

44 29



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO DEL RESIDUO ESTABILIZADO DE CROMATOS
DE MÉXICO, S. A. PARA SU POSIBLE USO EN
LA FABRICACION DE LADRILLOS**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :
MARIA DE LA LUZ GONZALEZ GONZALEZ

FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

I. INTRODUCCION.	1
1.1 Definición del problema.	1
1.2 Estudios realizados.	3
1.3 Objetivos y justificación.	11
II. ANTECEDENTES.	14
2.1 Generalidades sobre el material estabilizado.	14
Proceso de producción de Cromatos y Dicromatos.	14
Proceso de Estabilización del Material Confinado.	17
2.2 Generalidades sobre cerámica y ladrillos.	19
Fundamento cerámico.	19
Aspectos químicos de las arcillas.	23
Clasificación de las arcillas.	30
Pastas cerámicas.	32
Ladrillos comunes.	34
Materias primas no plásticas.	35
Fundentes.	37
2.3 Cerámica con Cromo.	37
Generalidades de la cromita.	37
Cromita en la industria cerámica.	39
Refractarios de óxido de cromo.	39
III. PARTE EXPERIMENTAL Y RESULTADOS.	42
3.1 Descripción de la parte experimental.	42
3.2 Origen de las muestras estudiadas.	43
3.3 Resultados experimentales de la muestra del tipo I.	47
Material original del cementerio.	47
Material estabilizado.	53
Ladrillo producido por horneado.	56
Ladrillo producido por prensado y horneado.	61
3.4 Resultados experimentales de la muestra tipo II.	62
Material original del cementerio.	62
Material estabilizado.	63
Ladrillo producido por horneado.	72
Ladrillo producido por prensado y horneado.	72

3.5 Resultados experimentales de la muestra tipo III.	77
Material estabilizado.	77
Ladrillo producido por horneado.	84
Ladrillo producido por prensado y horneado.	84
3.6 Resultados cuantitativos de las muestra estabilizadas.	89
Material tipo I.	89
Material de tipo II.	91
Material de tipo III.	93
Resultados complementarios de las tres muestras.	95
IV. DISCUSION Y CONCLUSIONES.	96
4.1 Discusión de resultados.	96
Material procedente de la parte alta del cementerio, tipo I	96
Material procedente de la parte baja del cementerio, tipo II	99
Material procedente de una mezcla compuesta del cementerio, tipo III.	103
4.2 Conclusiones.	105
APENDICE 1	I
Reactivos y equipo.	I
Descripción de técnicas y métodos.	I
- Porcentaje de sustancias solubles	I
- Pérdida de peso a diferentes temperaturas	II
- Conductividad eléctrica y pH.	II
- Digestión ácida.	III
- Digestión compuesta. 1ª Digestión ácida.	...
2ª Fusión alcalina.	IV
- Digestión para determinación de sílice.	...
Método modificado	V
- Análisis de Rayos X	VI
- Análisis por Espectroscopia infrarrojo.	VII
- Determinación de metales por Absorción Atómica	VII
- Determinación de Na y K por floumetría.	VIII
- Determinación de sulfatos por turbidimetría.	VIII
APENDICE 2	X
BIBLIOGRAFIA	XXXVIII

INDICE DE TABLAS

Composición química de algunas arcillas tabla 1 21

Localización de los puntos de muestreo y datos complementarios. tabla 2..... 45

Análisis de espectroscopía infrarroja material tipo I. tabla 3..... 50

Análisis de difracción de rayos X, I original tabla 4..... 51

Análisis de difracción de rayos X, I estabilizado tabla 5..... 54

Análisis de difracción de rayos x, I horneado tabla 6..... 57

Análisis de difracción de rayos X, I prensada tabla 7..... 59

Análisis de espectroscopía infrarroja, material II. tabla 8..... 64

Análisis de difracción de rayos X, II original tabla 9..... 67

Análisis de difracción de rayos X, II estabilizado tabla 10..... 69

Análisis de difracción de rayos X, II horneado tabla 11..... 73

Análisis de difracción de rayos X, II prensado tabla 12..... 75

Análisis de espectroscopía infrarroja material 3 tabla 13..... 78

Análisis de difracción de rayos X, III estabilizado tabla 14..... 81

Análisis de difracción de rayos X, III horneado tabla 15..... 85

Análisis de difracción de rayos X, III prensado tabla 16..... 87

Resultados cuantitativos material 1 estabilizado tabla 17.....90

Pérdida por calcinación muestra 1 estabilizada tabla 18.....91

Resultados cuantitativos de la muestra 2 estabilizada. tabla 19.....92

Pérdida por calcinación muestra 2 estabilizada tabla 20.....93

Resultados cuantitativos material 3 estabilizado tabla 21.....94

Pérdida por calcinación material 3 estabilizado tabla 22.....94

Análisis complementarios muestras estabilizadas. tabla 23.....95

Composición química de los materiales del cementerio tabla 24.....95

Difracción de Rayos-X muestra I original.....XI

Difracción de rayos X muestra I estabilizada..XIII

Difracción de rayos X muestra I horneadaXVI

Difracción de rayos X muestra I prensada y horneada.....XVIII

Difracción de rayos X muestra II original.....XX

Difracción de rayos X muestra II estabilizadaXXIII

Difracción de rayos X muestra II horneada.....XXVI

Difracción de rayos X muestra II horneada y prensada.....XXIX

Difracción de rayos X muestra III estabilizadaXXXI

Difracción de rayos X muestra III horneada...XXXIV

Difracción de rayos X muestra III prensada y horneada.....XXXVI

I. INTRODUCCION.

1.1 Definición del problema.

La empresa de Cromatos de México S.A. se estableció en 1958 en Lechería, municipio de Tultitlán, Estado de México. Producía cromatos y dicromatos de sodio y potasio, y sulfato de sodio (Gutiérrez M.E. et al., 1986). Las condiciones de operación eran ineficientes; por lo que, se generaban una gran cantidad de residuos por tonelada de producto, con contenidos altos de cromita no oxidada y cromo (VI) soluble.

Los residuos sólidos, provenían de las tinas de lavado y de los hornos de oxidación. El primer residuo (tinan de lavado, tipo I), presenta un aspecto salino, color amarillo y es muy soluble por lo que se depositó en un pequeño confinamiento construido ex profeso dentro del área de la planta. El otro desecho (hornos de oxidación, tipo II) tiene aspecto de grava y parecía insoluble, por lo que se arrojó en cualquier sitio disponible de los alrededores o, en algunos casos, se utilizó como material de relleno de calles y depresiones. No obstante, este último tipo contenía **adsorbido cromo hexavalente**, por lo que con el tiempo se empezó a disolver y, actualmente, se puede observar depositado como un material amarilloso en la superficie de los suelos - fenómeno que se debe al efecto de la alternancia entre la época de lluvias y la de secas- (Gutiérrez et al., 1989); o disuelto en las aguas superficiales.

A partir de que estos fenómenos fueron observados por los habitantes de la zona, estos comenzaron a preocuparse por la presencia del contaminante amarillo. En 1975, los padres de familia de una escuela primaria situada junto a la planta, solicitaron la evaluación del grado de contaminación al que los estudiantes se encontraban expuestos. El problema se hizo del conocimiento público y se efectuaron una larga serie de inspecciones y reclamaciones (Tristán L.A. 1984). Para 1978, investigadores de la Universidad Nacional Autónoma de México, demostraron que la población había acumulado cromo por encima de los niveles normales (Baez P. et al 1977; Rosas P. et al. 1977; Rosas 1984), por lo que la presión de la población sobre las autoridades aumentó y en septiembre del mismo año la planta fue clausurada por los Servicios Coordinados de Salud en el Estado de México.

Los técnicos de la Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente de la Secretaría de Salud, después de estudiar algunas de las posibles alternativas de solución, optaron por la construcción de un confinamiento industrial ubicado en los terrenos de la ex planta. Los trabajos de construcción finalizaron en el mes de mayo de 1983, y la Subsecretaría de Ecología, dependiente de la Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología (Sedue) que recientemente había sido establecida, hizo entrega de la obra terminada. En junio del mismo año, Tristán (1984), señala que "a sólo un mes de inaugurado el cementerio, se habían bacheado 2,213 m². y corregido 566 m². de fisuras laterales ...". Este

confinamiento consiste en un cajón de paredes de concreto reforzado de 25 cm de espesor con una altura de 3.5 m. El material residual, mezclado con material de aportación (suelo, basura y cascajo), fue colocado directamente sobre el suelo natural y se separó de los muros con cunas de tepetate. Posteriormente, los residuos se humedecieron, se compactaron en capas de 20 cm, se cubrieron con tepetate y por último se protegieron con una carpeta asfáltica (Villalobos-Peñalosa, M. 1987 p.3 y 4).

Sin embargo, la construcción no resolvió totalmente los problemas de contaminación, ya que, debido a la sobre explotación de las aguas profundas, las arcillas del subsuelo de esa zona han adquirido porosidad secundaria y, como el confinamiento no fue debidamente aislado, el cromo VI se ha infiltrado en el subsuelo, a una velocidad mayor de la esperada, contaminando a nivel local, mantos acuíferos y pozos de industrias vecinas (Gutiérrez R. et al. 1989).

1.2 Estudios realizados (Gutiérrez M. E. et al. 1985 p 28-42, Sedue, 1988 p 7-32).

En 1984, la Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación, Sedue, solicitó a la UNAM, a través del Instituto de Geografía y la Facultad de Química, la realización de un estudio para evaluar la problemática y plantear, en caso necesario, una alternativa de solución. El proyecto fue dividido en tres etapas: en la primera, se realizó la citada evaluación;

en la segunda, se llevo a cabo la caracterización del material, así como la elección del mejor método de estabilización y, finalmente, en última se diseñó la planta piloto para el tratamiento del material confinado.

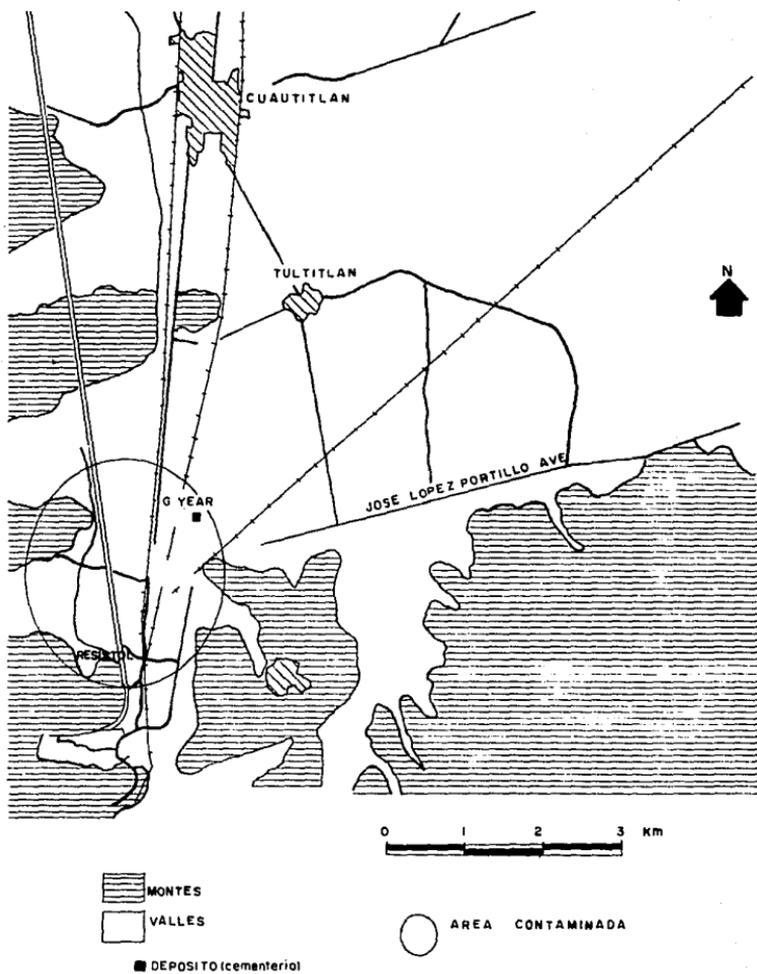
Como parte de la evaluación, se analizó el contenido de cromo (III) y (VI) en muestras de agua y suelo; se investigaron los datos geográficos relevantes y se definió la extensión de la zona contaminada. En la segunda etapa, se analizó la composición de los diferentes materiales de cementerio, se plantearon diferentes alternativas de solución y se recomendó la reducción del Cr (VI) con el ácido residual de Altos Hornos de México, S.A. (AHMSA); y su posterior neutralización. Finalmente, en la tercera etapa, se realizó la ingeniería básica de la planta piloto para el proceso seleccionado.

A continuación se sintetizan los resultados más importantes obtenidos en estas tres etapas, algunos de los cuales ya hay sido descritos:

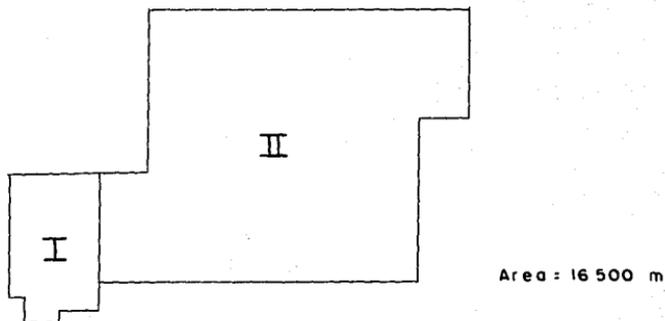
- El cromo (VI), presente en el material del cementerio, ha saturado el subsuelo de la zona y está siendo extraído por los pozos de alto gasto de industrias vecinas. El contaminante se está desplazando en dirección inversa a la del flujo general (oeste-este), ya que hay una inversión a nivel local de los flujos, como consecuencia de la sobreexplotación de los mantos acuíferos.

- El área afectada corresponde aproximadamente a un semicírculo de radio máximo de 1300 m, a partir del cementerio. (fig. 1)
- El cromo hexavalente contenido en los residuos que se arrojaron en los alrededores y no pudieron ser recolectados y depositados en el confinamiento, viaja hacia la superficie de los suelos y, en época de vientos, la atmósfera se contamina con polvos potencialmente oxidantes. Además daña las construcciones, pues disuelve al cemento a través de la formación de cromato de calcio soluble y afecta las raíces de las plantas y árboles ubicados en la zona contaminada.
- La composición química de los materiales confinados se puede clasificar en dos prototipos, que corresponden a los ya descritos con base en las características físicas y origen de los materiales. El de aspecto salino, que contiene básicamente sulfatos y cromatos de sodio y, en consecuencia, es soluble y presenta alta conductividad; mientras que el de aspecto de grava, contiene principalmente cromo trivalente, aluminio, calcio y hierro, no es soluble, no conduce la electricidad y es paramagnético. Ambos materiales contienen pequeñas cantidades de sílice, así como algunos elementos vestigiales, en los que se encuentra el cromo (VI) adsorbido (fig.2 a y b).

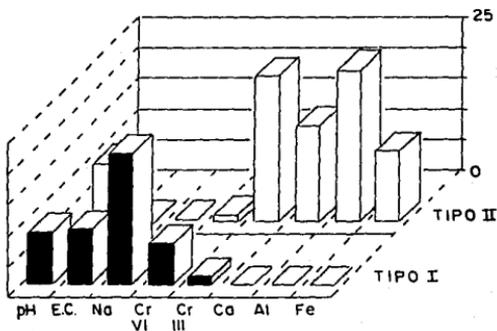
LOCALIZACION DEL CONFINAMIENTO Y
DEL AREA AFECTADA
fig 1



CONFINAMIENTO INDUSTRIAL
fig 2 (a)



**CARACTERISTICAS DE LOS MATERIALES
DEL CEMENTERIO**
fig 2 (b)



- El método para la estabilización más adecuado (fig 3) es la reducción del cromo hexavalente con ácido residual de la planta AHMSA, debido a su bajo costo y eficiencia, así como menor tiempo de reacción. Este ácido, básicamente contiene Fe (II) (que es un agente reductor) y ácido sulfúrico por lo que proporciona conjuntamente los electrones y protones que se requieren durante la reducción. Posteriormente, se neutraliza la suspensión con óxido de calcio o carbonato de calcio, para que los metales presentes, a excepción del sodio e incluyendo al cromo trivalente, precipiten. Adicionalmente, al utilizar los licores ácidos de AHMSA, se ayuda a mejorar la calidad de los efluentes de esa fábrica.
- La planta piloto, básicamente consta de un reactor, tanques de alimentación y filtro rotatorio. El proceso es de tipo Batch y produce un residuo estabilizado sólido que principalmente contiene aluminio (III), calcio (II), hierro (III,II) y cromo (III). Adicionalmente se produce sulfato de sodio (fig 4).

ESQUEMA DEL PROCESO DE ESTABILIZACION
fig.3

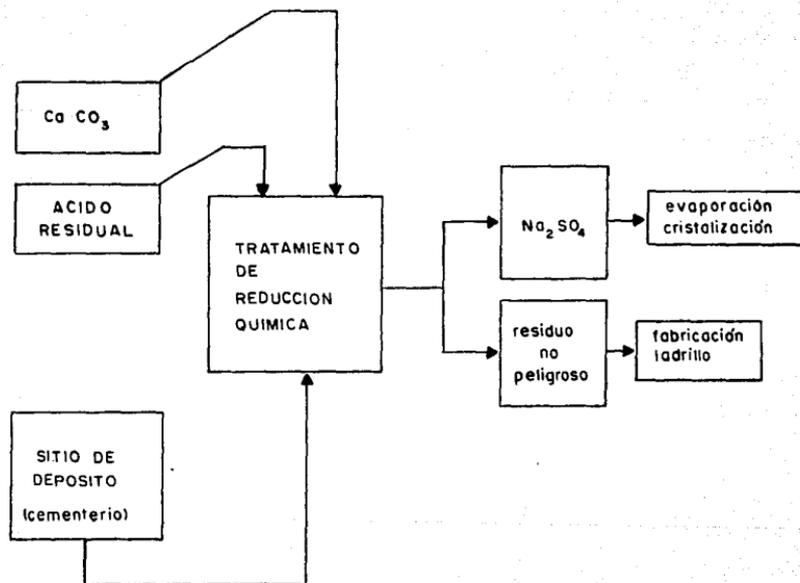
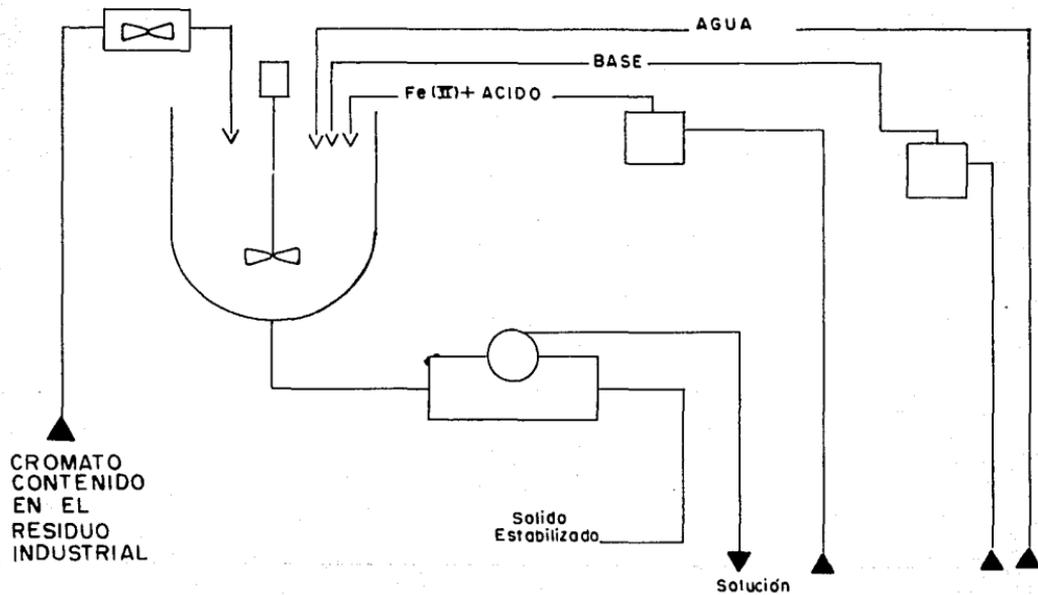


DIAGRAMA DE LA PLANTA PILOTO
fig.4



1.3 Objetivos y justificación.

Aunque, con base en la química del cromo es posible asegurar que durante el proceso de estabilización se produce un material estable, que puede depositarse sin peligro en el mismo confinamiento pues ya no contiene sustancias solubles; resulta necesario confirmar experimentalmente tal aseveración. Además como los resultados de los análisis químicos de los residuos confinados, efectuados durante la segunda etapa indican la presencia de cromo y aluminio, es posible proponer el utilizar el material estabilizado para fabricar ladrillos. Actualmente se fabrican ladrillos refractarios con alto contenido de cromo (III) (aprox. 30%) que es una concentración mucho mayor de la que se obtendría utilizando el material del cementerio (aprox. 3%).

Al fabricar ladrillos este proceso se convierte en un modelo de tecnología "limpia", ya que, a partir de la mezcla de dos basuras industriales peligrosas se produce agua de reuso, sulfato de sodio y ladrillos; y no se genera ningún residuo (fig 3). Este tipo de proceso requiere apoyarse en estudios especializados que demuestren paso a paso cada cambio químico, pues no es fácil que se acepte que una mezcla peligrosa se puede transformar en un producto.

Para fundamentar esa posibilidad se debe hacer notar que en el caso de la contaminación causada por elementos químicos, su peligrosidad depende de la disponibilidad de las especies formadas, de los estados de oxidación y de las concentraciones

presentes. Por ejemplo, el cromo generalmente se le clasifica como un elemento benéfico, o sea que ayuda al crecimiento y a la reproducción de los seres vivos, pero que su ausencia parece no producir ningún efecto negativo. Los requerimientos diarios de este elemento se encuentran dentro del intervalo de 50 a 200 microgramos diarios. Otros investigadores, lo consideran como un elemento esencial, especialmente para organismos superiores, ya que participa en la potencialización de la insulina, pero explican que como los requerimientos son muy bajos, estos pueden ser satisfechos con las reservas propias de los organismos o con las ínfimas cantidades presentes en forma natural. Sin embargo, en cantidades mayores y especies solubles y/o oxidantes resulta tóxico y representa un riesgo para la salud humana. (Galvao 1987)

Generalmente, se observa que los elementos con baja disponibilidad, o sea, que en la naturaleza están presentes como minerales no solubles, resultan tóxicos para los seres vivos y viceversa, aquellos abundantes que están presentes en formas disponibles, son esenciales para la vida. Por ejemplo, el cromo se encuentra como mineral (cromita) compuesto trivalente muy insoluble y por ende poco peligroso, pero al ser transformado mediante un proceso industrial a cromato o dicromato, que son sustancias muy solubles y oxidantes, resulta sumamente peligroso para la vida.

Mediante este proceso de estabilización se transforma al cromo de formas químicas muy peligrosas a otras muy estables y poco reactivas y además a través de la fabricación de ladrillos, se

busca asegurar la formación de óxidos prácticamente inertes. Adicionalmente, mediante la producción de ladrillos y su posterior uso en la construcción, se elimina la posibilidad, de que a través del tiempo y por efecto del intemperismo se disponibilicen al cementerio altas concentraciones de cromo.

Por lo tanto se consideró importante realizar una cuarta etapa del mismo proyecto, para estudiar los siguientes aspectos:

- Caracterización del material estabilizado.
- Establecimiento de las formas químicas del cromo en cada etapa del proceso de estabilización.
- Análisis de la composición del material respecto a los requerimientos para fabricar ladrillos y establecimiento del tipo de ladrillo se puede producir.

Los puntos anteriores constituyen los objetivos de éste trabajo que es la cuarta etapa del proyecto total ya mencionado.

II. ANTECEDENTES.

2.1 Generalidades sobre el material estabilizado.

Proceso de producción de Cromatos y Dicromatos. (Kirk y Othmer 1979 p 54-120, Gutiérrez et al 1985 p 101-1039). (fig 5)

Los cromatos y dicromatos se obtienen a partir del mineral cromita, que es una espinela que contiene Cr(III) en los huecos octaédricos y Fe(II) en los tetraédricos, se representa mediante la fórmula $[(Mg,Fe)(Cr,Al,Fe)_2O_4]$. Como primer paso del proceso, el mineral se tritura, seca y muele a un tamaño de 74 micras (200 mesh); después se mezcla con carbonato de sodio (Na_2CO_3) y los lixiviados del calcinado anterior en la siguiente proporción: hasta 300 partes del residuo lixiviado, por 100 partes del mineral. En ocasiones para evitar la formación de aluminatos, silicatos y vanadatos solubles, se añade cal hasta 57 partes por 100 partes de mineral. La mezcla se calcina en un horno rotatorio con atmósfera oxidante. La reacción que se lleva a cabo es:



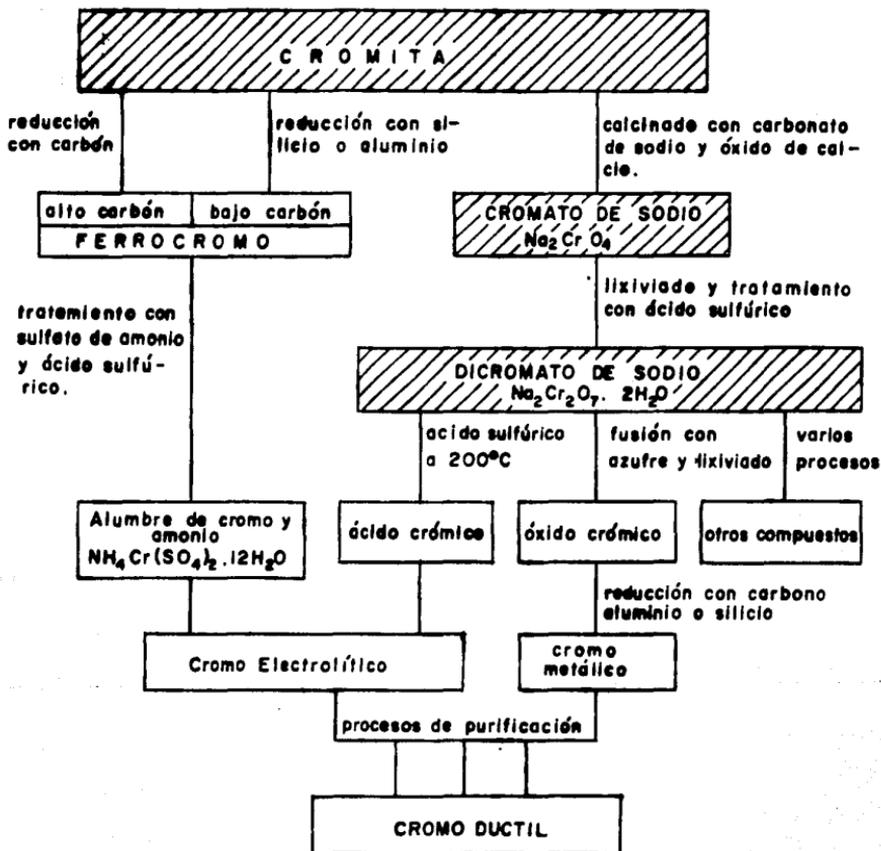
La calcinación se realiza entre 1100 y 1500°C por un periodo de 4 h. Posteriormente se enfría y lixivía a contracorriente el cromato soluble, hasta una concentración aproximada de 500 g/L de cromato de sodio. En caso de no utilizar cal que como ya se indicó aumenta la velocidad de calcinación e insolubiliza los aluminatos y silicatos se requiere de un proceso posterior de purificación.

La solución que contiene los cromatos y aluminato de sodio se pasa por tanques hidrolizantes, provistos de filtros, donde se disminuye el pH para que el aluminio precipite en forma de gibbsita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$), que queda atrapada en los filtros. El cromato neutralizado que sale de estos filtros puede venderse como tal, o evaporarse a sequedad, o cristalizarse para obtener cromato de sodio grado técnico o tetrahidratado. A su vez este último producto puede transformarse en dicromato de sodio por tratamiento continuo con H_2SO_4 , evaporación, precipitación del sulfato de sodio y cristalización del dicromato de sodio. El dicromato puede recrystalizarse para purificarlo y a partir de éste obtener cromato de sodio de alta pureza por adición de NaOH.

El residuo del proceso de lixiviado, se debe secar, moler y reciclar para evitar pérdidas y contaminación. Por otro lado se debe controlar las emisiones de las chimeneas colocándoles filtros y reciclando los polvos contenidos en éstos.

No obstante, en la planta de Cromatos de México no se reciclaba todo el material, ya que la cromita les resultaba una materia prima relativamente barata. La eficiencia de los procesos de oxidación, lixiviado y precipitado de la gibbsita no era óptima; y tampoco se controlaban las emisiones de las chimeneas. La cromita que se utilizaba en esta planta provenía de Sudáfrica. La composición química de una cromita de esta zona es la siguiente: contiene de Cr_2O_3 alrededor del 60%, menos de 24% de Al_2O_3 , menos de 11% de FeO , menos de 15% de MgO y vestigios de silicio y azufre (Wallner P. 1985).

ESQUEMA SIMPLIFICADO DE LA PRODUCCION
DE CROMO Y SUS COMPUESTOS
fig 5



**Proceso de Estabilización del Material Confinado⁽¹⁾.
(Sedue 1988).**

El material del cementerio se seca al aire libre, se muele a un diámetro menor de 3 mm, se mezcla con agua hasta obtener una suspensión con una relación 1:2 (sólido-agua) y se agita durante por lo menos 10 min. De esta suspensión se toma una alícuota de 50 mL para determinar la cantidad de ácido que se debe añadir, de acuerdo a la concentración de H^+ y Fe^{2+} presentes en los licores residuales de AHMSA. Se utiliza como indicador para la reacción de reducción del Cr(VI), el bariosulfonato de difenilamina, que en el punto final vira a un color verde esmeralda.

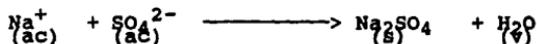
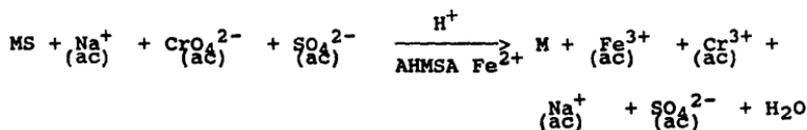
Con base en los resultado obtenidos, se adiciona -agitando continuamente-, la cantidad necesaria de ácido residual. Es importante que se alcance un pH suficientemente ácido (2-3) para que la reacción de reducción se lleve a cabo completamente. Terminada la reducción se toma una alícuota de la suspensión ácida, que ya contiene cromo trivalente, se calcula la cantidad de base que se debe agregar y el tiempo necesario para que la suspensión alcance un pH estable de 8.5. De acuerdo con estos datos se adiciona la base, que puede ser CaO o $CaCO_3$, agitando continuamente para lograr la neutralización y la precipitación total de los iones transicionales presentes. Este proceso es lento por lo que requiere de un tiempo mínimo de 30 minutos.

(1) Este proceso es parte de la investigación que realizó la I.O. Emiko Miyasako K. para obtener el grado de maestría, dentro del proyecto de investigación contratado por Sedue.

Posteriormente la suspensión se filtra y lava en un "filtro rotatorio al vacío" y el precipitado retenido que se denomina "la torta" se seca. Si el lote tratado proviene de la parte que contiene bajo contenido de sulfato de sodio y sales solubles, el agua del proceso se puede reciclar; en caso contrario, el agua del proceso se evapora y se obtiene sulfato de sodio impuro, que para purificarlo se puede recristalizar.

El material estabilizado, puede volverse a confinar en el mismo cementerio ya que no contiene sustancias solubles, o puede utilizarse para la fabricación de ladrillos. Como ya se comentó en la sección 1.3, el análisis de esta última alternativa, constituye uno de los principales objetivos de este estudio (fig 3).

Las reacciones que se efectúan en el proceso de estabilización son:



Donde:

MS = Representa toda la parte insoluble y solubles del residuo que no aparecen explícitamente en el reacción.

M = Representa todas las sustancias insolubles y solubles que no aparecen explícitamente en la reacción, pero que después de la adición de ácido pueden ser diferentes a MS.

ME = Representa todas las sustancias insolubles y precipitadas que no aparecen en la reacción.

AHMSA = Acido residual proveniente de Altos Hornos de México que contiene al reductor (Fe^{2+}).

Base = CaO ó CaCO_3 .

= Calor de evaporación del agua.

2.2 Generalidades sobre cerámica y ladrillos.

Fundamento cerámico.

Definiciones:

"Cerámica: es el arte de fabricar vasijas y otros objetos de barro, loza y porcelana de toda clases y calidad." (Pouduvida A.R. 1975 p 158).

"Ladrillo: masa de arcilla de forma prismática que después de cocida sirve para la construcción." (Pauduvida A.R 1975 p 427).

La industria cerámica está relacionada con la fabricación de diversos tipos de ladrillos, ya sean refractarios o para la construcción, con materiales de porcelana, vajillas y objetos de arte, todos ellos elaborados con arcillas. Definir que es un ladrillo no es difícil, sin embargo el hacerlo con la arcilla resulta muy complicado pues existen una larga serie de definiciones establecidas de acuerdo a diferentes aspectos, que generalmente se refieren a su origen, a sus propiedades físicas, a sus aplicaciones o a su composición química. Por ejemplo Ocampo Nava (1975, p 3) la define como "... la arcilla es un material terroso que al humedecerse puede ser moldeado y cuando se evapora

el agua adquiere resistencia mediana, la cual se incrementa cuando la pieza se somete a un proceso de cocción."

La formación de los minerales arcillosos se debe al proceso llamado meteorización o intemperismo, mediante el cual, los agentes ambientales, ya sea a través de la acción mecánica o química, producen la desintegración de las rocas primarias y la síntesis de nuevos compuestos, conocidos como minerales secundarios. La composición de éstos difiere de la de los minerales primarios de donde provienen y, además presentan un tamaño de partícula más pequeño, menor que 2μ ; inclusive pueden llegar a ser de tamaño molecular.

