

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN ANTONIO ABAD DEL CUSCO
FACULTAD DE INGENIERÍA DE PROCESOS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS

**RECUPERACIÓN DE ÓXIDO DE CALCIO (CaO) DE
LOS LODOS GENERADOS EN EL PROCESO DE
ABLANDAMIENTO DE AGUA**

PRESENTADO POR:

Bach. RUDY TTITO TTITO

**PARA OPTAR AL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUIMICO**

ASESOR:

Msc. URIEL RAUL FERNANDEZ BERNAOLA

CUSCO – PERÚ

2024

INFORME DE ORIGINALIDAD

(Aprobado por Resolución Nro.CU-303-2020-UNSAAC)

El que suscribe, **Asesor** del trabajo de investigación/tesis titulada:.....

RECUPERACIÓN DE ÓXIDO DE CALCIO (CaO) DE LOS LODOS
GENERADOS EN EL PROCESO DE ABLANDAMIENTO DE
AGUA

presentado por: RUDY TTITO TTITO con DNI Nro.: 48212026 presentado
por: con DNI Nro.: para optar el
título profesional/grado académico de INGENIERO
QUIMICO

Informo que el trabajo de investigación ha sido sometido a revisión por 2 veces, mediante el
Software Antiplagio, conforme al Art. 6° del **Reglamento para Uso de Sistema Antiplagio de la
UNSAAC** y de la evaluación de originalidad se tiene un porcentaje de 0.8%.

Evaluación y acciones del reporte de coincidencia para trabajos de investigación conducentes a grado académico o
título profesional, tesis

Porcentaje	Evaluación y Acciones	Marque con una (X)
Del 1 al 10%	No se considera plagio.	X
Del 11 al 30 %	Devolver al usuario para las correcciones.	
Mayor a 31%	El responsable de la revisión del documento emite un informe al inmediato jerárquico, quien a su vez eleva el informe a la autoridad académica para que tome las acciones correspondientes. Sin perjuicio de las sanciones administrativas que correspondan de acuerdo a Ley.	

Por tanto, en mi condición de asesor, firmo el presente informe en señal de conformidad y adjunto la primera página del reporte del Sistema Antiplagio.

Cusco, 12 de diciembre de 2024

Firma

Post firma URIEL RAUL FERNANDEZ BERNAOLA

Nro. de DNI 43130855

ORCID del Asesor <https://orcid.org/0000-0002-9386-702X>

Se adjunta:

1. Reporte generado por el Sistema Antiplagio.
2. Enlace del Reporte Generado por el Sistema Antiplagio: oid:

<https://unsaac.tornitin.com/viewer/submissions/oid:27259:415650681?locale=es-MX>

Rudy Ttito

TESIS RUDY TTITO TTITO1.pdf

 Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::27259:415650681

Fecha de entrega

12 dic 2024, 10:00 p.m. GMT-5

Fecha de descarga

12 dic 2024, 10:14 p.m. GMT-5

Nombre de archivo

TESIS RUDY TTITO TTITO1.pdf

Tamaño de archivo

4.4 MB

148 Páginas

24,657 Palabras

130,602 Caracteres

8% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Filtrado desde el informe

- ▶ Bibliografía
- ▶ Texto citado
- ▶ Texto mencionado
- ▶ Coincidencias menores (menos de 15 palabras)

Exclusiones

- ▶ N.º de coincidencias excluidas

Fuentes principales

- 8%  Fuentes de Internet
- 0%  Publicaciones
- 3%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alertas de integridad para revisión

No se han detectado manipulaciones de texto sospechosas.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

PRESENTACIÓN

SEÑOR DECANO DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE PROCESOS
SEÑOR DIRECTOR DE LA ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA
SEÑORES MIEMBROS DEL JURADO.

De conformidad y cumplimiento lo estipulado en el Reglamento de Grados y Títulos vigente, de la Facultad de Ingeniería de Procesos, de la Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco, se pone a consideración el trabajo de Tesis intitulada:

**“RECUPERACIÓN DE ÓXIDO DE CALCIO (CaO) DE LOS LODOS
GENERADOS EN EL PROCESO DE ABLANDAMIENTO DE AGUA”**

Con el propósito de optar al Título Profesional de Ingeniero Químico.

Atentamente.

Rudy Ttito Ttito

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, agradecer a Dios, por bendecirme y guiarme a lo largo de mi existencia, ser el apoyo y fortaleza en aquellos momentos de dificultad y de debilidad.

A mi padre y hermanos: Roly, Maritza y Vilma por brindarme su apoyo incondicional, moral y económico durante la realización de mi carrera.

A todos los ingenieros quienes fueron mis Profesores, a quienes les debo gran parte de mis conocimientos, gracias a su paciencia, enseñanza, tiempo brindado y dedicación. Especialmente a mi asesor Msc. Uriel Raúl Fernández Bernaola por sus enseñanzas y guiarme durante la realización de esta investigación.

A todos aquellos lo que de una manera u otra contribuyeron a la realización de este trabajo de investigación.

DEDICATORIA

Este proyecto de tesis va dedicado a Dios fundamentalmente, a mi padre Concepción, a mi hermano Roly y hermanas Maritza y Vilma, quienes han estado conmigo en la mejor etapa de mi vida, por motivarme y enseñarme los valores elementales que me ayudó a crecer.

A mi pareja Dina Pillco Paulo, con mucho amor, que siempre ha estado dispuesto a apoyarme incondicionalmente.

A mi asesor Msc. Uriel Raúl Fernández Bernaola, por su tiempo y ayuda incondicional.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo la recuperación de óxido de calcio (CaO) de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua. Para lo cual se realizó un análisis de difracción de rayos X (DRX) a las muestras de lodo seco, el cual presenta un 99.7% de carbonato de calcio (CaCO₃). Posteriormente se realizó un análisis de termogravimetría (TGA) para identificar el comportamiento del carbonato de calcio (CaCO₃), en función a la pérdida de peso en un rango de temperaturas, lo cual se concluye que la conversión inicia a 752.38 °C y termina en 886.96 °C. Entre estas temperaturas la pérdida de peso es aproximadamente 37.50% atribuida a la carbonización de la muestra y a la descomposición de carbonato de calcio (CaCO₃) en óxido de calcio (CaO) y en dióxido de carbono (CO₂).

Para el desarrollo del proceso de la calcinación a nivel laboratorio se utilizó el diseño de experimentos Box-Behnken, para ello se propuso: tres factores, tres niveles y como variable de respuesta el porcentaje de recuperación de óxido de calcio (%CaO). Obteniéndose de esta forma un matriz de distribución de experimentos y como resultado de ello se calcinaron 15 muestras, a las temperaturas (800 °C, 900 °C y 1000 °C), en tiempos (60, 90 y 120 minutos) y granulometrías (1, 1.5 y 2 pulgadas), estas pruebas experimentales se desarrollaron por triplicado.

Los mejores resultados que permitieron obtener una mayor recuperación de óxido de calcio fueron: una temperatura de calcinación de 1000 °C, un tiempo de residencia de 120 minutos y una granulometría de 1.23 pulgadas con una recuperación del 70.96% de CaO.

Palabra clave: lodos ablandamiento de agua, óxido de calcio, DRX, TGA, recuperación de CaO.

ABSTRACT

The objective of this research work was the recovery of calcium oxide (CaO) from the sludge generated in the water softening process. For this purpose, an X-ray diffraction analysis (XRD) was carried out on the dry sludge samples, which had 99.7% calcium carbonate (CaCO₃). Subsequently, a thermogravimetric analysis (TGA) was performed to identify the behavior of calcium carbonate (CaCO₃), as a function of weight loss in a range of temperatures, which concluded that the conversion starts at 752.38 °C and ends at 886.96 °C. Between these temperatures the weight loss is approximately 37.50% attributed to the carbonization of the sample and the decomposition of calcium carbonate (CaCO₃) into calcium oxide (CaO) and carbon dioxide (CO₂).

For the development of the calcination process at laboratory level, the Box-Behnken design of experiments was used, proposing three factors, three levels and as a response variable the percentage of calcium oxide recovery (%CaO). As a result, 15 samples were calcined at temperatures (800 °C, 900 °C and 1000 °C), times (60, 90 and 120 minutes) and particle sizes (1, 1.5 and 2 inches), these experimental tests were carried out in triplicate.

The best results that allowed obtaining a higher recovery of calcium oxide were: a calcination temperature of 1000 °C, a residence time of 120 minutes and a particle size of 1.23 inches with a recovery of 70.96% of CaO.

Keyword: water softening sludge, calcium oxide, XRD, TGA, CaO recovery.

GLOSARIO

- **Box-behnken:** Son diseños experimentales para la metodología de superficie de respuesta.
- **Cal útil:** Es el óxido de calcio que aporta basicidad cuando reacciona con el agua.
- **Cal:** Sustancia blanca, ligera y caustica, constituida por óxido de calcio.
- **Carbonato de calcio:** Es un compuesto químico cuya fórmula es CaCO_3 .
- **Granulometría:** Clasificación de mineral por el tamaño de grano o partícula.
- **Grano:** Es una unidad de medida de peso y tamaño que se utiliza para describir partículas pequeñas de material sólido.
- **Lodo:** Mezcla de partículas sólidas y líquidas que forma una masa viscosa y pegajosa.
- **Muestreo:** Método que posibilita adquirir una porción representativa de una población o universo para llevar a cabo investigaciones.
- **Optimización:** Son técnicas que permiten obtener el mejor resultado mediante el estudio y modificación de los parámetros que influyen en el proceso estudiado.
- **Tiempo:** Es una magnitud que sirve para medir la duración o la separación de uno o más acontecimientos.
- **Termograma:** Representación gráfica de la propiedad media en función de la temperatura (o tiempo).
- **Variable de respuesta:** Unidad estudiada o medida en cada experimento.

ÍNDICE GENERAL

PRESENTACIÓN	II
AGRADECIMIENTOS	III
DEDICATORIA	IV
RESUMEN	V
ABSTRACT	VI
GLOSARIO	VII
INDICE DE FIGURAS	XIV
ÍNDICE DE TABLAS	XVI
ÍNDICE DE APÉNDICE	XVII
ÍNDICE DE ANEXOS	XVIII
CAPITULO I	1
1 GENERALIDADES.....	1
1.1 Introducción.....	1
1.2 Planteamiento de problema.....	2
1.2.1 Definición de problema.....	2
1.3 Objetivos de la investigación.....	4
1.3.1 Objetivo General.....	4
1.3.2 Objetivos Específicos.....	4
1.4 Justificación.....	4

1.5	Variables e Indicadores	5
1.5.1	Identificación de Variables	5
1.6	Operacionalización de variables.....	6
1.7	Delimitación de estudio.....	7
1.7.1	Delimitación espacial.....	7
1.7.2	Delimitación temporal	7
CAPITULO II		8
2	MARCO TEORICO	8
2.1	Antecedentes	8
2.1.1	Internacionales	8
2.1.2	Nacionales.....	10
2.2	Marco conceptual	12
2.2.1	Materia prima para la recuperación del óxido de calcio	12
2.2.1.1	Los lodos	12
2.2.1.2	Características y composición de los LTAP	13
2.2.1.3	Clasificación de los lodos LTAP.....	13
2.2.1.3.1	Lodos aprovechables	13
2.2.1.4	Lodos no aprovechables	14
2.2.1.5	Parámetros fisicoquímicos evaluados en los lodos	14
2.2.1.5.1	pH	14

2.2.1.5.2	Humedad.....	15
2.2.2	Minerales para la obtención de la oxido de calcio.....	15
2.2.2.1	La calcita.....	15
2.2.2.2	Dolomita.....	15
2.2.3	Procesos del ablandamiento de agua.....	16
2.2.3.1.1	Dureza total.....	16
2.2.3.1.2	Medida de la dureza del agua.....	17
2.2.3.2	Métodos de ablandamiento de agua.....	17
2.2.3.2.1	Método de la Cal – Sosa.....	17
2.2.3.2.2	Intercambiador iónico.....	18
2.2.4	Carbonato de calcio.....	19
2.2.4.1	Sistema de carbonatos.....	19
2.2.4.2	Formas de carbonato de calcio.....	19
2.2.5	La cal a partir de las piedras calizas.....	22
2.2.5.1	Propiedades físicas de la cal.....	23
2.2.5.2	Estructura cristalina del óxido de calcio.....	24
2.2.5.3	Propiedades químicas de la cal.....	25
2.2.6	Usos y aplicaciones de la cal viva.....	26
2.2.6.1	En la industria.....	26
2.2.6.2	Construcción.....	28

