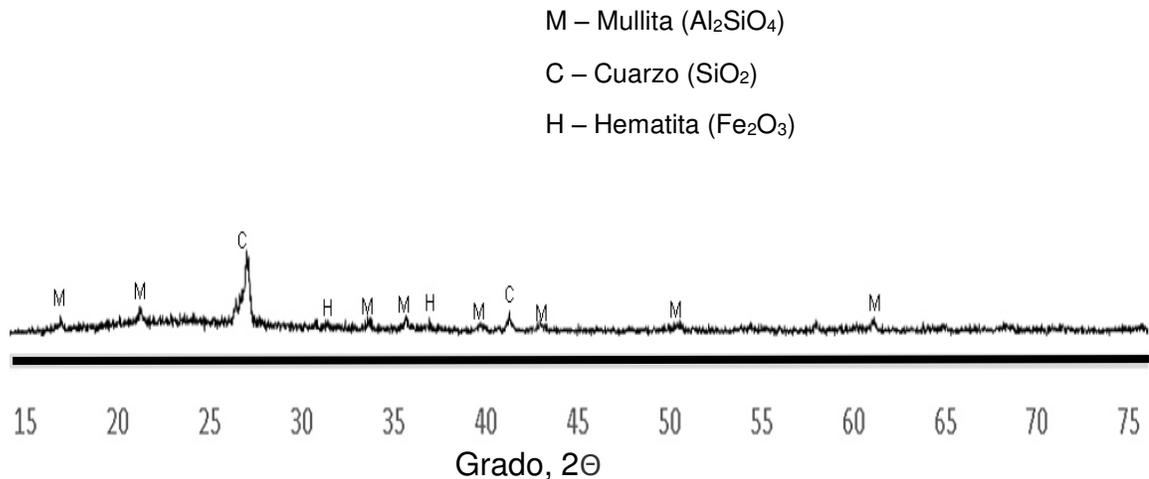
**Figura 10.** Difractogramas de rayos X a) CV y CV atacada químicamente con b) HF+ HCl, c) HF+ tiourea y d) HF+ ácido Oxálico.

Es importante señalar que después de cada uno de los ataques químicos se pudo observar la desaparición del pico de difracción de Hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) como consecuencia de la remoción de hierro por los ataques químicos utilizados. Además, en el difractograma de la CV se pueden observar picos de difracción poco definidos de Mullita ( $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$ ) y Cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ). En los incisos b), c) y d) de la CV atacada químicamente con los diferentes combinaciones de HF donde

se muestran reflexiones más definidas y de mayor intensidad de Cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ) y Mullita ( $\text{Al}_{2.4}\text{O}_{4.8}\text{Si}_{0.6}$ ).

#### 4.3. Tratamiento térmico de la ceniza volante

Una muestra de CV fue sometida a tratamiento térmico con la finalidad de tener una muestra de referencia en cuanto a su coloración. Por lo anterior, una muestra de CV fue calentada en una mufla a una velocidad de calentamiento de  $15\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  hasta  $550^\circ\text{C}$  con un tiempo de residencia de la muestra de 15 minutos. Posteriormente, la muestra de CV fue calentada a una velocidad de calentamiento de  $15\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  hasta  $900^\circ\text{C}$  con un tiempo de residencia de la muestra de 15 minutos y enfriamiento dentro de la mufla hasta alcanzar temperatura ambiente. En la Figura 11 se muestra el Difractograma de rayos X de la muestra de CV con el tratamiento térmico descrito anteriormente y en donde se pueden observar picos de difracción en mayor proporción de cuarzo y en menor proporción de mullita y hematita.



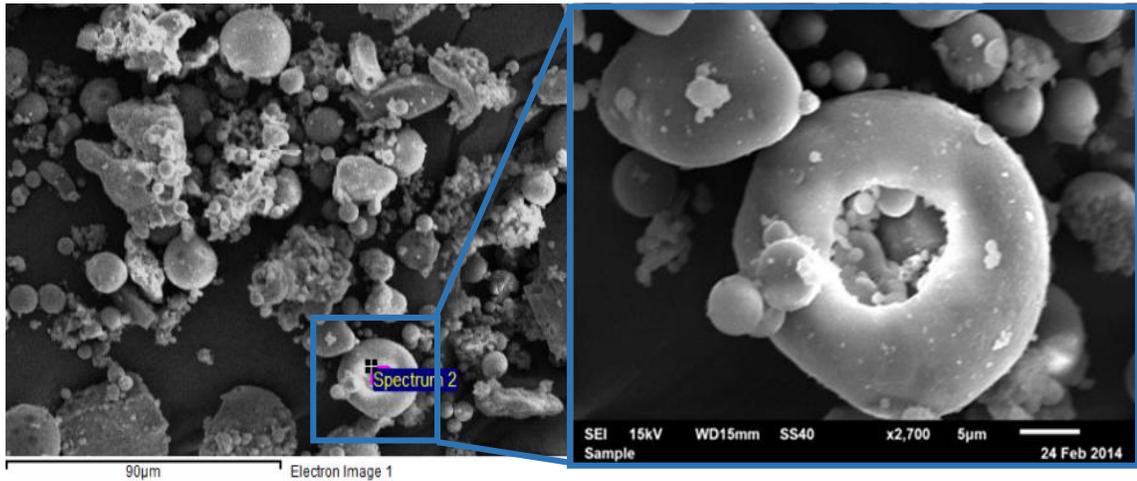
**Figura 11.** Difracción de rayos X en ceniza volante con tratamiento térmico a  $900^\circ\text{C}$ .