Por lo tanto de acuerdo a su origen, la arcilla es una "roca" secundaria, formada por el intemperismo de rocas primarias, por lo que un mineral arcilloso contiene tanto rocas primarias como secundarias. La arcilla se forma lentamente a partir de la hidrólisis de los alumino-silicatos complejos que contienen las rocas, los cuales forman sales solubles que se lixivian quedando alumino-silicatos hidratados de composición y estructura variable y sílice libre. Estas partículas están principalmente compuestas de un mineral llamado caolinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) que presenta la siguiente composición aproximada: 47% de SiO_2 , 39% de Al_2O_3 , y 14% de H_2O (Norton 1982 p 255). Así mismo permanecen en el residuo, partículas de roca inalteradas como el feldespato ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ y $x_1\text{NaAlSi}_2\text{O}_8 \cdot x_2\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$), la mica y el cuarzo (Singer Vol. I p 29).

En la tabla 1, se presentan, los análisis químicos de algunas arcillas, en donde se muestra que las más finas tienen un alto contenido de sílice y alúmina, que juntas suman aproximadamente el 86% del peso total; el agua combinada comprende del 12 al 15% y el resto corresponde a impurezas que principalmente son óxidos (básicos) de Fe (II,III), Mg (II), Ca (II), Ti (IV), K (I) y Na (I). Las arcillas para ladrillo rojo permiten un mayor contenido de óxidos básicos, que llega a ser del 19% del peso total.

COMPOSICION QUIMICA DE ALGUNAS ARCILLAS
tabla 1

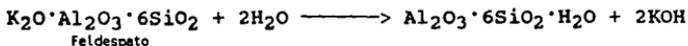
Componente	Arcilla de porcelana	Caolín	Arcilla Ball	Arcilla compuesta	Arcilla de ladrillo
SiO ₂	48	46	53	68	57
Al ₂ O ₃	38	36	29	22	19
Fe ₂ O ₃	0.5	0.6	2	1.6	7
MgO	-	0.4	0.3	0.2	3
CaO	-	0.4	0.4	0.3	4
TiO ₂	-	0.4	0.8	-	1
(K,Na) ₂ O	2	0.7	2	2.5	5
H ₂ O	12	13	12	6	4
Ox.básicos	2.5	2.1	4.7	4.6	19
Ox.ácidos	48	46	53.8	68.0	58
Ox.neutros	38	36.4	29	22	19

Ox.básicos FeO,MgO,CaO,Na₂O,K₂O,MnO; Ox.neutros Al₂O₃,Cr₂O₃; Ox.ácidos SiO₂,TiO₂

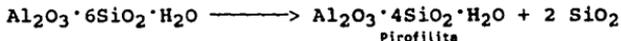
Norton F.H. 1982 p 261.

El proceso de intemperismo para el caso de un feldespato puede representarse por las ecuaciones químicas siguientes: (Singer Vol.I p 30).

1° Hidrólisis.



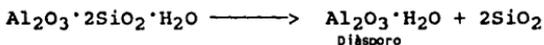
2° Desilicicación.



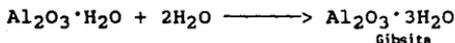
3° Hidratación.



4° Desilicicación.



5° Hidratación.



Una de las propiedades físicas que más caracteriza a las arcillas, es su plasticidad. Esta propiedad, se relaciona principalmente con los siguientes factores fundamentales: (Ocampo N. 1975 p 7-10)

- a) Estructura laminar.
- b) Tamaño de las partículas.

La estructura laminar se debe a la diferente naturaleza de las fuerzas químicas que unen a los átomos en las capas y entre ellas. Los enlaces de una misma capa son muy fuertes (generalmente covalentes), mientras que entre las capas son polares y por lo tanto mucho más débiles. Esta diferencia permite que las características de los cristales sean casi bidimensionales. Cuando se agrega una cantidad adecuada de agua a

la arcilla, las moléculas de agua se acomodan entre las capas laminares y aunque no existen enlaces fuertes -que son a los que convencionalmente se denominan "químicos"-, como en el caso de materiales orgánicos polimerizados, la atracción de tipo eléctrico (polar) y gravitacional es suficiente para lograr una buena cohesión.

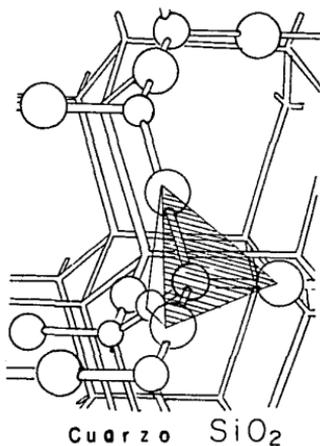
La medida de las partículas es importante, pues la plasticidad de una arcilla mejora cuando el tamaño de los cristales disminuye y el área potencialmente reactiva aumenta. La arcilla seca no es plástica, por lo que es necesario agregar agua para lograr la consistencia deseada. Para minerales muy plásticos la cantidad de agua requerida es menor que para aquellos menos plásticos. El agua libre o que interacciona débilmente con las partículas de arcilla, se evapora en una atmósfera seca, mientras que la que está unida por enlaces "químicos", se evapora entre 450 y 500°C. Al incrementarse la temperatura se realizan cambios en la composición de las arcillas y se pierde agua "estructural", de tal forma que la porosidad disminuye y la resistencia mecánica aumenta. Las propiedades finales dependen de la temperatura de cocción y el tiempo empleado para ello (Costales Delmar 1970).

Aspectos químicos de las arcillas (Dickerson E.R. 1976).

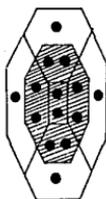
El silicio, al igual que el carbón, tiene cuatro electrones en su capa de valencia, pero como es de mayor tamaño, presenta diferencias muy importantes con este elemento, por ejemplo prefiere unirse mediante enlaces simples con el oxígeno y no

forma dobles enlaces como el carbón ($O=C=O$). Esto hace posible que en lugar de moléculas, se formen cadenas tridimensionales enlazadas covalentemente, como por ejemplo las que forman al cuarzo. En estas cadenas, el silicio está rodeado por cuatro oxígenos y, a cada uno de éstos, le corresponden dos átomos de silicio por lo que la fórmula estequiométrica es SiO_2 . El óxido de silicio es un sólido covalente, con alto punto de fusión y estructura tetraédrica y no como el CO_2 que es un gas molecular (fig 6). Por otra parte, como el oxígeno es más electronegativo que el silicio, los átomos de este elemento adquieren cierto carácter negativo y los silicios positivo, lo que permite la formación de enlaces polares tipo "puente de oxígeno".

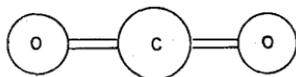
REPRESENTACION DEL CARBON, SILICE Y
SUS OXIDOS
fig 6



Carbón



Sílice

 CO_2

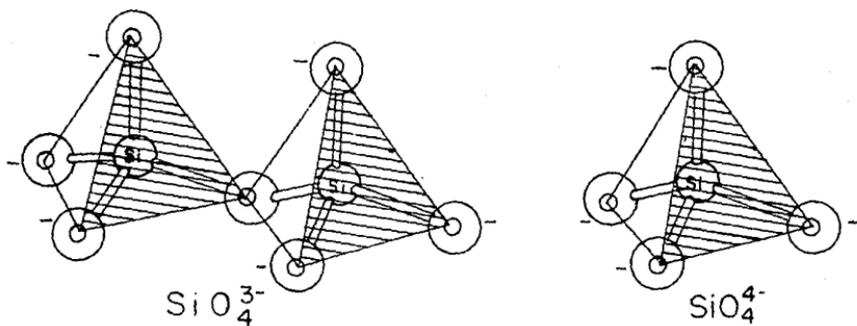
Dikerson 1976.

En las arcillas, la red está formada por capas de silicatos y capas de alúmina o gibbsita, en relación 1:1 ó 2:1. Estas capas están fuertemente enlazadas entre sí, a través de puentes de oxígeno, y la carga aniónica se origina por sustituciones isomórficas del Si por Al, en la capa de silicato y del Al por

Mg, en la de alúmina. La diferencia entre los cuatro electrones del silicio, tres del aluminio y dos del magnesio producen la presencia de cargas negativas sobre el polímero, que de acuerdo al principio de electroneutralidad se deben balancear con cationes, que quedan unidos a la estructura por fuerzas electrovalentes. La complejidad de las estructuras de las arcillas se atribuye principalmente, a la gran cantidad de combinaciones que se pueden producir por las sustituciones isomórficas.

El grupo tetraédrico SiO_4^{-4} , representa a la unidad aniónica fundamental de todos los silicatos complejos. Es una unidad, que no tiene ningún oxígeno compartido y cada uno de ellos está cargado negativamente (fig 7). Como ya se dijo, en la sílice todos los oxígenos están compartidos, pero cuando solamente utiliza dos de sus oxígenos, se forma una cadena que tiene como fórmula SiO_3^{-2} (fig 8) y cuando cada átomo de silicio comparte tres oxígenos resulta una cadena de fórmula $\text{Si}_2\text{O}_5^{-2}$.

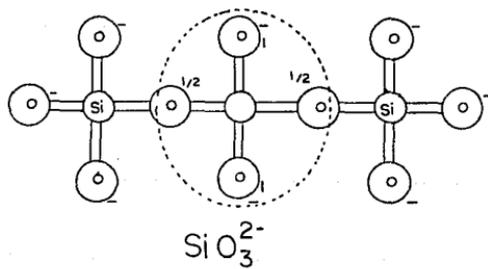
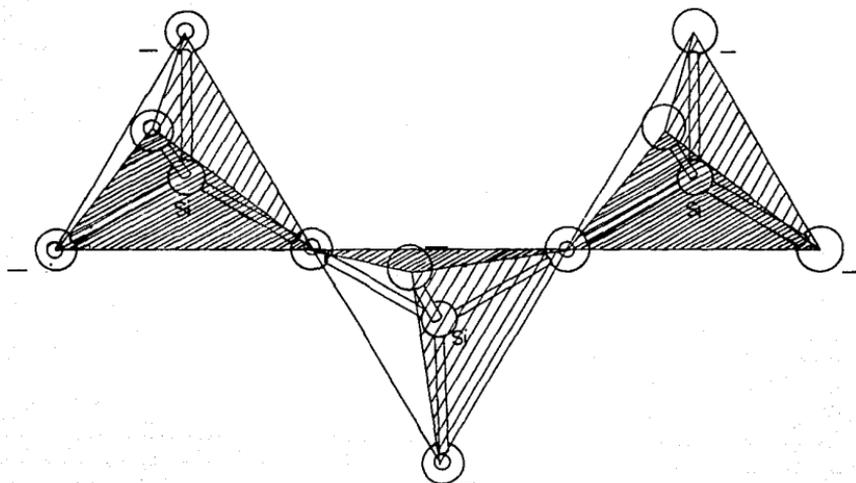
REPRESENTACION DE OXIDOS DE SILICIO EN SU FORMA ANIONICA
fig 7



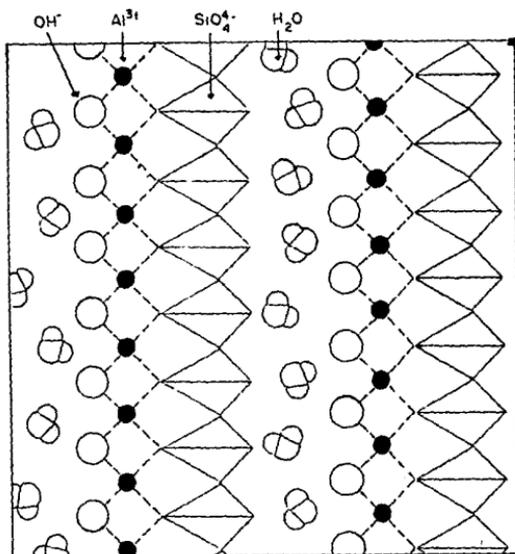
Dikerson 1976.

La estructura de la caolinita que tiene una relación 1:1, se muestra en la fig 9. El sandwich que está formado por silicatos, y por capas de aluminios y oxhidrilos, forma una estructura tridimensional. El agua y otras moléculas pequeñas pueden introducirse entre las capas de la caolinita o cualquier otro mineral arcilloso y quedar unidas por fuerzas polares. Debido a la presencia de agua intersticial las placas de mineral pueden deslizarse entre sí y, en consecuencia las arcillas cuando están húmedas son plásticas y maleables. Cuando la arcilla es horneada o sometida a calor en un horno el agua entre las capas se pierde y las capas forman una estructura rígida.

REPRESENTACION DEL SiO_3^{2-}
fig 8



REPRESENTACION DE LA ARCILLA "CAOLIN"
fig 9



Dikerson 1976.

La mayoría de las propiedades químicas de las arcillas se deben a la gran superficie de contacto que presentan, ya que es ella la que le imparte su alta reactividad química. El área activa está relacionada al pequeño tamaño de las arcillas, a la existencia de cargas eléctricas y a la presencia entre las capas de diversas moléculas, principalmente de agua. Esto permite que las arcillas puedan adsorber moléculas orgánicas, impurezas del aire y grasas y, en consecuencia, se pueden utilizar para fines de limpieza, inclusive pueden funcionar como shampoo.

Clasificación de las arcillas.

Desde el punto de vista geológico, se distinguen, fundamentalmente las primarias o residuales, y las secundarias. Las primeras casi siempre son de origen hipogénico (la alteración es debajo de la superficie) y permanecen en el mismo lugar de su formación. Las segundas, son acarreadas a lugares diferentes al de su origen y se pueden clasificar en seis tipos: (1) fluviales, arcillas de ríos que forman depósitos pequeños de baja calidad; (2) lacustres, arcillas de lagos que forman capas uniformes de buena calidad; (3) marinas, arcillas de mar que son más homogéneas que las anteriores; (4) de deltas, que son arenosas y de composición irregular; (5) glaciales, formadas por la acción de grandes masas de hielo sobre rocas cristalinas; y (6) eólicas (De Pablo 1964 p 51).

Norton F.H. (1952), clasifica las arcillas como:

- Arcillas blancas de calcinación (empleadas en objetos blancos) que a su vez se subdividen en caolines, (residuales y sedimentarios); y arcillas grasas.
- Arcillas refractarias (con punto de fusión superior a 1600⁰C, pero no necesariamente de calcinación blanca) subdivididas en caolines (sedimentarios); arcillas refractarias - de pedernal y plásticas -; y arcillas de alto contenido de alúmina (gibbsita y diásporo).

- Arcillas de productos arcillosos pesados (de baja plasticidad, pero conteniendo fundentes) donde se encuentran arcillas y pizarras para ladrillos de pavimentación; arcillas y pizarras para tubos de desagües, y arcillas y pizarras para ladrillos y tejas huecas.
- Arcillas para gres (plásticas con fundentes).
- Arcillas para ladrillos (plásticas con óxido de hierro) que se subdividen en arcillas de terracota y ladrillos de fachada y comunes.
- Arcillas fácilmente fusibles (con más óxido de hierro). Las arcillas también se clasifican con base a los principales minerales que la forman, como: (G.Bieler 1952; Ocampo N. 1975).

A) Caolinitica:

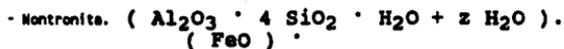
- Caolín, dickrita, nacrita. $(Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O)$.
- Refractoria. $(2 SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2 H_2O)$.
- Anaxita. $(3 SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2 H_2O)$.
- Alófena. $(2 SiO_2 \cdot x Al_2O_3 \cdot 2 H_2O X_1)$.

B) Haloisítica:

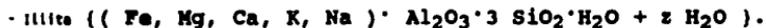
- Haloisita. $(2 SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2 H_2O + 2 H_2O)$.
- Metahaloisita. $(2 SiO_2 + Al_2O_3 \cdot 2 H_2O)$.

C) Montmorillonítica:

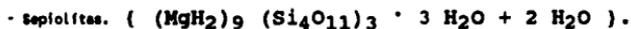
- Montmorillonita. $(Al_2O_3 \cdot 4 SiO_2 \cdot H_2O + z H_2O)$.
- (Bentonita). (MgO) .



D) Ilítica ó bravaisítica:



E) Sepiolítica:



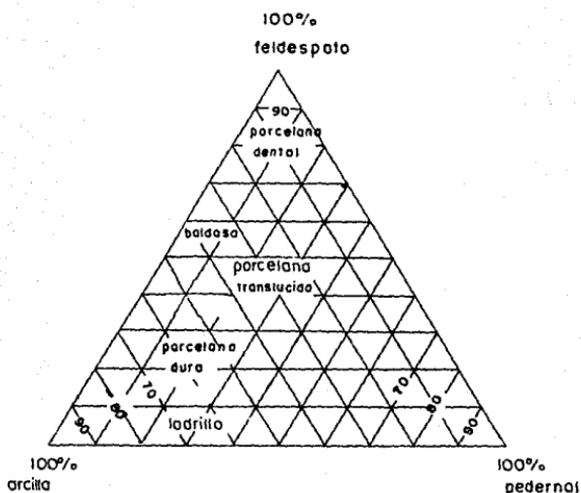
F) Paligorskita:



Pastas cerámicas. (Singer.Vol.I,p 459-615; Kirk Othmer.Vol.5)

El término "pasta" se refiere tanto a la mezcla de materias primas preparada para la fabricación de cualquier producto, como a la parte principal de dicho producto. La composición de estas pastas se basan en la relación arcilla-feldespatos-pedernal y los porcentajes de cada componente se calcula con el diagrama ternario (fig 10).

DIAGRAMA TERNARIO
fig 10



Tomado de "Kirk Othmer, Vol 5, 3ª Ed."

Tipos de pastas:

Ladrillería.- Este tipo de material requiere de una pasta tosca coloreada preparada por los métodos más sencillos y a partir de arcillas naturales, absorbe entre 5 y 20% de agua, y el CPE⁽²⁾, como pirométrico equivalente (medida de la refractariedad) llega hasta el cono 26 (1580°C). Se utiliza principalmente para la fabricación de ladrillos y baldosas.

(2) CPE es el cono pirométrico equivalente que es una prueba de resistencia a la temperatura y tiempo de cocción. Para obtener mayor información referirse a Araujo R., Norton 1962 y Kirk y Othmer Vol 20 3ª Ed.

Refractaria.- Este término se refiere a pastas esencialmente de CPE que va de 26 a 42 (1580-2000⁰C). Presentan diversos colores y su textura va de media a basta. Se subdividen con base en su refractariedad y en su naturaleza química.

Aislamiento térmico.- Son pastas especialmente porosas que tienen la misma base que las pastas de ladrillería o refractaria.

El gres.- Pasta densa y económica, es de color variable, impermeable pero opaca y se rompe con fractura concoidal o pétrea. Fabricado tradicionalmente a base de arcillas plásticas de grano fino, puede moldearse en piezas muy grandes.

De arcilla refractaria.- Son pastas moderadamente finas, porosas, blanquecinas, de tipo ternario y utilizan arcillas refractarias naturales en lugar de los caolines, arcillas grasas o arcillas de gres. Su estructura abierta permite la fabricación de piezas resistentes de gran tamaño.

Ladrillos comunes.

Se les denomina "ladrillos comunes" a aquellos que se fabrican a gran escala, sin ningún proceso especial que evite la presencia de manchas superficiales. Se usan par la construcción en donde no importa el aspecto del ladrillo, por ejemplo, pies de muros y macizados. El tipo de pasta es de mampostería. Para su fabricación se utilizan como materias primas arcillas locales fácilmente obtenidas junto con arena, chamota y cenizas y la cochura se realiza entre 960-1180⁰C.

También se consideran "ladrillos comunes" al ladrillo de fachada y el de producción normal. En estos se cuida un poco más su aspecto final, pero el tipo de materia prima y de fabricación es el mismo que para los ladrillos comunes.

Materias primas no plásticas. (Singer vol I tomo 9)

Existen varias materias primas no plásticas utilizadas en pastas de arcilla, que reducen la plasticidad y consecuentemente el tiempo de secado y la contracción durante el mismo, en cambio aumentan la resistencia en fresco y algunas veces también la resistencia tras la cochura, modifican el intervalo, y la temperatura de envejecimiento y las propiedades del producto cocido. Las tres materias primas más importantes para la cerámica fina son: la sílice, el feldespato y las cenizas de huesos. Existen también otros materiales no plásticos que cuando se mezclan con otro plástico constituyen el componente principal de ciertos cuerpos cerámicos.

La sílice se utiliza finamente molida y constituye el componente principal (aproximadamente de 20-50%) de pastas cerámicas normales para la fabricación de loza, porcelana y material sanitario. Puede introducirse como pedernal calcinado molido o como cuarzo molido, pero debe considerarse que los efectos de las dos materias primas son diferentes y que se eligen dependiendo de las características que se desean presente el producto final. El feldespato se utiliza como fundente en pastas y vidriados cerámicos, y este término se aplica a un cierto número de

silicatos de aluminio alcalinos o alcalinotérreo (Na(I), K(I), Ca(II), Li(I), y en algunos casos Ba(II) y Ce(II)). Los feldespatos potásicos son los más importantes en cerámica; los sódicos para vidriados ya que tienen menor punto de fusión. El intervalo de puntos de fusión es de 1100 a 1532°C.

También se utilizan otros minerales en lugar de los feldespatos como la sienita nefelina. La ceniza volcánica o pómez, no se usa para vidriados transparentes ni pastas blancas, y las cenizas de huesos se utilizan sólo para porcelana especial o porcelana de hueso.

Aparte de los ya mencionados, que son los más importantes, existen agregados de aluminio como óxido o hidróxido para refractarios o pastas especiales. También se agregan fuentes de óxido de calcio y magnesio como carbonatos o minerales que los contengan (dolomita, magnesita). Aunque la cal y la magnesia son refractarios, reaccionan con la sílice y la sosa para dar productos de bajo punto de fusión y por lo tanto actúan como fundentes en pastas y vidriados. En general, reaccionan con la arcilla, pedernal y feldespatos para dar una masa vítrea, la cual tiene mayor resistencia y menor porosidad, pero también sufre mayor contracción. La cal y la dolomita pueden utilizarse en la preparación de pastas para lozas, material sanitario, baldosas para pisos y paredes, en una concentración del 3 al 2% de cal y dolomita. La magnesita y la dolomita se utilizan extensamente para la fabricación de ladrillos refractarios.

Fundentes.

Existen numerosos materiales reactivos de bajo punto de fusión que facilitan la maduración de pastas y vidriados a temperaturas inferiores. Son compuestos de metales alcalinos como litio, sodio y potasio, y de alcalinotérreos, como calcio, magnesio y bario, También puede contener otros elementos, entre ellos el boro, cinc, plomo y bismuto. Los elementos se agregan, generalmente en forma de óxidos, o de carbonatos cuando se trata del sodio, potasio y bario y, específicamente como nitrato de potasio o sulfato de bario.

2.3 Cerámica con Cromo.

Generalidades de la cromita. (Betejtin A. 1970 p 318-20).

Como ya se dijo, pertenece al grupo de las espinelas cromíferas con fórmula común $(Mg, Fe)(Cr, Al, Fe)_2O_4$. En la naturaleza se presentan indistintamente y sus propiedades y sus caracteres exteriores son tan parecidos que se requiere realizar un análisis químico para distinguirlas. En la práctica, todas estas espinelas se denominan simplemente "cromitas".

Por su composición se distinguen las siguientes especies minerales: la cromita, propiamente dicha $FeCr_2O_4$ (muy rara en la corteza terrestre, se encuentra en meteoritos); la magnocromita $(Mg, Fe)Cr_2O_4$; la aluminocromita $Fe(Cr, Al)_2O_4$ y la cromopicotita $(Mg, Fe)(Cr, Al)_2O_4$. La composición química puede variar en intervalos bastante amplios: del 18 al 62% de Cr_2O_3 ; de 0 a 18%

de FeO ; de 6 a 16% de MgO ; de 0 a 33% de Al_2O_3 ; de 2 a 30% de Fe_2O_3 . Además ocasionalmente contiene otros óxidos: TiO_2 , hasta el 2%; MnO , hasta el 1% y vestigios de ZnO , NiO , CoO (Palache C. et. al., 1985 p 709-12). Cristaliza en sistema cúbico, se encuentra en forma de pequeños cristales octaédricos. El color es negro. Las espinelas cromíferas que contienen hierro presentan débiles propiedades magnéticas como consecuencia del paramagnetismo del Fe(III) (d_5).

Los rasgos que distinguen a las espinelas cromíferas son su color negro, la raya parda, la elevada dureza y la reacción al cromo. No se funden al soplete, la perla de bórax en estado frío es verde esmeralda (reacción distintiva del cromo). No se disuelven en los ácidos.

Las cromitas son la única materia prima para la obtención de ferrocromo, que se usa en la fundición de aceros especiales de alta calidad al cromo, también se utiliza para el cromado que evita la corrosión. Cierta parte de las cromitas se utilizan en la industria química, en la fabricación de pinturas estables, en la industria de curtidos y en la fabricación de derivados químicos como dicromatos, cromatos, etc. Las menas de baja calidad, pobres en Cr_2O_3 y ricas en óxidos de hierro II y III, se emplean en la fabricación de ladrillos refractarios.

Cromita en la industria cerámica. (Singer F. Vol.I tomo 9 1976 p 165-66; Diaz Toledo 1976; Kirk Othmer.Vol20 p 1-37)

Aproximadamente el 40% de la producción mundial de cromita se emplea para refractarios. El punto de fusión de hierro puro es de 2180°C, pero el intervalo de temperatura de la serie de cromitas naturales es de 1700°C a 2100°C; el de las cromitas útiles para refractarios tienen puntos de fusión superiores a 1900°C. El punto de fusión no está relacionado directamente con el contenido de cromo sino con la naturaleza de las fuerzas químicas del mineral, por lo que la aptitud de una cromita para constituir un refractario parece depender de su carácter mineralógico y de la distribución de tamaños de Crane. Los silicatos presentes parecen combinarse con el óxido de hierro y forman una matriz que mantiene unidas las partículas de cromo.

Los ladrillos refractarios neutros de cromita se fabrican directamente a partir de cromita natural molida con adición de una pequeña cantidad de aglutinante. Su aplicación principal es el establecimiento de una zona neutra en revestimientos de hornos. (Robitscheck J. 1940). La cromita se emplea también con magnesita para fabricar refractarios de cromo-magnesita ya que son más durables que los de cromita, magnesita o sílice.

Refractarios de óxido de cromo. (Diaz Toledo 1976; Norton, Kirk Othmer.Vol20).

La composición de la cromita utilizada en refractarios es la siguiente: Cr₂O₃ 30-50%; Al₂O₃ 13-30%; la suma de éstos no debe

ser mayor de 60%; FeO 12-16%; MgO 14-20%; SiO₂ 3-6% y CaO hasta 1%.

La mayoría de las mezclas modernas para ladrillos de cromita contienen 10% de magnesio en forma de óxido magnésico cáustico o sinterizado. Se pueden hacer adiciones, para aumentar la refractariedad de la mezcla de cromita, con: arcilla de ladrillos, gres, arcilla refractaria, caolín, bauxita, hidróxido de aluminio, chamota hidrargilita, cal caliza, dolomita, espinela artificial, sales de cromo, baritas, etc.

Los refractarios que se fabrican con óxido de cromo se clasifican de acuerdo con Singer (1976, Vol. I, Tomo 9 p249-52; 1976, Vol. III, Tomo 11 p 249-51) en:

- cromo-magnesita,
- magnesita-cromo,
- cromita.

El ladrillo de cromo-magnesita presenta resistencia mecánica y estabilidad a temperaturas altas. Su resistencia al resquebrajamiento puede clasificarse entre buena y excelente. Este material tiende a hincharse cuando entra en contacto con óxido de hierro.

Se utiliza en hornos metalúrgicos no férreos, convertidores y hornos de fusión de reverbero y otros hornos. El tipo de pasta es refractaria. La materia prima es la cromita y magnesita calcinada a muerte⁽³⁾. Para su preparación se requiere moler el material y

(3) La calcinación a muerte es un tratamiento previo en el que la magnesita o la dolomita, son sometidos para utilizarlos en la fabricación de refractarios. Se calcinan en horno rotatorio o de cuba a 1100 °C o más (Díaz T. 1976).

clasificarlo por tamaños, ya que el tamaño es un factor que ejerce un gran efecto sobre la resistencia al choque térmico. La pasta se amasa con 6-7% de agua y se moldea, prensándola en seco. Se seca en un ambiente templado de 27-35°C durante 8 días y la cochura se hace en hornos periódicos a 1400-1650°C.

El ladrillo de magnesita-cromo es muy semejante a la anterior ya sea en lo que se refiere a su fabricación o a sus características.

El ladrillo de cromita se caracteriza por su elevada resistencia a la corrosión, causada por las escorias y fundentes básicos y por una resistencia maderada al ataque ácido. En general, las escorias básicas no se adhieren al ladrillo de cromita, pero en ciertas condiciones poco frecuentes, el óxido de hierro se absorbe y produce una expansión perjudicial. Por otra parte tiene refractariedad bajo carga y resistencia al choque térmico relativamente bajas. Este material se utiliza en hornos básicos de solera abierta y otros hornos, también se usa como capa neutra entre magnesita y sílice.

El tipo de pasta que se obtiene es refractaria y las materias primas que se usan en su preparación son, la cromita, aglutinantes orgánicos y/o aglutinantes cerámicos. Se moldea en prensa mecánica o hidráulica y para el secado se requiere de mucho cuidado ya que los ladrillos crudos son muy frágiles. Para la cochura se acepta un máximo de 1420°C, en caso de tener magnesita se acepta hasta 1760°C.

III. PARTE EXPERIMENTAL Y RESULTADOS.**3.1 Descripción de la parte experimental.**

Los experimentos que se realizaron tienen la siguiente secuencia:

- a) Se tomaron muestras del cementerio y se sometieron a los siguientes análisis:

fluorescencia
espectroscopía infrarroja.
difracción de rayos X

- b) Las muestras del cementerio se procesaron de acuerdo al proceso establecido en la sección 2.2. El residuo estabilizado se sujetó a los siguientes análisis:

fluorescencia
espectroscopía infrarroja
difracción de rayos X
cuantitativos⁽⁴⁾: absorción atómica, turbidimetría,
fotometría y gravimetría.

Este material estabilizado se procesó de dos formas como se indica en las secciones siguientes:

- c) El material fue horneado por espacio de una hora a 1100° C para producir el ladrillo. Cada muestra se

(4) Estos resultados se presentan en la parte final del capítulo para los tres tipos de muestras.

sometió al proceso de cocción sin tratamiento previo de humidificación o molienda. El material ya horneado se sometió a los siguientes análisis:

espectroscopía infrarroja
difracción de rayos X

- d) Las muestra estabilizadas secas al ambiente se prensan a 30 lb y se hornean por espacio de una hora a 1100° C, posteriormente se sometieron a los siguientes análisis:

espectroscopía infrarroja
difracción de rayos X

3.2 Origen de las muestras estudiadas.

De acuerdo con los estudios preliminares sobre la composición del material confinado (Villalobos P. Mario 1987 p 57-61), que indican que está conformado principalmente por dos prototipos y sus mezclas (sec 1.2), en esta investigación se analizaron las siguientes muestras:

tipo I, muestra compuesta que representa el material confinado en la parte alta del cementerio. Tiene un alto contenido de sales solubles, principalmente sulfato de sodio y sulfato de cromo. Se conformó con cinco muestras procedentes de diferentes niveles de tres pozos de muestreo (fig 11 y tabla 2). Ya preparada la muestra, se estabilizó con ácido residual de AHMSA y cal, de acuerdo al método descrito en la sec. 2.1 (Gutiérrez et al II, 1988) y (Sedue 1988 p 20-22). Después del

tratamiento la muestra compuesta se secó al aire, se molió, se tamizó en una malla de 0.297 mm y se conservaron en bolsas de polietileno cerradas a temperatura ambiente y en un medio seco.

tipo II, muestra compuesta representativa de la parte baja del cementerio, contiene menor cantidad de compuestos solubles que el tipo I. Se preparó con tres muestras procedentes de diferentes estratos de un pozo (fig 11 y tabla 2). Esta mezcla se trató de la misma forma que el tipo I.

tipo III, es una mezcla homogénea compuesta por cinco porciones de igual peso procedentes de cinco pozos de muestreo (fig 11 y tabla 2) situados tanto en la parte alta del confinamiento como en la baja. Está formada por material de los tipos I, II y atípicos⁽⁵⁾ y fue estabilizada en la forma descrita para el primer tipo.

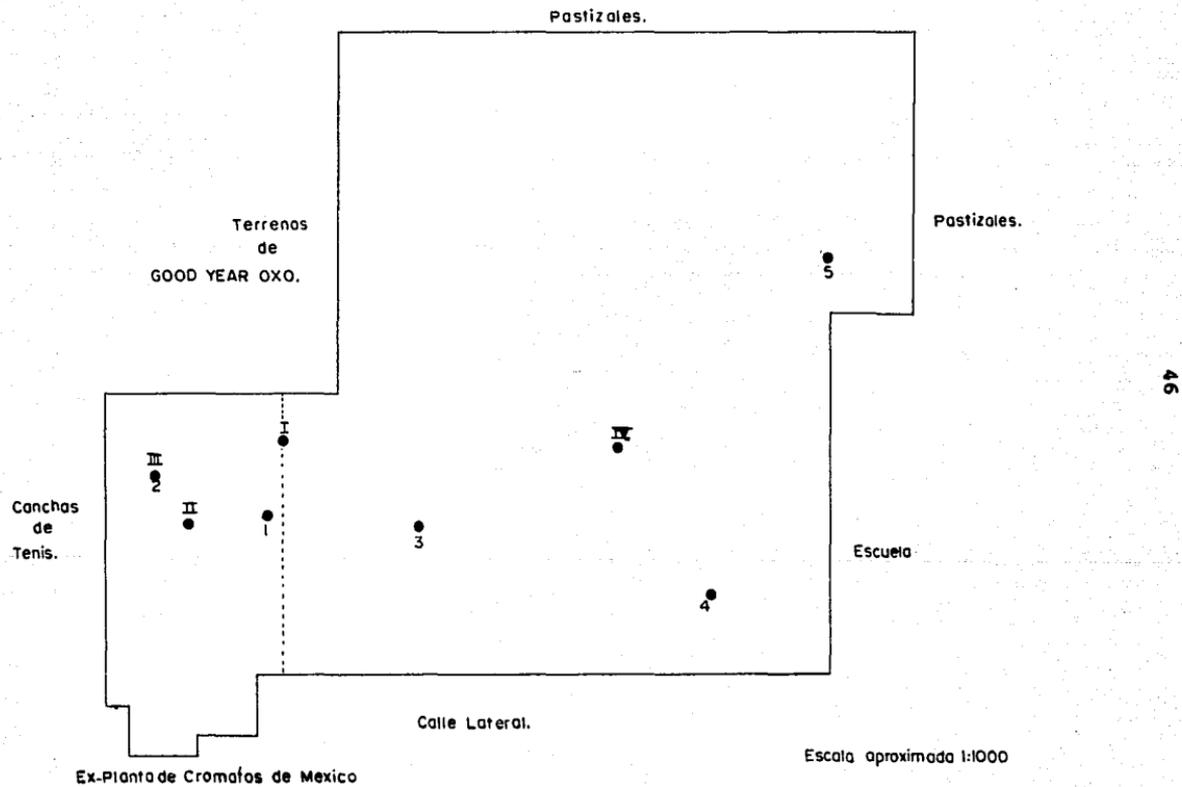
(5) Los atípicos son los materiales que no son característicos de ninguna de las clases que representan al cementerio. Esto es están formados por suelo de la zona cercana al cementerio, así como de tepetate y no de material proveniente directamente de la planta de Cromatos de México.