2.2.6.3	En la conservación del medio ambiente	29
2.2.6.4	Agricultura	30
2.2.7	Calcinación	30
2.2.8	Técnicas de caracterización	31
2.2.8.1	Difracción de rayos X (DRX)	31
2.2.8.1.1	Técnicas de difracción de rayos X (DRX).....	33
2.2.8.1.2	Fuentes de rayos X	33
2.2.8.2	Análisis termogravimétrico (TGA)	34
2.2.8.2.1	Principales Tipos de Curvas Termogravimétricas.....	36
2.2.9	Valoración ácido - base.....	38
2.2.9.1	Indicador fenolftaleína	38
CAPITULO III.....		40
3	MÉTODOLOGIA Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	40
3.1	Tipo de estudio	40
3.2	Materiales, equipos y reactivos	40
3.2.1	Materiales.....	40
3.2.2	Equipos e Instrumentos.....	41
3.2.3	Reactivos.....	41
3.3	Diseño de experimentos	41
3.3.1	Diseño Box Behnken (DBB).	44

3.3.2	Análisis de las variables.....	44
3.4	Metodología experimental.....	44
3.4.1	Toma de muestras	44
3.4.2	Secado.....	45
3.4.3	Tamizado.....	46
3.4.4	Caracterización de la muestra seca	48
3.4.4.1	Método de difracción de rayos X (DRX)	48
3.4.4.2	Método de análisis termogravimétrico (TGA).....	50
3.4.5	Proceso de la calcinación	50
3.4.5.1	Parámetros del proceso de calcinación.....	51
3.4.5.2	Balance de masa.....	56
3.4.5.3	Determinación de cal útil por valoración Ácido – Base de muestras lodo calcinado	58
3.4.5.3.1	Procedimiento para la determinación de óxido de calcio (CaO) recuperado	61
3.4.6	Caracterización del óxido de calcio recuperado y la cal industrial.....	63
CAPITULO IV	64
4	RESULTADOS Y DISCUSIONES	64
4.1	Caracterización de la muestra de lodo seco	64
4.2	Proceso de la recuperación de óxido de calcio (CaO).....	70
4.2.1	Pruebas de calcinación y determinación de cal útil	70

4.3	Análisis estadístico.....	81
4.3.1	Análisis de varianza ANOVA.....	81
4.3.2	Análisis de datos de calcinación para la recuperación de óxido de calcio.....	84
4.4	Caracterización de las muestras de lodo calcinado y de la cal industrial.....	88
4.4.1	Muestra calcinada	88
4.4.2	Muestra de la cal industrial.....	92
4.5	Calculo de los errores porcentuales.....	94
CONCLUSIONES.....		97
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....		99
APÉNDICE.....		103
ANEXO		130

INDICE DE FIGURAS

Figura 1 Estructuras cristalinas de la calcita, aragonita y vaterita	21
Figura 2 Morfologías de la calcita, aragonita y vaterita	22
Figura 3 Estructura cristalina de la celda unitaria del óxido de calcio	24
Figura 4 Sistema cúbico de la celda del óxido de calcio.	25
Figura 5 Esquema de la difracción de Rayos X.....	32
Figura 6 Descripción gráfica de la ley de Bragg	33
Figura 7 Principales fuentes de radiación y características en difracción de rayos X.....	34
Figura 8 Representación de un esquema típico de TGA	35
Figura 9 Principales tipos de curvas termogravimétricas.	36
Figura 10 Tabla de variación de color de la solución de fenolftaleína con respecto al pH	39
Figura 11 Poza de lodos.....	45
Figura 12 Secado de la muestra de los lodos del proceso de ablandamiento de agua.	46
Figura 13 Tamaño de las muestras según la granulometría 1, 1.5 y 2 pulgadas.....	48
Figura 14 Influencia de la granulometría en la calcinación.....	52
Figura 15 Esquema del proceso de la calcinación de la muestra de lodo seco.....	55
Figura 16 Diagrama de balance de materia	56
Figura 17 Materiales para preparación de ácido clorhídrico	58
Figura 18 Estandarización del ácido clorhídrico	60
Figura 19 Esquema de la determinación del óxido de calcio (CaO)	62
Figura 20 Difracto grama de la muestra seca	64
Figura 21 Curva TGA Y DTG de la muestra de lodo seco.....	68
Figura 22 Diagrama de Pareto estandarizado para la recuperación de óxido de calcio.....	82

Figura 23 Grafica de efectos de variables en la recuperación de óxido de calcio	83
Figura 24 Grafica de superficie de respuesta estimada.....	85
Figura 25 Difractograma de la muestra calcinado	88
Figura 26 Difractograma de la muestra de cal industrial.....	92

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Operacionalización de variables	6
Tabla 2 Propiedades de las diferentes formas del carbonato de calcio.....	20
Tabla 3 Posiciones atómicas de las diferentes formas del carbonato de calcio	21
Tabla 4 Comportamiento de las curvas características de un termograma	37
Tabla 5 Factores y niveles.....	42
Tabla 6 Matriz de experimentación, proceso de calcinación	43
Tabla 7 Tamiz ATSM de 8" Ø x 2" altura	46
Tabla 8 Tabla para la recolección de datos en el proceso de la calcinación	57
Tabla 9 Componentes identificados en la muestra seca.....	65
Tabla 10 Resultado del análisis elemental de la muestra seca.....	66
Tabla 11 Descomposición de carbonato de calcio en la muestra de lodo seco.....	69
Tabla 12 Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Primera replica.....	72
Tabla 13 Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Segunda replica.....	73
Tabla 14 Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Tercera replica	74
Tabla 15 Análisis de Varianza para la recuperación de óxido de calcio.....	81
Tabla 16 Mejores resultados para cada factor.....	86
Tabla 17 Coeficiente de la ecuación de regresión de segundo orden	86
Tabla 18 Componentes identificados en la muestra calcinada	89
Tabla 19 Resultado del análisis elemental de la muestra calcinada.....	90
Tabla 20 Componentes identificados en la muestra cal industrial.....	93

ÍNDICE DE APÉNDICE

Apéndice 1 Imágenes de los tamices con mallas comerciales de 1, 1.5 y 2 pulgadas	103
Apéndice 2 Imagen de las muestras de lodo seco con diferentes granulometrías para su posterior calcinación	103
Apéndice 3 Imágenes del proceso de la calcinación de las muestras de lodo seco.....	104
Apéndice 4 Imágenes de la preparación de ácido clorhídrico (HCL 1N)	105
Apéndice 5 Imágenes de reactivos para la estandarización de ácido clorhídrico (HCL 1 N)....	106
Apéndice 6 Imágenes de la estandarización de ácido clorhídrico.....	106
Apéndice 7 Imágenes de los reactivos para la determinación el porcentaje oxido de calcio (%CaO) recuperado	107
Apéndice 8 Imágenes de la determinación del porcentaje de óxido de calcio (%CaO) útil	108
Apéndice 9 Calculo para la preparación de disoluciones.....	111
Apéndice 10 Procedimiento para determinar el porcentaje de óxido de calcio disponible.....	113
Apéndice 11 Formato para la recolección de datos del proceso de la calcinación	114
Apéndice 12 Tabla de Registro de datos del proceso de la calcinación - Primera repetición....	115
Apéndice 13 Tabla de registro de datos del proceso de la calcinación - Segunda repetición	116
Apéndice 14 Tabla de registro de datos del proceso de la calcinación - Tercera repetición	117
Apéndice 15 Informe de difracción de rayos x de la muestra de lodo seco y pulverizado	118
Apéndice 16 Informe de termogravimetría de la muestra de lodo seco y pulverizado	120
Apéndice 17 Informe de difracción de rayos x de la muestra de lodo calcinado.....	123
Apéndice 18 Informe de difracción de rayos x de la muestra de cal industrial	126
Apéndice 19 Solicitud de aceptación de la empresa INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A. para la obtención de la muestra de lodo del proceso de ablandamiento de agua.....	129

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1 Certificado de calidad de la cal viva comercial..... 130

CAPITULO I

1 GENERALIDADES

1.1 Introducción

La cal es un compuesto químico de gran utilidad, que se obtiene por el calentamiento de la piedra caliza o carbonato de calcio (CaCO_3). Los usos y las aplicaciones en donde se pueden usar son: en la industria, en la construcción, en la agricultura, en la protección del medio ambiente, en las industrias de alimentos, en la minería y la metalurgia (Guerreros Meza *et al.*, 2021).

Hasta antes del siglo XX, el óxido de calcio era utilizado en su gran mayoría en la agricultura y la construcción. Por otro lado, algunos investigadores mencionan que la cal, fueron utilizados en los suelos, muros y la pintura en la época Neolítica y en la cultura de Jerico, hace 6000 a 7000 años A. de C. Dos antiguas culturas urbanas Neolíticas, donde aparecen rastros del uso de la cal. En la cultura maya, en los años 300 a 900 de nuestros tiempos, la cal se utilizó para el estuco y teñido de sus decoraciones que esculpían en centros ceremoniales como Copan, Palenque, Chichentza y otros. De la misma manera la cal fue utilizado por los Toltecas y los Aztecas en el renacimiento en el barroco entre el siglo XV al XVIII. En la cultura Andina, exactamente en el Perú, se utilizó la cal en la época de la colonización (Coloma Álvarez, 2008).

Por otro lado, la cal u oxido de calcio (CaO) se utiliza para el ablandamiento de agua. El cual es un proceso por el cual es posible disminuir o eliminar la dureza temporal del agua. Este proceso se realiza hidratando la cal viva (CaO) con agua (H_2O) para obtener la cal apagada o el hidróxido de calcio (Ca(OH)_2) como productos, esta a su vez es disuelto en el agua para su ablandamiento, provocando la precipitación del calcio como carbonato cálcico y del magnesio como hidróxido, de esta forma consiguiendo reducir la concentración de los cationes calcio y magnesio disueltos (Calcinor, 2020). Esta precipitación del calcio como carbonato de calcio y del

magnesio como hidróxido se eliminan como lodos, debido a que no se cuentan con un sistema de tratamiento o reúso y por lo tanto no son aprovechables.

Este trabajo de investigación tiene la finalidad de recuperar el óxido de calcio (CaO) de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua, teniendo como variables independientes como temperatura, tiempo y granulometría. Además, la calcinación se realizó siguiendo los lineamientos aplicados en el proceso de calcinación de la piedra caliza.

1.2 Planteamiento de problema

1.2.1 Definición de problema

En INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A. compañía dedicada a la fabricación de nitrato de amonio grado ANFO. Actualmente se realiza el proceso de ablandamiento de agua, provenientes del río Cachimayo, para los fines industriales. Inicia desde la toma, pasando por el desarenador donde se precipitan el lodo, las arenillas que son arrastradas por el agua en su recorrido. Seguidamente pasa por dos canales, la primera una rejilla gruesa con una abertura entre barras de 50 mm para retener materias gruesas flotantes y la segunda una rejilla fina la que retendrá partículas finas hasta 8 mm de espesor. Dicha dureza del agua fluctúa entre 178.57 a 214.28 mg/L.

Luego el agua pasa a través de un tanque de succión para ser transportada al conglomerador que tiene una forma de un cilindro, con una parte inferior que termina en forma de un cono, en la parte superior céntrica tiene un agitador mecánico para remover constantemente el agua que ingresa por la parte inferior del conglomerador y adicionalmente la cal lechada (Ca(OH)_2) y el tricloruro de hierro (FeCl_3) como floculante en el proceso de tratamiento primario del agua.

La adición de la cal lechada (Ca(OH)_2) tiene la finalidad de atrapar los bicarbonatos existentes en el agua cruda y el tricloruro de hierro (FeCl_3) con el agua forma el hidróxido de hierro (Fe(OH)_2), que es un floculante y por consiguiente atrapa el precipitado de carbonato de calcio

(CaCO_3) y el hidróxido de magnesio ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) que se encuentran en disolución, formando flóculos que precipitan en el fondo del conglomerador. Posteriormente son desechadas en forma de lodos mediante purgas antes y después de cada turno. El agua tratada que rebosa del conglomerador presenta una dureza de 128.57 a 135.71 mg/L.

En la actualidad, estos lodos no tienen tratamiento alguno ni son aprovechables y su vertido se realiza a la intemperie, terminando por disponerse como residuos sólidos. Los altos contenidos de carbonato de calcio (CaCO_3) en el suelo, disminuyen el rendimiento de los cultivos, al reducir la respuesta a la fertilización e incluso pueden obstaculizar el crecimiento de algunas especies agrarias importantes.