#### 4.4. Tratamiento magnético con imanes de neodimio

Una muestra de CV fue sometida a tratamiento magnético con imanes de neodimio con la finalidad de retirar y cuantificar el hierro libre presente en la muestra. Para esto, se tomó una muestra de 50g de CV y la cantidad de hierro removido fue de 1.3g, dando una eficiencia de remoción de 2.6% e.p. [12].

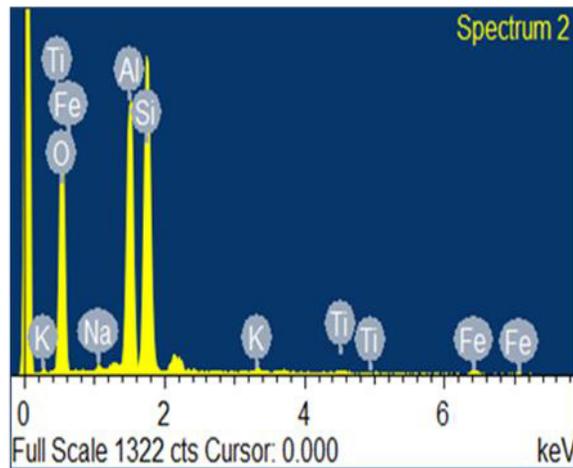
En la Figura 12 a) y b) se muestra una micrografía de CV con tratamiento magnético y en donde se puede observar una morfología con partículas esféricas huecas muy similar a la CV sin tratamiento magnético (Figura 9). Las esferas pudieron haber sido rotas debido a la fuerza de atracción magnética ejercida entre el hierro del interior de la esfera y el magneto. Además, se puede apreciar que en el interior de las esferas existen aún esferas más pequeñas. En la Figura 12 c) se presenta el análisis EDS realizado en el interior de la esfera de CV y fueron detectados espectros de composición en mayor proporción de Silicio (Si), Aluminio

(Al), Titanio (Ti), Hierro (Fe) y en menor proporción fueron detectados Sodio (Na) y Potasio (K).



a)

b)



c)

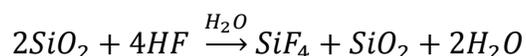
**Figura 12.** a) CV tratada magnéticamente, b) Esfera de CV hueca y c) Análisis EDS en interior de esfera hueca.

De lo anterior y en base a los resultados de SEM-EDS se puede concluir que las esferas de CV huecas contienen esferas más pequeñas en su interior con hierro encapsulado y fue necesario emplear diferentes ataques químicos para su remoción como HF+HCl, HF+CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S, HF+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

#### 4.5. Ataque químico de CV con ácido fluorhídrico (HF) y ácido clorhídrico (HCl)

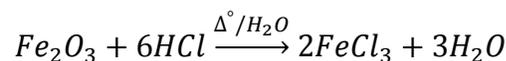
Para llevar a cabo el ataque químico, 1 g de CV fue atacada químicamente con HF y se pudo observar un cambio en la coloración de la solución de la muestra de gris claro a beige muy probablemente debido a la disolución del vidrio que encapsula al hierro. Una vez terminado este tratamiento con HF la muestra fue recuperada y pesada dando un peso de 0.3 g.

Si se considera que el principal constituyente del vidrio es el SiO<sub>2</sub> amorfo, entonces la posible reacción del SiO<sub>2</sub> al reaccionar con el HF pudiera ser la siguiente:

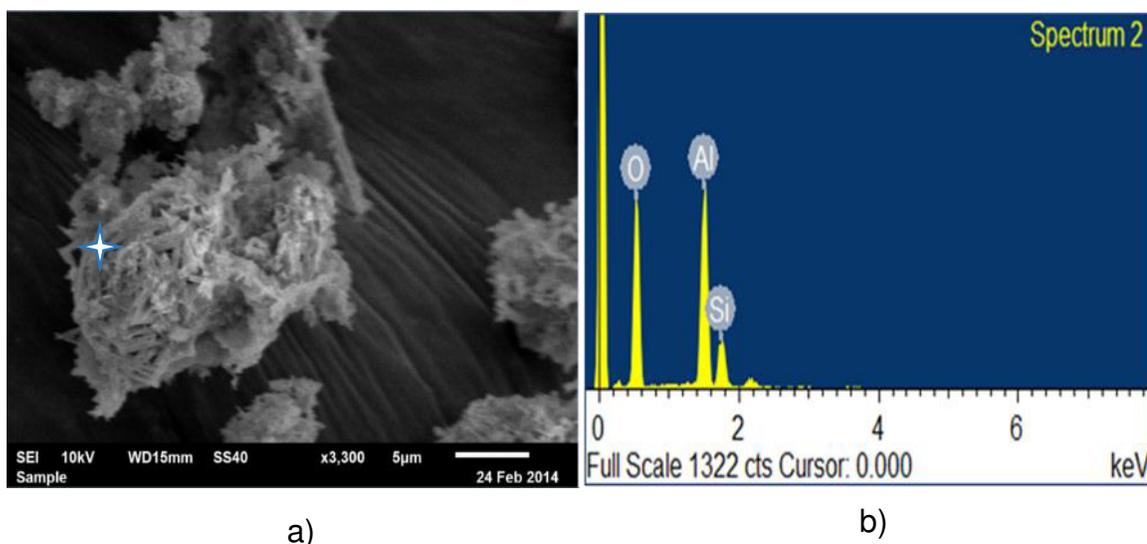


Esta reacción química nos permite entender como el HF retira el vidrio que encapsula al hierro en el interior de las esferas de CV por lo que fue necesario un segundo ataque químico con HCl con la finalidad de remover el hierro encapsulado.

A fin de continuar con los ataques químicos los 0.3 g de material recuperado del tratamiento con HF fueron atacados químicamente con HCl y en donde se pudo observar un cambio en la coloración de la solución de gris claro a verdosa muy probablemente debido a la disolución del hierro. Por último, la muestra fue lavada con agua desionizada y pesada dando un peso de 0.25 g. Es importante mencionar que la coloración verdosa que adquiere la solución de HCl al entrar en contacto con la muestra de CV que contiene hierro es indicativo de la presencia de  $Fe^{3+}$  en solución, lo que confirma que el hierro presente en la CV después de los tratamientos mencionados se está disolviendo como se indica en la siguiente reacción química.



En la Figura 13 a) se muestra una micrografía de la CV y en donde se pueden observar partículas amorfas aglomeradas producto de la combinación del ataque químico con HF y HCl. En la Figura 13 b) se puede observar el análisis EDS de la muestra atacada químicamente con HF y HCl y en donde solo se pueden observar espectros de composición de Al, O y Si. Es importante señalar que después atacar la CV con esta combinación de HF y HCl no se detectaron espectros de composición de hierro por esta técnica.



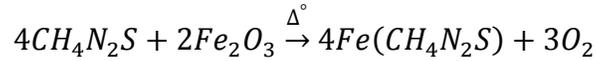
**Figura 13.** a) Micrografía de CV atacada químicamente con HF+HCl, b) Análisis EDS.

Una muestra de 1g de CV fue atacada químicamente con HF tal y como se describe en el punto 3.3 y el peso de la muestra recuperada fue de 0.3 g.

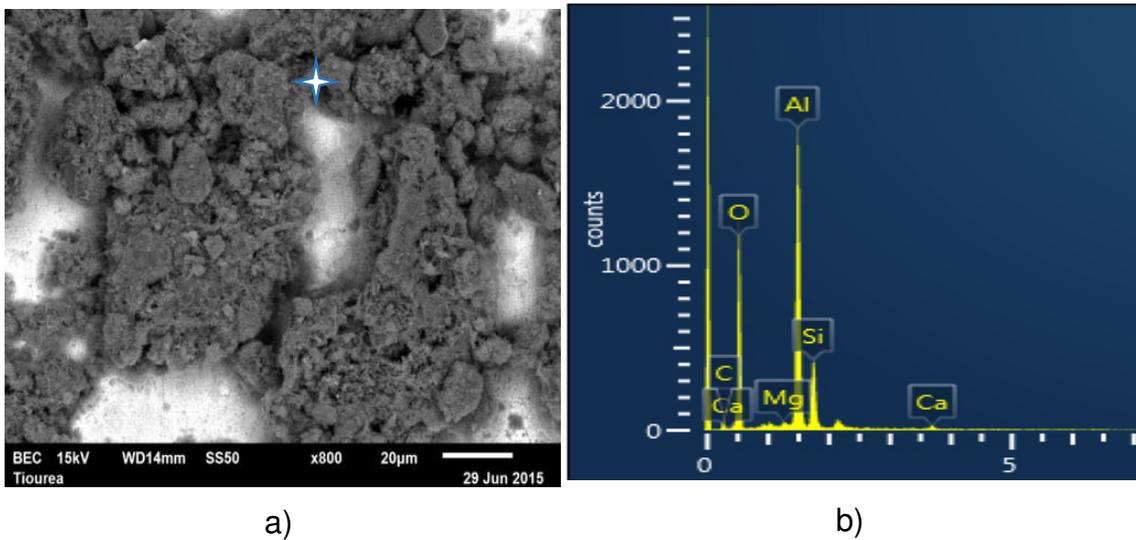
El segundo ataque químico fue preparado con Tiourea al 99% disuelta en una solución de ácido sulfúrico al 0.25 molar y pH de 2. Una vez preparada la solución de Tiourea fueron añadidos 0.3g de la muestra recuperada del primer tratamiento en HF. Es importante mencionar que no se presentó ningún cambio en la coloración de la solución siendo de gris claro de principio a fin del ataque químico teniendo una recuperación de la muestra de 0.24 g.