**LOCALIZACION DE LOS PUNTOS DE MUESTREO
Y DATOS COMPLEMENTARIOS.**

tabla 2

numero de muestra	localización en el comentario	profundidad (m)	masa (g)
Material tipo I			
1,1	13.25m de canchas de tenis 24.40 m terrenos Good Year	0.40	135.25
1,2	igual que 1,1	0.60	114.65
11,3	13.35 m canchas de tenis 22.65 mterrenos Good Year	1.50	227.18
111,4	4.3 m canchas de tenis 24.5 m terrenos Good Year	0.50	595
111,5	igual que 111,4	1.00	1 200
Material tipo II			
IV,6	27.9 m calle lateral 58.30 m escuela	0.25	1 444
IV,7	igual que IV,6	0.50	1 600
IV,8	igual que IV,6	1.00	1 342
Material tipo III			
1	25.8 m de canchas de tenis 26.74 m terrenos Good Year	-	5 000
2	4.7 m canchas de tenis 24 m terrenos Good Year	-	5 000
3	26.5 m calle lateral 56 m escuela	-	5 000
4	9 m calle lateral 16.5 m escuela	-	5 000
5	9.7 m pastizales escuela 39.6 m terrenos Good Year	-	5 000

DIAGRAMA DE LOCALIZACION DE LOS
PUNTOS DE MUESTREO
fig.11



3.3 Resultados experimentales de la muestra del tipo I.

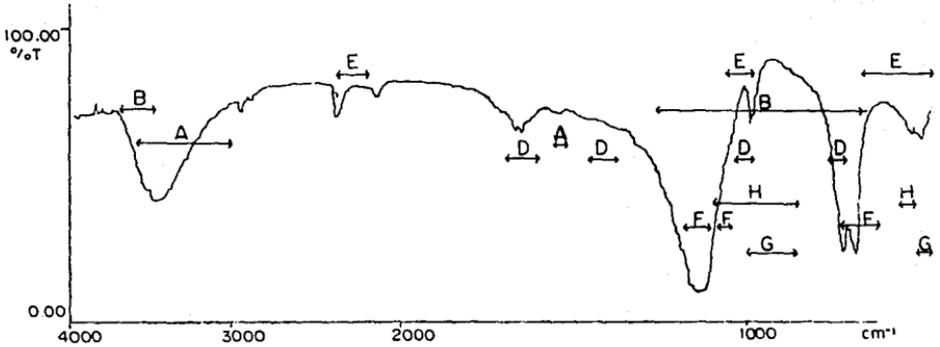
3.3.1 Material original del cementerio.

El material original tiene aspecto salino, es de color amarillo y es higroscópico. Su análisis por fluorescencia muestra alto contenido de S; por otra parte, también contiene pequeñas cantidades de K, Ca, Ti, Si, Al, Fe y Cl. El análisis por infrarrojo (tabla 3 y fig 12), muestra la presencia de agua de cristalización (H-OH), sulfatos y cromatos; además se observan señales menos intensas de fosfatos, hidroxilo (M-OH)⁽⁶⁾, bicarbonatos o carbonatos y silicatos. El estudio de difracción (tabla 4 y fig 16) indica principalmente la presencia de Na₂SO₄ y además se observan las señales de otros compuestos secundarios de interés, como cromato de sodio soluble Na₂CrO₄, cromita insoluble FeO(Al,Cr)₂O₃, óxido de aluminio y aluminosilicatos complejos que contienen hierro.

Se obtuvieron dos difractogramas ya que la gran cantidad de sulfato de sodio que contiene este tipo de material dificulta su interpretación. La intensidad relativa de las señales de los otros compuestos presentes, es muy baja. No se observan picos característicos de fosfatos ni de carbonatos como en el caso de la espectroscopía de infrarrojo.

(6) La vibración del hidroxilo tiene características diferentes si éste se encuentra unido a un H o algún otro catión el cual puede ser un metal como Fe y Al.

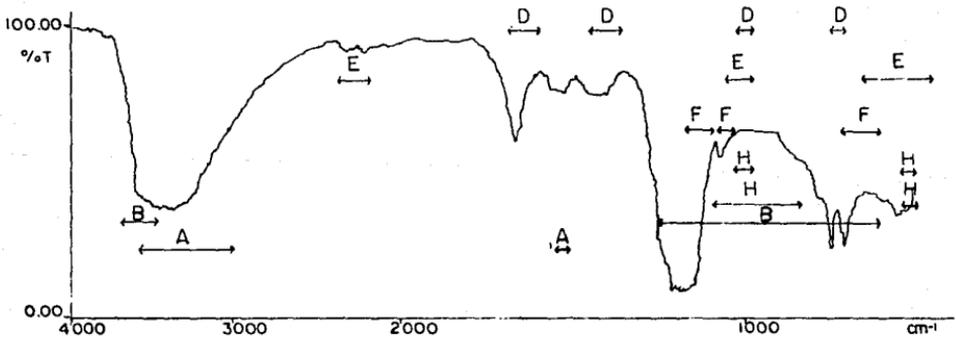
**DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO I ORIGINAL**
fig 12



Donde A=agua de cristalización; B=hidroxilo; D=bicarbonato; E=fosfato; F=sulfato; G=cromato; H=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

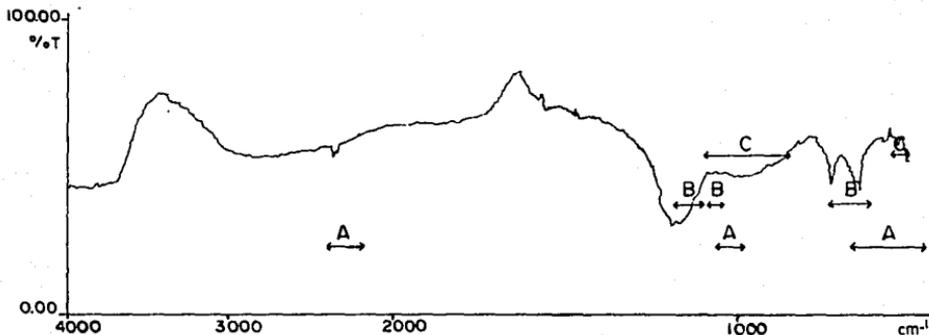
**DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO I ESTABILIZADO**
fig 13



Donde A=agua de cristalización; B=hidroxilo; D=bicarbonato; E=fosfato; F=sulfato; G=cromato; H=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

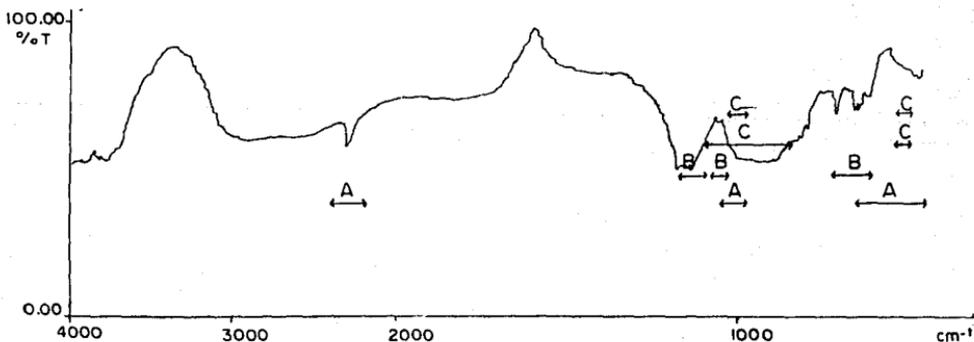
**DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO I HORNEADO
fig 14**



Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato.

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

**DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO I PENSADO
fig 15**



Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

**ANÁLISIS DE ESPECTROSCOPIA
INFRARROJA TIPO I
tabla 3**

Tipo de vibración	Bandas específicas (*)	Señales del tipo I original	Señales del tipo I estabilizado	Señales del tipo I horneado	Señales del tipo I prensado
H-OH	v1 3000-3600 v2 1500-1550	3447 1508, 1526, 1543	3418, 3475, 3547 1508, 1522, 1542	- -	- -
#H-OH	v1 3500-3700 v2 600-1200	3628 616, 638, 1130	3547, 3600, 3688 602, 1007, 1156	- -	- -
CO ₂	v3 1300-1500 v1 1050-1100 v2 800-900 v4 650-725	1437, 1458, 1474 - - 668	1398, 1458, 1490 - - 658	- - - -	- - - -
HCO ₃	* 2400-2600 v2 1600-1700 v3 950-1020 v4 800-850 v1 650-725	- 1627, 1636, 1654 - - 660	- 1622, 1653, 1684 1007 - 658	- - - - -	- - - - -
PO ₄	v1 2200-2400 v3 950-1075 v4 400-600	2360, 2343 - 460, 483	- 1007 462, 480, 566	2361, 2343 - 520, 544, 556	2363, 2343 - 453, 597
SO ₄	v3 1000-1150 v4 575-675	1130 616, 638, 668	1007, 1111, 1156 602, 658	1155 594, 611, 676	1119, 1153 612, 652, 676
CrO ₄	v3 800-970 v4 360-450	907 460	- -	- -	- -
SiO ₄	v3 800-1100 v4 450-500	907 460, 483	1007 462, 473, 489	923 465, 480	923 453, 474

(*) Conley T.R. 1979; Gadsden J.A. 1975.

* Vibración relacionada al movimiento del hidroxilo dentro del bicarbonato.

v(1,2,3,4) son formas de vibración sensibles al infrarrojo.

Vibración del hidroxilo que tiene un catión diferente al H⁺

**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, I ORIGINAL
tabla 4**

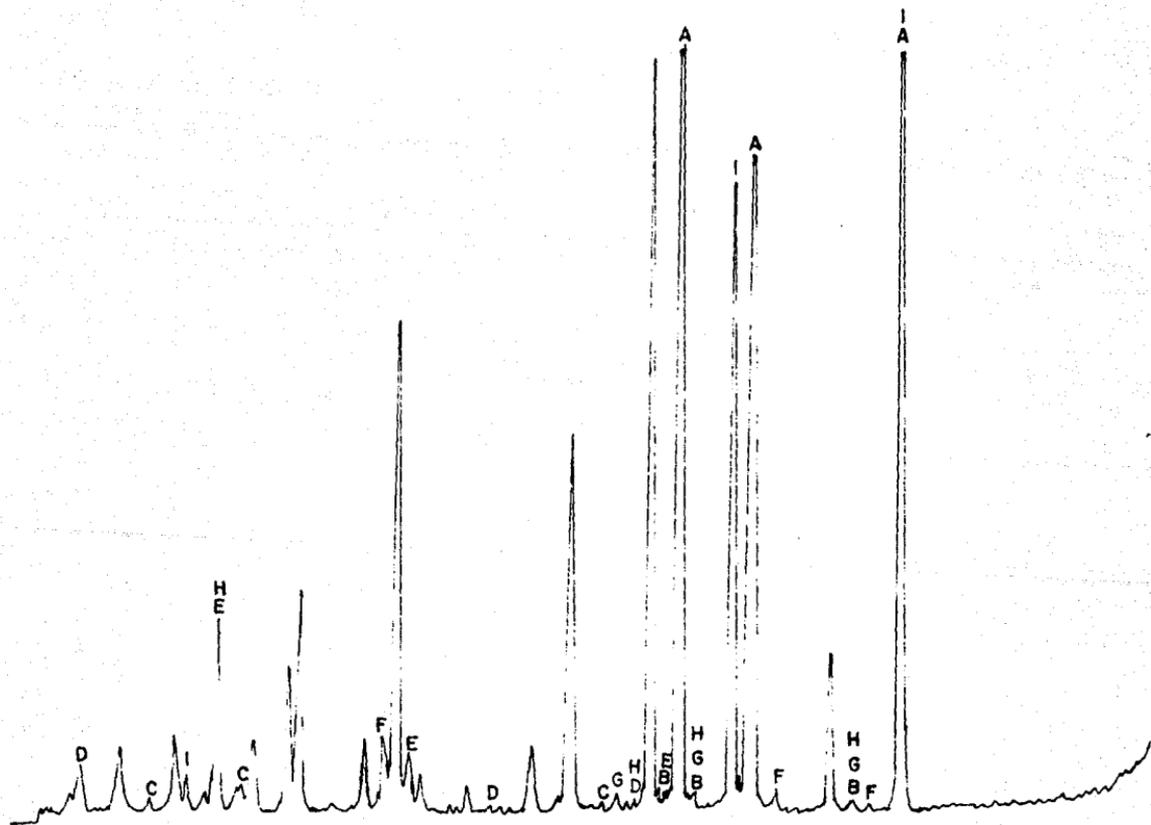
Compuesto	Picos teóricos*	Picos experimentales
(A) NaSO ₄	2.78 4.66 3.18 4.66	2.79 4.67 3.18 4.67
(B) Na ₂ CrO ₄	2.91 2.73 4.09 4.97	2.88 2.69 4.09 -
(C) Cromita FeO(Al, Cr) ₂ O ₃	2.48 1.46 1.58 4.76	2.46 1.46 1.59 4.71
(D) Al ₂ O ₃ Kappa	1.40 2.59 2.13 6.20	1.38 2.57 - -
(E) CaTiO ₃	1.56 1.91 2.70 5.40	1.55 1.89 2.69 -
(F) αSiO ₂	3.34 4.26 1.82 -	3.35 4.25 1.84 -
(G) SiO ₂	4.05 2.49 2.84 -	4.09 2.51 2.88 -
(H) Fe ₃ Al ₂ (SiO ₄) ₃	2.57 1.54 2.87 4.04	2.57 1.53 2.88 4.09
(I) Al ₂ O ₃ .4SiO ₂ . H ₂ O.nH ₂ O	2.51 4.41 3.09 4.41	2.51 - 3.08 -

(A,B,..) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto.

(*) Tomadas de Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
DEL MATERIAL TIPO I ORIGINAL
fig.16



3.3.2 Material estabilizado.

Una vez que el material I se estabiliza según el proceso descrito en la sección 2.1, se obtiene un producto de color café rojizo, insoluble que no produce vapores al adicionar ácido nítrico. El material se disuelve parcialmente en ácido clorhídrico desprendiendo dióxido de carbono y es higroscópico, aunque en menor proporción que el anterior. El análisis por fluorescencia (fig 17) muestra señales muy intensas de S, Ca y Fe; y también se observan picos de los siguientes elementos, que están enumerados en orden descendente de intensidad: Al, Si, Cr, Ti, K, P, Cu y Zn. En el estudio por infrarrojo (fig 13 y tabla 3) se detecta al hidroxilo no en forma de agua ($M-OH$) así como, agua de hidratación ($H-OH$), sulfatos y silicatos, se observan indicios de fosfatos y bicarbonatos. Por otra parte, el estudio por difracción de rayos X (tabla 5 y fig 18) muestra principalmente la presencia de $2CaSO_4 \cdot H_2O$. Además aparecen señales de los siguientes compuestos de cromo: $Cr_2(SO_4)_3$, $Cr(OH)_3$, e indicios de cromita. Por otra parte, el aluminio se encuentra formando compuestos del tipo de feldspatos, aluminosilicatos e hidróxidos; el hierro se detecta como hidróxido ferroso, $Fe(OH)_2$, y férrico $FeOOH$; y también dentro de la cromita y asociado con el aluminio y la sílice, como fosfato y como sulfato básico. El hierro y el calcio que, anteriormente no eran significativos, al ser agregados en el proceso de estabilización pasan a ser los componentes principales.

**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, I ESTABILIZADO
tabla 5**

Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A) $2CaSO_4 \cdot H_2O$	3.00 6.01 2.80 6.01	2.98 5.94 2.78 5.94	(I) $Fe_3Al_2(SiO_4)_3$	2.57 1.54 2.87 4.04	2.58 1.54 2.91 4.05
(B) $Cr_2(BO_4)_3$	5.91 3.54 2.71 5.91	5.94 3.53 2.71 5.94	(J) $\beta FeOOH$	7.40 3.31 1.64 7.40	7.49 3.30 1.64 7.49
(C) $Cr(OH)_3$	4.48 4.87 3.34 4.87	4.50 4.85 3.33 4.85	(K) $\delta FeOOH$	2.55 2.26 1.69 4.61	2.58 2.26 1.68 4.60
(D) Cromita $FeO(Al, Cr)_2O_3$	2.48 1.46 1.58 4.76	2.50 1.47 1.54 4.85	(L) $Fe(OH)(BO_4) \cdot 2H_2O$	4.99 3.11 5.85 5.85	5.04 3.11 5.87 5.87
(E) $\beta Al(OH)_3$	4.38 2.92 1.72 4.75	4.41 2.91 1.72 4.85	(M) $Fe(OH)_2$	4.60 2.40 2.82 4.60	4.60 2.39 2.81 4.60
(F) $Ca_5Si_2O_7(CO_3)_2$	3.01 1.90 3.10 7.33	3.03 1.90 3.11 7.49	(N) $Fe(OH)_2$	2.42 4.61 2.82 4.61	2.44 4.60 2.81 4.60
(G) αSiO_2	3.34 4.26 1.82 -	3.33 4.25 1.81 -	(O) $FePO_4 \cdot 2H_2O$	2.78 4.69 4.37 6.51	2.78 4.60 4.31 6.47
(H) SiO_2	4.05 2.49 2.84 -	4.05 2.50 2.81 -	(P) $Ca_3(PO_4)_2$	2.84 2.57 1.70 8.01	2.81 2.58 1.72 -

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto.

(*) Tomados de Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE FLUORESCENCIA DEL
TIPO I ESTABILIZADO

fig-17

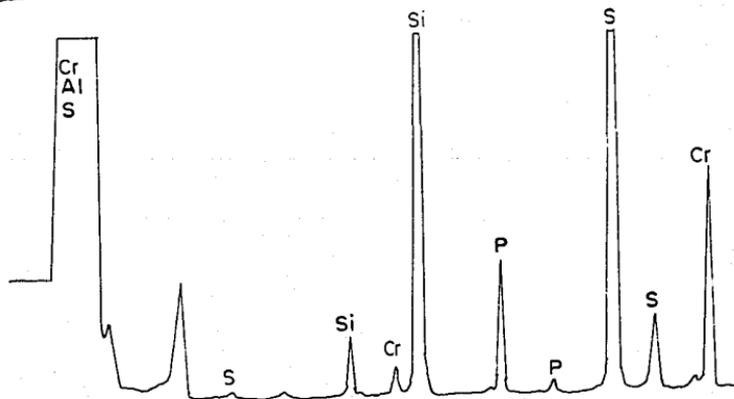
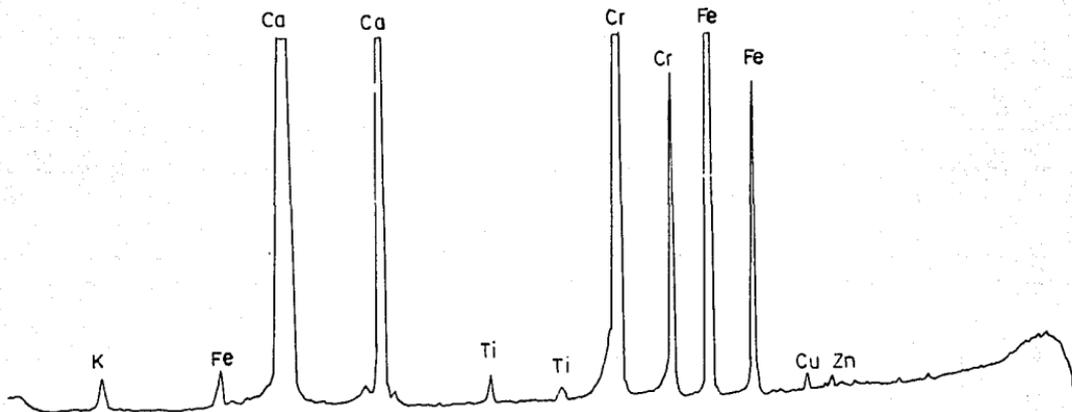
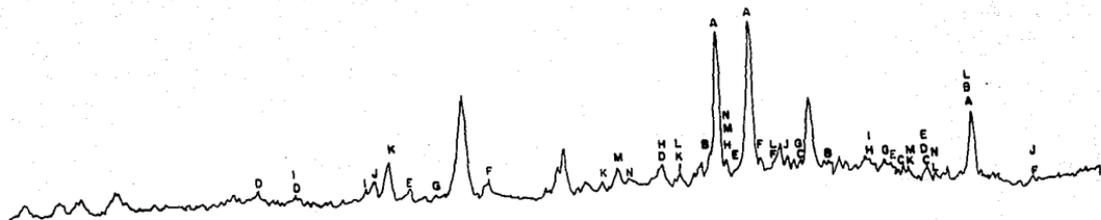


DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
TIPO I ESTABILIZADO

fig. 18



3.3.3 Ladrillo producido por horneado.

El material después de ser horneado a 1100 °C por espacio de una hora no adquiere resistencia mecánica y toma un color café oscuro, pierde el agua de cristalización y los carbonatos o bicarbonatos que contenía; por lo que en el infrarrojo ya no se observan los picos característicos a estos grupos funcionales. Se observan las señales de los sulfatos y silicatos, e indicios de fosfatos (fig 14 y tabla 3). El análisis de difracción de rayos X muestra diferencias notables respecto al material no horneado, en el caso del cromo el $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ se convierte en $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$ y cromita cálcica, además se forma la ubarovita $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$. El aluminio se presenta como albita de alta temperatura y como aluminosilicatos, pero no se observa el hidróxido. El hierro sólo se detecta como hematita, Fe_2O_3 , ya no aparecen las señales de los sulfatos y fosfatos anteriores; ni de aquellos compuestos que formaba en asociación con el aluminio y la sílice. El sulfato de calcio hidratado se transforma en anhídrita CaSO_4 (fig 19 y tabla 6).

**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, I HORNEADO
tabla 6**

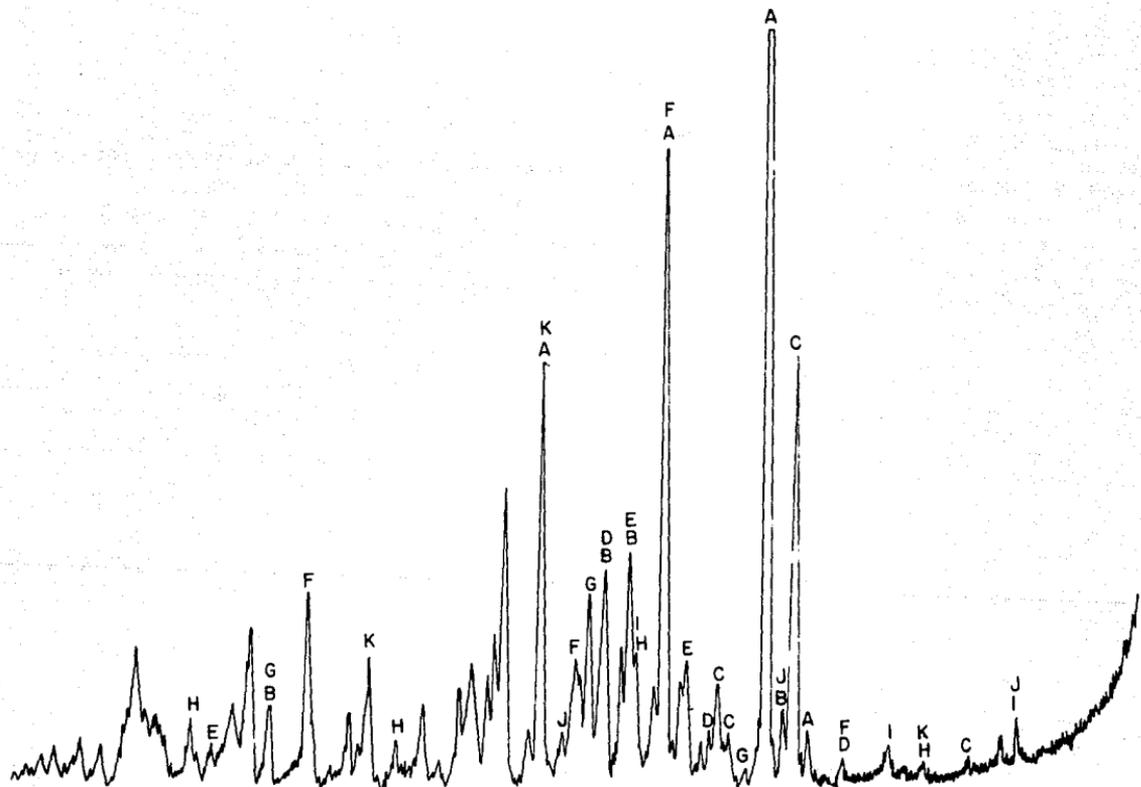
Compuesto	Picos teóricos*	Picos experimentales
(A)CaSO ₄	3.50 2.85 2.33 3.87	3.50 2.85 2.33 3.86
(B)Fe ₂ O ₃	2.69 1.69 3.66 2.51	2.68 1.69 3.66 2.51
Albita de alta temperatura (C)NaAlSi ₃ O ₈	3.18 3.75 3.21 6.43	3.18 3.75 3.22 6.46
(D)AlSiO ₄ kappa	3.10 2.59 4.28 4.49	3.10 2.59 4.29 -
(E)Uberovita Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃	2.68 3.00 1.60 -	2.68 2.98 1.60 -
(F)Ca ₂ Al ₂ SiO ₇	2.85 1.75 2.43 4.23	2.85 1.71 2.45 4.29
(G)TiO ₂	3.25 1.69 2.49 3.25	3.25 1.69 2.49 3.25
(H)CaTiO ₃	1.56 1.91 2.70 5.40	1.56 1.93 2.71 5.43
(I)Ca ₃ Ti ₂ O ₇	9.73 4.87 2.73 9.73	9.60 4.89 2.71 9.60
(J)KCr(SO ₄) ₂	3.68 2.38 8.10 8.10	3.66 2.40 8.11 8.11
(K)Cromita αCaCr ₂ O ₄	1.87 2.31 5.56 5.56	1.86 2.33 5.43 5.43

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto.

(*) Tomados de Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO I HORNEADO
fig.19



**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, I PRENSADA
tabla 7**

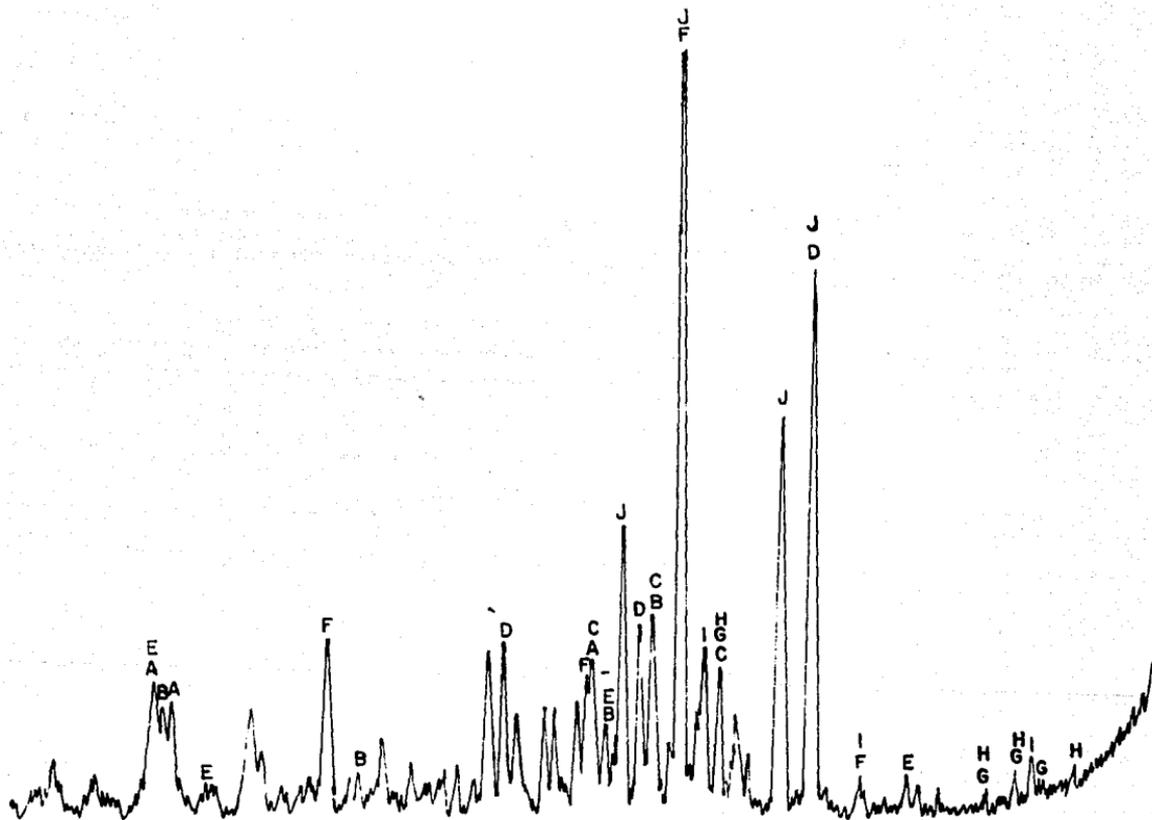
Compuesto	Picos teóricos*	Picos experimentales
(A) $e\text{-Fe}_2\text{O}_3$	1.47 1.52 2.46 6.43	1.48 1.52 2.46 -
(B) CaFe_2O_4	2.66 2.52 1.51 1.83	2.68 2.50 1.50 1.81
(C) Ubarovita $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$	2.68 1.60 3.00 -	2.68 1.62 3.04 -
$\text{Ca}_3\text{Al}_6\text{O}_{12} \cdot \text{CaSO}_4$ (D)	3.75 2.65 2.17 3.75	3.75 2.64 2.16 3.75
(E) Cromita $\text{FeO}(\text{Al}, \text{Cr})_2\text{O}_3$	2.48 1.58 1.46 4.82	2.49 1.57 1.48 4.82
(F) $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$	2.85 1.75 2.43 4.23	2.83 1.75 2.43 4.19
(G) $\text{Na}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$	7.42 6.28 3.02 8.52	7.37 - 3.04 -
(H) Na_2TiO_3	2.22 7.20 2.30 10.00	2.20 7.36 2.31 10.04
(I) $\text{K}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$	4.18 2.97 7.74 -	4.18 2.96 7.97 -

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto.

(*) Tomados de Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO I PENSADO
fig.20



3.3.4 Ladrillo producido por prensado y horneado.

El material estabilizado después de prensarlo y hornearlo a 1 100 °C, presenta un color café oscuro rojizo, se cuartea parcialmente durante el calentamiento, es duro y no pierde su forma original. El estudio de infrarrojo no presenta diferencias notables respecto al material horneado sin prensar, contiene sulfatos y silicatos y posiblemente fosfatos, ya que se observan los picos en las bandas correspondientes (tabla 3 y fig 15).

El análisis de difracción (tabla 7 y fig 20) indica la presencia de compuestos diferentes a los del material sin prensar. El cromo forma la ubarovita $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$ y cromita, pero no en su forma cálcica como en el caso anterior, sino en su forma aluminica y férrica. El aluminio, por su parte, no forma la albita de alta temperatura, sino que se encuentra formando aluminosilicatos con calcio; el hierro se presenta como Fe_2O_3 y CaFe_2O_4 .

3.4 Resultados experimentales de la muestra tipo II.

3.4.1 Material original del cementerio.

El material original tiene aspecto de grava, su color es gris con cierta tonalidad marrón, se solubiliza parcialmente en agua, reacciona con ácido clorhídrico diluido formando CO_2 , lo que indica la existencia de carbonatos. Los elementos principales que se identifican por fluorescencia son el Al, Fe, S y Ca, y como elementos secundarios al Mg, K, Ti, Si, P, Ni, Sr y Cl. En el estudio de infrarrojo (fig 21 y tabla 8) se detecta la presencia de hidroxilo en su forma M-OH, también se presentan los picos de agua de cristalización H-OH, y de carbonatos, fosfatos y silicatos. Se observan indicios, menos claros que en el caso anterior, de cromatos y sulfatos. El estudio por difracción de rayos X (tabla 9 y fig 25) indica la presencia de Na_2SO_4 . El cromo se encuentra como magnesiocromita y no se detecta el cromato. El aluminio forma óxidos, hidróxidos, fosfatos y aluminosilicatos. El hierro se encuentra asociado al aluminio, titanio y sílice, en forma de óxido y como fosfato y sulfato. También se ve la presencia de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

3.4.2 Material estabilizado.

El material original después de ser tratado según el método de estabilización es de color crema rojizo, no es higroscópico, es insoluble, no reacciona con el ácido nítrico ni con el clorhídrico diluido. La fluorescencia de rayos X (fig 26) indica principalmente la presencia de Ca, Fe, Al y S y también de P, Si, Ti, K y Mg. Aparecen vestigios de Cu, Zn, Rb y Sr. El análisis de infrarrojo (fig 22 y tabla 8) presenta bandas que se asignan al hidroxilo con catión distinto al H^+ (M-OH), al hidroxilo unido al H^+ (H-OH) y a sulfatos. Se encuentran indicios de la presencia de fosfatos, silicatos y carbonatos y no se observan cromatos. La difracción de rayos X (fig 27 y tabla 10) muestra como compuesto principal al $2CaSO_4 \cdot H_2O$. El cromo se encuentra en forma de cromita, como $KCr(SO_4)_2$ y formando una espinela de óxido de cromo. El aluminio principalmente forma el hidróxido, óxido y otros compuestos, asociado con el titanio. El hierro está como óxido, hidróxido y sulfato básico.