Ante este problema de qué hacer con estos lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua, surgió la necesidad de reutilizar estos residuos como materia prima por su alto contenido de carbonato de calcio (CaCO_3), para la obtención de óxido de calcio (CaO).

Problema general

¿Cuál es el porcentaje de recuperación del óxido de calcio (CaO) de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua?

Problema específico

- ¿Cuáles son las características de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua mediante difracción de rayos X (DRX) y la termogravimetría (TGA)?
- ¿Cómo influye la temperatura, tiempo y granulometría en el proceso de la calcinación en la recuperación de óxido de calcio (CaO)?
- ¿Cuáles son los parámetros adecuados de granulometría, temperatura y tiempo en el proceso de calcinación?

- ¿Cuál es el contenido de CaO en la muestra calcinado y de la cal industrial por difracción de rayos X (DRX)?

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo General

Recuperar el óxido de calcio (CaO) de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua mediante difracción de rayos X (DRX) y la termogravimetría (TGA).
- Evaluar el efecto de la temperatura, tiempo y granulometría en el proceso de la calcinación en la recuperación de óxido de calcio (CaO).
- Determinar los parámetros adecuados de granulometría, temperatura y tiempo en el proceso de calcinación.
- Determinar el contenido de CaO en la muestra calcinado y de la cal industrial por difracción de rayos X (DRX).

1.4 Justificación

La importancia de esta investigación radica en el aprovechamiento de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua, como una alternativa productiva para resolver un problema de manejo de grandes volúmenes de los lodos que se producen y los cuales son desechados. Su aprovechamiento como materia prima para la recuperación óxido de calcio (CaO) mediante el proceso de calcinación.

Desde el punto de vista medio ambiental, la recuperación del óxido de calcio es beneficiosa ya que se reduciría la cantidad de residuos que van a los vertederos. Y de esta manera se reduce la

necesidad de extraer y procesar piedras calizas, lo que ahorra recursos naturales y reduce la huella de carbono.

Por otro lado, la recuperación de óxido de calcio es una práctica que se alinea con los principios de la economía circular, promoviendo la sostenibilidad, la eficiencia y la creación de valor.

1.5 Variables e Indicadores

1.5.1 Identificación de Variables

Variable dependiente

- a) % de cal (CaO) recuperado.

Variable independiente

- Granulometría
- Temperatura de calcinación de los lodos.
- Tiempo de calcinación de los lodos.

1.6 Operacionalización de variables

Tabla 1

Operacionalización de variables

	VARIABLES	DEFINICIÓN CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	INDICADORES
Independiente	Temperatura de calcinación de la muestra de lodo seco.	La temperatura de la calcinación de los lodos se realiza a altas temperaturas (800 a 1000 °C) en hornos o mufla de laboratorio.	Medición de la Temperatura de calcinación.	Rangos de temperaturas de calcinación (°C)
	Tiempo de calcinación de la muestra de lodo seco.	Es el tiempo de residencia de la calcinación (60, 90 y 120 min) de los lodos en el horno durante la calcinación.	Medición del tiempo de la calcinación.	Rangos de tiempo de residencia (min)
	Granulometría	Tamaño ideal de la muestra para la calcinación.	Utilización de Tamiz ASTM E11 de 8" Ø y 2" de altura de (1", 1.1/2" y 2").	Tamaño de apertura del tamiz (pulgadas)
Dependiente	% de óxido de calcio (CaO) recuperado	Determinación del porcentaje de óxido de calcio (CaO) recuperado después de la calcinación mediante el método de volumetría (ácido-base).	Para calcular el porcentaje de cal útil se determinó por el Método volumétrico	% CaO

1.7 Delimitación de estudio

1.7.1 Delimitación espacial

El estudio se realizó en las muestras de lodos, que son generados por el proceso de ablandamiento de agua de la empresa INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A. ubicado en el distrito de Cachimayo, provincia de Anta, en la región de Cusco, lugar donde se tomaron las muestras. A su vez, el estudio se efectuó en laboratorios, donde se realizaron las pruebas de experimentación del proceso de calcinación y la determinación del porcentaje de óxido de calcio (CaO) de la muestra de lodos.

1.7.2 Delimitación temporal

La investigación se realizó el primer semestre del año 2023 y el desarrollo del mismo se ejecutó, en el segundo semestre del presente año.

CAPITULO II

2 MARCO TEORICO

2.1 Antecedentes

2.1.1 Internacionales

(Mendoza Cañas & Fajardo Mendieta, 2020) en la tesis titulado, “**ALTERNATIVAS DE APROVECHAMIENTO DE LOS LODOS PROVENIENTES DE PLANTAS DE TRATAMIENTO DE AGUA POTABLE Y RESIDUAL INDUSTRIAL**”. El objetivo general de esta investigación fue realizar una revisión bibliográfica acerca del manejo y uso de los lodos provenientes de plantas de tratamiento de agua potable y residual industrial. Para lo cual la búsqueda bibliográfica se enfocó en las publicaciones de la literatura de los últimos diez (10) años vinculados con la utilización de los lodos generados en las plantas de tratamiento de agua potable y residual industrial. Las palabras principales empleadas utilizadas en la búsqueda de información vinculadas a los lodos provenientes del tratamiento de agua potable fueron: sludge, drinking wáter, utilization, use y wáter. Y para la búsqueda de datos sobre lodos provenientes del tratamiento de agua residual se utilizaron términos como: sludge, sewage sludge, utilization y wastewater. Durante la investigación bibliográfica se hallaron nueve (9) opciones de empleo de los lodos derivados del tratamiento de agua potable y seis (6) opciones de empleo los lodos derivados del tratamiento de agua residual. Esto señala que hay una creciente inquietud en la utilización de los lodos derivados de la PTAR, debido al elevado contenido de patógenos, metales pesados y materia orgánica que obstaculizan en las opciones de uso para estos lodos. Respecto a los lodos deribados de PTAP se considera bastante limpios en comparación con los metales pesados y compuestos orgánicos, por lo que representan un riesgo ambiental más bajo. Se concluye que existe un

potencial para ser utilizados los lodos de PTAP y PTAR industrial y se insiste en la realización de proyectos que propongan opciones viables y sostenibles para su reciclaje.

Manzano Vela, (2017) en su tesis titulado, “**DESARROLLO DE UN MÉTODO PARA LA RECUPERACIÓN DE CARBONATO DE CALCIO DE LOS LODOS RESIDUALES DE LA EMPRESA ECUAMÁRMOL**”. El objetivo general fue desarrollar un método para la recuperación del carbonato de calcio, de los lodos residuales en la empresa ECUAMARMOL, que derivan de la combinación del polvo de roca con el agua empleadas en las etapas de corte y pulimento. Para el desarrollo de esta investigación, se utilizó el método de investigación exploratorio y experimental, asimismo se realizó un análisis de las muestras para su posterior tratamiento en el laboratorio para determinar las características físicas (Humedad, pH y luz de malla) y químicos (porcentaje de carbonato de calcio). El autor concluyo, que para separar la mayor cantidad de carbonato de calcio (CaCO_3) de los lodos residuales, es necesario la caracterización de los de la muestra, para ello se analizaron tres muestras sometidas a temperaturas de secado, en un secador a 80 °C, 85 °C y 90 °C, seguidamente en un molino de bolas (durante 1 hora) se realiza la molienda, continuando con el tamizaje. En consecuencia, la muestra seca a 80 °C mostro un porcentaje de carbonato de calcio del 98.8%, lo que la distinguió con la más alta obtenida.

Zhu *et al.*, (2011) en el artículo científico titulado, “**CARACTERÍSTICAS DEL GRANO DE NANO CaO Y MODELO DE CRECIMIENTO BAJO CALCINACIÓN**”. El objetivo general de esta investigación fue caracterizar el grano y evaluar el modelo de crecimiento de nano CaO. Para ello se utilizó una muestra de grano de nano CaCO_3 con un tamaño de partícula

de 70 nm. El grano de nano CaCO_3 se caracterizó utilizando difractómetro de rayos X para identificar el tipo de morfología. De igual forma se adoptó un análisis de termogravimetría (TGA) para identificar las temperaturas de descomposición de nano CaCO_3 . La evaluación del modelo de crecimiento del grano de nano CaO , se realizaron en un calcinador en diferentes tiempos de calcinación de 10 a 480 minutos y temperaturas de 750 a 900 °C. Los resultados mostraron que el tamaño de grano de nano CaO creció más rápido a medida que aumentaba la temperatura de calcinación, a las siguientes condiciones de calcinación isotérmica de 10 a 120 minutos y temperaturas de 750 a 900 °C.

2.1.2 Nacionales

Guerreros Meza, *et al.*, (2021) en el artículo científico titulado, “**CINÉTICA DE LA CALCINACIÓN DE LOS CARBONATOS DE CALCIO DE ANGASMAYO PROVINCIA DE CHUPACA – JUNÍN – PERÚ**”. El objetivo general de esta investigación fue evaluar las variables que influyen en el proceso de la calcinación como el tiempo, la temperatura y la granulometría de operación, modelando así empíricamente el radio del proceso de calcinación. La metodología utilizada es un enfoque cuantitativo y experimental; a su vez el estudio se realizó en tres periodos. El primer periodo, consistió en estimar las variables físicas de granulometría, porosidad y densidad, por la determinación del radio de avance de calcinación y la densidad, que permitió decidir el porcentaje de carbonatos e impurezas en la muestra. En el segundo periodo, se evaluaron las variables más frecuentes en el proceso de la calcinación, estimando rangos de las variables que fueron evaluados mediante un diseño factorial. Esto permitió definir valores para cada variable para mejorar el rendimiento de la calcinación. En el tercer periodo, los resultados obtenidos en el segundo periodo, se evaluaron termodinámicamente para determinar la energía de activación y la secuencia de reacción para el deterioro de la piedra caliza en óxido de calcio y

dióxido de carbono. Los autores concluyeron que, para la producir la cal, es recomendable trabajar con granulometrías menores a 2 pulgadas y con una carga precalentada, que permitirá iniciar el proceso de calcinación tan pronto como sea alimentado el horno de calcinación, con un tiempo de 2 horas de permanencia aproximado en el horno a una temperatura de 900 °C.

Farías Taboada, (2018) en su tesis titulada, **“OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE CALCIO (CaO) A NIVEL DE LABORATORIO POR MEDIO DE LA CALCINACIÓN DE VALVAS DE CONCHA DE ABANICO (*ARGOPECTEN purpuratus*) EN LA CIUDAD DE SECHURA”**. El objetivo general de esta investigación, fue la obtención de óxido de calcio (CaO) a nivel laboratorio por la calcinación de las valvas de concha de abanico (*ARGOPECTEN purpuratus*). Esta investigación se desarrolló mediante un método de razonamiento deductivo para encontrar un modelo teórico de calcinación para las valvas de concha de abanico como materia prima. Por lo cual adapto una alternativa para el tratamiento de las valvas de la concha de abanico, mediante la calcinación para la producción de óxido de calcio (CaO), considerando que las valvas contenían el 94.4 % de carbonato de calcio (CaCO₃). Se realizaron 20 pruebas experimentales de calcinación. Para lo cual se formaron 4 grupos de 4 muestras por grupo y una temperatura por grupo (600, 750, 900 y 950 °C), A cada muestra se le asignó uno de los tiempos de (15, 30, 45 y 60 minutos). El autor concluye, para producir oxido de calcio (CaO) de las valvas de concha de abanico, por la calcinación se efectuó a 900 °C de temperatura, durante 30 minutos de calcinación, donde se produce una reacción total para la descomposición del carbonato de calcio (CaCO₃) en oxido de calcio (CaO) y dióxido de carbono (CO₂). Asimismo, el contenido de óxido de calcio (CaO) como resultado de la calcinación de la muestra M₂ a 900 °C fue del 92.7%.