Al utilizar Tiourea en la remoción de hierro se pudo constatar que se tiene una recuperación de muestra muy similar a la obtenida con el ataque químico de HCl, siendo esta una opción menos riesgosa para su aplicación.

La reacción química que se pudiera presentar al utilizar Tiourea en la remoción de hierro es la siguiente:



En la Figura 14 a) se presenta la micrografía de la CV atacada químicamente con HF y CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S y en donde se pueden observar partículas amorfas y aglomeradas. La amorficidad de las partículas es consecuencia del ataque químico con ácido fluorhídrico y tiene como objetivo disolver la partícula vítrea o reducir su espesor exponiendo el hierro encapsulado para su posterior remoción con el ataque químico de Tiourea. En la Figura 14 b) se presenta el análisis EDS realizado a la muestra de CV atacada con la combinación de HF y Tiourea (CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S) y en donde se puede observar espectros de composición en mayor proporción de Aluminio y Silicio y en menor proporción de Ca y Mg. Es importante señalar la ausencia de hierro lo que confirma su remoción o reducción.



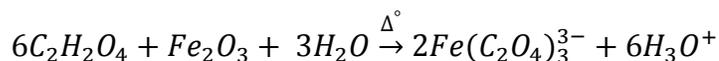
**Figura 14.** a) Micrografía y b) Análisis EDS de muestra de CV atacada químicamente con HF y Tiourea.

#### 4.6. Ataque químico en ácido fluorhídrico (HF) y ácido oxálico (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)

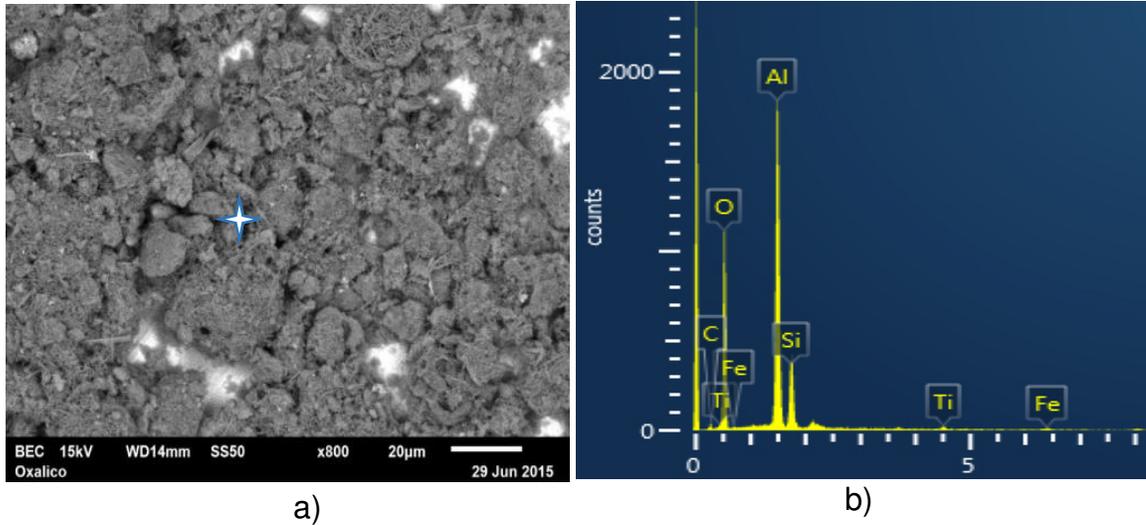
Para este ataque químico de igual manera se utilizó una muestra de 1g de CV en HF como ha sido descrito en los puntos 4.3 y 4.4 de este capítulo. Posteriormente la muestra fue atacada químicamente con ácido oxálico y se pudo observar que la solución no presentó un cambio de coloración obteniendo una recuperación de 0.25g.

Es importante mencionar que con este ataque químico de HF y C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> se pudo recuperar una cantidad muy similar a la lograda con los tratamientos en HCl y Tiourea.

La reacción del hierro con el ácido oxálico durante el ataque químico de la muestra pudiera ser de la siguiente manera



En la Figura 15 a) se observa una micrografía de una muestra de CV atacada químicamente con HF y ácido oxálico y en donde se puede observar una morfología muy similar a las muestras atacadas con HCl y Tiourea. Además, se pueden apreciar agujas embebidas y muy probablemente sea silicio cristalizado que no fue removido en el ataque químico con HF. En la Figura 15 b) se presenta el análisis EDS y en donde se observan espectros de composición en mayor proporción de Al y Si y en menor proporción de C y Fe.