**ANÁLISIS DE ESPECTROSCOPIA
INFRARROJA, MATERIAL II.
tabla 8**

Tipo de vibración	Bandas específicas (*)	Señales Tipo II original	Señales Tipo II estabilizado	Señales Tipo II horneado	Señales Tipo II prensado
H-OH	v1 3000-3600 v2 1500-1550	3428 1507,1542	3447,3550 1500,1522,1540	- -	- -
^δ H-OH	v1 3500-3700 v2 600-1200	3647,3689,3710 604,875,1028	3607,3648,3675 601,660,1152	- -	- -
CO ₃	v3 1300-1500 v1 1050-1100 v2 800-900 v4 650-750	1458 - 875 -	1419,1452,1474 - - 660	- - - -	- - - -
HCO ₃	^δ 2400-2600 v2 1600-1700 v3 950-1020 v4 800-850 v1 650-725	- 1628,1654,1684 - - -	2447 1618,1684,1700 - - 660	- - - - -	- - - - -
PO ₄	v1 2200-2400 v3 950-1075 v4 400-600	2344,2366 1028 459,471	2343,2360 - 471,524,601	2370,2344 972 454,463,481	2342,2363 977 453
SO ₄	v3 1000-1150 v4 575-675	1028 604	1153 601,660	1120 598,611,676	- 668
CrO ₄	v3 800-970 v4 360-450	875 459	- -	- -	- -
SiO ₄	v3 800-1100 v4 450-500	875 471	- 471	915,972 454,473,481	977 453

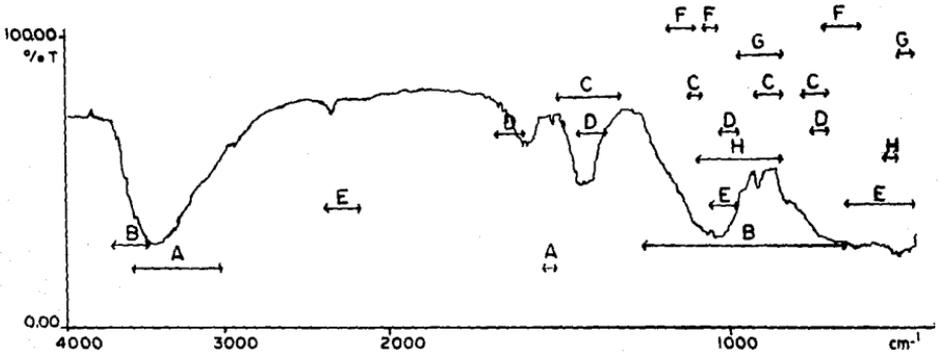
(*) Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

• Vibración relacionada al movimiento del hidroxilo dentro del bicarbonato.

v(1,2,3,4) son formas de vibración sensibles al infrarrojo.

• Vibración del hidroxilo que tiene un catión diferente al H⁺

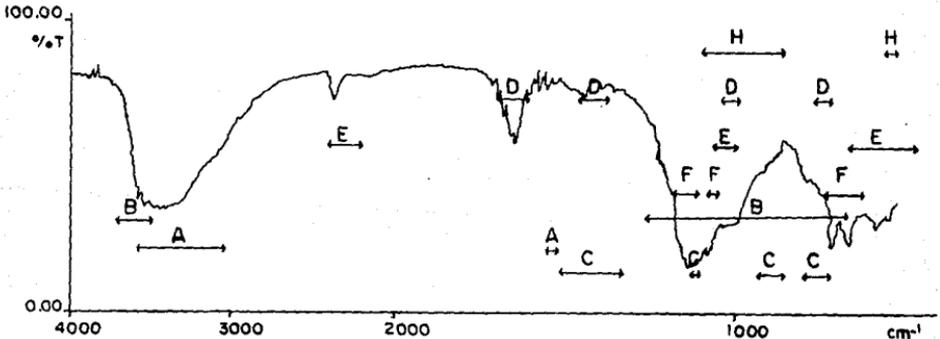
DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO II ORIGINAL
fig 21



Donde A=agua de cristalización; B=hidroxilo; D=bicarbonato; E=fosfato; F=sulfato; G=cromato; H=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

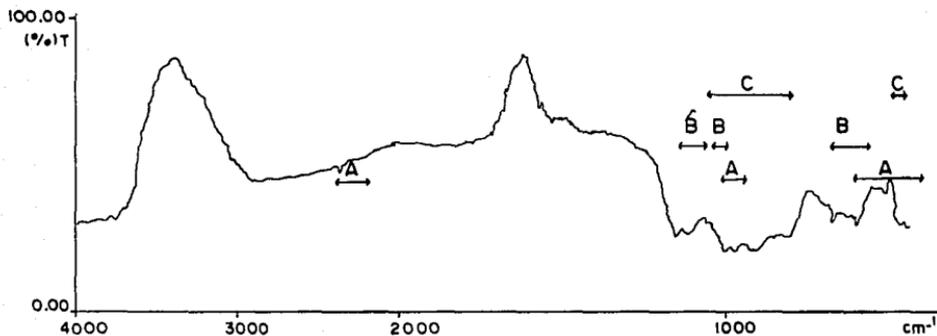
DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO II ESTABILIZADO
fig 22



Donde A=agua de cristalización; B=hidroxilo; D=bicarbonato; E=fosfato; F=sulfato; G=cromato; H=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

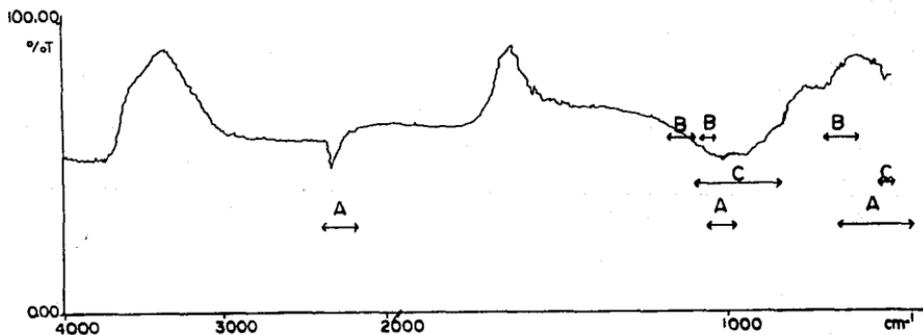
DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO II HORNEADO
fig 23



Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato.

Bandas tomadas de Conley T.R.1979 y Gadsden J.A. 1975.

DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO II PENSADO
fig 24



Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato.

Bandas tomadas de Conley T.R.1979 y Gadsden J.A. 1975.

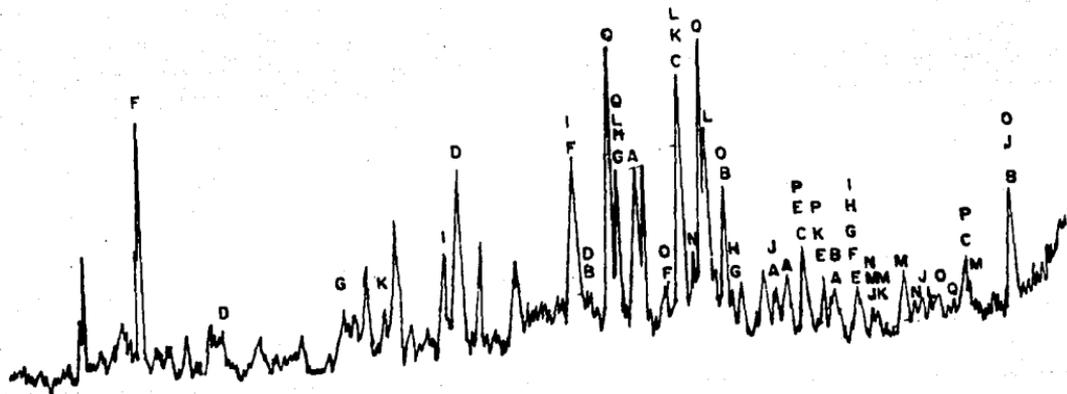
**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, II ORIGINAL
tabla 9**

Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A) MgSO_4	2.80 3.76 3.91 4.74	2.82 3.79 3.92 4.80	(I) MgCr_2O_4	2.51 4.81 2.08 4.81	2.52 4.80 2.08 4.80
(B) Illite $\text{KAl}_2\text{Si}_2\text{O}_7\text{AlO}_2(\text{OH})$	10.08 3.36 4.49 2.56	10.27 3.35 4.48 2.57	(J) $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5.00 3.77 6.00 10.8	5.04 3.79 6.06 10.27
(C) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	7.56 3.06 4.27 7.56	7.43 3.07 4.27 7.43	(K) $\text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	4.30 3.05 1.93 5.25	4.27 3.07 1.93 5.68
(D) Al_2O_3	2.09 2.55 1.60 -	2.10 2.57 1.60 -	$\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{PO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ (L)	3.05 2.73 3.22 6.24	3.07 2.71 3.23 6.37
(E) $\text{Al}(\text{OH})_3$	4.82 4.34 4.30 4.82	4.80 4.31 4.27 4.80	(H) $\text{FeAl}_2(\text{PO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 2.7\text{H}_2\text{O}$	5.45 5.97 4.94 8.06	5.68 5.86 4.80 -
(F) MgFe_2O_4	2.53 2.96 1.48 4.84	2.52 2.96 1.49 4.80	$\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (N)	4.99 3.11 5.85 5.85	5.04 3.13 5.86 5.86
(G) $\text{MgAl}_2\text{Tl}_3\text{O}$	3.44 2.72 1.83 4.84	3.45 2.71 1.84 4.80	$\text{Mg}_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (O)	10.20 3.01 3.38 6.78	10.27 3.07 3.35 6.61
(H) $\text{MgAl}_2\text{Tl}_3\text{O}$	3.41 2.71 4.80 4.80	3.45 2.71 4.80 4.80	(P) $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	4.34 4.41 7.40 7.40	4.31 4.48 7.43 7.43
-	-	-	(Q) $\text{K}_2\text{Ca}(\text{CO}_3)_2$	3.19 2.65 2.70 6.70	3.20 2.67 2.70 6.60

(A, B, ...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto, informadas en *Inorganic Index to the Powder Diffraction File* (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO II ORIGINAL
f19.25



**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, II ESTABILIZADO
tabla 10**

Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A) $2CaSO_4 \cdot H_2O$	3.00 6.01 2.80 6.01	2.99 5.95 2.79 5.95	(I) $MgFe_2O_4$	2.53 2.96 1.48 4.84	2.55 2.99 1.48 4.74
(B) Fe_2O_3 Hematita	2.69 1.69 3.66 2.51	2.68 1.69 3.64 2.49	(J) $Al(OH)_3$	4.33 2.27 1.72 4.75	4.30 2.29 1.73 4.74
(C) Cromita $FeO(Al, Cr)_2O_3$	2.48 1.46 1.58 4.76	2.49 1.46 1.58 4.74	(K) $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$	4.79 4.32 2.26 4.79	4.74 4.30 2.26 4.74
(D) $MgCr_2O_4 \cdot 7H_2O$	5.00 3.77 6.00 10.8	5.03 3.86 5.95 11.00	(L) Al_2O_3	1.40 2.13 2.59 6.20	1.40 2.13 2.59 6.30
(E) Cr_3O_4	2.58 1.66 1.48 4.78	2.58 1.66 1.48 4.74	(M) $Fe(OH)SO_4 \cdot 5H_2O$	12.10 12.10 2.98 6.96	12.00 12.00 2.99 6.70
(F) $KCr(SO_4)_2$	3.68 2.38 8.10 -	3.64 2.38 8.26 -	(N) $FeOOH$	4.18 7.50 4.45 2.69	4.15 7.55 4.44 2.68
(G) $Ce_5Si_2O_7(CO_3)_2$	3.01 1.90 3.10 7.33	2.99 1.90 3.11 7.30	(O) $MgAl_2Ti_3O$	4.84 3.44 1.83 4.84	4.74 3.45 1.84 4.74
$Na_2Fe(SO_4)_2(OH) \cdot 3H_2O$ (H)	10.20 3.01 3.38 6.78	10.20 2.99 3.34 6.70	(P) $Na_2Ti_3O_{13}$	3.02 6.28 7.42 8.52	2.99 6.30 7.55 8.66
			(Q) $K_2Co(CO_3)_2$	3.19 2.65 2.75 6.70	3.19 2.65 2.69 6.65

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE FLUORESCENCIA DEL
TIPO II ESTABILIZADO
fig. 26

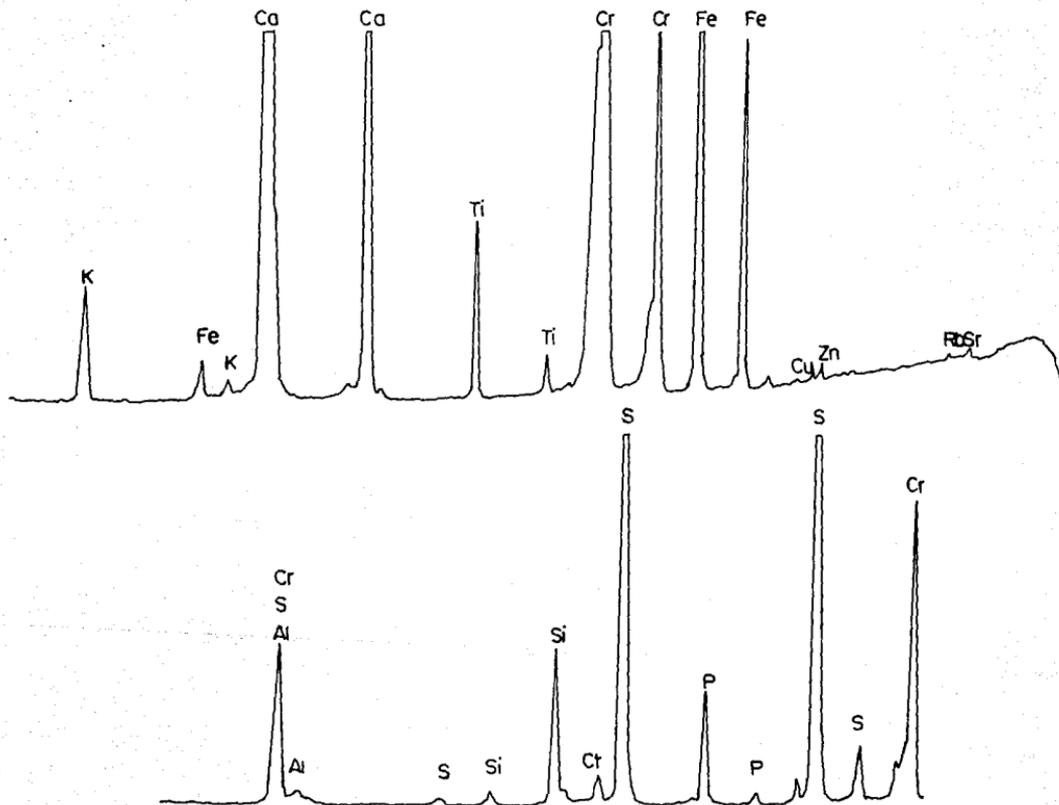
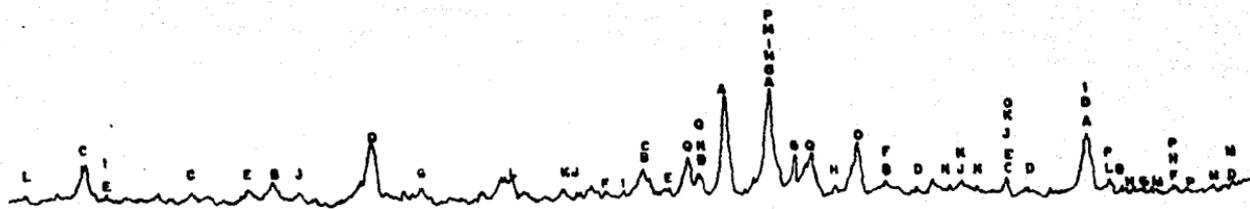


DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO II ESTABILIZADO
f 19.27



3.4.3 Ladrillo producido por horneado.

El material estabilizado y horneado a 1100°C adquiere un color marrón claro, al calentarse no adquiere resistencia y es insoluble. El espectro de infrarrojo (fig 23 y tabla 8) no muestra la presencia de agua de cristalización ni de carbonatos; sin embargo, se verifica la presencia de sulfatos, fosfatos y silicatos y posibles sulfitos. El análisis de difracción de rayos X muestra como compuesto principal a la anhidrita CaSO_4 . El cromo se encuentra como cromita, CaCr_2O_4 y como $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$. El aluminio se asocia con el calcio, sílice, hierro y titanio y también se encuentra como óxido. El hierro se encuentra como óxido y formando parte de espinelas (tabla 11 y fig 28).

3.4.4 Ladrillo producido por prensado y horneado.

El material estabilizado después de ser prensado y horneado a 1100°C presenta un color marrón grisáceo, no se cuarteo en el horneado, no pierde su forma original, no sinteriza, es insoluble y duro. El análisis por infrarrojo (fig 24 y tabla 8) indica la presencia de fosfatos y silicatos y sulfatos. La difracción de rayos X (fig 29 y tabla 12) no presenta cambios notables respecto al material horneado sin prensar, en este material no aparece la señal del aluminio en forma de óxido Al_2O_3 .

**ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN
DE RAYOS X, II HORNEADO
tabla 11**

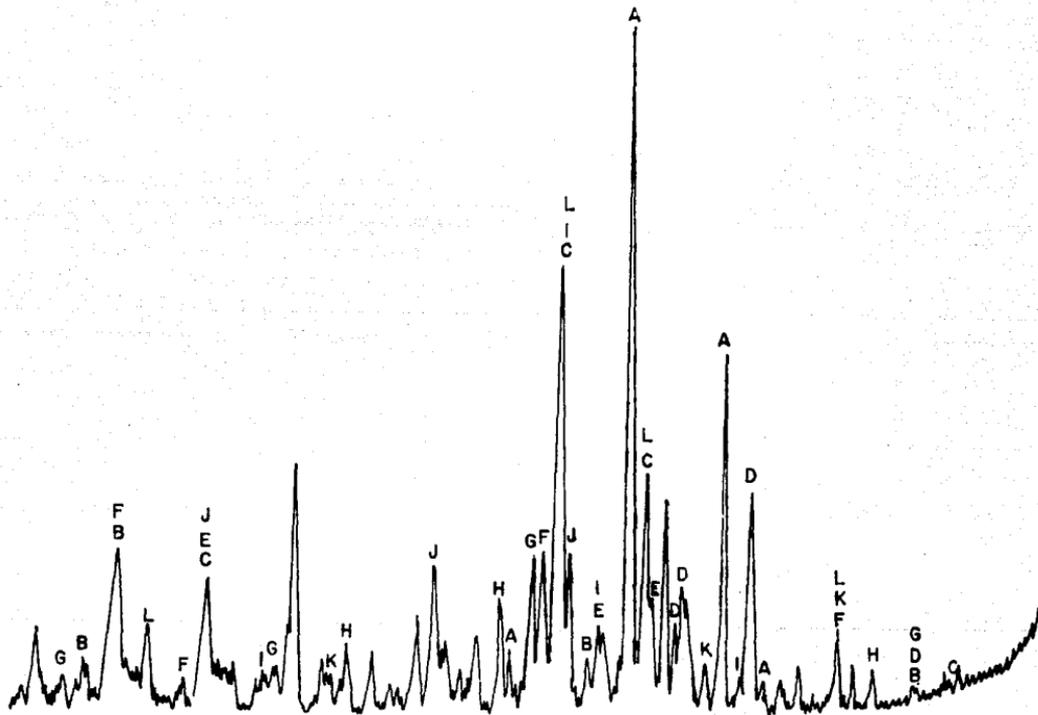
Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A)CaSO ₄	3.50 2.85 2.33 3.87	3.50 2.86 2.33 3.89	(H)Al ₂ O ₃	1.40 1.72 2.45 6.20	1.41 1.71 2.46 6.46
(B)αFe ₂ O ₃ Hematita	2.69 1.69 3.66 2.51	2.68 1.70 3.65 2.51	(I)MgAl ₂ Ti ₃ O	4.84 3.44 1.83 4.84	4.84 3.39 1.83 4.84
Albita de alta temperatura (C)NaAlSi ₃ O ₈	3.18 3.75 3.21 6.43	3.17 3.74 3.21 6.46	(J)Al ₂ Fe ₂ O ₆	2.63 1.48 1.43 6.13	2.63 1.48 1.44 6.46
(D)Uberovita Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃	2.68 3.00 1.60 -	2.68 2.99 1.61 -	(K)Ca(AlO ₂) ₂	2.52 2.97 1.48 4.69	2.53 2.96 1.48 4.82
(E)Cromita αCaCr ₂ O ₄	1.87 2.31 5.56 5.56	1.87 2.30 5.53 5.53	(L)β-Fe ₂ O ₃	2.52 2.95 1.61 8.02	2.53 2.96 1.61 -
(F)Cromita FeO(Al,Cr) ₂ O ₃	2.48 1.46 1.58 4.82	2.46 1.47 1.57 4.82	(M)αAl ₂ O ₃	2.09 2.55 1.60 -	2.09 2.55 1.61 -
(G)MgFe ₂ O ₄	2.53 2.96 1.48 4.84	2.53 2.96 1.49 4.84	- - - -	- - - -	- - - -

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en *Inorganic Index to the Powder Diffraction File* (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO II HORNEADO
fig.28



**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, II PENSADO
tabla 12**

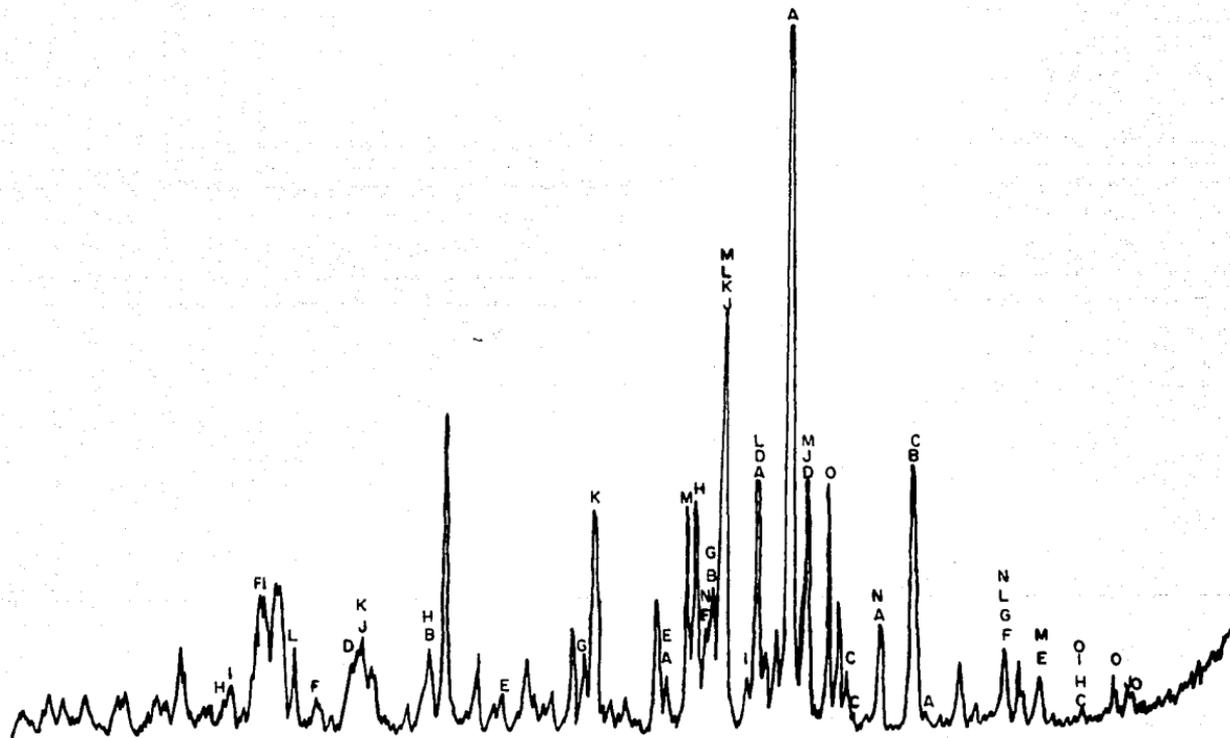
Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A)CaSO ₄	3.50 2.85 2.33 3.87	3.44 2.85 2.33 3.83	(I)Al ₂ Fe ₂ O ₆	2.63 1.48 1.43 6.13	2.64 1.47 1.43 6.36
(B)αFe ₂ O ₃ Hematita	2.69 1.69 3.66 2.51	2.67 1.68 3.67 2.49	(J)Fe ₂ O ₃ gamma	2.52 2.95 1.61 8.02	2.54 2.94 1.61 8.04
Albita de alta temperatura (C)NaAlSi ₃ O ₈	3.18 3.75 3.21 6.43	3.17 3.70 3.24 6.36	(K)αAl ₂ O ₃	2.09 2.55 1.60 -	2.10 2.54 1.60 -
(D)Ubarovita Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃	2.68 3.00 1.60 -	2.67 2.94 1.60 -	(L)CaFe ₂ O ₄	2.66 2.53 1.51 4.63	2.67 2.54 1.51 4.79
(E)Cromita αCaCr ₂ O ₄	1.87 2.31 5.56 5.56	1.87 2.33 5.40 5.40	(M)CaOAl ₂ O ₃	2.97 2.52 2.41 5.60	2.94 2.54 2.40 5.40
(F)Cromita FeO(Al,Cr) ₂ O ₃	2.48 1.46 1.58 4.82	2.47 1.46 1.54 4.79	(N)MgAl ₂ Ti ₃ O	2.72 3.44 4.80 4.80	2.72 3.44 4.79 4.79
(G)MgCr ₂ O ₄	2.51 4.81 2.08 4.81	2.49 4.79 2.07 4.79	(O)Na ₂ Ti ₆ O ₁₃	7.42 6.28 3.02 8.22	7.37 6.36 3.06 8.11
(H)Al ₂ O ₃	1.40 1.72 2.45 6.20	1.42 1.72 2.43 6.36	- - - -	- - - -	- - - -

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO II PENSADO
fig.29



3.5 Resultados experimentales de la muestra tipo III.

Este tipo de material que se conformó como una mezcla de muestras originarias de diversas partes del cementerio, no se estudió en su forma original, debido a que fue preparada y estabilizada en la etapa anterior del proyecto y no se conservó ninguna porción de muestra original.

3.5.1 Material estabilizado.

El material estabilizado es de color rojizo claro, reacciona con el ácido clorhídrico diluido y parcialmente con el ácido nítrico concentrado. No se solubiliza en agua y no es higroscópico. El análisis por fluorescencia (fig 30) indica principalmente la presencia de Fe, Ca, Si, y K. También aparecen las señales de Al, S, P, Ti, Cu, Zn, Rb y Sr. El espectro de infrarrojo (fig 31 y tabla 13) indica la presencia de agua de cristalización, al hidroxilo como $M-OH$, fosfatos y silicatos; y se observan indicios de carbonatos y bicarbonatos, de sulfitos y sulfatos. Por medio de la difracción de rayos X (tabla 14 y fig 34) se observa que este material es muy diferente de los anteriores, ya que contiene una menor cantidad de $CaSO_4$, el cromo se encuentra en forma de magnocromita $MgCr_2O_4 \cdot 7H_2O$ y el aluminio forma feldspatos, cloritas e hidróxidos. El hierro, por su parte, está formando hidróxidos y óxidos. La mayoría de los compuestos presentes contienen sílice, lo que no se observa en los otros materiales estabilizados.

**ANÁLISIS DE ESPECTROSCOPIA
INFRARROJA MATERIAL 3
tabla 13**

Tipo de vibración	Bandas específicas (*)	Señales tipo III estabilizado	Señales tipo III horneado	Señales Tipo III prensado
H-OH	v1 3000-3600 v2 1500-1550	3400 1540,1559	- -	- -
*H-OH	v1 3500-3700 v2 600-1200	3628,3675,3689 874,1033	- -	- -
CO ₃	v3 1300-1500 v1 1050-1100 v2 800-900 v4 650-750	1458 - 874 -	- - - -	- - - -
HCO ₃	# 2400-2600 v2 1600-1700 v3 950-1020 v4 800-850 v1 650-725	- 1623,1636,1654 - - -	- - - - -	- - - - -
PO ₄	v1 2200-2400 v3 950-1075 v4 400-600	2343,2358 1033 472	2343,2362 986 479	2358,2342 999 455
SO ₄	v3 1000-1150 v4 575-675	1033 -	- 611	999 580
CrO ₄	v3 800-970 v4 360-450	- -	- -	- -
SiO ₄	v3 800-1100 v4 450-500	874,1033 472	986 479	999 455

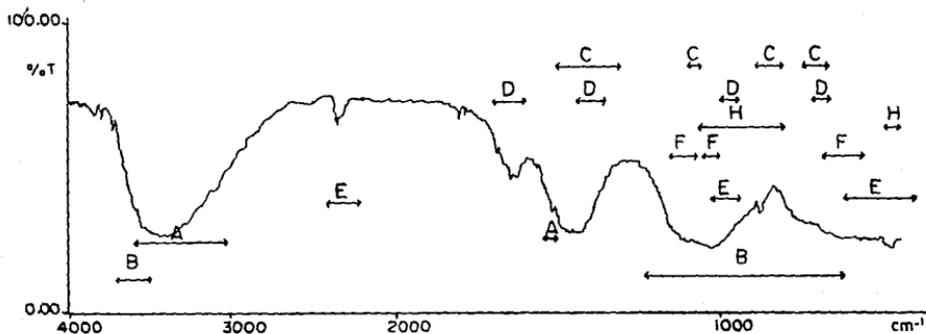
(*) Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

Vibración relacionada al movimiento del hidroxilo dentro del bicarbonato.

v(1,2,3,4) son formas de vibración sensibles al infrarrojo.

* Vibración del hidroxilo que tiene un catión diferente al H⁺

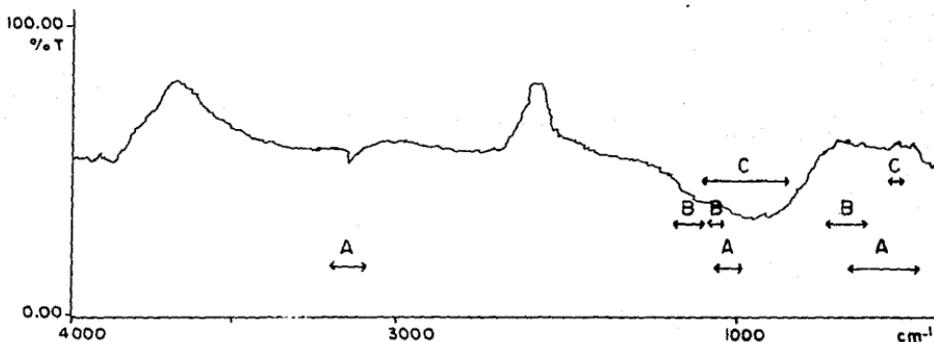
DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO III ESTABILIZADO
fig 31



Donde A=agua de cristalización; B=hidroxilo; D=bicarbonato; E=fosfato; F=sulfato; G=cromato; N=silicato

Bandas tomadas de Conley T.R.1979 y Gadsden J.A.1975.

DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO III HORNEADO
fig 32

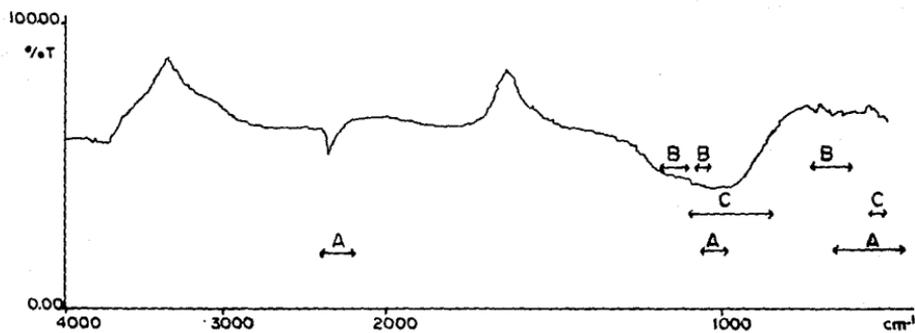


Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato.

Bandas tomadas de Conley T.R.1979; Gadsden J.A. 1975.

ESTA TESIS NO DEBE
CAIR DE LA BIBLIOTECA

DIAGRAMA DE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
DEL MATERIAL TIPO III PENSADO
fig 33



Donde A=fosfato; B=sulfato; C=silicato.

Bandas tomadas de Conley T.R. 1979; Gadsden J.A. 1975.