Gonzales Sacsi, S. y Ticona Cansaya, K.A., (2016) en su tesis de investigación, **“EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LA GRANULOMETRÍA DE PIEDRA CALIZA, CONCENTRACIÓN DE CARBONATO DE CALCIO, TIEMPO DE RESIDENCIA Y TEMPERATURA DE CALCINACIÓN PARA MEJORAR EL RENDIMIENTO EN LA OBTENCIÓN DE OXIDO DE CALCIO (CAL VIVA)”**. El objetivo general de esta investigación, es evaluar los efectos de la granulometría de la caliza, la concentración de carbonato de calcio, el tiempo de residencia y la temperatura de calcinación para mejorar el rendimiento de la recuperación de óxido de calcio. Esta investigación es netamente cuantitativo y experimental. Para el desarrollo de esta investigación se realizaron 64 pruebas experimentales. Por otro lado, se evaluaron las muestras de calizas que contenían (92.52% y 94.05%) de concentración carbonato de calcio para su posterior calcinación con temperaturas de calcinación entre 900 °C a 1000 °C. Asimismo, con tiempos de residencia de 4, 6, 8 y 10 horas. El autor concluyo, que para las concentraciones seleccionadas inicialmente se determinó la granulometría de 1 pulgada, un tiempo de residencia de 8 horas y temperatura de 1000 °C. obteniendo un oxido de calcio de 88.9% y 90.75% respectivamente de las muestras anteriores.

2.2 Marco conceptual

2.2.1 Materia prima para la recuperación del óxido de calcio

2.2.1.1 Los lodos

Los lodos o fangos son residuos que se generan en las estaciones depuradoras de agua, que consisten en una mezcla de agua y solidos separada del agua tratada. Las características, así como las cantidades de lodos producidos, se puede ser expresada en términos de masa (base seca) o en volumen (base húmeda), dependen de diversos factores tales como el tipo y caudal de agua tratada, la climatología, el diseño de la instalación, y sobre todo del tipo de proceso del que procedan. Así,

en una estación depuradora de aguas residuales, se denominan lodos primarios a aquellos procedentes de decantación primaria, secundaria al lodo en exceso retirado del tratamiento biológico, y mixtos a la mezcla de ambos. Otras posibles procedencias de los lodos son, por ejemplo, tratamientos anaeróbicos, lagunas de estabilización, procesos de espesamiento y deshidratación, lavado de filtros de arena y procesos de ablandamiento de agua (Laca Pérez *et al.*, 2018).

2.2.1.2 Características y composición de los LTAP

Por lo general, los lodos provenientes del tratamiento de agua potable (LTAP) se componen de diversas fases que se distinguen por su estado físico y composición química. En general los LTPA se consideran compuestos de flóculos (fase sólida) y agua (fase líquida) que forman una red tridimensional (Laca Pérez *et al.*, 2018).

2.2.1.3 Clasificación de los lodos LTAP

Los desechos o residuos, son cualquier objeto, material, sustancia o elemento sólido que se deriva del uso o consumo de un bien en actividades domésticas, industriales, comerciales e institucionales, que el productor abandona, rechaza o entrega, y que puede ser utilizado o convertido en un nuevo bien, con valor económico o disposición final. En principio los lodos pueden ser clasificados en tres categorías aprovechables; según la norma categoría A o categoría B, no aprovechables y peligrosos (Laca Pérez *et al.*, 2018).

2.2.1.3.1 Lodos aprovechables

Según (Laca Pérez *et al.*, 2018), los lodos aprovechables son los lodos provenientes de un proceso de tratamiento que se puede ser reutilizado directa o indirectamente en reciclaje, compostaje y generación de energía. Además, una vez estabilizados se pueden emplearse como fertilizantes, acondicionadores y restauradores de suelos.

Según el decreto 1278 del 2014, los lodos aprovechables se categorizan en: categoría A y categoría B. Esta categoría determina su uso en actividades tanto agrícolas como no agrícolas, tales como recuperación de terrenos, actividades forestales y cobertura de rellenos sanitarios.

Respecto a los lodos de la categoría A, la Agencia de Protección Ambiental (EPA) hace una distinción más precisa al referirse a estos como biosólidos de calidad excepcional. Estos son aquellos que poseen escaso contaminante y han disminuido su contenido de componentes degradables que atraen vectores. (seres vivos con la habilidad de llevar y propagar agentes infecciosos como roedores, moscas y mosquitos).

Respecto a la categoría B, pueden ser tratados, pero todavía poseen niveles detectables de agentes patógenos; estos están limitados al acceso público. Asimismo, pueden ser adecuados para su uso en el suelo, con limitaciones sanitarias de uso dependiendo del tipo y ubicación de los suelos y cultivos. La organización de una correcta gestión de los lodos asegura que se utilicen biosólidos en la tierra agrícola en cantidades y calidades adecuadas.

2.2.1.4 Lodos no aprovechables

Para Laca Pérez et al., (2018), los lodos no aprovechables, son lodos que no tienen características aceptables para algún aprovechamiento, por ejemplo, tienen poca o nula carga orgánica o poder calorífico bajo, los cuales pueden ser desechados junto con los residuos sólidos de origen doméstico en los rellenos municipales.

2.2.1.5 Parámetros fisicoquímicos evaluados en los lodos

2.2.1.5.1 pH

El pH indica el grado de acidez o basicidad de una solución, este se mide por la concentración de ion hidrógeno; los valores de pH están comprendidos en una escala de 0 a 14, el valor medio es 7; el cual corresponde a solución neutra por ejemplo agua, los valores que se

encuentran por debajo de 7 indican soluciones acidas y valores por encima de 7 corresponden a soluciones básicas o alcalinas (Laca Pérez *et al.*, 2018).

2.2.1.5.2 Humedad

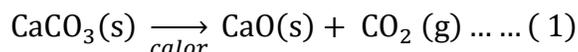
El agua es el único ingrediente que está prácticamente presente en casi todas las materias conocidas, tales como orgánicas e inorgánicas y su cantidad, estado físico y dispersión en estas afectan su aspecto, olor, sabor y textura (Laca Pérez *et al.*, 2018). a

2.2.2 *Minerales para la obtención de la oxido de calcio*

De acuerdo Coloma Álvarez (2008), el compuesto mineralógico, utilizado para la fabricación del óxido calcio (CaO), esta adquiere su denominación, pudiendo ser:

2.2.2.1 La calcita

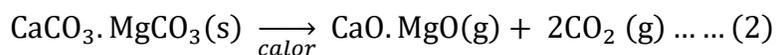
La calcita es un mineral que está compuesto por carbonato de calcio (CaCO₃), que al calcinar se descompone en oxido de calcio (CaO) y dióxido de carbono (CO₂), como en la siguiente reacción química, Ecuación 1:



El contenido de MgO fluctúa entre 0.5% a 2.5%.

2.2.2.2 Dolomita

Es un mineral que está compuesto de carbonato de calcio y magnesio, el que al calcinarlo se descompone en óxido de calcio y magnesio (CaO, MgO respectivamente), como en la reacción química, Ecuación 2:



- Por lo general contiene 35% a 45% de MgO.

2.2.3 *Procesos del ablandamiento de agua*

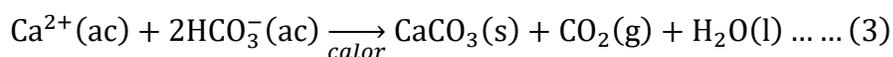
El proceso del ablandamiento de agua consiste en la reducción o eliminación de la dureza total del agua.

La dureza, es una propiedad provocada por la presencia de una cantidad mayor o menor de sales disueltas principalmente Ca^{2+} , Mg^{2+} y en menor cantidad de Fe^{2+} , Al^{3+} , Sr^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , etc. de sales disueltas. El grado de dureza es proporcional a la concentración de sales de calcio y magnesio presentes y se pueden encontrar junto a distintos aniones, si están acompañados de HCO_3^- constituyen la dureza temporaria o carbónica, y si lo están de SO_4^{2-} , Cl^- , NO_3^- , etc., constituyen la dureza permanente o no carbonatada (Odetti & Bottani, 2020).

2.2.3.1.1 **Dureza total**

Se refiere a la suma de la dureza temporal y la dureza permanente en una muestra de agua.

- **Dureza temporal:** Corresponde a los iones metálicos asociados al HCO_3^- , el cual puede eliminarse calentando a ebullición la muestra de agua; ya que se produce la precipitación de carbonatos. Ello se puede observar en la siguiente reacción (Domènech & Peral, 2006).



- **Dureza permanente:** Corresponde a los iones metálicos asociados a otros aniones como SO_4^{2-} , Cl^- , NO_3^- , etc. (Domènech & Peral, 2006). Donde generalmente los sulfatos y cloruros son los que se encuentran en mayor proporción. Este tipo de dureza no se puede eliminar al hervir el agua; ya que al ser más solubles en el agua tienden a tener un comportamiento directamente proporcional con la temperatura, hasta un límite donde la solubilidad tiende a disminuir (Lockuán Lavado, 2012).

2.2.3.1.2 Medida de la dureza del agua

Según Lockuán Lavado (2012), comúnmente la dureza se expresa en términos de $mg\ CaCO_3/L$ o más conocido como ppm $CaCO_3$. Sin embargo, también se puede expresar en Grado alemán (Deutsche Harte, °dH) en donde:

$$17.9 \frac{mg\ CaCO_3}{L} \leftrightarrow 1^\circ dH$$

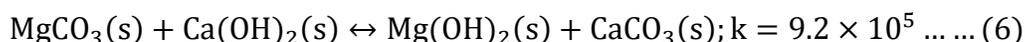
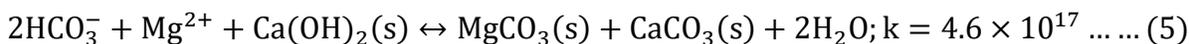
2.2.3.2 Métodos de ablandamiento de agua

Existen varios métodos para ablandar el agua, las más usadas comúnmente son:

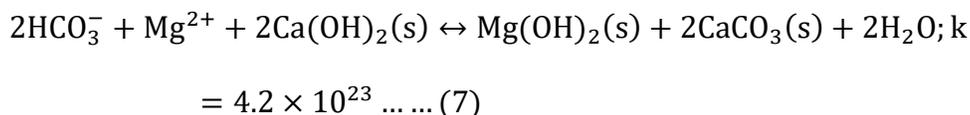
2.2.3.2.1 Método de la Cal – Sosa

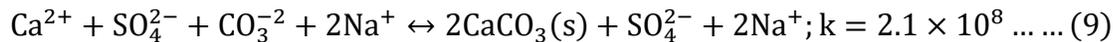
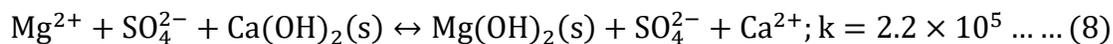
Según Odetti & Bottani (2020), consiste en la adición de cal apagada ($Ca(OH)_2$) y el carbonato de sodio (Na_2CO_3) al agua. El carbonato de sodio ($NaCO_3$) en el agua es una fuente de iones carbonatos (CO_3^{2-}) para la separación de los iones Ca^{2+} . Por otro lado, el hidróxido de calcio ($Ca(OH)_2$) en el agua provee los iones hidróxido (OH^-) necesarios para transformar iones bicarbonato (HCO_3^-), en iones de carbonato (CO_3^{2-}), capaz de separar los iones Ca^{2+} como carbonato de calcio ($CaCO_3$) en estado sólido.

Las siguientes son las reacciones y los valores de la constante de equilibrio correspondientes:



La ecuación (9) nos dice que el $MgCO_3(s)$ es inestable en presencia de $Ca(OH)_2(s)$ por lo que se reemplazan las reacciones (5) y (6) por:

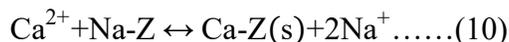




2.2.3.2.2 Intercambiador iónico

Para Odetti & Bottani (2020), es un proceso químico en el que se produce la transferencia de iones entre dos o más sustancias a través de una columna que contiene un sólido con el que intercambia iones, por lo general el sólido aporta Na^+ y el agua los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} . El sólido utilizado es en general un aluminosilicato (mineral que contiene óxido de aluminio y sílice), de una composición variable y estructura compleja que recibe el nombre de zeolitas. Las zeolitas son sustancias sólidas de estructura compleja y fórmulas empíricas diferentes ($\text{AlNaSi}_2\text{O}_6$, $\text{AlNaSi}_3\text{O}_8$, etc.) que se encuentran en la naturaleza y otras han sido sintetizadas (permutitas) por el hombre.

Una columna rellena de zeolitas, en contacto con agua pura no se disolverá, ya que no hay un intercambio iónico. Sin embargo, si el agua contiene iones positivos de Ca^{2+} y Mg^{2+} , ocurre un intercambio iónico entre la red y la fase acuosa, como en la siguiente reacción:



Donde:

- Na-Z y Ca-Z representa a los iones Na^+ y Ca^{2+} unidos a la zeolita.