**Figura 15.** a) Micrografía de CV atacada químicamente con HF y ácido oxálico y su b) Análisis EDS.

#### 4.7. Tratamiento térmico posterior a los ataques químicos de CV

Una vez terminados los ataques químicos de CV con HF+HCl, HF+CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S y HF+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> las muestras fueron colocadas en un crisol de porcelana para su tratamiento térmico a una velocidad de calentamiento de 15 °C/min hasta 550°C y 900°C con tiempos de residencia en ambas temperaturas de 15 minutos y posterior enfriamiento dentro de la mufla hasta temperatura ambiente.

#### 4.8. Fluorescencia de rayos X (FRX)

En la Tabla 6 se muestra la composición química de la CV analizada por medio de FRX antes y después de cada uno de los ataques químicos con HF+HCl, HF+CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S y HF+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> y en donde se puede observar una disminución en la concentración de hierro en forma de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en todos los ataques químicos

aplicados obteniendo la mayor remoción de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  con el ataque químico de HF+HCl.

**Tabla 6.** Composición química por FRX de la CV antes y después de los ataques químicos.

Compuesto	CV (% e.p.)	Ataque químico		
		HF + HCl (% e.p.)	HF + $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ (% e.p.)	HF + $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ (% e.p.)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	22.131	60.645	68.781	67.343
$\text{SiO}_2$	61.499	37.253	22.650	24.992
MgO	0.245	---	1.382	---
<b><math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math></b>	<b>7.512</b>	<b>0.596</b>	<b>0.879</b>	<b>1.957</b>
CaO	3.426	0.354	3.933	1.698
$\text{TiO}_2$	1.855	0.731	1.114	1.921
$\text{P}_2\text{O}_5$	1.421	0.294	0.302	0.380
$\text{K}_2\text{O}$	1.837	0.069	0.040	0.034
MnO	0.023	0.001	0.007	0.008
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0.009	0.016	0.013	0.024
$\text{V}_2\text{O}_5$	0.044	0.016	0.011	0.013

El HCl es muy utilizado en procesos de decapado de acero ya que remueve los óxidos de hierro de la superficie convirtiéndolos en solubles para su posterior eliminación. Sin embargo, debido al alto riesgo que representa su manejo es una opción poco factible de utilizarse a gran escala.

El ataque químico con Tiourea ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ) demostró tener una capacidad de remoción de hierro muy similar al realizado con HCl posiblemente debido a su capacidad de enlace con el hierro en un medio ácido.

Es importante señalar que con la Tiourea fue necesario más tiempo y temperatura de reacción para remoción del hierro siendo una opción más amigable con el medio ambiente debido a que su manejo y peligrosidad es menor

que la del HCl. El ataque químico con ácido oxálico presentó una menor remoción de hierro probablemente debido a su capacidad de remoción y tiempo de reacción, donde su máximo tiempo de remoción es de 3 horas [11].

#### 4.9. Cuantificación de esferas de CV por coloración en microscopio óptico

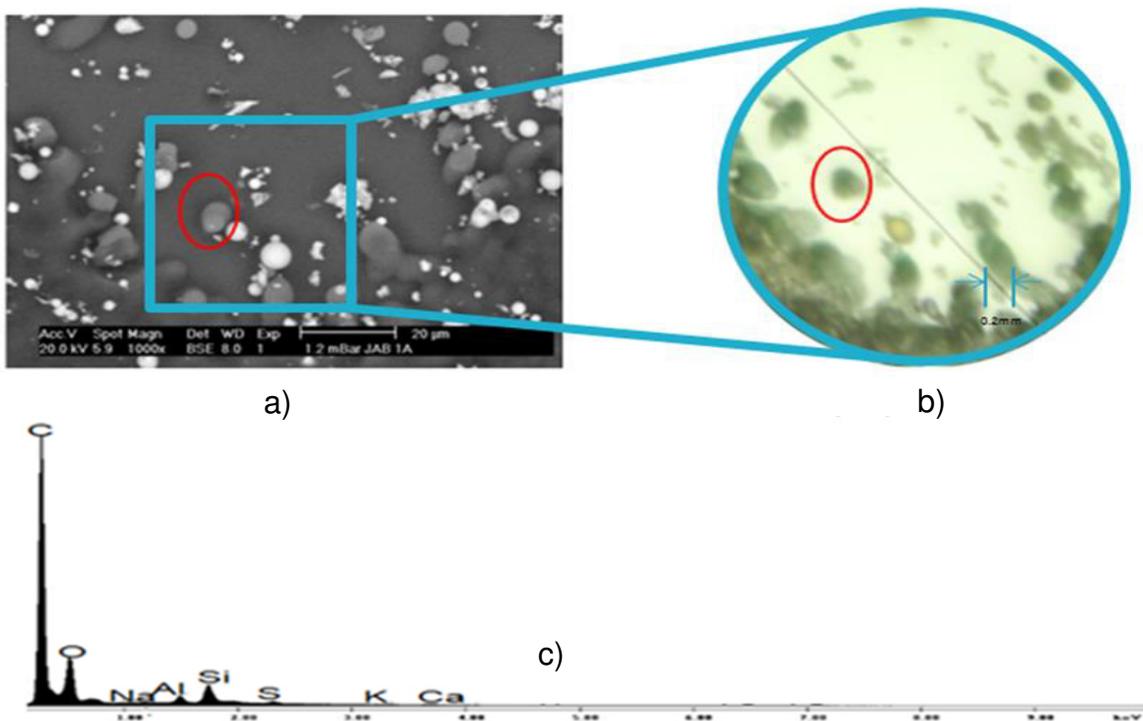
Una vez realizada la cuantificación de las 10 zonas de la muestra de CV se obtuvo un total de porcentaje de área de cada color de esfera, en la Tabla 7 se resume el porcentaje (%) de área ocupada por las esferas de CV en base a su coloración por medio del software ImageJ y en donde se puede observar que la esfera de color negro es la de mayor porcentaje (%) de área ocupada y este tipo de esferas en bases a análisis EDS están constituidas en mayor parte de carbón.