**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, III ESTABILIZADO
tabla 14**

Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	7.56 3.06 4.27 7.56	7.50 3.08 4.29 7.50	(H) $\text{CaAl}_2\text{Si}_6\text{O}_{16} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.90 3.40 5.54 6.80	2.94 3.40 5.54 -
(B) $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5.00 3.77 6.00 10.8	4.99 3.74 6.02 10.90	(I) $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{17} \cdot \text{H}_2\text{O}$	2.79 3.61 2.08 4.42	2.78 3.62 2.08 4.45
(C) $\beta\text{Al}(\text{OH})_3$	4.38 2.22 1.72 4.75	4.38 2.22 1.72 4.80	(J) $(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Al})$ $(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	12.7 3.05 2.89 12.7	12.8 3.08 2.86 12.8
(D) $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{O}_7(\text{CO}_3)_2$	3.01 1.90 3.10 7.33	3.01 1.90 3.08 7.38	(K) KAlSi_2O_6	3.18 4.02 3.80 6.44	3.17 4.00 3.82 6.46
(E) βFeOOH	7.40 3.31 1.64 7.40	7.38 3.32 1.65 7.38	(L) $\text{Mg}_6\text{Al}_{10}\text{Si}_2\text{O}_{23}$	2.44 2.01 1.44 4.01	2.44 2.01 1.45 4.00
(F) $\text{Fe}(\text{OH})_2$	4.60 2.40 2.82 4.60	4.65 2.38 2.83 4.65	(M) Labradorita	3.20 3.18 4.04 6.48	3.19 3.17 4.07 6.46
(G) $\text{Ca}_3\text{Al}_10\text{O}_{18}$	3.49 2.58 3.49 3.62	3.47 2.58 3.47 3.62	- - - -	- - - -	- - - -

(A, B, ...) = cada letra refiere el pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE FLUORESCENCIA DEL
TIPO III ESTABILIZADO

fig. 30

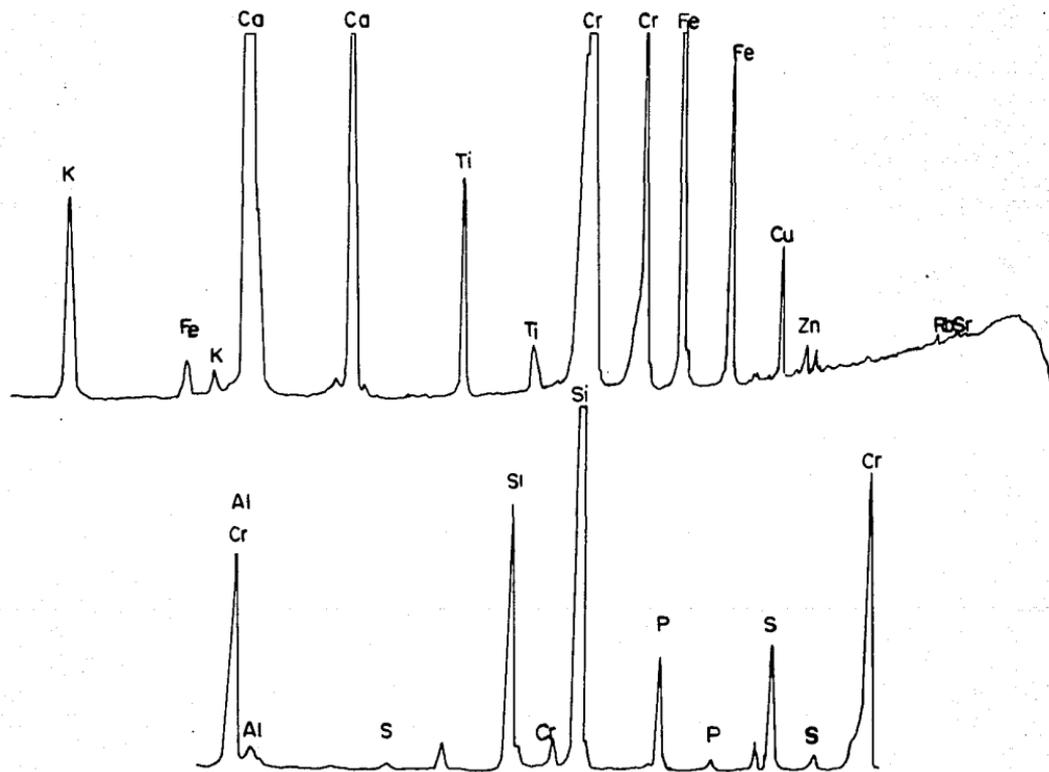
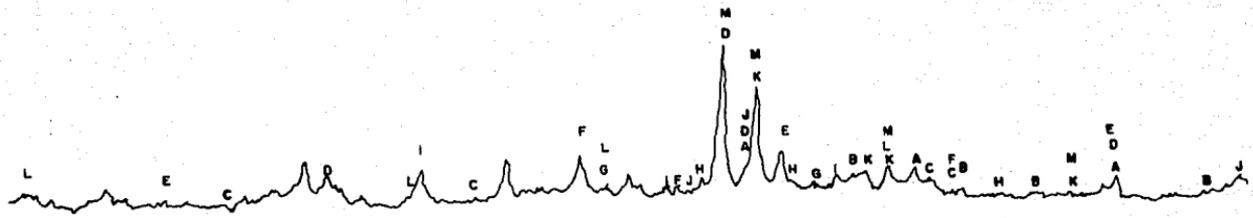


DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO III ESTABILIZADO
f 19.34



3.5.2 Ladrillo producido por horneado.

El material estabilizado y horneado a 1100°C muestra un color marrón oscuro, no adquiere resistencia mecánica al calentarse y es insoluble. El análisis por infrarrojo (fig 32 y tabla 13) indica la presencia de sulfatos, silicatos y fosfatos. Mediante la difracción de rayos X (fig 35 y tabla 15) se identifica que los sulfatos se encuentran como anhídrita CaSO_4 ; el cromo como cromita, ubarovita y como un óxido en forma de espinela; el aluminio como aluminosilicato dentro de la plagioclasa y la albita y también como óxido y aluminato; el hierro como óxido, parte de los aluminosilicatos y asociado al titanio.

3.5.3 Ladrillo producido por prensado y horneado.

El material prensado y horneado sinteriza, adquiere una textura vítrea y resistencia mecánica. Se expande perdiendo un poco su forma original, es de color marrón oscuro y no es soluble. El análisis por espectroscopia infrarroja (fig 33 y tabla 13) no indica diferencias con respecto al material horneado sin prensar. La difracción de rayos X (fig 36 y tabla 16) muestra las siguientes diferencias respecto al material horneado sin prensar: el aluminio no se encuentra como óxido y el cromo sólo se presenta como cromita y óxido en forma de espinela.

**ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN
DE RAYOS X, III HORNEADO
tabla 15**

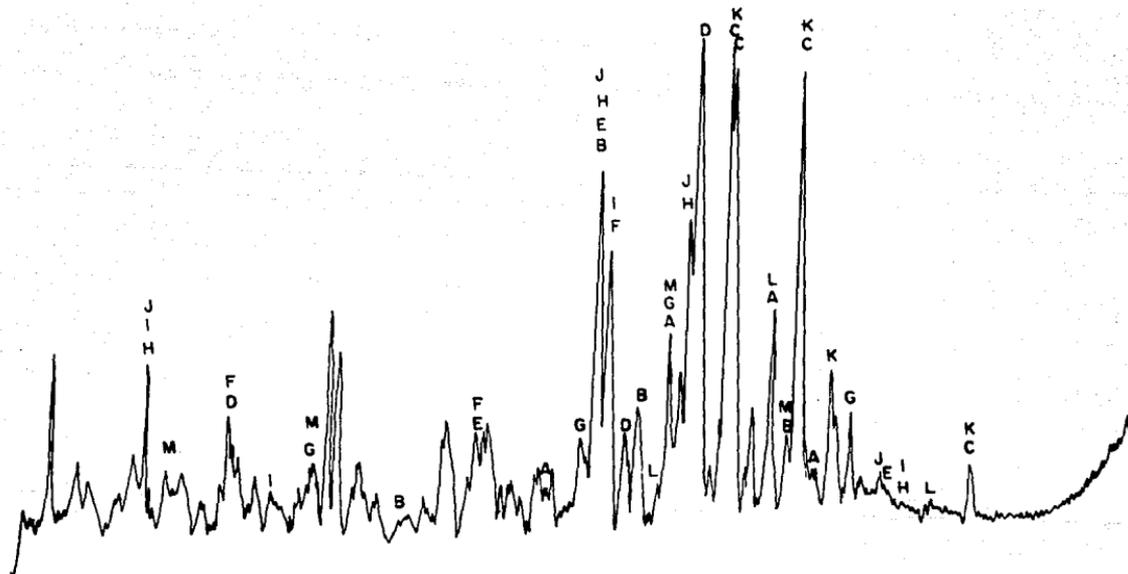
Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.	Compuesto	Picos teóricos*	Picos exp.
(A)CaSO ₄	3.50 2.85 2.33 3.87	3.50 2.85 2.33 3.90	(H)MgFe ₂ O ₄	2.53 2.96 1.48 4.84	2.52 2.96 1.49 4.87
(B)αFe ₂ O ₃ Hematite	2.69 1.69 3.66 2.51	2.70 1.70 3.65 2.52	(I)Cr ₂ O ₃	2.58 1.66 1.48 4.78	2.56 1.67 1.48 4.80
Albite de alta temperatura (C)NaAlB ₃ O ₈	3.18 3.75 3.21 6.43	3.20 3.74 3.21 6.43	(J)Ca(AlO ₂) ₂	2.52 2.97 1.48 4.69	2.53 2.96 1.48 4.64
(G)Uberovite Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃	2.68 3.00 1.60 -	2.64 3.00 1.61 -	(K)Plegiclasa	3.20 4.02 3.74 6.43	3.20 4.06 3.74 6.43
(E)MgCr ₂ O ₄	2.51 4.81 2.08 4.81	2.52 4.87 2.10 4.87	(L)Fe ₂ Mg ₇ Si ₁₀ O ₁₀	3.49 4.88 2.74 4.88	3.50 4.87 2.70 4.87
(F)αAl ₂ O ₃	2.09 2.55 1.60 -	2.10 2.56 1.61 -	(M)FeMgAlSiO	2.82 1.75 1.52 3.65	2.85 1.75 1.52 3.65
(G)Ca ₂ Al ₂ Si ₁₀ O ₇	2.85 1.75 2.43 4.23	2.85 1.75 2.42 4.29	- - - -	- - - -	- - - -

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO III HORNEADO
f 19.35



**ANALISIS DE DIFRACCION
DE RAYOS X, III PRENSADO
tabla 16**

Compuesto	Picos teóricos*	Picos experimentales
Albita de alta temperatura (A) $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$	3.18 3.75 3.21 6.43	3.14 3.74 3.21 6.50
(B) Ubarovita $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$	2.68 3.00 1.60	2.66 3.01 1.61
(C) MgCr_2O_4	2.51 4.81 2.08 4.81	2.53 4.82 2.08 4.82
(D) Al_2O_3	2.09 2.55 1.60	2.08 2.56 1.61
(E) MgFe_2O_4	2.53 2.96 1.48 4.84	2.53 2.95 1.47 4.82
(F) Cr_3O_4	2.58 1.66 1.48 4.78	2.56 1.65 1.48 4.82
(G) $\text{Ca}(\text{AlO}_2)_2$	2.52 2.97 1.48 4.69	2.53 2.95 1.47 4.69
(H) Plagioclasa	3.20 4.02 3.74 6.43	3.21 4.04 3.74 6.50
(I) FeMgAlSiO	2.82 1.75 1.52 3.65	2.81 1.74 1.52 3.66
(J) Bitonita	3.20 4.03 3.75 6.52	3.21 4.04 3.74 6.50

(A,B,...) = cada letra refiere al pico característico del difractograma respectivo.

(*) Son las señales que caracterizan al compuesto informadas

en Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968).

DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
MATERIAL TIPO III PRENSADO
fig.36

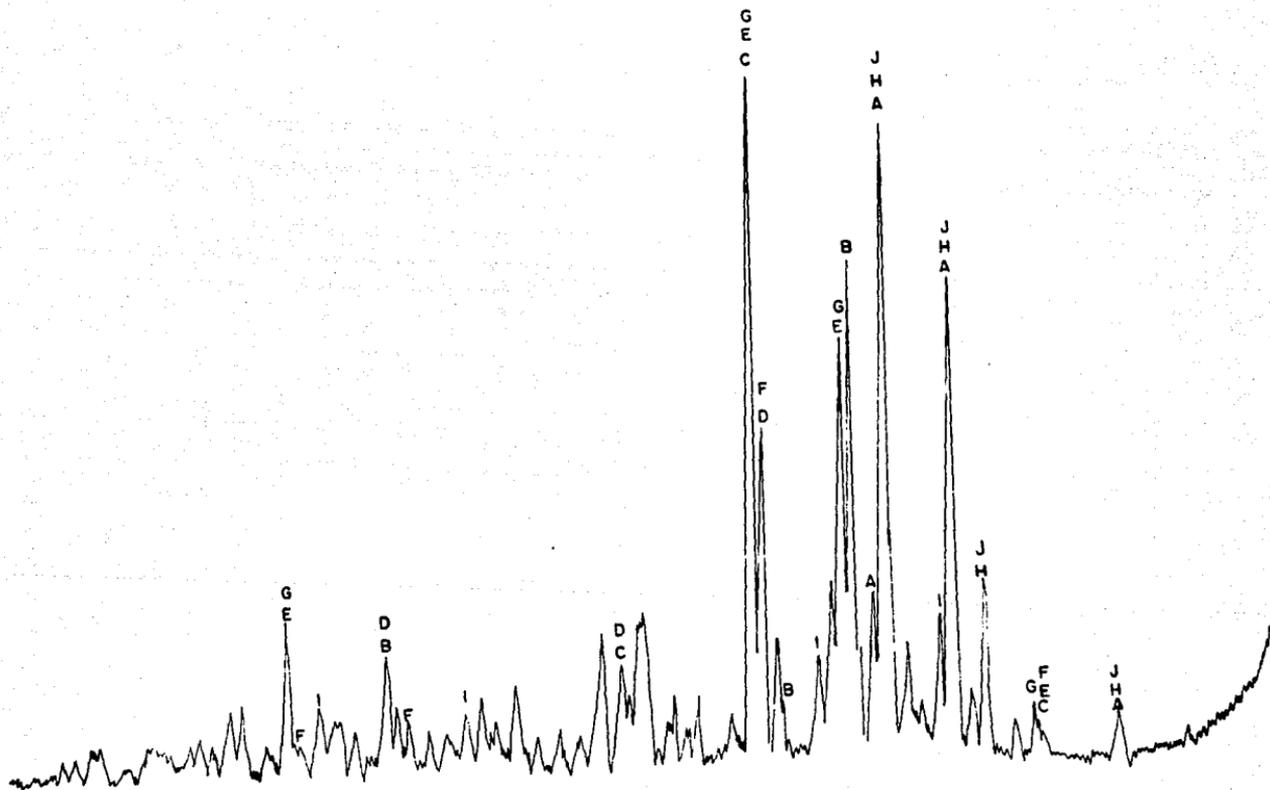
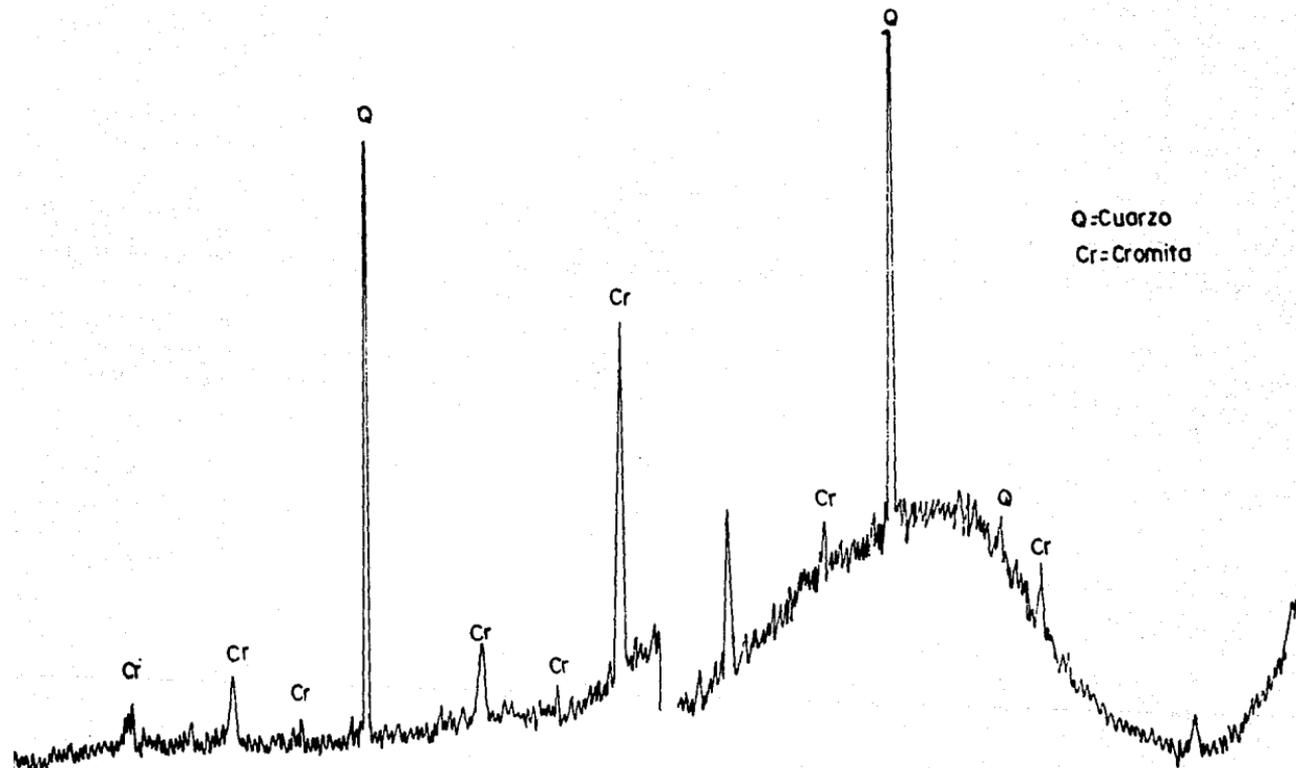


DIAGRAMA DE DIFRACCION DE RAYOS X
DEL RESIDUO DEL ATAQUE ACIDO
fig 37



3.6 Resultados cuantitativos de las muestra estabilizadas.

Se realizaron análisis químicos para cuantificar Na, K, Al, Ca, Cr, Fe, Mg, Mn, Si, sulfatos y carbonatos, en las muestras estabilizadas. Adicionalmente se determinó el pH, la conductividad eléctrica, pérdida por calcinación y % de sales solubles.

Los residuos estabilizados se solubilizaron mediante dos métodos, la digestión ácida y la compuesta (un ataque ácido seguido de una fusión alcalina, sec 3.2). La primera digestión no solubilizó totalmente a las muestras; en todas, se observó un precipitado negro que, de acuerdo a la difracción de rayos X, corresponde a cromita y cuarzo (se preparó una mezcla de los residuos de los tres tipos de muestras); mientras que la segunda si logró disolver en forma total a todas las muestras.

3.6.1 Material tipo I.

En la muestra I estabilizada, la mayor parte del cromo se disolvió mediante el ataque ácido, formando cromo hexavalente, lo que indica que este elemento no provenía de la cromita, pues este tipo de mineral se solubiliza únicamente mediante la fusión alcalina. La diferencia de la concentración de los elementos analizados entre ambas digestiones corresponde a bajas concentraciones de cromita y el cuarzo (tabla 17). La muestra I que, originalmente contenía sulfato de sodio en grandes cantidades, después de estabilizada presentó concentraciones importantes de sulfatos, calcio, hierro, aluminio y cromo. Además

se observan cantidades menores de sodio, potasio, manganeso, titanio. El residuo que no se disolvió por ataque ácido, contiene principalmente hierro, aluminio, calcio y cromo (tabla 17). El pH es básico 8.7, contiene silicatos y bajas cantidades de carbonatos (tabla 23).

El material tipo I tiene un alto contenido de sulfatos y agua que representan, respectivamente, el 25 y 20 % del peso total del material. Una cuarta parte del peso se encuentra repartido entre Al_2O_3 , CaO y Fe_2O_3 . Los otros óxidos, que están presentes en menores proporciones -en orden descendente-, son Cr_2O_3 , CO_2 , Na_2O , MgO , K_2O , TiO_2 y MnO . La suma total es del 96.95 % (tabla 24).

RESULTADOS CUANTITATIVOS MATERIAL 1 ESTABILIZADO.
tabla 17

	Na	K	Fe	Mn	Ti	Cr	Mg	Al	Ca	SO ₄
	concentración expresada en % (g / 100g)									
Dig. ácida	0.30	0.28	6.5	0.014	0.11	2.18	0.22	6.40	8.73	30
Dig. comp.	X	X	7.8	0.016	0.19	2.84	0.22	7.54	9.46	30
Dif.	-	-	1.3	0.002	0.07	0.66	-	1.10	0.73	-
%	-	-	16.7	12.5	38.7	23.2	-	14.7	7.7	-

Dig=digestión; comp.=compuesta; X=no determinado; Dif.=diferencia entre los dos tipos de digestión, en las concentraciones de cada elemento; %= porcentaje del elemento no disuelto mediante dig. ácida con respecto a la concentración total de este elemento.

En el intervalo de 25 a 110 °C, este material pierde 10.1 % de peso que corresponde a la humedad y posiblemente agua de hidratación (tabla 18 y fig 1 apéndice). Por otro lado, entre los

110 y 600 °C, se pierde 9.9% de peso, que corresponde a agua de cristalización, carbonatos y bicarbonatos. En el intervalo de 600 a 1000 °C, se pierde 22.2 % de peso; a esta temperatura se descomponen los hidróxidos presentes y agua de cristalización. La pérdida a 1100°C, que es de 24.8% respecto al peso seco (tabla 18), es alta respecto a los valores informados por Singer, F (1976).

PERDIDA POR CALCINACION MUESTRA I ESTABILIZADA
tabla 18

110°C	600°C	1000°C	1100°C
expresado en % (g/100g de peso seco)			
10.1	9.9	22.2	24.8

3.6.2 Material de tipo II.

En el material 2 estabilizado, se encuentra como componentes principales: Al, Ca y SO_4^{2-} , Fe, Mg y Cr; y en menores proporciones se detectaron Ti, Na, K y Mn. El residuo negro, que no se solubilizó mediante la digestión ácida, contiene los elementos siguientes: Cr, Al, Fe, Mg y Ca. Se observa la presencia de magnesio que no se encontró en el residuo del material estabilizado tipo 1 (tabla 19). Es el material, de los tres analizados, que contiene menor cantidad de silicatos, carbonatos y sales solubles. Su pH es básico 8.3 (tabla 23).

En el material 2 estabilizado, los principales óxidos son el Al_2O_3 y el SO_3 que suman el 40 % del peso total del material. Después se encuentran H_2O , CaO y Fe_2O_3 , que suman aproximadamente un tercio del peso total del material. Por último, en orden

descendente, se encuentran el MgO, Cr₂O₃, SiO₂, TiO₂, Na₂O, CO₂, K₂O y MnO. La suma total de óxidos es de 93.61 %, que es el valor menor de las tres muestras, ya que ésta contiene mayor proporción de fosfatos que no fueron cuantificados (tabla 24).

RESULTADOS CUANTITATIVOS DE LA MUESTRA 2 ESTABILIZADA.
tabla 19

	Na	K	Fe	Mn	Ti	Cr	Mg	Al	Ca	SO ₄
	expresado en % (g / 100g)									
Dig. ácida	0.60	0.17	7.9	0.07	0.60	1.86	2.51	8.40	7.46	23
Dig. comp.	X	X	8.7	0.06	0.60	2.80	2.57	10.81	9.00	23
Dif.	-	-	0.80	-	-	0.94	0.06	2.41	1.54	-
%	-	-	9.2	-	-	33.6	2.33	22.3	17.1	-

Dig.=Digestión; comp.=compuesta; nd.=no determinado; Dif.=diferencia entre los dos tipos de digestión, en las concentraciones de cada elemento; X= porcentaje de aumento de cada elemento respecto a la concentración total.

El material de tipo II estabilizado pierde menos agua a 110 °C, 600 °C y 1000 °C que el tipo I; y se observa que no es higroscópico. No obstante, los porcentajes de pérdida se encuentran dentro de los intervalos normales para un material cerámico (Singer, F. tomo 9, Vol 1). La pérdida de peso a 1100 °C presenta el mismo valor que en el caso del material I y, en forma similar, indica que sucede una reacción mediante la cual se pierde material en forma gaseosa en una cantidad mayor a la esperada para materiales cerámicos (Singer, F 1976).

PERDIDA POR CALCINACION MUESTRA 2 ESTABILIZADA
tabla 20

110°C	600°C	1000°C	1100°C
expresado en % (g/100g)			
5.2	8.1	15.6	24.8

3.6.3 Material de tipo III.

El material 3 estabilizado contiene principalmente Al, SO_4^{2-} , Fe, Na y Mg. Como elementos menores se encuentran el Cr, Ti, K y Mn. La cantidad de residuo que no se disolvió mediante la digestión ácida fue mucho menor que en los materiales anteriores y presenta una diferente composición: contiene muy bajas concentraciones de cromo y hierro, y altas de aluminio y calcio. La cantidad de sodio es mayor que en los otros materiales y debe corresponder en su mayor parte a formas insolubles; ya que, este material se lavó durante el proceso de estabilización (tabla 21). Esta muestra contiene comparativamente a las otras mayor cantidad de silicatos, sales solubles y carbonatos; consecuentemente, el pH es más básico, 8.8 (tabla 23).

En el tipo III, la sílice y el óxido de aluminio suman el 44.92 % del peso total del material; el agua y el óxido de calcio suman un 22% aproximadamente y el óxido de hierro III, trióxido de azufre y dióxido de carbono suman aproximadamente el 20%. Los otros óxidos que representan el 6 % del total, son: Na_2O , MgO, K_2O , Cr_2O_3 , TiO_2 y MnO (tabla 24).

RESULTADOS CUANTITATIVOS MATERIAL 3 ESTABILIZADO.
tabla 21

	Na	K	Fe	Mn	Ti	Cr	Mg	Al	Ca	SO ₄
	expresado en % (g / 100g)									
Dig. ácida	3.04	0.47	4.8	0.06	0.70	0.70	1.92	8.42	5.66	7.88
Dig. comp.	X.	X	4.9	0.05	0.71	0.80	1.92	9.66	7.41	7.88
Dif.	-	-	0.10	-	0.01	0.10	-	1.24	1.75	-
‡	-	-	2.0	-	1.4	12.5	-	12.8	23.6	-

Dig=Digestión; comp.=compuesta; X=no determinado; Dif.=diferencia entre los dos tipos de digestión, en las concentraciones de cada elemento; ‡= porcentaje de aumento de cada elemento respecto a la concentración total.

Este material pierde entre 110 °C y 1000 °C, una cantidad de masa similar a la muestra 2 estabilizada, pero la disminución de peso a 1100 °C es menor. En este caso, la pérdida de peso a 600 °C, corresponde principalmente a la descomposición de carbonatos, ya que están presentes en mayor concentración que en las muestras estabilizadas 1 y 2 (tabla 22).

PERDIDA POR CALCINACION MATERIAL 3 ESTABILIZADO
tabla 22

110°C	600°C	1000°C	1100°C
expresado en % (g/100g de muestra seca)			
4.6	10.9	16.7	18.6

3.6.4 Resultados complementarios de las tres muestras.

ANALISIS COMPLEMENTARIOS MUESTRAS ESTABILIZADAS.
tabla 23

	Solubles rel (5/100)	SiO ₂ %	CO ₂ %	Conductividad mmohs/cm	pH
tipo I	0.35	9.30	1.29	3.25	8.7
tipo II	0.16	2.87	0.51	2.69	8.3
tipo III	0.51	26.67	6.10	8.50	8.8

rel (5/100)= relación de 5g de muestra en 100ml. de agua; % concentración expresada en % (g/100 g) de muestra seca; pH y conductividad medidos en la relación de 1:5 (gramos de muestra: por ml. de agua)

COMPOSICION QUIMICA DE LOS MATERIALES
DEL CEMENTERIO
tabla 24

Oxido concentración expresada en %	Tipo I (g/100g de muestra seca)	Tipo II (g/100g de muestra seca)	Tipo III (g/100g de muestra seca)
Na ₂ O	0.40	0.81	4.49
K ₂ O	0.35	0.20	1.21
Fe ₂ O ₃	11.14	12.43	6.99
MnO	0.03	0.09	0.08
TiO ₂	0.32	0.98	1.18
Cr ₂ O ₃	4.15	4.09	1.17
MgO	0.37	4.28	3.20
Al ₂ O ₃	14.24	20.48	18.25
CaO	9.46	12.61	10.37
SO ₃	25.0	19.17	6.57
CO ₂	1.29	0.51	6.10
SiO ₂	9.30	2.87	26.67
H ₂ O	20.91	15.09	10.60
Ox. básicos	23.04	30.93	32.44
Ox. ácidos	9.62	3.85	27.85
Ox. neutros	18.39	24.57	19.42
Ox. totales	96.95	93.61	96.88

Ox. básicos= FeO, MgO, CaO, Na₂O, K₂O, MnO; Ox. neutros= Al₂O₃, Cr₂O₃; Ox. ácidos= SiO₂, TiO₂

IV. DISCUSION Y CONCLUSIONES.

4.1 Discusión de resultados.

Material procedente de la parte alta del cementerio, tipo I

De acuerdo a los resultados obtenidos por difracción y fluorescencia de rayos X e infrarrojo (sec 4.1), los residuos tipo I, antes de su estabilización, contienen principalmente Na_2SO_4 y, en menor cantidad, Na_2CrO_4 , SiO_2 , $\text{Fe}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$, CaTiO_3 y $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (fig 12 y 16). La alta concentración de sulfato de sodio dificulta la interpretación de los difractogramas, ya que los picos secundarios presentan bajas intensidades relativas. Sin embargo, estos resultados son congruentes con los análisis químicos efectuados durante la segunda etapa del proyecto (Villalobos-Peñalosa 1987).

Los residuos tipo I, después de estabilizarse (reducción, neutralización y lavado de los precipitados), presentan la siguiente composición, expresada por orden de magnitud de las concentraciones de los óxidos más importantes: SO_3 , H_2O , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , SiO_2 , Cr_2O_3 , CO_2 . En concentraciones menores del 1%, se determinaron Na_2O , K_2O , MgO , TiO_2 y MnO (tabla 24 y sec 4.2). La suma de los porcentajes de estos compuestos es igual al 96.95%, la diferencia al 100% corresponde a otros óxidos de elementos vestigiales cuyas señales aparecen en la fluorescencia pero no se cuantificaron (fig 17), como es el caso del cobre, zinc, níquel, estroncio y fósforo. Este último elemento debe

estar presente en mayores concentraciones que los otros, ya que se detectó mediante las técnicas de infrarrojo y difracción de rayos X como fosfatos (sec 4.1 y fig 13 y 18). Con base en los resultados obtenidos con las técnicas ya nombradas, las formas químicas más probables de los elementos mayores son: $2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $6\text{Al}(\text{OH})_3$; $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$; $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3^*$; $\text{FeO}(\text{Al}, \text{Cr})_2\text{O}_3$ (cromita); FeOOH ; $\text{Fe}(\text{OH})_2$; $\text{Fe}(\text{OH})(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

El análisis térmico gravimétrico del material estabilizado tipo I y las pérdidas de peso a diferentes temperaturas (fig 1 apéndice 2 y tabla 18), indican pérdida de humedad antes de los 100°C y deshidrataciones entre los 100 y 500°C . Arriba de esta temperatura y hasta los 1000°C no se observan cambios importantes. El análisis de pérdida de peso indica a 1100°C una disminución de peso del 24.8%, valor mucho más alto de lo esperado, por lo que se presume que el material sufre algún tipo de descomposición. Es necesario investigar en el futuro si la pérdida corresponde a aguas de la lattice del $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} = \text{Cr}(\text{OH})_3$ u otros óxidos, o a una formación de SO_2 , derivada de la transformación del sulfato crómico a sulfato de cromo y potasio, o a cromita.

Cuando el material estabilizado que procede de la parte alta, tipo I se calienta a 1100°C (horneado), principalmente se observan los siguiente cambios en los compuestos del cromo: desaparecen las señales en la difracción del $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ y $\text{Cr}(\text{OH})_3^*$, y en cambio se observan las que corresponden a $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$, alfa CaCr_2O_4 (cromita cálcica) y $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$

(ubarovita). Respecto a los cambios de los compuestos de otros elementos, se observa que se forma: CaSO_4 (anhidrita), Fe_2O_3 (hematita), $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (albita); y desaparecen las señales de $2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\text{Ba}(\text{OH})_3$; $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$; FeOOH ; $\text{Fe}(\text{OH})_2$; $\text{Fe}(\text{OH})(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (sec 4.1; tablas 3 y 6 y fig. 14 y 19).

Si el material estabilizado, tipo I se calienta a 1100°C después de haber sido sometido a una presión de aproximadamente 30 L/m^2 , el material se comporta de diferente forma que el horneado sin prensar. Se observan los siguientes cambios: no se forma anhidrita, sino $\text{Ca}_3\text{Al}_6\text{O}_{12} \cdot \text{CaSO}_4$, pero aparecen los picos de la ubarovita, $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$. La cromita formada no es rica en calcio sino en hierro y aluminio $\text{FeO}(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$; no se detecta la albita de alta temperatura, $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ y hay evidencias de la presencia de CaFe_2O_4 (fig 20 y tabla 7). La resistencia mecánica de este material es mayor que el no prensado y en el infrarrojo no desaparecen totalmente las bandas que corresponden al hidroxilo en su forma (M-OH), aunque disminuyen sus intensidades (sec. 4.1, fig 15 y tabla 3).

Durante este estudio se observó que, para lograr una reducción del cromo total durante la estabilización, y que no queden residuos de sulfato de sodio soluble, ya que es una sustancia que produce fragilidad en los ladrillos, se requiere aumentar la proporción de agua de lavado, respecto a la señalada en el informe de la tercera etapa del proyecto de Cromatos (sec.2.1). Además, para que este material -que procede de la

parte alta de cementerio y que es el más rico en cromo hexavalente-, se reduzca totalmente en 10 minutos, tiempo fijado en la tercera etapa del proyecto para la reacción (sec.2.1), el pH debe ser menor de 3. En caso de que no se logre esa acidez, se tiene que aumentar el tiempo de contacto.

Si las condiciones son las adecuadas, el proceso de estabilización logra la reducción del cromo hexavalente a trivalente y su posterior precipitación. No obstante, a pesar de que los compuestos formados son insolubles, en un caso extremo pueden disponibilizarse, ya que estas especies $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, se disuelven en medio ácido. En cambio los vestigios de cromita que también están presentes en este material y que provienen de desechos de los hornos de oxidación son prácticamente inertes, $\text{FeO}(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$.

La gran concentración de sulfato de calcio presente en el material tipo I, no permite utilizarlo directamente para la fabricación de ladrillos, es necesario mezclarlo con materiales ricos en arcillas.