En consecuencia, los iones de Ca^{2+} en el agua descienden y por esta razón se reemplazan por una cantidad igual de iones de Na^+ . Se sabe que los iones de Ca^{2+} causan la dureza del agua, pero no, los iones de Na^+ . Por esta razón, los iones de Na^+ , reemplazan a los iones de Ca^{2+} , lo que hace que la zeolita sea menos eficiente y por lo tanto la zeolita debe regenerarse. Esto requiere drenar una solución concentrada de cloruro de sodio (NaCl), para revertir el proceso.

2.2.4 Carbonato de calcio

El carbonato de calcio (CaCO_3) es un compuesto químico muy común en la naturaleza, presente en:

- Rocas sedimentadas (caliza, dolomita),
- Conchas de moluscos y corales,
- Minerales (Calcita, Aragonita).

2.2.4.1 Sistema de carbonatos

Las especies químicas que componen el sistema de carbonatos (CO_2), gaseoso ($\text{CO}_{2(g)}$); acuoso (CO_2) o disuelto ($\text{CO}_{2(ac)}$); ácido carbónico (H_2CO_3); bicarbonatos (HCO_3^-); carbonato (CO_3^{2-}) y sólidos que contienen carbonatos constituyen uno de los sistemas ácido-base conjugados de mayor importancia en las aguas para neutralizar los ácidos fuertes y bases fuertes (alcalinidad y acidez, respectivamente) se basan en las propiedades específicas del sistema de carbonatos. Las especies carbonato también regulan las aguas naturales (Peraza Barrios, 2009).

2.2.4.2 Formas de carbonato de calcio

Para (Peraza Barrios, 2009), el carbonato de calcio se puede presentar en 6 formas diferentes: Una amorfa; carbonato de calcio amorfo, 2 hidratadas; carbonato de calcio monohidratado y carbonato de calcio hexahidratado y 3 deshidratadas: calcita, aragonita y vaterita.

- El carbonato de calcio amorfo, es más inestable, comúnmente tiene una forma esférica de diámetros menores a $1 \mu\text{m}$ y se asocia con la precipitación homogénea.
- El carbonato de calcio hexahidratado, también llamado Ikaeita, cristaliza fácilmente a temperaturas próximas a 0°C , degradándose instantáneamente a formas anhidras a temperaturas elevadas.

- El carbonato de calcio monohidratado, que cristaliza en formas esféricas, se relaciona con la precipitación heterogénea.
- La Calcita a temperatura ambiente se presenta como un mineral, con una estructura cristalina de forma cubica.
- La Aragonita se manifiesta fácilmente a temperaturas elevadas, y también es favorecido por el ultrasonido. Posee una estructura alargada en forma de agujas.
- La Vaterita, es un mineral menos común de las fases deshidratadas, es un metal estable como la calcita y la Aragonita. Cuyas formas son redondas.

En la tabla 2, se muestra las propiedades del carbonato de calcio.

Tabla 2

Propiedades de las diferentes formas del carbonato de calcio.

PROPIEDAD	CALCITA	ARAGONITA	VATERITA
Densidad (g/cm ²)	2.72	2.94	2.64
Forma común	Cúbica	Agujas	Redondeada
Grupo espacial	R-3c	P m c n	P 63/m m c
Parámetros de red	a = 4.9906 Å b = 4.9906 Å c = 17.0503 Å α = 90° β = 90° γ = 120°	a = 4.9617 Å b = 7.9626 Å c = 5.7485 Å α = 90° β = 90° γ = 90°	a = 4.1321 Å b = 4.1321 Å c = 8.4727 Å α = 90° β = 90° γ = 120°

Nota: Propiedades de las diferentes formas del carbonato de calcio. Densidad, forma, grupo espacial y parámetros de red (Peraza Barrios, 2009).

Tabla 3

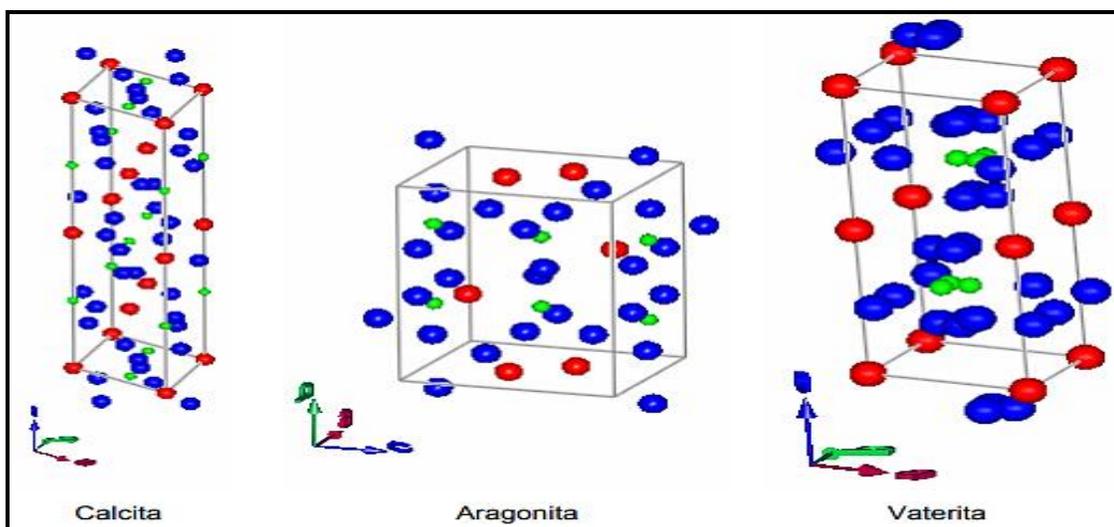
Posiciones atómicas de las diferentes formas del carbonato de calcio

	Calcita			Aragonita			Vaterita		
	X(Å)	y(Å)	z(Å)	X(Å)	y(Å)	z(Å)	X(Å)	y(Å)	z(Å)
Ca	0.000	0.000	0.000	0.250	0.415	0.240	0.000	0.000	0.000
C	0.000	0.000	0.250	0.250	0.763	0.085	0.290	0.580	0.250
O₁	0.250	0.000	0.250	0.250	0.923	0.095	0.120	0.240	0.250
O₂	-	-	-	0.473	0.680	0.087	0.380	0.760	0.120

De las tablas 2 y 3 y el módulo FpStudio del fullProf Suite, es posible obtener las estructuras cristalinas de la Calcita, Aragonita y Vaterita. Ver la figura 1.

Figura 1

Estructuras cristalinas de la calcita, aragonita y vaterita.



Nota: Estructuras cristalinas de la Calcita, Aragonita y Vaterita, las esferas rojas, verdes y azules representan los átomos de Ca, C y O respectivamente (Peraza Barrios, 2009).

Cal viva.- Se obtiene de la calcinación de la caliza que, al desprender dióxido de carbono, se transforma en óxido de calcio (Avelino Romualdo, 2019). Además la cal viva se puede sintetizar a partir del agua marina, que contiene concentraciones regulares de carbonatos de calcio y magnesio (Herrera Robalino, 2012).

Cal apagada. - También conocido comercialmente como la cal hidratada, a la especie química de hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), la cual está formada por el metal calcio unido a dos grupos hidróxidos (OH). El óxido de calcio al combinarse con el agua se transforma en hidróxido de calcio (Avelino Romualdo, 2019).

Cal hidráulica. - Formado por hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), sílica (SiO_2) y alúmina (Al_2O_3) o mezclas sintéticas de composición idéntico. Tiene la propiedad de fraguar y endurecer incluso debajo del agua (Cordoví Alarcón, 2022).

2.2.5.1 Propiedades físicas de la cal

Según (Samayoa Curiales, 2005), las propiedades de la cal se clasifican en:

Finura. – El alto finura de los granos, logra una resistencia mecánica de 3 MPa por simple secamiento. La finura afecta sobre la fluidez, cohesión y retención del agua. Un tamaño entre 0.005 y 5 mm es satisfecho (Samayoa Curiales, 2005).

Estabilidad. - Cuando se realiza un apagado incorrecto de la cal viva, pueden surgir partículas de óxido de calcio (CaO). Los morteros que contienen estas impurezas, pueden enfrentar inconvenientes ante la humedad, debido a que el óxido de calcio (CaO), se convierta en hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), lo que ocasiona un incremento considerable en su volumen, generando protuberancias o cavidades.

Plasticidad. - Característica de los morteros que incluye las propiedades de: cohesión, (habilidad de la mezcla para mantenerse integro e incorporarse al sustrato); fluidez (habilidad del

mortero para facilitar la unión de las partículas entre sí, por ende, de deformarse); retención de agua (para prevenir la pérdida de agua debido a la absorción o a la evaporación).

Retención de agua. – Es la característica de la cal u óxido de calcio, que permite al mortero mantenga la consistencia desde la preparación hasta el momento de aplicación, es decir, mantenerse húmedo o con poca retracción por secado hasta obtener su durabilidad.

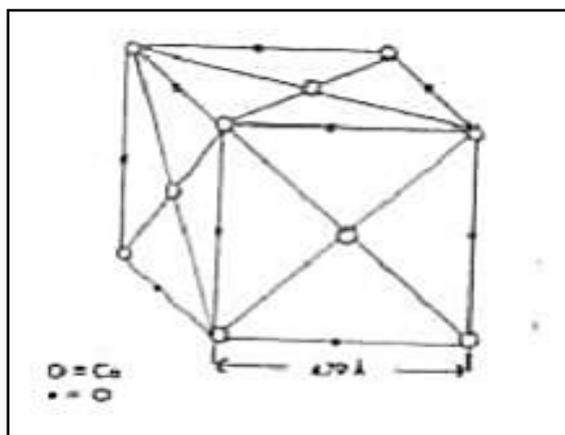
Capacidad de incorporación de arena. - Cuando la cal hidratada sea más eficiente, en términos de fluidez en los morteros frescos, se incrementará la cantidad de arena que se pueda añadir a la mezcla y, en consecuencia, existirá una mayor economía.

2.2.5.2 Estructura cristalina del óxido de calcio

La difracción por rayos X, muestra que el óxido de calcio puro se cristaliza en el sistema cúbico, tal como se muestra en la figura 3.

Figura 3

Estructura cristalina de la celda unitaria del óxido de calcio



Nota: Estructura cristalina de la celda unitaria del óxido de calcio (Samayoa Curiales, 2005).

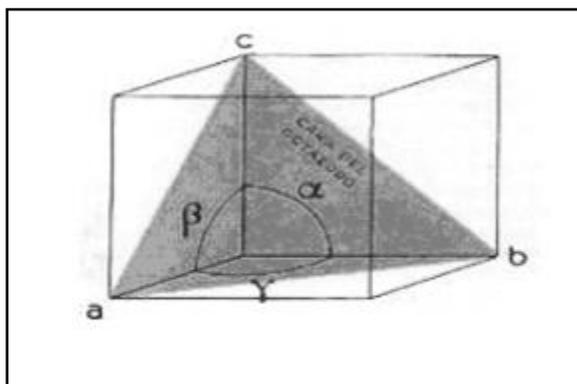
Las aristas tienen una longitud de 4.794 Å, con los átomos de calcio ubicados en el centro de cada una de ellas. El óxido de magnesio (MgO), tiene el mismo sistema cúbico que el óxido de

calcio (CaO). Sin embargo, el cristal del óxido de magnesio (MgO), presenta una leve reducción en su tamaño y densidad, con las longitudes de aristas de 4.203Å.

Sistema cúbico. – Esta representado fundamentalmente por el cubo, con una forma simple y cerrada, como todas las del sistema, compuesta por 6 caras similares y normales a los ejes cuaternarios; sus aristas representan los ejes cristalográficos del sistema, generando tres ángulos rectos, es decir que, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, ver figura 4.

Figura 4

Sistema cúbico de la celda del óxido de calcio.



Nota: Sistema cúbico de la celda del óxido de calcio (Samayoa Curiales, 2005).

2.2.5.3 Propiedades químicas de la cal

La cal es un compuesto totalmente estable a cualquier temperatura; su única vulnerabilidad es al agua; incluso la humedad atmosférica genera un efecto estabilizador. Reacciona químicamente con ácidos, otros compuestos y elementos químicos, para formar diferentes compuestos de calcio y magnesio (Samayoa Curiales, 2005).