**Tabla 7.** Cuantificación de esferas de CV por color.

Esfera	Área por color (mm <sup>2</sup> )	Área total (mm <sup>2</sup> )	Área ocupada (%)
Gris	76456.9	319304.7	23.9
Ámbar	9207.12		2.9
Verde	65590.98		20.5
Negra	139605.18		43.7
Blanco	28444.52		8.9
			100

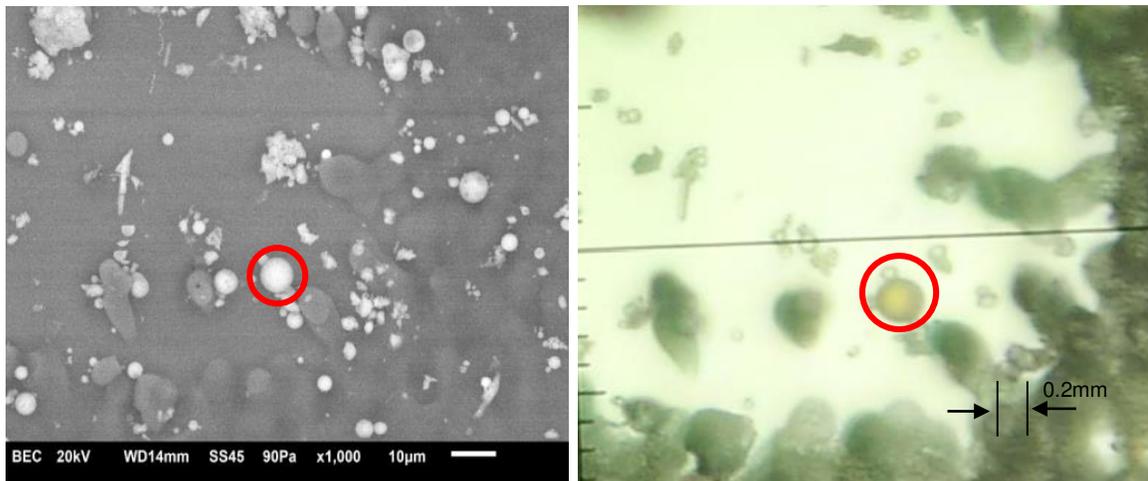
#### 4.10. Análisis por microscopía óptica y SEM-EDS de esferas de CV

Por medio de microscopía óptica se ubicó en un cuadrante de la plantilla de plástico cuadrículada un color de esfera que posteriormente fue localizada en el microscopio electrónico de barrido para la toma de micrografía y análisis EDS para conocer su composición química. En la Figura 16 a) se observa una micrografía de una esfera de CV de color negro y en la Figura 16 b) la misma esfera de CV de color negro localizada en el microscopio óptico y en la Figura 16 c) su análisis EDS en donde se pueden observar espectros de composición de carbón que muy probablemente no fue quemado durante la combustión en los hornos de generación de energía eléctrica.



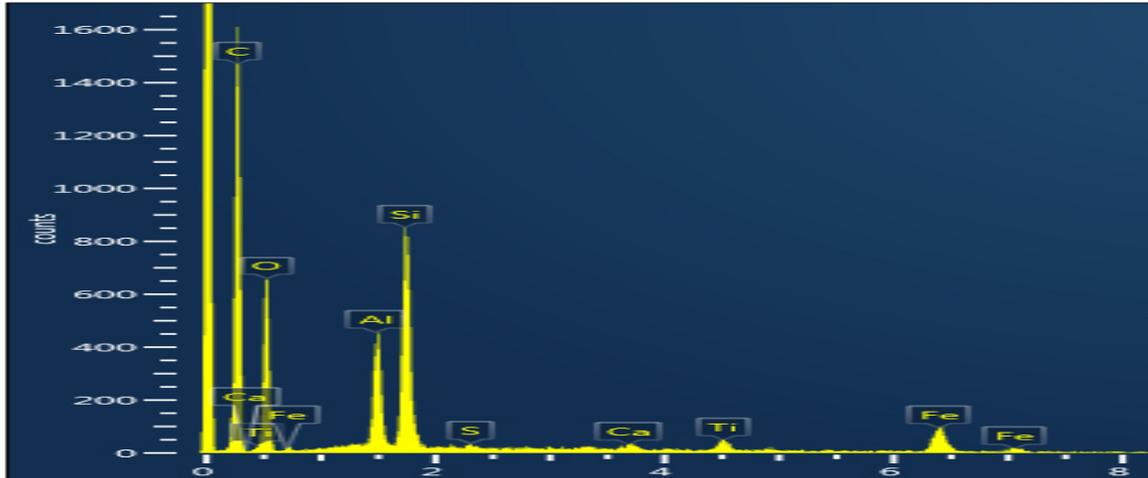
**Figura 16.** Micrografía de esfera de CV de color negro vista en a) Microscopio Electrónico de Barrido, b) Microscopio Óptico y c) Análisis EDS.