Material procedente de la parte baja del cementerio, tipo II

Los residuos de la parte baja del cementerio tipo II, sin estabilizar, presentan diversas señales de intensidad similar en la difracción de rayos X (fig 25, tabla 9, sec.4.1), que corresponden principalmente a: Na_2SO_4 , $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})$ (illita), Al_2O_3 , $\text{Al}(\text{OH})_3$, MgFe_2O_4 , $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeOHSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y fosfatos básicos del

tipo de $\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{PO}_4)_2(\text{OH}) \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$. En el infrarrojo aparecen las bandas correspondientes a la vibración del hidroxilo como $\text{M}-\text{OH}$, se observan el agua de cristalización, los carbonatos, fosfatos y silicatos; y aparecen débiles señales de cromatos y sulfatos (fig 21 y tabla 8). En la fluorescencia se observan todos los elementos que conforman a las especies ya señaladas y además los picos que corresponden a Ni, Sr, Cl, Cu y Zn. Estos resultados coinciden satisfactoriamente con los análisis realizados por Villalobos-Peñalosa (1987), que indican la baja concentración de sales solubles de sodio y cromo (VI); la presencia de compuestos de cromo (III), hierro (III) y aluminio; y carbonatos de calcio; y la existencia de elementos metálicos vestigiales, como el níquel.

Los residuos tipo II una vez estabilizados (reducción, neutralización y lavado de los precipitados), presentan la siguiente composición, expresada por orden de magnitud de las concentraciones de los respectivos óxidos: Al_2O_3 , SO_3 , H_2O , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Cr_2O_3 , SiO_2 . En concentraciones menores del 1 %, se determinaron TiO_2 , Na_2O , CO_2 , Na_2O , K_2O y MnO (tabla 24 y sec. 4.2). La suma de los porcentajes de estos compuestos es del 93.61 %. El resto del porcentaje corresponde a otros óxidos de elementos vestigiales que no se cuantificaron como rubidio, cobre, zinc, níquel, estroncio y compuestos del fósforo. Este último, al igual que en los residuos del tipo I, debe estar presente en concentraciones mayores que los otros, ya que se observa en el infrarrojo, la fluorescencia y la difracción la

presencia de fosfatos (sec.4.1, fig. 22, 26 y 27 y tablas 10 y 8).

Con base en los resultados obtenidos las formas químicas más probables de los elementos mayores son: $2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\text{Ba}(\text{OH})_3$; $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; Al_2O_3 ; $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$; $\text{FeO}(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$ (cromita); $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; Cr_3O_4 ; FeOOH ; Fe_2O_3 ; MgFe_2O_4 ; $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{OH})(\text{SO}_4) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{O}_7(\text{CO}_3)_2$.

El análisis térmico gravimétrico del material estabilizado tipo II, indica pérdida de humedad antes de 100°C y se observan a mayores temperaturas reacciones de deshidratación, con un marcado cambio en la pendiente en los 479.23°C . Arriba de esta temperatura y hasta los 900°C no se observan cambios importantes (fig 2 apéndice 2). A 1100°C , se observa una pérdida de masa igual a la de la muestra 1 estabilizada, y que es mayor a la corresponde a materiales cerámicos tradicionales (tabla 20).

Cuando el material estabilizado tipo II, que procede de la parte baja, se calienta a 1100°C (horneado), se identifican los siguientes compuestos del cromo: $\text{FeO}(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$ (cromita), alfa CaCr_2O_4 (cromita cálcica) y $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$ (ubarovita); desaparecen las señales en la difracción del $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$, $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y Cr_3O_4 . Respecto a los cambios de los compuestos de otros elementos, se puede decir que se forma: CaSO_4 (anhidrita), $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ (hematita), $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (albita) y $\text{Ca}(\text{AlO}_2)_2$; desaparecen las señales de $2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\text{Ba}(\text{OH})_3$; $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; FeOOH ; $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{OH})(\text{SO}_4) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{O}_7(\text{CO}_3)_2$. Los compuestos que no

cambian con la temperatura son $MgFe_2O_4$, $MgAl_2Ti_3O$. El infrarrojo indica la presencia de fosfatos, silicatos y sulfatos (figs 23, 28 y tablas 8, 11).

Si el material estabilizado, tipo II se calienta a $1100^{\circ}C$ después de prensarse, se observan pocas diferencias con el material horneado sin presión: se forma $CaO \cdot Al_2O_3$, se deshidrata la magnesiocromita $MgCr_2O_4$ y aparece la señal de $CaFe_2O_4$ (fig 29 y tabla 12). Al igual que el material tipo I, la resistencia mecánica de este material prensado tipo II es mayor que el no prensado (sec. 4.1, fig 24 y tabla 8).

Durante la estabilización de este material, que originalmente contenía mucho menor cantidad de Cr hexavalente que el tipo I, se observó que no es necesario aumentar la cantidad del agua de la reacción y el control del pH no es tan importante.

Como en el caso del material I si las condiciones son las apropiadas durante el proceso de estabilización se logra la reducción del cromo hexavalente a trivalente y su posterior precipitación. El $KCr(SO_4)_2$, se disuelve en un medio ácido, pero las cantidades presentes son muy pequeñas, la mayoría del cromo se encuentra como cromitas que provienen de los desechos de los hornos de oxidación y que prácticamente se pueden considerar inertes: $FeO(Al,Cr)_2O_3$; $MgCr_2O_4 \cdot 7H_2O$ y Cr_3O_4 .

Este desecho ya estabilizado puede utilizarse directamente en la fabricación de ladrillos, sin embargo si se mezcla con materiales ricos en silicio puede mejorar su calidad.

Material procedente de una mezcla compuesta del cementerio.

Los residuos del tipo III, de los cuales no se tienen muestras originales (sec. 4.1), una vez estabilizados presentan la siguiente composición, expresada por orden de magnitud de las concentraciones de los respectivos óxidos: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , H_2O , Fe_2O_3 , SO_3 , CO_2 . En concentraciones menores del 5%, se determinaron Na_2O , MgO , K_2O , Cr_2O_3 , TiO_2 y MnO (tabla 24 y sec. 4.2). La suma de los porcentajes de estos compuestos es del 96.88 %, la diferencia corresponde a otros óxidos de elementos vestigiales que no se cuantificaron como rubidio, cobre, zinc, y níquel, pero cuya presencia se confirmó por fluorescencia de rayos X (sec 4.1, fig 30).

Con base en los resultados obtenidos con las técnicas de difracción de rayos X, las formas químicas más probables de los elementos mayores son: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $3\text{Al}(\text{OH})_3$; $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; FeOOH ; $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{O}_7(\text{CO}_3)_2$; $\text{Ca}_3\text{Al}_{10}\text{O}_{18}$; $\text{CaAl}_2\text{Si}_6\text{O}_{16} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; KAlSi_2O_8 ; $0.33\text{NaAlSi}_2\text{O}_8$. $0.66\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (labradorita); $\text{Mg}_4\text{Al}_{10}\text{Si}_2\text{O}_{23}$; $\text{Fe}(\text{OH})_2$; (Ca, Mg, Al) $(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. El infrarrojo indica la presencia silicatos, carbonatos, agua de cristalización ($\text{H}-\text{OH}$), hidroxilo como ($\text{M}-\text{OH}$), posibles fosfatos y sulfatos (sec 4.1; figs 31 y 34; tablas 13 y 14).

En el análisis térmico gravimétrico del material estabilizado tipo III, se observan a los 145.7°C una reacción de deshidratación y un marcado cambio en la pendiente en los 456.4°C . También arriba de esta temperatura a los 710.8°C se observan cambios que corresponden a la descomposición de

carbonatos y deshidrataciones (fig 3 apéndice 2). Este material a 1100 °C pierde menor cantidad de peso que los dos anteriores materiales. Este material no contiene hidróxidos crómicos ni sulfatos de cromo, por lo que esta pérdida de peso puede relacionarse con la transformación de estos compuestos (sec 4.2, tabla 22).

Cuando el material estabilizado tipo III se calienta a 1100 °C (horneado), se observa que el cromo se encuentra como $\text{Ca}_3\text{Cr}_2(\text{SiO}_4)_3$ (ubarovita) y MgCr_2O_4 ; y aparecen las señales de CaSO_4 (anhidrita), Fe_2O_3 (hematita), $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ (albita); $0.7\text{NaAlSi}_2\text{O}_8$. $0.36\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (pagioclasa); $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$; $\text{Fe}_2\text{MgTi}_3\text{O}_{10}$; FeMgAlSiO y MgFe_2O_4 . desaparecen las señales de: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{Al}(\text{OH})_3$; $\text{MgCr}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; FeOOH ; $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{O}_7(\text{CO}_3)_2$; $\text{Ca}_3\text{Al}_{10}\text{O}_{18}$; $\text{CaAl}_2\text{Si}_6\text{O}_{16} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; KAlSi_2O_8 ; $0.33\text{NaAlSi}_2\text{O}_8$. $0.66\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (labradorita); $\text{Mg}_4\text{Al}_{10}\text{Si}_2\text{O}_{23}$; $\text{Fe}(\text{OH})_2$; $(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Al}) (\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (sec 4.1, fig 35 y tabla 15).

Si el material estabilizado, tipo III se calienta a 1100°C después de prensarse, se observan las siguientes diferencias con relación al material horneado sin presión: no se forman ni la CaSO_4 (anhidrita), ni el $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$ y $\text{Fe}_2\text{MgTi}_3\text{O}_{10}$; no desaparecen las señales de la hematita, la albita, la plagioclasa, FeMgAlSiO y MgFe_2O_4 . Se determinó un compuesto diferente, la bitonita de fórmula $0.23\text{NaAlSi}_2\text{O}_8$. $0.77\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$. En el infrarrojo no se observan diferencias apreciables entre estos materiales (sec 4.1, figs. 33, 36; tabla 13, 16).

El material tipo III se sinteriza, por lo tanto adquiere una superficie vítrea y, al igual los materiales tipo I y II, cuando se prensa adquiere mayor resistencia mecánica, pero pierde su forma original. A diferencia de las otras muestras, este material presenta un alto contenido de carbonatos y sílice, y contiene menor cantidad de cromo (tabla 24). Esta composición indica que está formado, en su mayor parte, por tepetate y suelos originales de la región y contiene poco residuos de la planta industrial.

4.2 Conclusiones.

- El material del cementerio es heterogéneo y, con base en su composición y origen, se puede clasificar en tres prototipos como informó Villobos-Peñalosa (1987): el procedente de las tinajas de lavado (tipo I, salino, rico en sulfato de sodio y contiene cromato de sodio); el que se originó en los hornos (tipo II, contiene vestigios de cromita y es rico en aluminio y hierro) y el material formado por tepetate y suelo de la región, (tipo III, contiene arcillas, feldespatos, sílice y carbonatos). Los diferentes materiales analizados corresponden a las mezclas de estos tres tipos, en que predomina uno de ellos.
- Respecto al proceso de estabilización se puede concluir que durante la reducción, es determinante controlar el pH; durante la etapa de lavado, el volumen de agua; y durante la neutralización, la cantidad añadida de base y el tiempo de reacción. Especialmente resultan esenciales estos controles

para el tratamiento de los residuos tipo I, que contienen cromatos y sulfatos solubles, ya que si no se logra disminuir el pH lo suficiente, la reducción del cromo hexavalente no es total. Además, si no se utiliza la suficiente agua para el lavado, el material estabilizado conserva parte de las sales solubles que posteriormente se pueden lixiviar. En el caso de utilizar este material para fabricar ladrillos, la presencia de un exceso de sulfato de sodio o de calcio disminuirán considerablemente la calidad del producto.

- De acuerdo a los resultados de este estudio, antes de implantar la planta piloto para la estabilización de los residuos, se deben revisar las condiciones de reacción que se recomiendan en la tercera etapa del proyecto de cromatos (sec 2.1), en lo referente a los puntos señalados en el párrafo anterior.
- El proceso de estabilización transforma el cromo (VI) en sulfato de cromo (III) $-\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3-$, que es una sal insoluble. Sin embargo, este compuesto se puede disolver en un medio ácido o fuertemente básico, o a través del tiempo hidratarse y convertirse en una sal soluble. Por lo tanto, en caso de que el material estabilizado no sea utilizado para fabricar ladrillos, debe confinarse adecuadamente (un medio de baja humedad y sin cambios de pH).
- En caso de que se use el material estabilizado para la fabricación de ladrillos, no se puede neutralizar con carbonato de calcio, ya que este compuesto es un fundente y produce un

material hinchado y sin forma. Se recomienda utilizar óxido de calcio.

- Cuando el material estabilizado no se prensa y se somete a 1100 °C (horneado), el sulfato de cromo se transforma básicamente en: cromitas, ubarovita y sulfato doble de cromo y potasio $KCr(SO_4)_2$. Cuando se prensa, en diversas espinelas de cromo y no se forma el sulfato doble. Por lo tanto, conviene prensar el material, ya que, estas espinelas son prácticamente inertes por lo que se asegura que el cromo no pueda disponibilizarse. Además, el prensado le confiere las propiedades de resistencia y forma adecuadas, ya que el material no presenta plasticidad.
- No es recomendable usar cada tipo de material estabilizado para fabricar ladrillos, es muy conveniente mezclarlos ya que el tipo I no adquiere la resistencia adecuada por el exceso de sulfato de calcio; el tipo II, a pesar de que presenta mayor resistencia y no pierde su forma -ambas propiedades que lo hacen apto para utilizarlo directamente-, no contiene la cantidad adecuada de sílice para formar los aluminosilicatos necesarios y, finalmente, el tipo III -por su alta concentración en carbonatos- funde perdiendo su forma. No obstante la mezcla de estos tres tipos de material resulta muy adecuada para producir ladrillos, ya que la cantidad de sulfatos y carbonatos de calcio proporcionalmente disminuye y aumenta la de sílice y aluminio. Además se debe considerar que con la mezcla se asegura una calidad homogénea del producto.

- Los ladrillos que se pueden obtener son ricos en aluminio y hierro; con bajas concentraciones de cromo. Con base en su composición no se pueden clasificar en los tipos informados en la literatura. Los ladrillos resultan de una calidad muy adecuada para construcción, especialmente en acabados.
- Conviene completar este estudio con una investigación sobre los productos que se pueden obtener con diversas mezclas y a diferentes temperaturas, pues los resultados indican que se podrían producir ladrillos semirrefractarios de alta calidad.
- El proceso de estabilización de cromatos con la consecuente producción de ladrillos, conforma un perfecto ejemplo de tecnología ambiental. A partir de dos residuos industriales peligrosos se obtienen dos productos útiles (sulfato de sodio y ladrillos) y ningún desecho. Además el proceso no requiere de materias primas, a excepción de la cal (CaO) que es de bajo costo. Únicamente se tiene que contar con un evaporador para precipitar el sulfato de sodio. A pesar de que es un método de aplicación muy local, es posible que esta solución o una parecida pudiera ser viable para otras zonas contaminadas con cromo hexavalente de México.
- Finalmente, este estudio además de estudiar la transformación del cromo hexavalente en formas inertes, durante el proceso de estabilización y horneado, establece métodos para caracterizar residuos sólidos industriales de composición muy diferente a los materiales presentes en la naturaleza, por lo que conforma una contribución importante al limitado acervo de información

internacional que existe al respecto. De acuerdo a las dificultades encontradas durante los análisis se considera importante establecer nuevos métodos para solubilizar las muestras para cuantificar la sílice y para concentrar los compuestos presentes en cantidades vestigiales, sin alterar la composición original.

APENDICE 1

Reactivos y equipo.

Reactivos:

HNO₃ al 70%, HClO₄ concentrado, HF concentrado, HCl 6 M., NaCO₃, etanol, bromuro de potasio grado analítico, soluciones patrón marca Sigma de Cr, Al, Fe, Ti, Ca, Mg y Mn. Solución de goma de acacia al 0.25% (masa/volumen). Cristales de BaCl₂.2H₂O de diámetro entre 0.2-0.6mm. Solución amortiguadora de ácido acético-acetato de sodio a pH=4.5. Solución patrón de CaSO₄ de 100 ppm de S.

Equipo:

Philips Difractómetro PW1050/25 y Espectrómetro PW1410/00 Instituto de Geología. Espectrofotómetro de I.R Perkin-Elmer oficinas de Perkin-Elmer. Espectrofotómetro de absorción atómica, Varian modelo 1475 Edificio D de la Fac. de Química. Fotómetro de flama Corning modelo 400 Instituto de Geografía. Espectrofotómetro UV visible Zeiss West Germany modelo PM2K Instituto de Geografía.

Descripción de técnicas y métodos.

- Porcentaje de sustancias solubles (relación 5:100 sólido:agua).

Se mezclan 5 g de cada muestra compuesta con 100 mL de agua destilada y se agita mecánicamente a velocidad media durante 30

minutos. Posteriormente, la suspensión se deja reposar y se filtra utilizando papel Whatman 541. La solución se evapora en un crisol de porcelana de peso constante, se determina el peso después de la evaporación y los solubles se calculan por diferencia. Finalmente se informa el porcentaje, - peso de las sales respecto a 100 g de peso seco del material.

- **Pérdida de peso a diferentes temperaturas (Hesse P.R., 1971).**

Se tomaron 5 g de material secado al aire, se colocaron en un crisol de platino y se introdujo en un horno, calentando a 110 °C durante 1 hora. Se dejó enfriar en un desecador y se pesó (peso seco); la pérdida se expresó como la diferencia entre el peso de la muestra secada al aire y el peso a 110 °C respecto a este último. El procedimiento se repitió a 600 °C, a 1000 °C y a 1100 °C introduciendo el crisol con la muestra en una mufla. El análisis de pérdida por calcinación se realizó a las temperaturas que recomienda Singer, F (1976, tomo 10, Vol 2) . La temperatura de 1100⁰C se estudió con el fin de observar si el material era apto para ladrillo semi refractario.

- **Conductividad eléctrica y pH (relación 1:5 sólido-agua) (relación 1:20 sólido-agua) (Ortiz L, p. 71).**

Se prepara una suspensión de 5 gramos de material sólido con 100 mL de agua destilada y se agita durante 30 minutos. Adicionalmente se prepara otra suspensión con 10 gramos de material sólido y 50 mL de agua destilada que se agita durante 1 hora. El pH se mide independientemente en cada suspensión,

utilizando un potenciómetro Conductronic pH 20 con electrodo Sargent-Welch No.

La conductividad se mide en los filtrados de ambas suspensiones en un conductímetro Cole-Parmer modelo 1481-100.

- Digestión ácida. (Hesse P.R. p 376. , Black C.A. p 1019-21)

Reactivos: HNO_3 al 70%, HClO_4 concentrado, HF concentrado, HCl 6 M.

Se pesan 0.5 g de muestra sólida y se colocan en un crisol de platino. Se agrega 3 mL de HNO_3 al 70 % y 1 mL de HClO_4 , posteriormente el crisol se calienta sobre una plancha hasta que aparecen los vapores blancos de ácido perclórico. Después se agregan 5 mL de HF al 48 % y se coloca el crisol en un baño de arena a $200-225^\circ\text{C}$, se tapa aproximadamente tres cuartas partes de la boca del crisol y se deja evaporar casi a sequedad. Se enfría y se agregan 2 mL de H_2O y unas gotas de HClO_4 , se coloca de nuevo en el baño de arena para evaporar casi a sequedad. Posteriormente se enfría, se agregan 5 mL de HCl 6 M y 5 mL de agua y se vuelve a calentar suavemente sobre la plancha hasta disolución total. En caso de que en esta etapa se observen residuos se complementa el procedimiento, evaporando la muestra líquida casi a sequedad, posteriormente se le agrega 5 mL de HF y 0.5 de HClO_4 y se vuelve a calentar en la plancha hasta evaporar casi a sequedad. La muestra disuelta se afora a 25 mL y se guarda en un frasco de polietileno.

- Digestión compuesta. 1º Digestión ácida. (Hesse P.R. 1971 p 376, Black C.A. p. 1019-21).

2º Fusión alcalina. (Black C.A. p. 952-8, Hesse P.R. 1971 p. 377, Obregon P.A. 1973 p. 15-26).

Reactivos: HNO_3 al 70 %, HClO_4 concentrado, HF concentrado, HCl 6 M, NaCO_3 , etanol.

Este tipo de digestión combinada se aplica a materiales que no se solubilizan totalmente mediante un ataque ácido. En primer término, se trata a la muestra como se indica en el párrafo anterior y una vez terminada la digestión ácida, se vierte la solución en un matraz aforado de 50 mL teniendo cuidado de que el residuo sólido no se pierda y quede dentro del crisol; el material húmedo del crisol se evapora a sequedad y se procede a realizar la fusión alcalina. Es importante llevar a cabo preliminarmente el ataque ácido, ya que durante este proceso se solubilizan la mayor parte de los compuestos de hierro, elemento que forma aleaciones con el platino del crisol.

Se adiciona al crisol una cantidad de Na_2CO_3 equivalente a siete veces el peso del residuo, cuidando de que el carbonato cubra perfectamente la muestra. El crisol, cuya boca se tapa parcialmente (3/4) con una cubierta de platino, para permitir la entrada de oxígeno, se introduce en una mufla y se calienta lentamente hasta alcanzar una temperatura de 1100 a 1200⁰C. Para asegurar una fusión completa, es importante procurar la formación de una capa de material fundido en las paredes, para lo cual se debe mover el crisol ocasionalmente durante el calentamiento y una vez que se observa que todo el material fluye, se debe sacar

de la mufla y dejar enfriar, moviendo continuamente el recipiente con el fin de formar una capa delgada alrededor del crisol, evitando que la masa sólida quede en el fondo. Posteriormente, el crisol se calienta superficialmente con flama suave en un mechero Bunsen, se enfría ligeramente y, con rapidez, se introduce en agua fría para que se desprenda el material pegado en las paredes del crisol.

Se agrega agua destilada hasta cubrir el sólido y se calienta agitando con flama suave, se vierte el contenido en un vaso de precipitados. El sólido residual se trata con 1 mL de etanol y 5 mL de ácido clorhídrico 5-6 M, se calienta ligeramente, se lava y se adiciona al vaso de precipitados que contiene el resto del material. Se evapora a sequedad en baño maría, se seca a 80-90⁰C, se enfría y se agregan 5 mL de HCl conc. y 20 mL de H₂O hirviendo. Se calienta el vaso de precipitado en baño maría durante 10 min. La solución obtenida se adiciona al digerido anterior y se afora a 50 mL

- Digestión para determinación de sílice. Método modificado (Hesse P.R. 1971 p.364,367-8,377-8).

Reactivos: HNO₃ al 70% , HClO₄ concentrado, HF concentrado, HCl concentrado.

Se pesa 1g. de muestra seca en un crisol de platino y se humedece con unas gotas de agua destilada, se agregan 6 mL de HNO₃ al 70% y 2 mL de HClO₄. Se calienta sobre un baño de arena y se tapa parcialmente el crisol para evitar pérdidas, se evapora hasta aparición de vapores blancos del ácido perclórico, se agrega

adicionalmente 1 mL más de ácido perclórico al 60% y se calienta por espacio de 15 min. para deshidratar a la sílice y que no se solubilice. El material no debe quedar completamente seco ya que esto entorpece la perfecta separación de la sílice. Se agregan 25 mL de agua caliente y unas gotas de ácido clorhídrico concentrado, se calienta ligeramente y se filtra la solución con un papel Whatman 41.

El papel filtro que contienen la sílice, se lava con agua caliente para eliminar los vestigios de ácido. Se seca y se calcina a 900 °C durante una hora o hasta que se logre un peso constante. Este valor es el que se informa como sílice cruda. Al material calcinado se le agrega 1 mL de HClO₄ y 5 mL de HF concentrado y se calienta a 220°C con el crisol parcialmente tapado y en un baño de arena. Se evapora a sequedad y se agregan 2 o 3 gotas de ácido perclórico y 1 mL de HF para asegurar toda la evaporación de la sílice contenida en la muestra. Se deja enfriar y se calcina a peso constante; se pesa y la pérdida de masa se informa como sílice pura.

- **Análisis de Rayos X (Comunicación personal con el Ing. Rufino Lozano, Instituto de Geología, UNAM).**

Equipo: Philips Difractómetro PW1050/25 y Espectrómetro PW1410/00.

Para realizar la Fluorescencia y Difracción de rayos X, fue necesario moler la muestra lo más finamente posible (100 mesh), para lo cual se utilizó un mortero de ágata. Posteriormente se prepararon las pastillas aplicando presión y utilizando celulosa

VII

como aglutinante. Finalmente se corrieron las muestras en porta muestras de aluminio en el equipo de rayos X ya señalado. En este trabajo se determinaron elementos pesados y ligeros a 30 mA y 40 Kv. Los análisis de difracción se corrieron en la mayoría de los casos a 20 mA y 40 Kv.

- **Análisis por Espectroscopia infrarrojo.** (Conley T.R. 1979, Gadsden J.A. 1975).

Equipo: espectrofotómetro de I.R PerKin-Elmer.

Reactivos: bromuro de potasio grado analítico.

Para analizar las muestras por infrarrojo se requiere una muestra finamente molida, que se obtuvo mediante un mortero de ágata. El polvo se mezcló con bromuro de potasio y se comprimió para preparar la pastilla. Los espectros se obtuvieron en el intervalo de 350 a 4000 nm.

- **Determinación de metales por Absorción Atómica** (Varian 1979, Perkin-Elmer 1977, Parker C.R. 1972, Taylor, J.K. 1987).

Equipo: espectrofotómetro de absorción atómica, Varian modelo 1475.

Reactivos: soluciones patrón marca Sigma.

Se cuantificaron Cr, Al, Ti, Ca, Mg, Mn y Fe en las condiciones recomendadas por el manual. Después de cada lectura se ajustaba el cero y cada cinco muestras se leía la curva patrón. Todos los elementos, con excepción del titanio, se determinaron en el intervalo entre el límite de linealidad y el límite de cuantificación (10 veces el límite de detección). A esta

VIII

concentración, la confianza relativa en el valor medido es de $\pm 30\%$ a un nivel de probabilidad del 95%.

Las interferencias por ionización se eliminaron añadiendo, tanto a la curva patrón como al problema 2000 ppm de K^+ , ya que este elemento se ioniza preferencialmente al que se está analizando. Los elementos que presentan este tipo de interferencia fueron el Al, Ca y Mg. Además se utilizó flama de óxido nitroso-acetileno para leer elementos que son difíciles de atomizar ya que sus compuestos son refractarios y tienden a no disociaciarse con facilidad, como son el Ca, Al y Ti.

No se presentaron interferencias de matriz ya que las muestras se diluyeron hasta en una relación de 1/500.

- Determinación de Na y K por flamometría. (Ortiz M.L. 1986 p 76-85).

Equipo: Fotómetro de flama Corning modelo 400.

Se obtuvo el promedio de 4 lecturas para construir la curva patrón. De cada muestra problema se promediaron tres lecturas. Después de cada lectura se ajustaba el cero, cada 10 problemas se leía la curva patrón y también al término del análisis.

- Determinación de sulfatos por turbidimetría. (José N.M.C. 1987 pl39-145).

Equipo: Espectrofotómetro UV visible Zeiss West Germany modelo PM2K.

Reactivos: Solución de goma de acacia al 0.25% (masa/volumen).
Cristales de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ de diámetro entre 0.2-0.6mm. Solución

IX

amortiguadora de ácido acético-acetato de sodio a pH=4.5.
Solución patrón de CaSO_4 de 100 ppm de S.

Se prepara una curva de calibración con concentraciones de 1,5,10,20,40 y 60 ppm de azufre a partir de la solución madre de 100 ppm. Se toma una alícuota de 20 mL de cada una de las soluciones patrón y se ponen en matraces aforados de 25 mL. Se agrega 1 g de BaCl_2 (cristales de diámetro de 0.2 a 0.6 mm). Se agita durante un minuto, se adicionan 2 mL de goma de acacia 0.25% y se afora a 25 mL con agua destilada. Se agita durante un minuto y se toma la lectura en el espectrofotómetro UV visible a 460 nm. Para la lectura de los sulfatos disponibles se toman alícuotas de 10 mL o menores, dependiendo de la concentración del elemento a cuantificar en la muestra. Para los sulfatos totales se la muestra se diluye hasta que la lectura se ubique en el intervalo lineal de la curva de calibración. Se sigue el mismo procedimiento que para la curva patrón. Las diluciones se preparan con solución Morgan (solución amortiguadora a pH 4.5 de ácido acético-acetato de sodio) ya que ésta estabiliza el pH en el valor que evita las interferencias.

En este apéndice se presentan todas las tablas que contienen las señales de difracción de rayos X para los materiales estudiados donde se incluyen los valores experimentales y los valores teóricos asignados a estos. De tal forma que las señales experimentales queden asignadas a un compuesto o a varios en su caso. Los valores teóricos se tomaron del archivo "Inorganic Index to de Powder Difracción File" donde se encuentran las tarjetas de cada compuesto reportado en el libro de igual nombre de 1968.

En la parte final de este apéndice se incluyen los diagramas del análisis térmico gravimétrico realizado en la Facultad de Química por la Mtra. Margarita Portilla.

Difracción de Rayos-X muestra 1 original

Prom.	Tenardita Na ₂ SO ₄ (5-631)	chromato Na ₂ CrO ₄ (1-927)	Cromita FeO(Al, Cr) ₂ O ₃ (1-1129)	K-Al ₂ O ₃ (4-878)	CaTiO ₃ (9-365)
1.36		1.37		1.35	1.36
1.38	1.38			1.40	
1.43	1.43	1.42		1.44	1.42
1.46	1.46	1.47	1.46	1.46	
1.49	1.49	1.5		1.50	
1.51	1.51				
1.53	1.54				1.55
1.55	1.55			1.55	1.56
1.59	1.59		1.58		
1.6	1.6	1.62			
1.66	1.66	1.65	1.67	1.65	1.67
1.68	1.68	1.68			
1.73				1.76	1.74
1.79	1.8	1.79			
1.84	1.84			1.84	1.85
1.86	1.86				
1.89	1.89			1.88	1.91
1.92	1.92	1.94			
2.02		2.03	2.05	2.00	2.04
2.21	2.21			2.18	2.21
2.33	2.33			2.34	2.31
2.46		2.48	2.48	2.43	
2.51					
2.57				2.59	2.56
2.65	2.64				
2.69		2.73		2.72	
2.79	2.78			2.81	2.7
2.88		2.91	2.91		
3.08	3.08			3.06	
3.18	3.18				
3.35					
3.82	3.84	3.88			3.82
4.09		4.09			
4.25				4.20	
4.67	4.66		4.76		
Puntos claves del material	2.78 4.66 3.18	2.91 2.73 4.09	2.48 1.46 1.58 4.82	1.40 2.59 2.13 6.20	1.56 1.91 2.7

Difracción de Rayos-X muestra 1 original (cont.)

Prom.	d SiO ₂ (5-49)	SiO ₂ (15-26)	Almandita Fe ₃ Al ₂ (SiO ₄) ₃ (9-427)	Montmorillonite Al ₂ O ₃ , 4SiO ₂ , H ₂ O, nH ₂ O (3-16)
1.36 1.38 1.43 1.46 1.49	1.38		1.44	1.49
1.51 1.53 1.55 1.59 1.6	1.54		1.54 1.59 1.60	
1.66 1.68 1.73 1.79 1.84	1.82		1.66	1.65 1.79 1.83
1.86 1.89 1.92 2.02 2.21		1.87 1.93	1.87 2.04	2.01
2.33 2.46 2.51 2.57 2.65	2.46	2.49	2.35 2.57	2.33 2.51
2.69 2.79 2.88 3.08 3.18		2.84	2.87 3.14	2.80 3.09
3.35 3.62 4.09 4.25 4.67	3.34 4.26	4.05	3.34 4.04 4.20	3.32 4.26
Puntos clave del material			2.57 1.56 2.87 4.04	2.51 4.41 3.09 14

Dif.A	Dif.B	2CaSO ₄ H ₂ O (14-453)	Cr ₂ (SO ₄) ₃ (18-393)	Cr(OH) ₃ (16-817)	βAl(OH) ₃ (15-136)	CaSi ₂ O ₇ (Ca ₂) ₂ (13-416)
-	1.26	1.26				
-	1.29	1.30				
-	1.43		1.41			
-	1.47		1.45	1.46	1.46	
-	1.54		1.55	1.53	1.55	
1.66	1.65	1.66	1.65		1.64	
1.68	1.68	1.69	1.68	1.67		
1.72	1.72	1.73	1.74	1.73	1.72	
-	1.77		1.77			
1.81	1.81			1.79		1.80
1.84	1.83	1.84	1.83			1.90
1.90	1.90	1.90	1.90			1.91
1.91	1.91		1.91			2.10
2.10	2.10					2.10
2.12	2.12	2.11				2.11
-	2.17			2.15	2.18	
-	2.20				2.22	
2.26	2.25		2.23			2.24
2.32	2.32	2.33		2.32		
-	2.35		2.34			2.35
-	2.37				2.36	
-	2.39		2.39			
2.44	2.44			2.44		
-	2.50				2.47	2.50
-	2.58					
-	2.65		2.64			
2.70	2.69	2.70			2.70	
2.71	2.72	2.71	2.71			
2.78	2.78	2.80				
2.83	2.81					2.80
-	2.91					2.89
2.99	2.98	3.01	2.95			2.98
3.03	3.04					3.01
3.11						3.10
3.18	3.19				3.20	3.19
-	3.24					
-	3.30					
3.35	3.33			3.34		3.33
3.45	3.42	3.46				3.45
3.53	3.53		3.54			3.53
3.60	-					
3.66	-					3.67
-	3.69					
-	3.75					
-	4.01					
4.05	4.05		4.04			
-	4.09					
4.25	4.25					
4.31	-		4.31			
-	4.41				4.38	
-	4.50					
-	4.60			4.58		
-	4.85			4.87		
-	4.90					
-	5.04					
-	5.24					
-	5.87					
5.94	6.07	6.01	5.91			5.99
-	6.47					
7.49	7.49					7.33
Puntos Claves del Material		3.00 6.01 2.80 6.01	5.91 3.54 2.71	4.48 4.87 3.34 4.87	4.38 2.92 1.72 4.75	3.01 1.90 3.10 7.33

Difracción de rayos X muestra I estabilizada. (cont.)