2.2.6 Usos y aplicaciones de la cal viva

En su investigación, Ticona Cansaya & Gonzales Sacsi (2016), la cal viva ha sido un producto ampliamente reconocido desde tiempos antiguos y se utiliza en una variedad de áreas, abarcando prácticamente todos los sectores de la economía, como:

2.2.6.1 En la industria

a) Fundición

La cal viva, se adiciona en convertidores y en hornos eléctricos como fundente y escorificarte de las impurezas que perjudican la calidad del metal.

b) Metalurgia

La cal viva se emplea en la producción de: cobre, zinc, plomo, plata, níquel, oro, uranio, etc. También, para separar las impurezas de diversas sales metálicas por flotación y como regulador de pH de las aguas empleadas en el proceso de flotación.

c) Química

Los productos cálcicos se consideran un reactivo químico versátil debido a sus numerosos usos:

- Materiales o reactivos utilizados para producir una variedad de compuestos orgánicos e inorgánicos, como sosa caustica, hipoclorito de calcio, fosfato de calcio y ácido cítrico, entre otros.
- También se utiliza en la producción de grasas, saponificando (reacción de un Ester con un álcali) una grasa con cal viva a una temperatura de 110 °C, con una agitación perfecta. Una vez fría y amasada, se obtiene una grasa con una consistencia mantecosa.

d) Acetileno (Carburo cálcico)

El acetileno utilizado en la soldadura, requiere la formación de carburo de cálcico. Este material se fabrica mezclando cal y el coque en un horno especial a altas temperaturas.

e) Papel

- En la producción de la pasta de papel, durante el proceso de caustificación, el carbonato de sodio se trata con cal viva para regenerar y recuperar la sosa caustica (Herrera Robalino, 2012).
- La cal viva y la cal apagada blanquean la pulpa de papel. Se utiliza también como agente floculante, neutralizador y clarificador para tratar las aguas residuales generadas por el proceso de fabricación de papel.

f) Farmacéutica

En los productos depilatorios, la adición de la cal es fundamental por sus propiedades básicas.

g) Alimentaria

- **Industria azucarera**, la cal con bajo contenido de sílice y magnesio se utiliza en grandes cantidades, para precipitar las impurezas mineralógicas u orgánicas que se encuentran mezcladas en el azúcar.
- **Piscicultura**, la cal es utilizada para la remineralizar lagunas, estanques y ríos. Además, proporciona el calcio con el fin de mantener la cadena alimentaria al tiempo que equilibra el entorno natural.

h) Vidrio

Utilizar la cal en la elaboración de vidrio brinda brillantez y un mejor color. La fusión es más rápida, lo que genera ahorros económicos en la producción de vidrio.

i) Curtidos

Es una de sus aplicaciones más antiguas, los baños de lechada de cal permiten la extracción de los pelos e hinchamiento de las pieles antes del curtido (Herrera Robalino, 2012).

2.2.6.2 Construcción

La cal es un material cementante por excelencia desde los siglos atrás, pero hoy en día se está reemplazando por el cemento portland. Lo cual fue desarrollado para propósitos estructurales, y revolucionó en los procesos constructivos dando inicio a la época moderna de la industria de la construcción. No obstante, la cal continúa desempeñando un rol crucial en el ámbito de la construcción especialmente en las siguientes aplicaciones:

a) Como estabilizante de los suelos

Se conoce como estabilizante de suelos en el campo de la ingeniería civil, este proceso que facilita la consolidación duradera de los materiales de base, gracias a un notable aumento en su resistencia y su capacidad de soporte, además de una reducción en su sensibilidad a la humedad y a las variaciones de volumen durante los ciclos humedad – sequía. Dado que la gran mayoría de los terrenos naturales no cumplen con las características requeridas para construir carreteras y construcciones a costos óptimos.

b) Mampostería

Desde la prehistoria, la cal se ha empleado como mortero para la edificación de numerosas construcciones a lo largo del tiempo, tanto para unir los componentes de mampostería como material de revestimiento para paredes, suelos y techos. Actualmente, su mayor aplicación se encuentra en la industria de la construcción, consiste en combinar con el cemento Portland para la elaboración de morteros para diferentes aplicaciones.

2.2.6.3 En la conservación del medio ambiente

a) Tratamiento de aguas para consumo humano

Se usa para ablandar, limpiar, eliminar turbiedad, neutralizar la acidez, eliminar la sílice y otras impurezas para mejorar la calidad de agua potable.

b) Tratamiento de aguas residuales y de lodos

Ampliamente utilizado para el tratamiento químico convencional de aguas residuales industriales, que son de naturaleza inorgánica. También se usa comúnmente en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales, en líneas de tratamiento de aguas industriales o líneas de lodos.

c) Remineralización de agua desalinizado

La cal es uno de los compuestos básicos de calcio y es esencial en el tratamiento del agua procedente de la desalinización de agua de mar ya que se debe mantener un equilibrio de cal y carbono para evitar incrustaciones y corrosión.

d) Tratamiento de residuos

La cal se utiliza como ingrediente en una variedad de tratamientos químicos, como la eliminación de malos olores y la contaminación del agua por lixiviación.

e) Tratamiento de suelos contaminados

Se utilizan las siguientes técnicas y se clasifican:

- Físico-químicos
- La estabilización y solidificación
- Biológicos
- Térmicos

2.2.6.4 Agricultura

a) Fertilizante

Proporciona calcio, un nutriente esencial para las plantas.

b) Compost

Se utiliza para producir compost de desechos agroindustriales y urbanos.

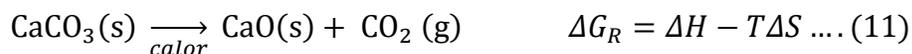
c) Alimentación animal

Se usa en suelos ácidos (elevando el pH y suministrando calcio como nutriente), alterando la composición de las praderas y favoreciendo el crecimiento de las especies leguminosas de mayor digestibilidad y contenido proteico para el ganado. Esta acción en suelos ácidos dará lugar a la proliferación de varias especies en su flora, incluyendo la alfalfa, considerada por la mayoría de los ganaderos como la mejor forrajera.

2.2.7 Calcinación

La calcinación, se define como la degradación de un compuesto a través del calor proporcionado por un elemento externo; los compuestos pueden ser: carbonatos, sulfatos, óxidos o sulfuros dobles. El producto de este proceso generalmente es un óxido sólido debido a que durante la calcinación no existe fusión ni volatilización (Chambi Viraca, 2012).

Para Chambi Viraca, (2012) la descomposición del carbonato de calcio se basa de acuerdo con el modelo teórico expresado en la ecuación balanceada 11, a una temperatura de 885°C aproximadamente procede de acuerdo a la energía libre de Gibbs presentada:



La ecuación 11, logra su equilibrio cuando la presión parcial del dióxido de carbono (CO₂) es equivalente a la constante de equilibrio.

$$K_{eq} = P_{\text{CO}_2}$$

La ecuación de equilibrio, también llamada presión de descomposición del carbonato de calcio (CaCO_3). Muestra que, si a cualquier temperatura la presión parcial del CO_2 es menor a la del equilibrio, el mineral calizo se desintegrará hasta que la presión de CO_2 llegue el valor de equilibrio.

Para identificar si el proceso de la calcinación es endotérmico o exotérmico y si el proceso es o no espontáneo a presión y temperatura específica, para lo cual es importante se determinar la entalpia de la reacción (ΔH_{rx}), aplicando los siguientes criterios:

$$\Delta H_{rx} > 0 \rightarrow \text{Reacción endotérmica}$$

$$\Delta H_{rx} < 0 \rightarrow \text{Reacción exotérmica}$$

Y si una reacción es espontánea o no espontánea haciendo uso de las variaciones de la energía de libre de Gibbs del proceso mediante los siguientes criterios:

$$\Delta G_{rx} < 0 \rightarrow \text{Proceso espontáneo}$$

$$\Delta G_{rx} > 0 \rightarrow \text{Proceso no espontáneo}$$

2.2.8 Técnicas de caracterización

A través de la caracterización se pueden determinar las propiedades físicas, químicas, estructurales y morfológicas de la muestra. Existen varias técnicas de caracterización, cada una proporciona pasos de protocolos que permiten identificar características específicas.

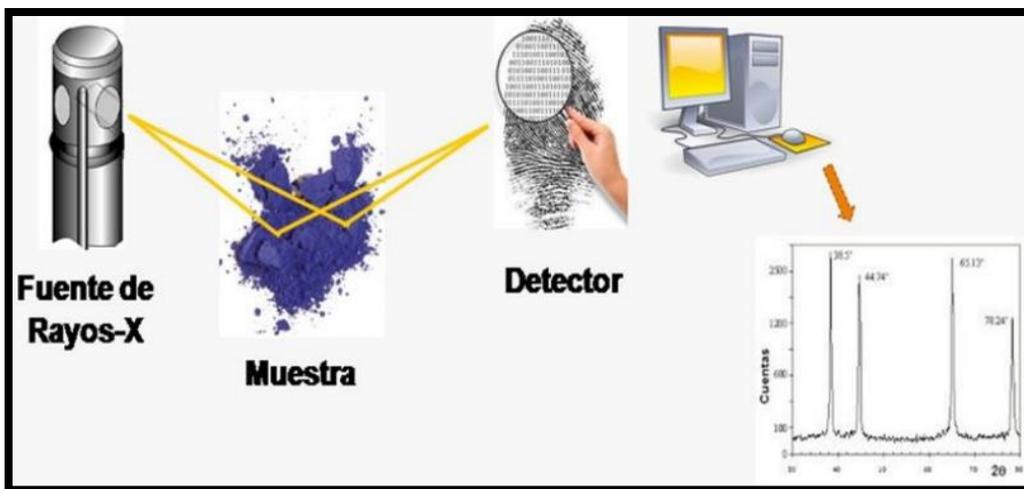
2.2.8.1 Difracción de rayos X (DRX)

La DRX, se basa en la dispersión de los rayos X en un material, generando así, un patrón de difracción que se basa en las propiedades estructurales del mismo. Los rayos X, al ser irradiados sobre la muestra a examinar, se difractan con ángulos que varían en función de las distancias interatómicas. En la Figura 5 y 6 se representa un esquema de la técnica: un haz que emana de una fuente de rayos X, incide sobre una muestra (en polvo en el esquema), se difracta y es captado por

un detector; el resultado se lee en un gráfico, conocido como difractograma de rayos X (Villa & Cortes, 2021).

Figura 5

Esquema de la difracción de Rayos X



Nota. Esquema de la difracción de Rayos X. se detalla la fuente de rayos X, la muestra, el detector, y el resultado, leído en un difractograma (Villa & Cortes, 2021).

La difracción de rayos X está fundamentada en la ley de Bragg la cual se expresa de manera matemática como:

$$2d\sin\theta = n\lambda \dots \dots (12)$$

Describe matemáticamente la difracción de los rayos X en un cristal.

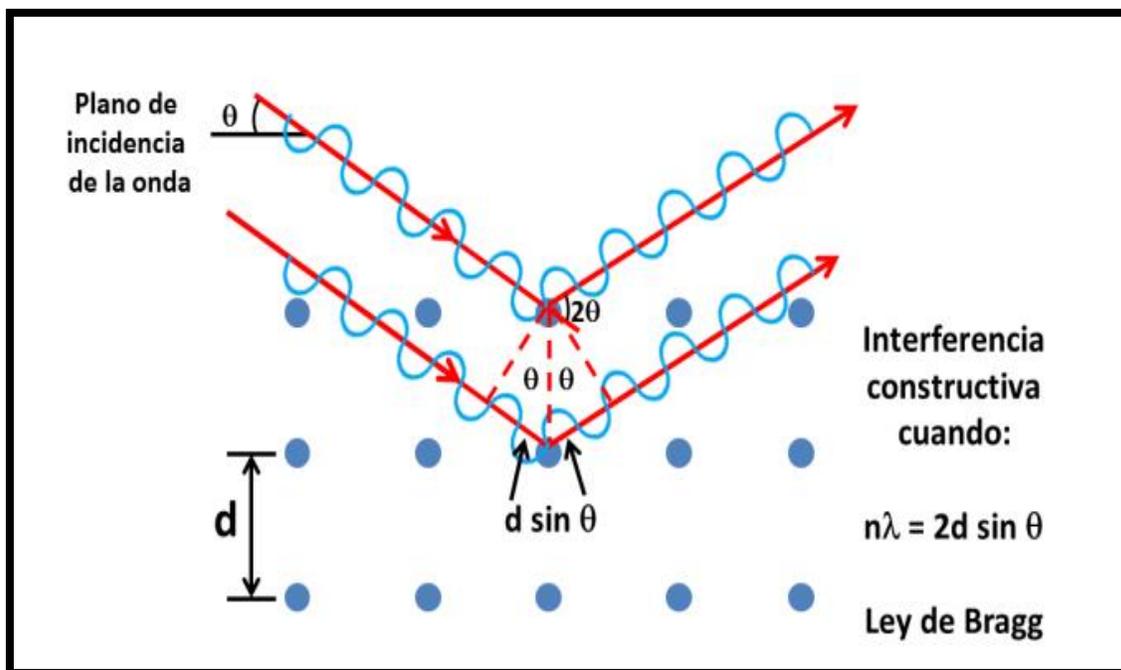
d: es la distancia interplanar del cristal, en nm

θ : es el ángulo de difracción

λ : es la longitud de onda de los rayos X, en nm.