En la Figura 17 a) se muestra una micrografía en donde se presenta una esfera de color ámbar la cual fue previamente identificada en el microscopio óptico como se observa en la Figura 17 b) y en la Figura 17 c) se muestra el análisis EDS de la esfera de color ámbar.



a)

b)



c)

**Figura 17.** a) Micrografía de esfera de CV de color ámbar, b) Esfera ámbar por medio en microscopía óptica y c) análisis EDS.

Resultados de análisis por EDS muestran que las esferas de color ámbar presentan hierro en una mayor cantidad que los otros colores de esferas.

#### 4.11. Resultados de colorimetría de ataques químicos de CV después de tratamiento térmico

Es importante mencionar que las muestras de CV después de los ataques químicos y tratamiento térmico presentaron en cierta forma una coloración blanca lo que indica una remoción de cierta cantidad de hierro.

En la Tabla 8 se muestran los resultados de las coloraciones obtenidas en la CV y su evaluación en forma visual con cada uno de los ataques químicos utilizados y en donde se puede apreciar que las muestras que no fueron atacadas químicamente presentan una coloración café-rojiza y las atacadas químicamente una coloración blanca muy probablemente debido a la acción de remoción o reducción del hierro con cada uno de los reactivos químicos utilizados.

**Tabla 8.** Coloraciones obtenidas antes y después de los ataques químicos.

Tratamiento	Ataque químico	Tratamiento térmico (900°C)	Coloración obtenida después de ataque químico	Fotografía
Ceniza volante	-----	Si	Rojo	
Tamizado (malla 150 μ y 45 μ) – Trat. Magnético	-----		Café	
Tamizado (malla 150 μ y 45 μ) – Trat. Magnético	HF + HCl		Blanco	
	HF + CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S		Blanco	
	HF + C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>		Blanco	

#### 4.12. Medición de color por sistema CIEL\*a\*b\* para muestras sin ataque químico y con ataque químico

Se realizaron mediciones de color por el sistema CIEL\*a\*b\* para determinar el color real de cada una de las muestras atacadas químicamente con HF+HCl, HF+CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S y HF+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. En la Tabla 9 se muestran los resultados obtenidos de la medición de color por el sistema CIEL\*a\*b\* y en donde se puede observar que el nivel de coloración en L\* es muy similar para los ataques químicos utilizados.

**Tabla 9.** Colorimetría por sistema CIEL\*a\*b\* para muestras de CV antes y después de ataques químicos.

Tratamiento	L*	a*	b*
Sin tratamiento	66.03	8.72	15.96
Mallas (150 μ y 45 μ) y tratamiento magnético	67.93	3.68	12.92
HF+HCl	87.73	1.31	1.68
HF+CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S	83.92	2.79	2.16
HF+H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	86.51	2.25	3.07

Resultados de la colorimetría por el sistema CIEL\*a\*b\* revelan que la coloración en L\* es más baja en muestras de CV sin ataque químico debido a que la muestra inicial presenta una coloración gris. La escala de medición de color en el plano L\* es de 0 a 100 siendo 0 para el color negro y 100 para el color blanco.

Los resultados para las muestras de CV con ataque químico presentaron valores de  $L^*$  muy similares por lo que se puede concluir que los ataques químicos utilizados para la remoción o disminución del hierro de la ceniza volante son efectivos y se puede producir un material de color blanco con características físicas y de composición química muy similares.

Los valores de  $a^*$  y  $b^*$  representan la coloración en sus respectivos espectros de color, siendo los valores positivos pero muy cercanos a cero, por lo que la coloración a rojo y azul que representan cada uno de ellos no es suficiente para ser observada por el ojo humano pero si por el equipo de medición.

## Conclusiones

- Es posible obtener Ceniza Volante (CV) de coloración blanca por medio de la remoción de hierro con una combinación de tratamiento magnético, ataque químico de HF+HCl, HF+CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S y HF+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> y tratamiento térmico a 900°C.
- El ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) resultó ser efectivo en la remoción del vidrio que encapsula el hierro pero la muestra disminuye hasta en un 80% siendo una desventaja.
- Resultados de análisis por MEB-EDS muestran que las esferas cuya coloración esta en los tonos amarillo a rojo (ámbar) contienen una mayor cantidad de hierro y las esferas de coloración negra están compuestas principalmente de carbón con poca o nula presencia de hierro.
- Al obtener un material blanco a partir de la ceniza volante se abren nuevas posibilidades de utilizar este subproducto, además su uso como material de construcción y así poder incrementar la cantidad de ceniza volante que puede ser reutilizada en nuevos procesos donde un material con estas características sea requerido.