Dif.A	Dif.B	Al ₂ O ₃ , 4S102, 3.5100 (12-756)	Al ₂ O ₃ 4S102.H ₂ O nH ₂ O (3-16)	βFeOOH (13-157)	δFeOOH (13-87)	Fe ₃ Al ₂ (9-427)
-1.26		1.24	1.28	1.27	1.26	1.28
-	1.29		1.43	1.43		1.44
-	1.43		1.47	1.48	1.47	1.54
-	1.54					
1.66	1.65		1.65	1.64		1.66
1.68	1.68				1.69	
1.72	1.72			1.72		
-	1.77	1.79		1.75		
1.81	1.81					
1.84	1.83	1.83	1.83	1.85		1.86
1.90	1.90					
1.91	1.91					
2.10	2.10			2.09		2.10
2.12	2.12					
-	2.17	2.15				
-	2.20					
2.26	2.25			2.28	2.26	2.26
2.32	2.32	2.33	2.33			
-	2.35			2.34		2.35
-	2.37					
-	2.39					
2.44	2.44					2.44
-	2.50		2.51			
-	2.58			2.54	2.55	2.57
-	2.65			2.62		
2.70	2.69					
2.71	2.72					
2.78	2.78					
2.83	2.81		2.80			
-	2.91					2.87
2.99	2.98					
3.03	3.04					
3.11	-					
3.18	3.19	3.09	3.09			
-	3.24					
-	3.30			3.31		
3.35	3.33	3.32				
3.45	3.42					
3.53	3.53					
3.60	-					
3.66	-					
-	3.69			3.70		
-	3.75					
-	4.01					
4.05	4.05					4.04
-	4.09					
4.25	4.25		4.26			
4.31	-		4.41			
-	4.41					
-	4.50					
-	4.60				4.61	
-	4.85					
-	4.90					
-	5.04		5.00			
-	5.24			5.25		
-	5.87					
5.94	6.07					
-	6.47					
7.49	7.49			7.40		
Puntos Claves del Material			14.0 4.41 2.51 14.0	7.40 3.31 1.64 7.40	2.55 2.26 1.69 4.61	

Difracción de rayos X muestra I estabilizada. (cont.)

Dif.A	Dif.B	α SiO ₂ (5-490)	SiO ₂ (15-26)	FeO (Al, Cr) ₂ O ₃ (1-125) (3-873)	Fe(OH) (SO ₄) ₂ H ₂ O (16-939)	Fe(OH) ₂ (13-89)	Fe(OH) ₂ (3-903)
-	1.26			1.26			
-	1.29						
-	1.43					1.41	
-	1.47			1.46	1.48		
-	1.54	1.54			1.54	1.54	1.54
1.66	1.65				1.64	1.63	1.64
1.68	1.68			1.67			
1.72	1.72				1.71		
-	1.77				1.76	1.78	1.79
1.81	1.81	1.82					
1.84	1.83				1.84		
1.90	1.90		1.87				
1.91	1.91				1.92		
2.10	2.10						
2.12	2.12	2.13	2.12				
-	2.17						
-	2.20						
2.26	2.25	2.28			2.26		
2.32	2.32						
-	2.35				2.34		
-	2.37				2.38		
-	2.39					2.40	
2.44	2.44	2.46	2.49	2.48	2.50		2.42
-	2.50				2.57		
-	2.58						
-	2.65						
2.70	2.69						
2.71	2.72						
2.78	2.78						
2.83	2.81		2.84		2.84	2.82	2.82
-	2.91			2.91	2.91		
2.99	2.98				2.98		
3.03	3.04				3.05		
3.11	3.11				3.11		
3.18	3.19				3.19		
-	3.24				3.24		
-	3.30						
3.35	3.33	3.34					
3.45	3.42						
3.53	3.53				3.55		
3.60	-				3.60		
3.66	-						
-	3.69						
-	3.75						
-	4.01						
4.05	4.05		4.05				
-	4.09				4.07		
4.25	4.25	4.26					
4.31	-						
-	4.41						
-	4.50						
-	4.60					4.60	4.61
-	4.85						
-	4.90						
-	5.04				4.99		
-	5.24						
-	5.87				5.85		
5.94	6.07						
-	6.47						
7.49	7.49						
Puntos Claves del Material				1.46 1.58 2.48 4.76	4.99 3.11 5.85 5.85	4.60 2.40 2.82 4.60	2.42 4.61 2.82 4.61

Dif.A	Dif.B	anhidrita CaSO ₄ (6-226)	hematite αFe ₂ O ₃ (13-534)	Albita NaAlSi ₃ O ₈ (10-393)	KAlSiO ₄ (12-134)	uberovita Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃ (11-696)
1.28 1.30 1.32 1.38 1.40	- - 1.38 1.39	1.27 1.30 1.32 1.40	1.31			
1.42 1.45 1.49 1.51 1.52	1.42 1.45 1.49 1.50 1.51	1.42 1.49 1.51 1.52	1.45 1.48		1.42 1.49	
1.57 1.60 1.63 1.65 1.69	1.56 1.59 1.62 1.65 1.68	1.56 1.59 1.65	1.59 1.63 1.69		1.55 1.59	1.60 1.66
1.75 1.79 1.83 1.84 1.88	1.75 1.79 1.83 1.85 1.86	1.75 1.85 1.87	1.83 1.84	1.82 1.85 1.87		
1.95 2.04 2.09 2.12	1.93 1.99 2.06 2.12	1.94 1.99 2.09	2.07	1.94 1.99 2.12		1.95
2.15 2.19 2.22 2.29 2.33	2.16 2.18 2.20 2.29 2.33	2.18 2.21 2.33	2.20 2.29	2.14 2.18 2.30	2.14 2.21	2.35
2.41 2.45 2.49 2.51 2.59	2.40 2.45 2.49 2.51 2.59	2.48	2.51	2.45 2.50	2.59	2.45
2.66 2.68 2.71 2.80 2.86	2.64 2.67 2.71 2.79 2.85	2.80 2.85	2.69	2.65 2.83		2.68
2.94 2.97 3.10 3.12 3.18	2.93 2.98 3.07 3.11 3.16	3.12		2.93 3.12 3.18	3.10	3.00
3.25 3.52 3.67 3.75 3.89	3.22 3.50 3.66 3.74 3.85	3.50 3.87	3.66	3.21 3.75 3.88		
4.29 4.89 6.46	4.15 4.82 5.43 6.46			6.43	4.28	
7.43 8.26	7.43 8.11 9.60					
Puntos Claves del Material:		3.50 2.85 2.33 3.87	2.69 1.69 3.66 2.51	3.18 3.75 3.21 6.43	3.10 2.59 4.28 4.49	2.68 3.00 1.60 -

Difracción de rayos X muestra I horneada (cont.)

Dif.A	Dif.B	Gelenita Ca ₂ Al ₂ SiO ₇ (4-690)	Rutilo TiO ₂ (4-551)	CaTiO ₃ (9-365)	Ca ₃ Ti ₂ O ₇ (14-151)	KCr(SO ₄) ₂ (3-325)	Cromita αCaCr ₂ O ₄ (14-444)
1.28	-			1.28			1.29
1.30	-		1.30				
1.32	-						
1.38	1.38	1.37	1.36	1.35	1.39	1.38	1.38
1.40	1.39	1.39					
1.42	1.42	1.42		1.42			1.41
1.45	1.45	1.44			1.46		1.46
1.49	1.49		1.48				1.49
1.51	1.50						
1.52	1.51	1.52					
1.57	1.56	1.55		1.56	1.57		
1.60	1.59	1.61			1.58		
1.63	1.62	1.63	1.62		1.63		
1.65	1.65			1.66	1.66		
1.69	1.68		1.69				
1.75	1.75	1.75		1.75	1.74		
1.79	1.79				1.78		
1.83	1.83					1.83	
1.84	1.85	1.85		1.85			
1.88	1.86	1.87		1.87			1.87
1.95	1.93				1.92		
1.99	1.99						
2.04	2.06	2.04	2.05	2.05			2.09
2.09	2.08				2.08		
2.12	2.12	2.12					
2.15	2.16						
2.19	2.18	2.19	2.19				
2.22	2.20			2.21			
2.29	2.29	2.29	2.29	2.30			2.31
2.33	2.33						
2.41	2.40	2.41		2.41		2.38	
2.45	2.45	2.43			2.44		
2.49	2.49		2.49		2.48		
2.51	2.51						2.52
2.59	2.59						
2.66	2.64						2.65
2.68	2.67			2.69			
2.71	2.71	2.72		2.70	2.73	2.70	
2.80	2.79						
2.86	2.85	2.85					
2.94	2.93						
2.97	2.98						
3.10	3.07	3.06					
3.12	3.11						
3.18	3.16						
3.25	3.22		3.25				
3.52	3.50						
3.67	3.66					3.68	
3.75	3.74	3.71			3.75		
3.89	3.85						
-	4.15					4.14	
4.29	4.82	4.23			4.87		
4.89	5.43			5.40			5.56
6.46	6.46						
7.43	7.43					8.10	
-	8.11						
8.26	-				9.73		
-	9.60						
Puntos claves del Material		2.85 1.75 2.43 4.23	3.25 1.69 2.49 3.25	1.56 1.91 2.70 5.40	9.73 4.87 2.73 9.73	- - - -	1.87 2.31 5.56 5.56

Difracción de rayos X muestra I prensada y horneada

Dif.A	Dif.B	e-Fe ₂ O ₃ (16-895)	CaFe ₂ O ₄ (8-100)	Ca ₂ Cr ₂ (SfO ₄) ₂ (11-696)	Ca ₃ Al ₂ (OH) ₂ CaSO ₄ (16-335) (16-440)	FeO (Al,Cr) ₂ O ₃ (1-1129) (3-873)
1.37 1.42 1.49 1.50 1.51	1.38 1.42 1.48 1.50 1.52	1.39 1.43 1.47	1.37 1.41			
1.56 1.62 1.64 1.70 1.72	1.57 1.63 1.65 1.70 1.72		1.63 1.66	1.66	1.62	1.58 1.60 1.67
1.75 1.79 1.81 1.85 1.92	1.76 1.80 1.81 1.86 1.93	1.74	1.80 1.83	1.95		
2.00 2.03 2.07 2.12 2.15	2.01 2.04 2.08 2.12 2.16	1.98	2.00 2.05 2.11		2.17	2.05 2.07
2.19 2.27 2.31 2.39 2.42	2.20 2.28 2.31 2.39 2.43	2.18	2.30		2.30	
2.45 2.49 2.55 2.64 2.68	2.46 2.50 2.56 2.64 2.68	2.46 2.55	2.52 2.66	2.45 2.56 2.68	2.46 2.65	2.48
2.82 2.95 3.04 3.13 3.22	2.83 2.96 3.05 3.14 3.23	2.98		3.00	3.24	2.95
3.47 3.75 4.18 4.81 5.03	3.48 3.75 4.19 4.82 5.04		3.50		3.75	4.82
5.36 7.36 7.96 10.04 -	5.37 7.37 7.97 -					
Puntos Claves del Material		1.47 1.52 2.46	2.66 2.52 1.51 1.83	2.68 2.45 3.00	3.75 2.65 2.17	2.48 1.58 1.46 4.82

Difracción de rayos X muestra I prensada y horneada (cont.)

Dif.A	Dif.B	Ca2Al2SiO7 (4-690)	Na2Ti6O13 (13-589)	Na2TiO3 (11-291)	K2Ti6O13 (13-534)
1.37	1.38	1.37			
1.42	1.42	1.41			
1.49	1.48	1.47			
1.50	1.50				
1.51	1.52	1.52			
1.56	1.57			1.59	
1.62	1.63	1.63		1.63	
1.64	1.65				
1.70	1.70	1.71			
1.72	1.72	1.72			
1.75	1.76	1.75			
1.79	1.80				
1.81	1.81	1.81			
1.85	1.85	1.85	1.87		
1.92	1.93	1.92			1.90
2.00	2.01				
2.03	2.04	2.04	2.04		
2.07	2.08		2.08		2.08
2.12	2.12	2.12			2.10
2.15	2.16				
2.19	2.20	2.19		2.22	
2.27	2.28	2.29			
2.31	2.31	2.30		2.30	
2.39	2.39	2.40			
2.42	2.43	2.43			
2.45	2.46				
2.49	2.50		2.57		
2.55	2.56			2.63	
2.64	2.64		2.68		
2.68	2.68				
2.82	2.83	2.85			
2.95	2.96		2.97		2.97
3.04	3.05	3.06	3.02		
3.13	3.14		3.14		
3.22	3.23				
3.47	3.48	3.44			
3.75	3.75	3.71	3.73		
4.18	4.19	4.23	4.17		4.18
4.81	4.82				
5.03	5.04				
5.36	5.37				
7.36	7.37		7.42	7.20	
7.96	7.97			10.00	7.74
10.04					
	10.52				
Puntos Claves del Material		2.85 1.75 2.43 4.23	7.42 6.28 3.02 8.52	10.00 7.20	4.18 2.97 7.74

Dif.A	Dif.B	NaSO ₄ Forma III (8-31)	KAl ₂ (Si ₂ Al O ₁₀ (OH) 11H ₂ O (7-25)	CaSO ₄ · 2H ₂ O Gypsum (6-46)	αAl ₂ O ₃ Óxido (10-137)	αAl(OH) ₃ Hidróxido (12-460)
1.42 1.44 1.45 1.46 1.48	1.41 1.44 1.46 1.47 1.49	1.44 1.45 1.47 1.47				
1.49 1.51 1.52 1.55 1.59	1.50 1.52 1.53 1.56 1.60	1.53 1.56 1.60	1.50 1.51 1.60	1.52 1.53 1.60	1.60	1.55
1.61 1.66 1.74 1.83 1.88	1.61 1.67 1.75 1.84 1.89	1.61 1.74	1.66 1.74 1.90	1.66 1.84 1.90	1.74	1.67 1.74 1.90
1.92 1.94 1.98 2.02 2.07	1.93 1.95 1.99 2.03 2.08	1.95 2.08	2.98 2.01	1.95 1.99 2.08		1.95 1.98 2.03
2.09 2.11 2.16 2.29 2.32	2.10 2.12 2.17 2.30 2.33	2.10 2.12 2.18	2.11 2.16		2.90	
2.37 2.43 2.48 2.51 2.56	2.38 2.44 2.49 2.52 2.57	2.37	2.38 2.51 2.57	2.45 2.50	2.38 2.55	2.37 2.44
2.59 2.67 2.70 2.81 2.85	2.60 2.67 2.71 2.82 2.86	2.80	2.58	2.59 2.68 2.87		
2.96 3.06 3.12 3.19 3.22	2.96 3.07 3.13 3.20 3.23		3.07 3.21	3.06		3.08
3.34 3.45 3.47 3.61 3.68	3.35 3.45 3.48 3.62 3.69	3.48	3.36 3.50 3.66		3.48	3.35
3.78 3.91 4.26 4.30 4.48	3.79 3.92 4.27 4.31 4.48	3.76 3.91 4.47	4.35 4.49	3.79 4.27		4.30 4.34
4.79 5.03 5.67 5.86 6.06	4.80 5.04 5.68 5.86 6.06	4.74	5.04			4.82
6.36 6.60 7.43 10.04	6.37 6.61 7.43 10.5		10.08	7.56		
Puntos Claves del Material		2.80 3.76 3.91 4.74	10.08 3.36 4.69 2.56	7.56 3.06 4.27 7.56	2.09 2.55 1.60	4.82 4.34 4.30

Difracción de rayos X muestra II original (cont.)

Dif.A	Dif.B	MgFe ₂ O ₄ Espinela (17-464)	MgAl ₂ Ti ₃ O ₁₀ (5-450)	MgAl ₂ Ti ₃ O ₁₀ (5-451)	MgCr ₂ O ₄ Cromita (10-351)	MgCrO ₄ 7H ₂ O Cromita (1-243)
1.42 1.44 1.45 1.46 1.48	1.41 1.44 1.46 1.47 1.49	1.48			1.41 1.47	
1.49 1.51 1.52 1.55 1.59	1.50 1.52 1.53 1.56 1.60		1.52		1.60 1.60	
1.61 1.66 1.74 1.83 1.88	1.61 1.67 1.75 1.84 1.89	1.61	1.61	1.73 1.83	1.72 1.83	1.88
1.92 1.94 1.98 2.02 2.07	1.93 1.95 1.99 2.03 2.08		1.94	1.93	2.08	1.92 1.95 2.06
2.09 2.11 2.16 2.29 2.32	2.10 2.12 2.17 2.30 2.33	2.09	2.16	2.16		2.12 2.31
2.37 2.43 2.48 2.51 2.56	2.38 2.44 2.49 2.52 2.57	2.42 2.53		2.44	2.41 2.51	2.48
2.59 2.67 2.70 2.81 2.85	2.60 2.67 2.71 2.82 2.86		2.72	2.71		2.61 2.86
2.96 3.06 3.12 3.19 3.22	2.96 3.07 3.13 3.20 3.23	2.96			2.95	3.12 3.23
3.34 3.45 3.47 3.61 3.68	3.35 3.45 3.48 3.62 3.69		3.44	3.41		3.36 3.60
3.78 3.91 4.26 4.30 4.48	3.79 3.92 4.27 4.31 4.48					3.77
4.79 5.03 5.67 5.86 6.06	4.80 5.04 5.68 5.86 6.06	4.84	4.84	4.80	4.81	5.00 6.00
6.36 6.60 7.43 10.04	6.37 6.61 7.43 10.5					10.8
Puntos Claves del Material		2.53 2.96 4.84	3.44 4.84	3.41 2.71 4.80 4.80	2.51 4.81 2.08 4.81	5.00 3.77 6.00 10.8

Difracción de rayos X muestra II original (cont.)

Dif. A	Dif. B	CaCO ₃ , H ₂ O (15-20) (17-528)	Ca ₂ Fe (PO ₄) ₂ (OH)·5H ₂ O (5-571)	FeAl ₂ (PO ₄) ₂ (OH)·2H ₂ O (14-210)	Fe(OH) SO ₄ 2H ₂ O (16-939)	Na ₂ Fe (SO ₄) ₂ (OH)·3H ₂ O (17-156)	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄ (13-375)
1.42	1.41		1.41				
1.44	1.44	1.44	1.44	1.44			
1.45	1.46						
1.46	1.47						
1.48	1.49	1.49		1.48	1.48		
1.49	1.50				1.50		
1.51	1.52			1.51			
1.52	1.53		1.53	1.53	1.53		
1.55	1.56	1.56			1.55		
1.59	1.60	1.59					
1.61	1.61				1.61		
1.66	1.67			1.66	1.66		
1.74	1.75	1.76		1.74	1.75	1.75	
1.83	1.84		1.84		1.84		1.75
1.88	1.89			1.89			
1.92	1.93	1.93			1.92		
1.94	1.95				1.94		
1.98	1.99	1.99			1.99		
2.02	2.03		2.01	2.04			
2.07	2.08		2.08		2.07		
2.09	2.10			2.09			
2.11	2.12						
2.16	2.17	2.16		2.16			
2.29	2.30		2.30	2.29			
2.32	2.33				2.33		
2.37	2.38	2.37		2.38	2.38		2.39
2.43	2.44				2.50		2.49
2.48	2.49	2.48			2.57		2.52
2.51	2.52						
2.56	2.57						
2.59	2.60		2.60				
2.67	2.67				2.68		
2.70	2.71		2.73	2.72			
2.81	2.82	2.81		2.87			
2.85	2.86						
2.96	2.96	3.05	3.05	2.95	2.97	3.01	
3.06	3.07		3.05	3.04	3.08		
3.12	3.13		3.12		3.11		
3.19	3.20			3.19	3.19		
3.22	3.23		3.22		3.24		
3.34	3.35			3.35		3.38	
3.45	3.45						
3.47	3.48		3.48				
3.61	3.62				3.60	3.58	3.62
3.68	3.69						
3.78	3.79						
3.91	3.92						
4.26	4.27						
4.30	4.31	4.30		4.31			4.34
4.48	4.48						4.41
4.79	4.80						
5.03	5.04		4.94	4.94	4.99		
5.67	5.68			5.45			
5.86	5.86			5.97	5.85	5.86	
6.06	6.06						
6.36	6.37		6.24				
6.60	6.61					6.78	7.40
7.43	7.43						
10.04	10.5					10.20	
Puntos Claves del Material		4.30 3.05 1.93 5.25	3.05 2.73 3.22 6.24	5.45 5.97 4.94 8.06	4.99 3.11 5.85 5.85	10.20 3.01 3.38 6.78	4.34 4.41 7.40

Difracción de rayos X muestra II estabilizada

Dif.A	Dif.B	2CaSO ₄ H ₂ O (14-453)	Al(OH) ₃ (18-50) (15-159) (12-457) (12-401)	Ca ₅ (OH) ₂ (CO ₃) ₂ (13-416)	αFe ₂ O ₃ (13-534)	FeO (Al,Cr) ₂ O ₃ (1-1129)	MgCr ₂ O ₄ 7H ₂ O (1-238)
1.26	1.26	1.26			1.26	1.26	
1.30	1.28	1.30			1.31		
1.32	1.33						
1.34	1.35				1.35		
1.38	1.39						
1.40	1.41						
1.45	1.44		1.45		1.45		
1.46	1.46		1.46			1.46	
1.47	1.47	1.47					
1.48	1.48				1.48		
1.49	1.49						
1.50	1.51	1.51	1.52				
1.54	1.54		1.55				
1.56							
1.58	1.58					1.58	
1.60	-				1.60		
1.66	1.66	1.66	1.64			1.67	
1.69	1.69	1.69			1.69		
1.73	1.73	1.73	1.72				1.71
1.75	-						
1.77	1.79						1.78
1.84	1.84	1.84			1.84		
1.86	1.87						
1.88	1.89						1.88
1.90	-	1.90	1.90	1.90			
1.91	-	1.91					
1.93	1.93			1.92			1.92
2.06	2.06		2.02		2.07	2.05	2.06
2.10	2.10			2.10			
2.11	2.12	2.11		2.11			2.12
2.13	-	2.13					
2.16	2.16						
2.25	2.25		2.26	2.24			2.23
2.28	2.29	2.27	2.27		2.28		
2.33	2.33	2.33	2.34	2.35			2.31
2.38	2.38		2.39				
2.41	2.41						2.40
2.45	2.45						
2.49	2.49		2.47	2.50	2.51	2.48	2.48
2.55	2.55						
2.58	2.59						
2.64	2.64				2.69		
2.68	2.68		2.70				
2.79	2.79	2.80		2.80		2.91	
2.90	-			2.89			
2.99	2.99	3.00		3.01			2.99
3.11	-			3.10			3.12
3.16	3.16		3.18				
3.19	3.20	3.21	3.20	3.19			3.23
3.34	3.32			3.33			3.36
-	3.45	3.46		3.45			
-	3.64				3.66		3.60
3.86	3.86						3.77
4.00	4.00						4.08
4.15	4.15		4.15				
4.30	4.30	4.35	4.33				
4.44	4.44						4.45
4.74	4.74		4.75			4.76	
5.03	5.04						5.00
5.34	5.40						
5.95	5.95	6.01		5.99			6.00
6.30	6.30						
6.65	6.70						
7.20	7.20			7.33			
7.55	7.55						
8.26	8.26						
8.66	8.66						
10.40	10.20						
11.00	11.00						10.80
12.00	12.00						
Puntos		3.00	4.33	3.01	2.69	1.46	5.00
Claves		6.01	2.27	3.10	1.69	1.58	3.77
del		2.80	1.72	1.90	3.66	2.48	6.00
Material		6.01	4.75	7.33	2.51	4.76	10.80

Difracción de rayos X muestra II estabilizada (cont.)

Dif. A	Dif. B	Cr ₃ O ₄ Espinela (12-559)	KCr(SO ₄) ₂ (3-325)	Al ₂ O ₃ 3H ₂ O (18-31)	Al ₂ O ₃ (4-878)	Fe(OH) SO ₄ 5H ₂ O (16-935)
1.26	1.26				1.27	
1.30	1.28					
1.32	1.33	1.29			1.31	
1.34	1.35	1.35			1.35	
1.38	1.39		1.38			
1.40	1.41				1.40	
1.45	1.44				1.44	
1.46	1.46				1.46	
1.47	1.47					
1.48	1.48	1.48				
1.49	1.49					
1.50	1.51				1.50	
1.54	1.54	1.53				
1.56	-				1.55	
1.58	1.58	1.59				
1.60	-					
1.66	1.66	1.66			1.65	
1.69	1.69					
1.73	1.73	1.73				
1.75	-				1.76	
1.77	1.79					
1.84	1.84		1.83		1.84	
1.86	1.87					
1.88	1.89				1.88	
1.90	-	1.90		1.90		
1.91	-					
1.93	1.93					
2.06	2.06			2.02	2.07	
2.10	2.10					
2.11	2.12					
2.13	-				2.13	
2.16	2.16	2.16				
2.25	2.25			2.26		
2.28	2.29				2.28	
2.33	2.33	2.34		2.39	2.34	
2.38	2.38	2.39	2.38			
2.41	2.41					2.41
2.45	2.45					
2.49	2.49					2.48
2.55	2.55					2.54
2.58	2.59	2.58			2.59	
2.64	2.64					
2.68	2.68		2.70			2.67
2.79	2.79		2.89			2.78
2.90	-					
2.99	2.99					2.98
3.11	-					3.13
3.16	3.16					3.18
3.19	3.20					
3.34	3.32					3.35
-	3.45					3.43
-	3.64		3.68			
3.86	3.86					
4.00	4.00					4.06
4.15	4.15		4.14	4.16	4.20	
4.30	4.30			4.32		4.31
4.44	4.44					
4.74	4.74	4.78		4.79		
5.03	5.04					
5.34	5.40					5.48
5.95	5.95					6.03
6.30	6.30				6.20	
6.65	6.70					
7.20	7.20					7.18
7.55	7.55					
8.26	8.26		8.10			
8.66	8.66					
10.40	10.20					
11.00	11					
12.00	12.00					
Puntos		2.58	3.68	4.79	1.40	12.10
Claves		1.66	2.38	4.32	2.15	12.10
del		1.48	8.10	2.26	2.59	2.98
Material		4.78			6.20	6.96

Difracción de rayos X muestra II estabilizada (cont.)

Dif.A	Dif.B	FeOOH (13-157) (13-87)	MgAl ₂ O ₄ Y130 (5-450) (5-451)	MgFe ₂ O ₄ Espléna (17-464)	Mg ₂ Ti ₅ O ₁₃ O13 (13-589)	Mg ₂ Fe (SO ₄) (OH)3H ₂ O (17-156)
1.26	1.26	1.27		1.27		
1.30	1.28			1.32		
1.32	1.33					
1.34	1.35		1.35			
1.38	1.39					
1.40	1.41		1.40			
1.45	1.44	1.44				
1.46	1.46	1.46				
1.47	1.47	1.47				
1.48	1.48	1.48		1.48		
1.49	1.49	1.49				
1.50	1.51	1.51	1.52			
1.54	1.54					
1.56		1.56				
1.58	1.58					
1.60			1.60	1.61		
1.66	1.66		1.65			
1.69	1.69	1.69				
1.73	1.73	1.72	1.73	1.71		
1.75	-	1.75				
1.77	1.79					1.75
1.84	1.84	1.85	1.83		1.87	
1.86	1.87					
1.88	1.89					
1.90	-					
1.91						
1.93	1.93	1.94	1.94			
2.06	2.06	2.06			2.04	
2.10	2.10	2.10			2.08	
2.11	2.12					
2.13						
2.16	2.16		2.16			
2.25	2.25	2.25				
2.28	2.29	2.28				
2.33	2.33	2.34				
2.38	2.38					
2.41	2.41		2.41	2.42		
2.45	2.45	2.45				
2.49	2.49	2.49				
2.55	2.55	2.54		2.53	2.57	
2.58	2.59					
2.64	2.64	2.62				
2.68	2.68	2.69	2.71		2.68	2.68
2.79	2.79				2.77	
2.90	-				2.93	
2.99	2.99			2.96	3.02	3.01
3.11					3.07	
3.16	3.16				3.14	
3.19	3.20					
3.34	3.32	3.31				3.38
-	3.45		3.44			
3.86	3.64	3.70			3.65	3.58
4.00	4.00					
4.15	4.15	4.18			4.17	
4.30	4.30					
4.44	4.44					
4.74	4.74		4.84	4.84	4.51	
5.03	5.04	4.98				
5.34	5.40					
5.95	5.95					5.86
6.30	6.30				6.28	
6.65	6.70					6.78
7.20	7.20					
7.55	7.55	7.50			7.42	
8.26	8.26					
8.66	8.66				8.52	
10.40	10.20					10.20
11.00	11					
12.00	12.00					
Puntos		4.18	4.84	2.53	3.02	10.20
Claves		7.50	3.44	2.96	6.28	3.01
del		4.45	1.83	1.48	7.42	3.38
Material		2.69	4.84	4.84	8.52	6.78

Dif.A	Dif.B	CaSO ₄ (6-226)	Al ₂ Fe ₂ O ₆ (11-562)	Ca(AlO ₂) ₂ (1-888) (6-532)	gamma-Fe ₂ O ₃ (15-615)	NaAlSi ₃ O ₈ (10-393)
1.37 1.38 1.41 1.44 1.47	1.36 1.38 1.41 1.44 1.48	1.39 1.41	1.38 1.43 1.48	1.48		
1.49 1.50 1.52 1.57 1.61	1.49 1.50 1.52 1.57 1.61	1.49 1.52 1.56 1.60	1.49 1.53	1.53 1.61	1.61	
1.64 1.70 1.72 1.76	1.62 1.65 1.71 1.75 1.77	1.64 1.75	1.68 1.76	1.71	1.64 1.70 1.75	
1.82 1.87 1.92 1.97	1.82 1.83 1.87 1.93 1.98	1.87 1.93	1.88 1.92	1.92	1.82 1.83 1.86 1.97	1.82 1.87 1.93 1.98
2.00 2.05 2.08 2.12 2.15	2.00 2.05 2.09 2.12	1.99 2.08	2.11	2.09	1.99 2.09	1.99 2.12 2.14
2.18 2.22 2.29 2.32	2.17 2.22 2.30 2.33 2.37	2.18 2.21 2.33	2.17 2.22 2.37	2.20	2.21 2.32	2.30 2.37
2.41 2.43 2.51 2.55 2.63	2.42 2.46 2.53 2.55 2.66		2.48 2.63	2.41 2.52	2.41 2.45 2.52 2.64	2.45 2.52 2.65
2.68 2.71 2.86 2.96 2.99	2.71 2.74 2.87 2.96 2.99	2.85	2.86	2.97	2.87 2.95	2.95
3.06 3.17 3.21 3.37 3.50	3.10 3.15 3.22 3.39 3.53	3.50	3.10		3.08 3.22 3.42 3.50	3.18 3.21 3.37
3.64 3.72 3.74 3.90 4.04	3.65 3.72 3.76 3.89 4.07	3.87	3.86	3.71	3.75 3.86	3.64 3.75 3.88 4.04
4.21 4.82 5.06 5.47 6.55	4.27 4.84 5.09 5.53 6.46			4.69	4.84 5.00	6.43
7.56 8.49	7.62 8.34					
Puntos Claves del material		3.50 2.85 2.33 3.87	2.63 1.48 1.43 6.13	2.52 2.97 1.48 4.69	2.52 2.95 1.61 8.02	3.18 3.21 3.75 6.43

Difracción de rayos X muestra II horneada (cont.)

Dif.A	Dif.B	Ca ₃ Cr ₂ (104)3 (11-696)	FeO (Al,Cr) ₂ O ₃ (1-1129) (3-873)	Al ₂ O ₃ (4-878)	αCaCr ₂ O ₄ (14-444)	α-Fe ₂ O ₃ (13-564)
1.37	1.36			1.35		
1.38	1.38				1.38	
1.41	1.41		1.40	1.40	1.41	
1.44	1.44			1.44		1.45
1.47	1.48		1.46	1.46	1.46	1.48
1.49	1.49				1.49	
1.50	1.50			1.50		
1.52	1.52					
1.57	1.57		1.58	1.55		
1.61	1.61	1.60	1.60			1.60
-	1.62					
1.64	1.65	1.66	1.67	1.65		1.63
1.70	1.71					1.69
1.72	1.73					
1.76	1.77			1.76		
1.82	1.82					
-	1.83			1.84		1.84
1.87	1.87			1.88	1.87	
1.92	1.93	1.95				
1.97	1.98					
2.00	2.00					
2.05	2.05		2.05			
2.08	2.09		2.07	2.07	2.09	2.07
2.12	2.12			2.13		
2.15	-					
2.18	2.17					
2.22	2.22					
2.29	2.30			2.28	2.31	2.20
2.32	2.33	2.35		2.34		2.29
-	2.37					
2.41	2.42		2.40			
2.43	2.46	2.45	2.48			
2.51	2.53		2.51		2.52	2.51
2.55	2.55	2.56		2.59		
2.63	2.66				2.65	
2.68	2.71	2.68				2.69
2.71	2.74					
2.86	2.87					
2.96	2.96		2.95			
2.99	2.99	3.00				
3.06	3.10					
3.17	3.15				3.14	
3.21	3.22					
3.37	3.39					
3.50	3.53					
3.64	3.65					3.66
3.72	3.72					
3.74	3.76					
3.90	3.89					
4.04	4.07					
4.21	4.27			4.20		
4.82	4.84		4.82			
5.06	5.09					
5.47	5.33				5.56	
6.55	6.46			6.20		
7.56	7.62					
8.49	8.34					
Puntos Claves del material	l	2.68 3.00 1.60	2.48 1.58 1.46 4.82	1.40 1.72 2.45 6.20	1.87 2.31 5.56 5.56	2.69 1.69 2.51 3.66

Difracción de rayos X muestra II horneada (cont.)