Figura 6

Descripción gráfica de la ley de Bragg



Nota. Representación gráfica de la ley de Bragg (Villa & Cortes, 2021).

2.2.8.1.1 Técnicas de difracción de rayos X (DRX)

Las técnicas de difracción de rayos X (DRX) de monocristal y de polvo son dos técnicas que se utilizan para obtener información sobre la estructura cristalina de los sólidos. La principal diferencia entre ambas es la preparación de muestras: en la técnica de monocristales se monta un cristal, mientras que en la técnica de polvo se muele una muestra policristalina hasta obtener un polvo fino (Flores Alamo & Salcedo Luna, 2024).

2.2.8.1.2 Fuentes de rayos X

En la técnica de difracción de rayos X (DRX) la fuente de rayos X más utilizada es la de Cobre (Cu), sin embargo, no es la única, también están el Molibdeno (Mo), Cobalto (Co), Cromo (Cr), y otras menos utilizadas como las de Hierro (Fe) y Rodio (Rh).

En la siguiente figura 7, se muestra las principales fuentes de radiación utilizadas en la difracción de rayos X, la longitud de onda característica $K\alpha$ (K-alpha), y la tensión típica del tubo (kV).

Figura 7

Principales fuentes de radiación y características en difracción de rayos X

Material del Ánodo	Elemento	Longitud de Onda (λ) $K\alpha_1$ (Å)	Energía $K\alpha_1$ (keV)	Tensión típica del Tubo (kV)
Cobre (Cu)	Cu	1.5406	8.04	30-45
Molibdeno (Mo)	Mo	0.7093	17.48	50-60
Cobalto (Co)	Co	1.7889	6.93	30-40
Cromo (Cr)	Cr	2.2909	5.41	25-40
Hierro (Fe)	Fe	1.9360	6.40	30-40
Rodio (Rh)	Rh	0.6160	20.22	50-60

Nota: Principales fuentes de radiación y características en difracción de rayos X (Cullity, 1956).

2.2.8.2 Análisis termogravimétrico (TGA)

El TGA, evalúa el comportamiento de la muestra basándose en la pérdida de peso en un rango de temperaturas. Esta técnica se utiliza para caracterizar materiales que experimentan ganancia o pérdida de masa. La composición generalmente se determina utilizando muestras estándar de referencia. La representación de la masa o del porcentaje de masa en función a la

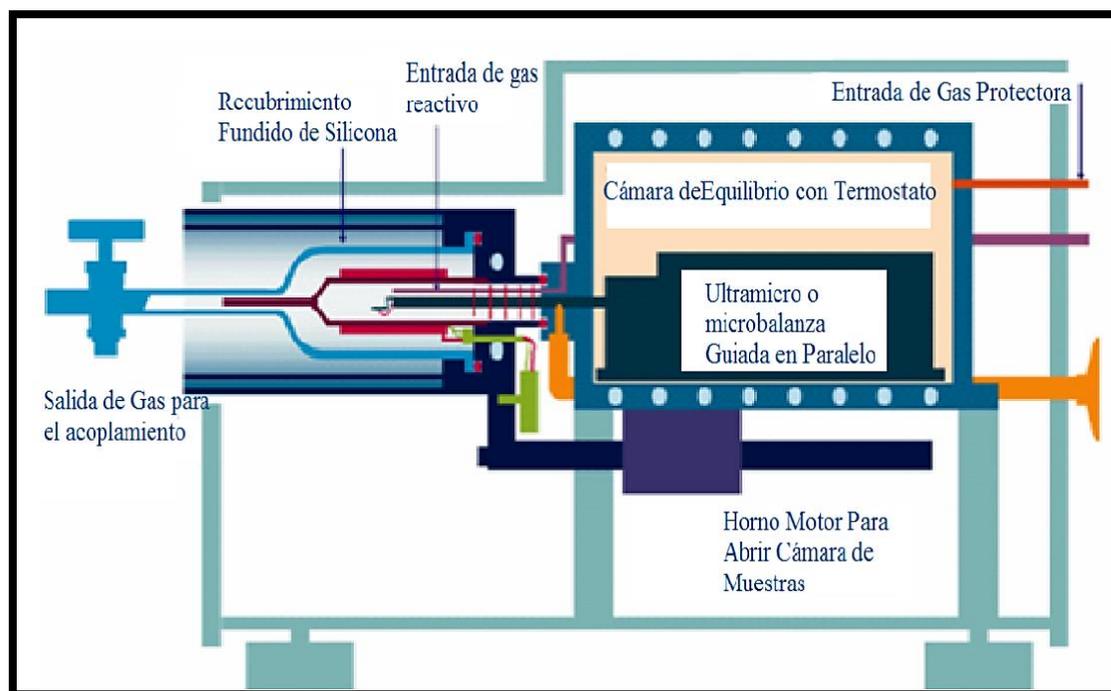
temperatura se denomina termograma o curva de descomposición térmica (Villasante Muñoz, 2023).

La atmósfera puede ser estática o dinámica con un caudal determinado (también se emplean condiciones de presión reducida) y los gases más comunes son: el N_2 , el aire, el Ar y el CO_2 . También se utilizan el H_2 , Cl_2 o dióxido de azufre (SO_2). Una característica esencial de la técnica TGA, es que sólo permite detectar procesos en los que se produce una variación de peso tales como descomposiciones, sublimaciones, reducción, desorción, absorción, mientras que no permite estudiar procesos como fusiones o transiciones de fase. (Granados Cristancho, 2015):

En la figura 8, se tiene una representación de un esquema típico de TGA.

Figura 8

Representación de un esquema típico de TGA



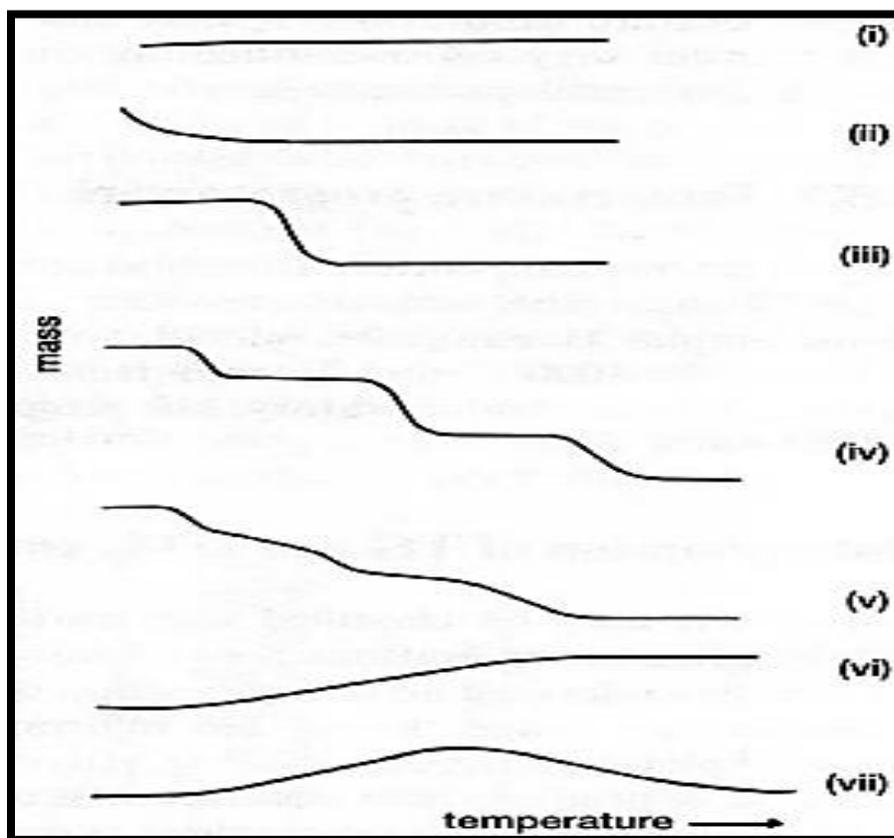
Nota. Esquema de TGA (Granados Cristancho, 2015).

2.2.8.2.1 Principales Tipos de Curvas Termogravimétricas.

Según (Domínguez Rovira, 2013), se clasifican en siete tipos como se muestra en la siguiente figura 9:

Figura 9

Principales tipos de curvas termogravimétricas.



Nota. Tipos de curvas termogravimétricas (Granados Cristancho, 2015).

En la tabla 4, se señala las interpretaciones de cada comportamiento mostrado en la figura anterior.

Tabla 4*Comportamiento de las curvas características de un termograma*

MODELO DE CURVA	COMPORTAMIENTO DE LA CURVA
modelo (i)	El comportamiento de la curva indica, que la muestra no sufre ninguna alteración con las pérdidas de productos volátiles en los rangos de temperaturas mostradas. Pudiera ocurrir reacciones tipo: transmisión de fase, fundido, polimerización.
Modelo (ii)	El comportamiento de la curva indica una rápida pérdida de masa inicial de la muestra, esta es una característica de un proceso de desorción o secado.
Modelo (iii)	La curva representa un deterioro de la muestra en un proceso simple y se puede utilizar para definir los límites de estabilidad del reactante, asimismo para determinar la estequiometria y la cinética de las reacciones.
Modelo (iv)	La curva, indica una descomposición multietapa de la muestra con intermedios relativamente estables. Se puede definir los límites de estabilidad del reactante e intermedios, y de forma más compleja la estequiometria de la reacción.
Modelo (v)	La curva indica una descomposición multietapa, pero los productos intermedios son estables, y por lo tanto se obtiene poca información sobre la estequiometria de la reacción.
Modelo (vi)	La curva indica una ganancia de masa, a consecuencia de la reacción de la muestra con la atmosfera que la rodea.
Modelo (vii)	La curva indica que el producto de una reacción de oxidación se descompone a altas temperaturas.

Nota: Comportamiento de las curvas características de un termograma, (Domínguez Rovira, 2013).

2.2.9 Valoración ácido - base

Es una técnica de volumetría o de neutralización que permite determinar la concentración de un ácido o una base disuelta, a partir del volumen de una solución ácida o básica de concentración conocida. Este procedimiento se conoce con el nombre de valoración ácido-base, recibiendo los nombres específicos de acidimetría o alcalimetría, según se trate de valorar un ácido o una base respectivamente (Chambi Mamani, 2017). Además, para conocer el instante final de una neutralización o punto de equivalencia, es importante disponer de un indicador apropiado, cuya zona de viraje de pH correspondiente a dicho punto final.

2.2.9.1 Indicador fenolftaleína

La fenolftaleína, en soluciones acuosas adopta 4 estados diferentes: en condiciones fuertes ácidas, se encuentra en forma protonada (HIn^-), generando una coloración naranja. En condiciones fuertes ácidas y ligeramente básicas, la forma de lactona (HIn) es incolora. La forma de fenolato doblemente desprotonado (In^{2-}) (la forma aniónica de fenol) da el familiar color rosado. En soluciones fuertes básicas, la fenolftaleína se convierte en su forma $\text{In}(\text{OH})^3$, y su color rosado experimenta una reacción de desvanecimiento bastante lenta y se vuelve completamente incolora por encima de un pH de 9.8 (Chambi Mamani, 2017). Ver figura 10.

Figura 10

Tabla de variación de color de la solución de fenolftaleína con respecto al pH

Especies	$\text{H}_3\text{Fenolftaleína}^+$	$\text{H}_2\text{Fenolftaleína}$	$\text{Fenolftaleína}^{2-}$	$\text{Fenolftaleína}(\text{OH})^{3-}$
Estructura				
Modelo				
pH	<0	0-8,2	8,2-9,8	9,8-12,0
Condiciones	fuertemente ácidas	ácidas o neutra	básicas	fuertemente básicas
Color	naranja	incoloro	rosa	incoloro
Imagen				

Nota. La figura representa el cambio de la coloración del indicador fenolftaleína de acuerdo al pH (Chambi Mamani, 2017).