### **Recomendaciones para trabajos futuros**

- Estudiar nuevos métodos para la remoción del hierro con la finalidad de obtener una mejor eficiencia de recuperación de CV.
- Obtener una relación entre coloración de las esferas de CV, tamaño de partícula y contenido de hierro presente con la finalidad de tener una mejor eficiencia de recuperación de CV.
- Estudiar la factibilidad de aplicación de la ceniza volante de coloración blanca libre de hierro en un producto industrial como la cerámica blanca y analizar su comportamiento físico-mecánico y microestructural.

## Referencias

- [1] Mónica Aineto Goñi. “Escorias y cenizas volantes de gasificación de carbón Aplicación a la producción de áridos ligeros expandidos”. Tesis doctoral, 2009, Universidad de Catilla-La Mancha.
- [2] Servicio Geológico Mexicano (SGM). Carbón mineral, 2013.
- [3] Francisco Querol Suñé. “Estudio para identificar las capacidades de la minería de carbón en el uso y aprovechamiento del gas metano asociado”. SEMARNAT, Octubre, 2007.
- [4] Campuzano Ortega, L.A. y Gabriel Rivas Maceda. “Estudio de la prevención de incendios en capas carboníferas en explotaciones subterráneas, (Caso: Mina III MIMOSA)”. Tesis Profesional, 2004, Facultad de Ingeniería de la UNAM.
- [5] Twardowska, I. y Stefaniak, S. “Coal and Coal Combustion Products: Prospects for Future and Environmental Issues”, en Coal Combustion Byproducts and Environmental Issues Ed. K.S. Sajwan, I. Tardowska, T. Punzón y A.K. Alva. Nueva York: Springer, 2006, pp. 13-20.
- [6] “Coal fly ash and bottom ash”, 2011. <http://www.cedexmateriales.vsf.es/>
- [7] Ruiz R., Santos C., Cambronero L., Corpas F., Alfonso M., Morano A. “Aprovechamiento de las cenizas volantes clase F de centrales térmicas para la fabricación de materiales cerámicos”. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2000, 39 [3] pp. 229-231.
- [8] R. Caligaris, N. Quaranta, M. Caligaris, E. Benavidez. “Materias primas no tradicionales en la industria cerámica”. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2000,39 [5] pp. 623-626.
- [9] E. Vasquez-Paniagua, Tesis. “Concreto de alto desempeño con elevado consumo de ceniza volante”. Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Ingeniería UNAM, 2007.
- [10] P. Dávila-Mercado, C. Ontiveros-Rangel, E. Vidaud-Quintana, I. Manrique-Maldonado, R. Loza-Barillas. “Programa de aceleración de la información”. Alianza para la Formación e Investigación en Infraestructura para el Desarrollo de México (FIIDEM). Ciudad Universitaria, 2011.
- [11] J. Reyes-Ortiz, R. Troncos-Rivera, F. Camacho-Tauta. “Comportamiento mecánico y dinámico de una mezcla asfáltica con adición de cenizas volantes”. Universidad de Bogota, Colombia, 2006, 10(1) pp. 19-30.

- [12] Bhima R., Chattopadhyay P., Banerjee G., "Removal of iron from fly ash for ceramic and refractory applications", India, Magnetic and electrical separation", 1999, Vol. 10 pp. 21-27.
- [13] "Generalidades sobre imanes permanentes y su caracterización". Instituto nacional de tecnología industrial, Centro regional Córdoba, 2008.
- [14] Vázquez F., Torres L., Lopez W e Ibarra J., "Influence of iron content on the color of the C3A-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system synthesized under different conditions of temperature, atmosphere and cooling". Ceramics International, 2012, 38 pp. 3261-3272.
- [15] Guang-hua Xia, Mang Lu, Xiao-li Su, Xiao-dong Zhao., "Iron removal from kaolin using thiourea assisted by ultrasonic wave". El Sevier, Ultrasonics Sonochemistry, 2012, 19 pp. 38-42.
- [16] F. Veglio, B. Passariello, L. Toro, A. M. Marabini. "Development of a Bleaching Process for a Kaolin of Industrial Interest by Oxalic, Ascorbic, and Sulfuric Acids: Preliminary Study Using Statistical Methods of Experimental Design". Industrial & Engineering Chemistry Research, 1996, 35 pp. 1680-1687.
- [17] Callister William. "An introduction: material science and engineering", John wiley, Inc. 7<sup>th</sup> Edition.
- [18] Brouwer P. (2006) "Theory of XRF: Getting acquainted with the principles". Ed PANalytical BV. The Netherlands. ISBN: 90-9016758-7.
- [19] Antonio Valero Muñoz. "Principios de color y holopintura". Editorial Club Universitario. ISBN: 978-84-9948-348-1.