Dif.A	Dif.B	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (10-137)	$\text{MgAl}_2\text{Tl}_3\text{O}$ (5-450) (5-451)	MgFe_2O_4 (17-465)	MgCr_2O_4 (10-351)	$\text{Na}_2\text{Tl}_6\text{O}_{13}$ (13-589)
1.37 1.38 1.41 1.44 1.47	1.36 1.38 1.41 1.44 1.48		1.36 1.40		1.41 1.47	
1.49 1.50 1.52 1.57 1.61	1.49 1.50 1.52 1.57 1.61		1.52 1.60	1.49		1.60
1.64 1.70 1.72 1.76	1.62 1.65 1.71 1.73 1.77		1.65 1.75	1.62 1.71	1.70	
1.82 1.87 1.92 1.97	1.82 1.83 1.87 1.93 1.98		1.83 1.94		1.91	1.87 1.96
2.00 2.05 2.08 2.12 2.15	2.00 2.05 2.09 2.12 2.15	2.09	2.16	2.09	2.08	2.04 2.08
2.18 2.22 2.29 2.32 -	2.17 2.22 2.30 2.33 2.37	2.38	2.18			
2.41 2.43 2.51 2.55 2.63	2.42 2.46 2.53 2.55 2.66	2.55	2.41 2.44	2.42 2.53	2.41 2.51	2.57
2.68 2.71 2.86 2.96 2.99	2.71 2.74 2.87 2.96 2.99		2.71 2.72	2.96	2.95	2.68 2.97 3.02
3.06 3.17 3.21 3.37 3.50	3.10 3.15 3.22 3.39 3.53	3.48	3.41			3.07 3.14
3.64 3.72 3.74 3.90 4.04	3.65 3.72 3.75 3.89 4.07					3.65 3.73
4.21 4.82 5.06 5.47 6.55	4.27 4.84 5.09 5.53 6.46		4.84	4.85	4.81	4.17 6.28
7.56 8.49	7.62 8.34					7.42 8.52
Puntos Claves del material	l	2.09 2.55 1.60	4.84 3.44 1.83 4.84	2.53 1.49 2.97 4.85	2.51 4.81 2.08 4.81	7.42 6.28 3.02 8.52

Dif	CaFe ₂ O ₄ (8-100)	CaSO ₄ (6-226)	NaAlSi ₃ O ₈ (10-393)	CaO Al ₂ O ₃ (1-888)	Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃ (11-896)	αCaCr ₂ O ₄ (14-444)
1.20						1.20
1.22	1.22					1.22
1.23						1.23
1.26		1.27				
1.28	1.28					
1.29		1.30				1.29
1.32		1.32				
1.33						
1.34						
1.37						
1.42		1.42				1.38
1.43						1.41
1.46	1.45					1.46
1.47						
1.49		1.49				1.49
1.51	1.51	1.51				
1.54	1.53			1.53		
1.57		1.56		1.58		
1.60		1.59			1.60	
1.61						
1.62	1.63					
1.68				1.69	1.66	
1.72						
1.76		1.75		1.75		
1.82	1.82					
1.85		1.85	1.85	1.84		
1.87		1.87	1.87			1.87
1.93			1.92	1.92		
1.94	1.95	1.94	1.94		1.95	
1.97				1.96		
1.99	1.99	1.99	1.99			
2.04				2.02		
2.07				2.08		2.08
2.10	2.11	2.09	2.10			
2.13			2.14	2.13		
2.19		2.18		2.20		
2.28			2.28	2.27		
2.33		2.33		2.33	2.35	2.31
2.40				2.41		
2.43					2.45	
2.47						
2.49		2.48	2.50			
2.54	2.53			2.52	2.56	2.52
2.64			2.65			2.65
2.67	2.66			2.69	2.68	
2.72				2.75		
2.78		2.80				2.77
2.85		2.85	2.83	2.85		
2.94			2.93	2.97		
3.06					3.00	
3.12		3.12	3.13			3.14
3.17			3.18	3.20		
3.24			3.21			
3.44	3.50	3.50	3.48			
3.70			3.75	3.71		3.61
3.83		3.87	3.88	3.88		
4.31						
4.39				4.41		
4.79	4.63		4.69	4.69		
5.03						
5.40				5.60		5.56
6.36			6.43			
7.37						
8.04						
8.11						
Puntos	2.66	3.50	3.18	2.97	2.68	1.87
Claves	2.53	2.85	3.75	2.52	3.00	2.31
del	1.51	2.33	3.21	2.41	1.60	5.56
Material	4.63	3.87	6.43	5.60		5.56

Difracción de rayos X muestra II horneada y prensada (cont.)

Dif	FeO (Al,Cr) ₂ O ₃ (1-1129) (3-873)	MgCr ₂ O ₄ (10-351)	gamma-Fe ₂ O ₃ (15-615)	αFe ₂ O ₃ (13-534)	Al ₂ Fe ₂ O ₆ (11-562)	MgAl ₂ Ti ₃ O (5-636) (5-451)
1.20	1.19	1.20				
1.22				1.21	1.22	
1.23				1.23	1.23	
1.24	1.26	1.26		1.26	1.26	
1.28					1.28	
1.29						
1.32		1.32		1.31		
1.33						
1.34				1.35	1.34	
1.37					1.38	
1.42	1.40	1.41			1.43	
1.43						
1.46	1.46			1.45	1.43	
1.47		1.47		1.48	1.48	
1.49					1.49	
1.51						1.52
1.54					1.53	1.53
1.57	1.58					
1.60	1.60	1.60		1.60		1.60
1.61			1.61			
1.62				1.63		1.62
1.68	1.69		1.67	1.69	1.68	
1.72		1.70	1.70			1.72
1.76			1.75		1.76	
1.82			1.82			1.83
1.85			1.84			1.84
1.87			1.86	1.84		
1.93		1.91			1.88	
1.94					1.92	
1.97			1.97		1.95	1.94
1.99			1.99			
2.04	2.05					
2.07	2.07	2.08		2.07		
2.10			2.09		2.11	
2.15					2.16	2.16
2.19				2.20	2.21	
2.28				2.28		
2.33			2.32			
2.40	2.40		2.41		2.37	2.41
2.43		2.41				2.44
2.47	2.48				2.48	
2.49	2.51	2.51		2.51		
2.54			2.52			
2.64			2.64		2.63	
2.67				2.69		
2.72						2.72
2.78			2.79			
2.85					2.86	2.83
2.94	2.94	2.94	2.95			
3.06			3.07			
3.12					3.10	
3.17						
3.24			3.22			
3.44			3.42			3.44
3.70			3.75	3.66		
3.83			3.86		3.86	
4.31			4.32			
4.39						
4.79	4.76	4.81	4.84			4.80
5.03			5.00			
5.40			5.37			
6.36			6.35		6.13	
7.37						
8.04			8.02			
8.11						
Puntos	2.48	2.51	2.52	2.69	2.63	2.72
Claves	1.58	4.81	2.95	1.69	1.48	3.44
del	1.46	2.08	1.61	2.51	1.43	4.80
Material	4.76	4.81	8.08	3.66	6.13	4.80

Prom.	$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (2-392)	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (15-160)	$\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ (16-388)	$\text{CaAl}_2(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_7$ (18-278)	$\text{Ca}_3(\text{Si}_2\text{O}_7)_2$ (15-416)
1.32					
1.35					
1.38					
1.41					
1.44					
1.47			1.47		
1.50					
1.53	1.53		1.51		
1.56			1.56		
1.59					
1.62					
1.65					
1.68					
1.71					
1.74					
1.77					
1.80					1.80
1.83					
1.86					
1.89				1.89	1.89
1.92					
1.95					
1.98			2.08		2.19
2.01					
2.04			2.21		2.24
2.07					
2.10					
2.13					
2.16			2.36		2.35
2.19					
2.22					
2.25					
2.28					
2.31					
2.34					
2.37					
2.40					
2.43					
2.46					
2.49		2.49		2.41	
2.52	2.51			2.51	
2.55	2.56		2.55	2.52	2.50
2.58					
2.61					
2.64					
2.67		2.67			
2.70					
2.73	2.73				
2.76					
2.79			2.79		2.80
2.82					
2.85					
2.88	2.86				2.89
2.91	2.96	2.90			2.98
2.94					
2.97	3.08				3.01
3.00					
3.03					
3.06					
3.09					
3.12					
3.15					
3.18				3.18	3.10
3.21					3.19
3.24					
3.27					
3.30					
3.33					3.33
3.36	3.49	3.40			3.43
3.39					3.53
3.42					
3.45					
3.48					
3.51					
3.54					
3.57					
3.60					
3.63		3.63	3.61		3.67
3.66					
3.69					
3.72					
3.75					
3.78					
3.81					
3.84					
3.87					
3.90					
3.93					
3.96					
3.99					
4.02					
4.05					
4.08					
4.11					
4.14					
4.17					
4.20					
4.23					
4.26					
4.29					
4.32					
4.35					
4.38					
4.41					
4.44					
4.47					
4.50					
4.53					
4.56					
4.59					
4.62					
4.65					
4.68					
4.71					
4.74					
4.77					
4.80					
4.83					
4.86					
4.89					
4.92					
4.95					
4.98					
5.01					
5.04					
5.07					
5.10					
5.13					
5.16					
5.19					
5.22					
5.25					
5.28					
5.31					
5.34					
5.37					
5.40					
5.43					
5.46					
5.49					
5.52					
5.55					
5.58					
5.61					
5.64					
5.67					
5.70					
5.73					
5.76					
5.79					
5.82					
5.85					
5.88					
5.91					
5.94					
5.97					
6.00					
6.03					
6.06					
6.09					
6.12					
6.15					
6.18					
6.21					
6.24					
6.27					
6.30					
6.33					
6.36					
6.39					
6.42					
6.45					
6.48					
6.51					
6.54					
6.57					
6.60					
6.63					
6.66					
6.69					
6.72					
6.75					
6.78					
6.81					
6.84					
6.87					
6.90					
6.93					
6.96					
6.99					
7.02					
7.05					
7.08					
7.11					
7.14					
7.17					
7.20					
7.23					
7.26					
7.29					
7.32					
7.35					
7.38					
7.41					
7.44					
7.47					
7.50					
7.53					
7.56					
7.59					
7.62					
7.65					
7.68					
7.71					
7.74					
7.77					
7.80					
7.83					
7.86					
7.89					
7.92					
7.95					
7.98					
8.01					
8.04					
8.07					
8.10					
8.13					
8.16					
8.19					
8.22					
8.25					
8.28					
8.31					
8.34					
8.37					
8.40					
8.43					
8.46					
8.49					
8.52					
8.55					
8.58					
8.61					
8.64					
8.67					
8.70					
8.73					
8.76					
8.79					
8.82					
8.85					
8.88					
8.91					
8.94					
8.97					
9.00					
9.03					
9.06					
9.09					
9.12					
9.15					
9.18					
9.21					
9.24					
9.27					
9.30					
9.33					
9.36					
9.39					
9.42					
9.45					
9.48					
9.51					
9.54					
9.57					
9.60					
9.63					
9.66					
9.69					
9.72					
9.75					
9.78					
9.81					
9.84					
9.87					
9.90					
9.93					
9.96					
9.99					
10.02					
10.05					
10.08					
10.11					
10.14					
10.17					
10.20					
10.23					
10.26					
10.29					
10.32					
10.35					
10.38					
10.41					
10.44					
10.47					
10.50					
10.53					
10.56					
10.59					
10.62					
10.65					
10.68					
10.71					
10.74					
10.77					
10.80					
10.83					
10.86					
10.89					
10.92					
10.95					
10.98					
11.01					
11.04					
11.07					
11.10					
11.13					
11.16					
11.19					
11.22					
11.25					
11.28					
11.31					
11.34					
11.37					
11.40					
11.43					
11.46					
11.49					
11.52					
11.55					
11.58					
11.61					
11.64					
11.67					
11.7					

Difracción de rayos X muestra III estabilizada (cont.)

Prom.	(Ca, Mg, Al) (Si, Ti, Fe, Mn) (13-555)	CaSO ₄ (6-66)	KAlSi ₂ O ₈ (9-462)	lebradorita (9-465)	dAl(OH) ₃ (15-136)
1.32			1.37		
1.36					
1.38			1.42		
1.42			1.45		1.46
1.47					
1.50			1.49		
1.51					
1.54	1.54	1.53	1.53		1.56
1.57			1.57		
1.60		1.60	1.60		1.60
1.65		1.66			1.65
1.70			1.69		
1.72			1.73		1.72
1.77			1.77		
1.82	1.82		1.82		
1.86		1.84	1.86		
1.90		1.90	1.91		
1.95					
1.99		1.99	1.99		1.99
2.08		2.08			
2.18			2.18		2.18
2.22					2.22
2.29			2.29		
2.37		2.45	2.39		2.37
2.47		2.50	2.47		2.47
2.53			2.53	2.53	
2.59		2.59	2.65	2.66	
2.68		2.68			2.71
2.79	2.79		2.83		
2.89	2.89	2.87	2.93		
3.05	3.05	3.06	3.00	3.05	
3.18			3.18	3.16	
3.21				3.20	3.21
3.33			3.33	3.23	
3.49			3.49	3.47	
3.64				3.64	
3.75		3.79	3.80	3.75	
3.89			4.02	3.89	
4.04			4.25	4.04	
4.27		4.27			4.38
4.68				4.68	4.75
4.75					
4.88			4.44	6.48	
7.56	8.40	7.56			
12.7	12.7				
Puntos Claves del Material	12.7 3.05 2.89	7.56 3.06 3.05	3.18 3.05 2.93	3.20 2.16 2.28	4.38 3.21 2.75

Difracción de rayos X muestra III estabilizada (cont.)

Prom.	Mg(OH) ₂ (1-243)	MgAl ₂ (OH) ₆ (1-2598)	aFeOOH (13-157)	Fe(OH) ₂ (13-89)	
1.34		1.35		1.34	
1.37		1.37			
1.39		1.39			
1.41		1.41		1.41	
1.42		1.42			
1.43		1.43			
1.44			1.44		
1.48		1.48	1.48		
1.52			1.52		
1.54		1.54		1.54	
1.57		1.57			
1.63				1.63	
1.64		1.64	1.64		
1.71	1.71	1.71	1.71		
1.75	1.75	1.75	1.75		
1.78	1.78			1.78	
1.82		1.82			
1.85			1.85		
1.88	1.88				
1.89	1.89	1.89			
1.92	1.92	1.92			
1.94	1.94	1.94	1.94		
1.95	1.95				
2.00	2.00	2.00	2.00		
2.06	2.06	2.06	2.06		
2.12	2.12	2.12			
2.23	2.23	2.23			
2.23	2.23	2.23			
2.28			2.28		
2.31	2.31				
2.34		2.34	2.34		
2.38		2.38			2.40
2.48	2.48	2.48			
2.54		2.54	2.54		
2.56		2.56			
2.62		2.62	2.62		
2.67		2.67			
2.76	2.76	2.76			
2.82		2.82			2.82
2.86	2.86	2.86			
2.99	2.99	2.99			
3.07		3.07			
3.12	3.12				
3.23	3.23	3.23			
3.25	3.25	3.25			
3.31			3.31		
3.58		3.58			
3.60	3.60				
3.70	3.70		3.70		
4.01		4.01			
4.08	4.08				
4.45	4.45				
4.60				4.60	
5.00	5.00				
6.00	6.00				
7.40			7.40		
10.8	10.8				
Puntos Claves del Material	5.00 6.00 10.8	2.44 3.07 4.01	7.40 3.31 7.20	4.60 4.60 4.20	

Difracción de rayos X muestra III horneada

Prom	CaSO ₄ (6-226)	Plagioclasa (9-456)	MgAl ₂ SiO ₈ (10-395)	α-Fe ₂ O ₃ (13-534)	MgCr ₂ O ₄ (10-351)	Ca ₂ Al ₂ SiO ₇ (4-690)
1.35				1.35		
1.36	1.37					1.36
1.38						1.37
1.41	1.40				1.41	1.41
1.42	1.42					1.42
1.46				1.45		
1.47					1.47	1.47
1.48				1.48		
1.49	1.49					
1.52	1.52					1.52
1.54	1.53					
1.57	1.56					
1.61				1.60	1.60	1.61
1.65						
1.67	1.65					
1.70				1.69	1.70	1.71
1.72						1.72
1.75	1.75					1.75
1.77						
1.80						
1.84	1.85		1.83	1.84		
1.85	1.87		1.87			1.87
1.95	1.94					
1.98	1.99		1.98			
2.03						2.04
2.10	2.09		2.10		2.08	
2.11			2.12			2.12
2.13						
2.14			2.14			
2.15						
2.20	2.21					
2.26			2.27			
2.28			2.28	2.28		
2.30			2.30			2.30
2.33	2.33					
2.35						
2.37			2.37			
2.42					2.41	2.43
2.46	2.47		2.45			
2.52		2.52	2.51	2.51	2.51	2.53
2.56						
2.64		2.65	2.65			
2.70				2.69		
2.85	2.85		2.83			2.85
2.92		2.91	2.93			
2.96			2.95		2.95	
3.08		3.01	3.02			
3.08						3.06
3.11	3.12	3.12	3.13			
3.20		3.20	3.18			
3.21			3.21			
3.36		3.36	3.37			
3.50	3.50		3.48			
3.65		3.63	3.64	3.66		
3.74		3.74	3.75			3.71
3.90	3.87	3.88	3.88			
4.06		4.02	4.04			
4.10						
4.29						4.23
4.33						
4.70		4.69	4.69		4.81	
4.87						
6.43		6.43	6.43			
Puntos claveles del material	3.50 2.85 2.33 3.87	3.20 4.02 3.74 6.43	3.18 3.75 3.21 6.43	2.69 1.69 3.63 2.51	2.51 4.81 2.08 4.81	2.85 1.73 2.43 4.23

Difracción de rayos X muestra III horneada (cont.)

Prom	Cr ₂ O ₃ (6-532)	Fe ₂ HgTi ₃ O ₁₀ (13-353)	Fe ₂ Al ₂ SiO ₇ (15-445)	MgFe ₂ O ₄ (17-465)	αAl ₂ O ₃ (10-137)	Ca ₃ Cr ₂ (SiO ₄) ₃ (11-696)	Ca(AlO ₂) ₂ (1-888) (6-532)
1.35		1.35					
1.36		1.37	1.36				
1.38			1.38				
1.41							
1.42		1.42					
1.46							
1.47			1.47				
1.48	1.48						1.48
1.49		1.49		1.49			
1.52			1.52				
1.54		1.54					1.53
1.57							1.58
1.61	1.61		1.61		1.60	1.60	1.61
1.62		1.63		1.62			
1.65		1.66				1.66	1.65
1.67							
1.70	1.71		1.71	1.71			1.71
1.72					1.74		
1.75		1.75	1.75				1.75
1.77							
1.80			1.81				
1.84		1.83					1.84
1.88		1.87					
1.95						1.95	1.96
1.98		1.97					
2.03			2.03				2.02
2.10	2.09		2.12	2.10	2.09		2.09
2.11							
2.13							2.13
2.14							
2.15							
2.20		2.20					2.20
2.26							2.27
2.28			2.29				
2.30							2.33
2.33						2.35	
2.35							
2.37			2.39		2.38		
2.42		2.40	2.42	2.42			2.41
2.46		2.45				2.46	
2.52	2.52		2.52	2.53		2.56	2.52
2.56					2.55		
2.64						2.68	2.69
2.70		2.74					2.85
2.85		2.86	2.82				
2.92							
2.96	2.95			2.97			2.95
3.00			3.02			3.00	
3.08							
3.11			3.12				
3.20							3.20
3.21							
3.36			3.35				
3.50		3.49			3.48		3.50
3.65			3.65				
3.74							3.71
3.90							3.88
4.06							4.05
4.10							
4.29							
4.33							
4.70							4.69
4.87		4.88		4.85			
6.43							
Puntos claves del material	2.52 1.48 2.95 2.95	3.49 4.88 2.74 4.88	2.82 1.75 1.52 3.65	2.53 1.49 2.97 4.85	2.09 2.55 1.60	2.68 3.00 1.60	2.52 1.48 2.95 2.95

Dif. A	Plagioclasa (9-456)	HmAlSi ₃ O ₈ (10-393)	Cr ₂ O ₆ (6-532)	MgCr ₂ O ₄ (10-351)	Ca(AlO ₂) ₂ (1-888)
1.24 1.25 1.27 1.28 1.32			1.28	1.25 1.27 1.32	1.28
1.36 1.37 1.38 1.41 1.42				1.41	
1.45 1.47 1.52 1.53 1.56			1.48	1.47	1.48 1.53
1.61 1.63 1.65 1.68 1.71			1.61 1.71	1.60 1.70	1.61 1.65 1.69 1.71
1.74 1.77 1.84 1.89 1.91		1.85 1.87		1.91	1.75 1.84 1.92
1.98 2.03 2.08 2.11 2.13		1.98 2.10 2.12	2.09	2.08	2.02 2.08 2.13
2.14 2.18 2.22 2.24 2.28		2.14 2.28			2.27
2.31 2.43 2.53 2.56 2.63	2.52	2.30 2.45	2.52	2.41 2.51	2.41 2.52
2.66 2.81 2.84 2.90 2.95	2.65 2.91	2.65 2.83 2.95	2.95	2.94	2.85 2.95
3.01 3.14 3.21 3.26 3.37	3.01 3.12 3.20 3.36	3.02 3.13 3.21 3.37			3.20
3.49 3.66 3.74 3.93 4.04	3.66 3.74 4.02	3.48 3.64 3.75 4.04			3.50 4.05
4.41 4.69 4.82 6.50 9.40	4.69 6.43	4.69 6.43		4.81	4.41 4.69
Puntos Claves del Material	3.20 4.02 3.74 6.43	3.18 3.75 3.21 6.43	2.52 1.48 2.95 2.95	2.51 4.81 2.08 4.81	2.52 1.48 2.95 2.95

Difracción de rayos X muestra III prensada y hornada (cont.)

Dif.Å	$\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ (10-137)	FeMgAlSiO (15-445)	Bitonite (9-467)	MgFe ₂ O ₄ (17-465)
1.24 1.25 1.27 1.28 1.32		1.25 1.27 1.28 1.32		1.27 1.28 1.33
1.36 1.37 1.38 1.41 1.42		1.36 1.37 1.43		
1.45 1.47 1.52 1.53 1.56		1.47 1.52		1.48
1.61 1.63 1.65 1.68 1.71	1.60	1.61 1.63 1.71		1.62 1.71
1.74 1.77 1.84 1.89 1.91	1.76	1.75 1.85 1.92		
1.98 2.03 2.08 2.11 2.13	2.09	2.03 2.12		2.10
2.14 2.18 2.22 2.24 2.28		2.24 2.29		
2.31 2.43 2.53 2.56 2.63	2.55	2.42 2.52	2.42	2.42 2.53
2.66 2.81 2.84 2.90 2.95		2.82	2.65 2.92 2.94	2.97
3.01 3.14 3.21 3.26 3.37		3.02 3.12 3.35	3.02 3.12 3.20 3.26 3.36	
3.49 3.66 3.74 3.93 4.04	3.48	3.65	3.46 3.62 3.75 4.03	
4.41 4.69 4.82 6.50 9.40			4.69 6.52	4.85
Puntos Claves del Material	2.09 2.55 1.60	2.82 1.75 1.52 3.65	3.20 4.03 3.75 6.52	2.53 1.49 2.97 4.85

DIAGRAMA TERMICO GRAVIMETRICO
TIPO I ESTABILIZADO
FIG 1

Sample: ARCILLA 1
Method: TG-SUPER

TGA File: C:A1.01
Run Date: 22-Jan-90 12:55

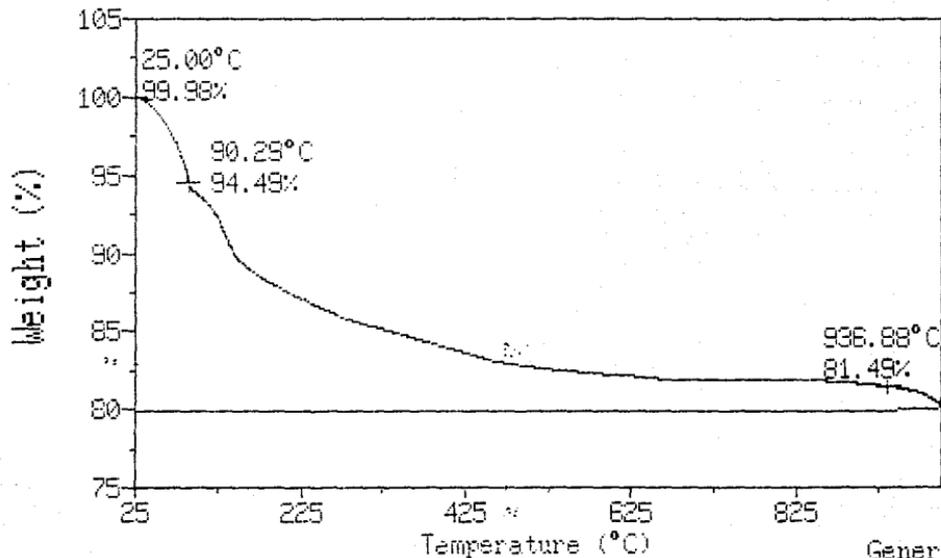


DIAGRAMA TERMICO GRAVIMETRICO
TIPO II ESTABILIZADO
FIG 2

Sample: ARCILLO 2
Method: TG-SUPER

TGA File: 0:R3.01
Run Date: 23-Jan-90 08:25

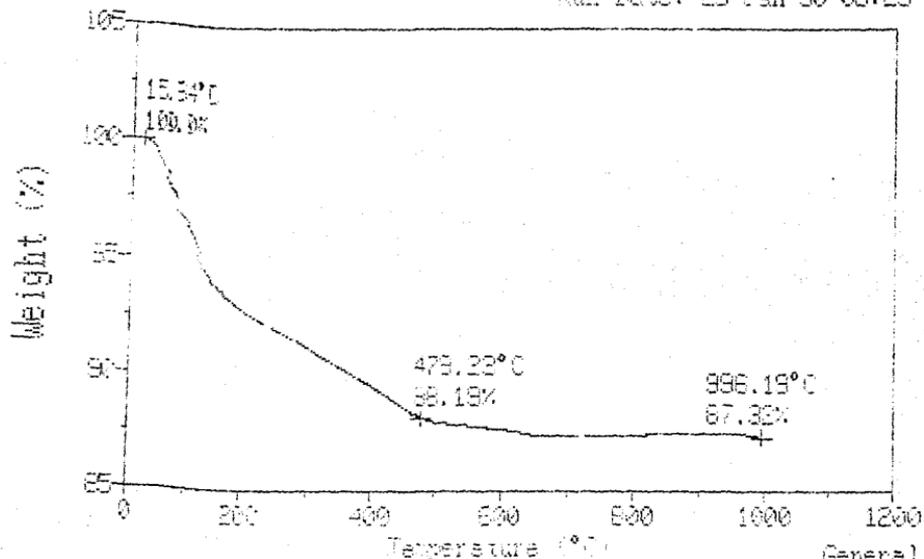
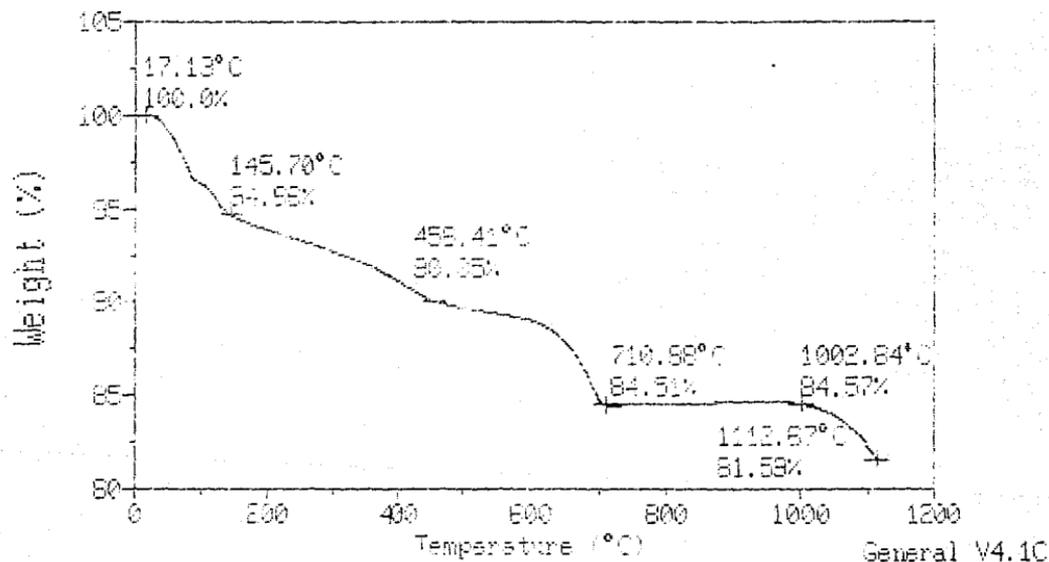


DIAGRAMA TERMICO GRAVIMETRICO
TIPO III ESTABILIZADO
FIG 3

Sample: ARCILLA 3
Method: TG-SUPER

TGA File: C:23.01
Run Date: 24-Jan-90 08:29



BIBLIOGRAFIA

Arauyo R. Ing. Interpretación de las propiedades físicas y químicas de los refractarios. Harbison Walker Flir de México S.A.

Baez P., Rosas P., Belmont D., González G. y Gómez B. (1977) Determinación de cromo en dos poblaciones humanas no ocupacionalmente expuestas. An. Inst. Biol. Univ. Nal. Auton. Mex. 48. Ser. Biol. Exp. 77-93.

Betejtin A. (1970) Curso de mineralogía. Ed. Mir, Moscu.

Bieler G. (1952) Vingt. Ans. de Progrès Ceramiques. Duand, Paris.

Black C.A., Evans D.D., White J.L., Ensminger L.E. y Clarck C.A. (1979) Methods of Soil Analysis Vol. I y Vol. II 5ª Reimpresión The American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA.

Compiled under the auspices of the Joint Committee On Powder Diffraction Standards. (1968) INDEX (INORGANIC) TO THE POWDER DIFFRACTION ASTM Publication, Philadelphia, Penssylvania, 19103.

Conley R.T. (1979) Espectroscopia Infrarroja 1ª Edición Española Ed. Alhambra, España.

Costales Delmar F.F., Olson W. (1970) Cerámica para Escuelas y Pequeñas Industrias. CECSA, México D.F.

De Pablo L. (1964) Las Arcillas I. Clasificación, identificación, usos y especificaciones industriales. Sobretiro del Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana, Tomo XXVIII, Num. 2 p 49-92, figura 1, tablas 1-9, México D.F.

Díaz Toledo (1976) Diferentes tipos de refractarios. Tesis (ing. químico) UNAM México D.F.

Dikerson E. Richard, Irving Geis. (1976) Chemistry, matter and universe. an Integrated approach to general chemistry. W.A. benjamin Inc. California.

Gadsden J.A (1975) Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds. 1ª Edición, Butterworth, USA.

Galvao Luiz A.C. (1987) Cromo. Serie vigilancia 5, Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud Organización Panamericana de la Salud Organización Mundial de la Salud, Metepec, México.

Gutiérrez M.E., Castillo S. y Bocco G. (1985) Estudio de monitoreo y evaluación del cementerio industrial de Cromatos de

México, S.A., en Tultitlan, Edo. de México, primera etapa.
Instituto de Geografía-Facultad de Química, UNAM, México.

Gutiérrez M.E., Castillo S. y Bocco G. (1986) Contaminación por cromo en el norte de la ciudad de México. Un enfoque interdisciplinario. Boletín del Instituto de Geografía, UNAM, México 16, 77-125.

Gutiérrez M.E. y Bocco G. (1988) Estudio de monitoreo y evaluación del cementerio industrial de Cromatos de México, S.A., en Tultitlan, Edo. de México, segunda etapa. Instituto de Geografía-Facultad de Química, UNAM, México.

Gutiérrez Margarita E., Castillo B. Silvia, Aguilera R. Efraín (1989) Chromate contamination north of México City: proposal for solution. UNEP Industry and Environment January/February/ March Vol 12 No 1 1989 p 51-56.

Hesse P.R. (1971) A Textbook of Soil Chemical Analysis. Ed. Murray, Great Britain.

José Nuñez Ma. C. (1987) Estudio de la oxidación de azufre inorgánico y azufre microbiológico comercial en suelos básicos de la cuenca de México. Tesis UNAM México D.F.

Kirk y Othmer (1978) Encyclopedia of chemical technology. 3ª Edición John Wiley, Nueva York, Vol. 20 p 1-37, Vol. 13, Vol. 6 p 54-120, Vol. 5 p 238.

Norton F.H. (1952) Elements of ceramics. Adison-Wesley, Cambridg 42, Mass, EE.UU.

Norton F.H. (1982) Cerámica para el artista alfarero. 16ª Impresión CECSA México.

Obregón P.A. (1973) Métodos de análisis químicos de rocas y materiales similares. Instituto de Geografía, UNAM, México.

Ocampo Nava (1975) Evaluación de minerales localizados en el Estado de México para su utilización en la elaboración de productos cerámicos. Tesis (ing. metalurgico) UNAM, México.

Ortiz Hernández M.L. (1986) Manual de técnicas y procedimientos para análisis físicos y químicos de suelos UAEM Cuernavaca Mor. teisis (biología)

Palache C., Bernen H y Frandel C. (1958) The system of mineralogy of james. 7ª Edición, Dwigh Dona and Edward Salisbury, Ed. John Weley, N.Y.

Perkin Elmer (1977) Analytical methods for atomic absorption spectrometry manual. USA.

Poudevida R.A. (1975) Diccionario Porrúa de la lengua española. 7ª Edición, Porrúa S.A., México D.F.

Robitschik J y Singer F, (1940) Chromite refractories. Brite Clywkr 310, enero.

Rosas P., Baez P., Belmont D. y Villalobos Petrini R. (1977) Cuantificación de cromo en suelos de la zona contaminada por cromo residual de origen industrial. An. Inst. Biol. Univ. Nal. Auton. Mex. 48, Ser. Biol. Exp. 95-112.

Rosas I.A. (1984) Aspectos ecotoxicológicos del cromo en una zona industrial del Estado de México. UNAM. Tesis (doctorado), México.

Sedue. Informe para la dirección general de prevención y control de la contaminación. Proyecto ejecutivo para la estabilización de los residuos de cromatos de México en Tultitlan, Edo. de México. Dr Enrique Bazua Rueda Fac. Química UNAM Nov. 1988

Singer F. y Singer S.S. (1976) Enciclopedia de la química industrial. Cerámica industrial. Tomo 9,10 y 11, Vol. I,II y III, Urmo S.A., Espartero 10, Bilbao-9.

Taylor Keenan J. (1988) Quality Assurance of Chemical Measurements 3ª Reimpresión Lewis Publishers, Inc. USA

Tristán L.A. (1984) Estudio general del proyecto: Sulfato de aluminio reciclado de los desechos de la planta de Cromatos de México S.A. CINADI, México.

Varian (1979) Analytical methods for flame spectroscopy. Varian tecnhtron Springvale Australia.

Villalobos Peñalosa M. (1987) Métodos para análisis del cromo y su aplicación en la caracterización de residuos sólidos industriales Tesis (química) UNAM México D.F.

Wallner Peter (1985) Projet 8 Marlboroug chromite Reconnaissance Phase. Sol. Explotrations PTY. LTD. Gafton, July 1985.