CAPITULO III

3 MÉTODOLOGIA Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Tipo de estudio

La investigación es de tipo cuantitativo y experimental, el proceso de la calcinación se realizó en el laboratorio de química analítica cualitativa de la Escuela Profesional de Química y la valoración de la cal útil se desarrolló en el laboratorio de tecnología de la Escuela Profesional de Ingeniería Química – UNSAAC, por último, los análisis de difracción de rayos X (DRX) y termogravimetría (TGA) se realizaron en el laboratorio de SISTEMA DE SERVICIOS Y ANALISIS QUIMICOS S.A.C.

3.2 Materiales, equipos y reactivos

3.2.1 *Materiales*

- Bureta graduable de 50 mL.
- Crisoles de 50 y 30 mL.
- Fiolas de 1000 mL.
- Goteros
- Luna de vidrio.
- Matraces Erlenmeyer de 250 mL.
- Micropipeta de 1 mL.
- Probeta de 50 mL.
- Piseta de 1000 mL
- Tamices ATSM 8” Ø x 2” altura de malla N° 2, 1.5 y 1 pulgada.
- Vasos precipitados de 250 ml.

3.2.2 *Equipos e Instrumentos*

- Agitador Magnético M6 CAT
- Balanza digital analítica FSF-A2204B.
- Cronometro.
- Equipo utilizado para la difracción de rayos X: PANALYTICAL – MODELO AERIS
- Espectrómetro de fluorescencia de rayos X, Olympus Delta Premium
- Equipo utilizado para la termogravimetría: ANALIZADOR TÉRMICO - PERKIN ELMER - STA6000.
- Horno mufla “NABERTHERM” SERIE L3/11/B180 RANGO: 30–3000 °C.

3.2.3 *Reactivos*

Para la determinación de % CaO

- Agua destilada.
- Ácido clorhídrico (HCl) 1 N.
- Alcohol de 96°
- Indicador de fenolftaleína 1 %.
- Hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N
- Sacarosa

Para la estandarización de ácido clorhídrico (HCl 1 N)

- Carbonato de sodio (Na₂CO₃) en polvo.
- Indicador de anaranjado de metilo (C₁₄H₁₄N₃NaO₃S) 1%.

3.3 **Diseño de experimentos**

Evaluar el proceso de la calcinación, para la recuperación de óxido de calcio (CaO) demanda realizar una investigación de tipo experimental a nivel de laboratorio. Por lo tanto, se

determinó 3 factores en el proceso de la calcinación como: la temperatura, el tiempo de calcinación y la granulometría. En cuanto a los niveles, se tiene: alto (+), intermedio (0) y bajo (-). Y como variable de respuesta, el porcentaje de recuperación de óxido de calcio (%CaO), tal como se muestra en la tabla 5:

Tabla 5

Factores y niveles

FACTORES	NIVELES		
	-1	0	1
Temperatura (°C)	800	900	1000
Tiempo (min)	60	90	120
Granulometría (in)	1	1.5	2

Por medio del programa Statgraphics Centurión XVI, se llevó a cabo el diseño experimental por Superficie de Respuesta Box-Behnken con el que se estableció el impacto de las variables para la recuperación del óxido de calcio (CaO), estableciendo un punto máximo, un mínimo y un punto central.

Se estudió los efectos de los tres factores indicados en 15 ensayos experimentales de dos extremos y un punto central en orden aleatorio, para evitar el efecto de variables ocultas. Estas se ejecutaron por triplicado como en la tabla 6.

Tabla 6*Matriz de experimentación, proceso de calcinación*

No	TEMPERATURA	TIEMPO	GRANULOMETRIA	CaO
	°C	Min	pulgadas	%
1	900	120	2	-
2	800	60	1.5	-
3	900	60	1	-
4	900	90	1.5	-
5	800	90	2	-
6	900	90	1.5	-
7	1000	60	1.5	-
8	1000	120	1.5	-
9	1000	90	2	-
10	800	90	1	-
11	1000	90	1	-
12	900	90	1.5	-
13	900	120	1	-
14	900	60	2	-
15	800	120	1.5	-

3.3.1 *Diseño Box Behnken (DBB).*

Los DBB, son diseños factoriales incompletos de tres niveles, donde los puntos experimentales, están escogidos especialmente para facilitar una estimación eficaz de los coeficientes de un método de segundo orden. Además, los puntos de diseño se sitúan en combinaciones de los niveles altos y bajos de los factores y sus puntos medios (Box *et al.*, 2008).

3.3.2 *Análisis de las variables*

Según Gutiérrez Pulido & De la Vara Salazar (2008), el análisis de varianza (ANOVA), es la técnica central en un análisis de datos experimentales. Su finalidad es estimar los efectos y decidir cuáles son los efectos importantes.

Los análisis de datos en la investigación se realizaron utilizando el método ANOVA, para analizar las variables y sus interacciones que inciden de manera directa o indirectamente en el proceso de la calcinación de los lodos con el objetivo de recuperar el óxido de calcio (CaO).

3.4 Metodología experimental

3.4.1 *Toma de muestras*

La toma de muestra se realizó en la poza que se almacena los lodos en la planta de INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A. ubicado en el distrito de Cachimayo, provincia de Anta, en la región de Cusco. Se recolecto la muestra del tipo compuesta (VIVIENDA, 2024), la cuál es una mezcla de homogenizada de varias muestras simples de varios volúmenes.

La toma de muestra se realizó siguiendo los protocolos de monitoreo de biosólidos (VIVIENDA, 2024), para muestras de cuerpos de lodo o biosólido acumulados.

1. Se utilizó los equipos de protección personal como: traje tyvek, botines de seguridad, gafas de seguridad, guantes de nitrilo y mascarilla sanitaria.
2. Se requirió 1 recipiente (balde de 10 litros).

3. Se tomó las muestras sin tocar el fondo ni las paredes con una pala manual.
4. La muestra se introdujo en el recipiente de plástico (balde) limpio.
5. Llenado de rotulado de la muestra para su mejor identificación.
6. Luego se procedió al cierre del recipiente lo más antes posible para conservar a temperatura de 4 °C (VIVIENDA, 2024).

Figura 11

Poza de lodos.



3.4.2 Secado

El secado de la muestra de los lodos del proceso de ablandamiento de agua se realizó a temperatura ambiente entre 9.1 a 20.6 °C, con el fin de separar pequeñas cantidades de agua u otro líquido del material sólido. Como se puede ver en la Figura 13.

Procedimiento:

1. La muestra se secó durante 20 días, en unos estantes de pre secado al aire libre a condiciones ambientales hasta la sequedad.

Figura 12

Secado de la muestra de los lodos del proceso de ablandamiento de agua.



3.4.3 Tamizado

Para el ensayo de análisis granulométrico por tamizado se utilizó un conjunto de tamices de malla cuadrada fabricado según la norma ASTM E11. Ver tabla 7.

Tabla 7

Tamiz ATSM de 8" Ø x 2" altura

MALLA N°	APERTURA (mm)
1"	25.400
1 ½"	38.100
2"	50.800

Para el procedimiento del ensayo de análisis granulométrico por tamizado se realizó de acuerdo al manual de ensayo de materiales del Ministerio de Transportes y Comunicaciones del MTC-E-107 (MTC, 2024).

Procedimiento:

1. El análisis se realizó por medio de tamizado de la fracción retenida en el tamiz de 19 mm (3/4”).
2. Se separó en porciones de muestra retenida en tamiz de 19 mm (3/4”) en una serie de fracciones usando los tamices de 2, 1.5 y 1 pulgadas.
3. Para el tamizado manual se agitó los tamices de un lado a otro y recorriendo circunferencias de forma que las muestras se mantengan en movimiento sobre la malla. Por lo tanto, es necesario verificar al desmontar los tamices que la operación ha concluido; esto se conoce cuándo no supera el 1% de la parte restante al tamizar por 1 minuto, utilizando cada tamiz de manera individual. Si se quedan partículas atrapadas en la malla, deben ser removidas con un pincel o cepillo y volver a juntarlas con lo que ha quedado en el tamiz.
4. Se recogió lo retenido en un recipiente y se pesó.

La figura 13 muestra los tamaños de las muestras retenidas por los tamices de 2, 1.5 y 1 pulgada.

Figura 13

Tamaño de las muestras según la granulometría 1, 1.5 y 2 pulgadas.



3.4.4 Caracterización de la muestra seca

La caracterización de las muestras se realizó en el Laboratorio Sistema de Servicios y Análisis Químicos S.A.C. “Slab” con RUC 20602031889 en los siguientes equipos, siguiendo los métodos que se detallan a continuación:

3.4.4.1 Método de difracción de rayos X (DRX)

Para el análisis por difracción de rayos X, de la muestra seca se utilizó el equipo PANALYTICAL – MODELO AERIS. A las condiciones de operación:

- Posición inicial [2θ]: 5.011
- Posición final [2θ]: 79.987
- Tamaño de paso [2θ]: 0.022
- Material de ánodo: Co
- Longitud de onda: K-Alpha

Las condiciones de operación del equipo se tomó de acuerdo al tipo de muestra a analizar, para ello la difracción de rayos X en polvos es ideal ya que se cuenta con una muestra molida, cuya configuración general de un difractómetro consiste en un tubo de rayos x, un goniómetro donde se coloca la muestra, rejillas de incidencia, divergencia para controlar el tamaño del haz de rayos X y por ultimo un detector electrónico que registra el haz difractado, el haz de rayos x se hace incidir sobre la muestra durante un recorrido angular determinado, por lo general entre 5° y 90° .

El intervalo angular (posición angular), debe ser suficientemente amplio para detectar la mayor cantidad posible de picos de difracción con un rango estándar es de 5° a 75° . El tamaño de paso el intervalo se recorre por medio de una serie de pasos o Stips que realiza el goniómetro, un tamaño de paso adecuado para la mayoría de mediciones es de 0.0222° , a menor tamaño de paso tendremos patrones con mayor resolución. En la difracción de rayos X (DRX) la fuente de rayos X de cobre y el cobalto, son los más utilizadas para una amplia variedad de aplicaciones en el análisis de materiales. La elección de la fuente de rayos X adecuada depende de varios factores como, el tipo del material que se analiza, si la muestra es fluorescente con los rayos X o si la muestra presenta mayor absorción con el haz de rayos X, son algunas consideraciones a tener en cuenta. Para este análisis por difracción de rayos X se requiere por lo general una muestra de un peso menores a 5 gramos.

Los resultados de los difractogramas de la muestra seca, calcinada y la cal industrial se compararán con la base de datos de Crystallography Open Data Base y archivo International Center for Diffraction Data (ICDD-PDF 01-004-0777)

3.4.4.2 Método de análisis termogravimétrico (TGA)

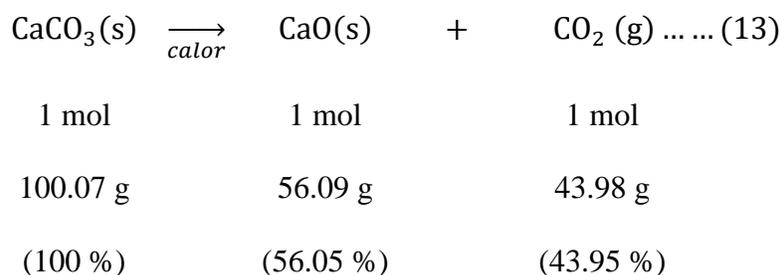
Para el análisis termogravimétrico de la muestra seca, se utilizó el equipo analizador térmico - Perkin Elmer - STA 6000, a los siguientes parámetros:

- Rango de temperatura: 35 °C a 600 °C. en atmosfera de nitrógeno.
- Rampa: 35 °C a 900 °C y 20 °C/min
- Peso de la muestra: 15.16 mg.

Para el análisis de la muestra se optó por utilizar el análisis termogravimétrico dinámico, que involucra una variación controlada de temperatura a lo largo del tiempo, en un ambiente inerte (de atmosfera de nitrógeno) ya que evita la oxidación de la muestra, además ayuda a evaluar la estabilidad térmica, a diferencia de las reactivas (como el aire u oxígeno) que se utilizan para examinar la estabilidad termo oxidativa, a condiciones reales a una rango de temperatura de calentamiento de 35 °C a 600 °C. Para lo cual se requirió un tamaño de muestra de 15.16 mg, lo cual se sitúan dentro del rango del peso de 2 a 60 mg. En una rampa de temperatura de calcinación de 35 °C a 900 °C, este rango de temperatura se ajustó de acuerdo a la textura de la muestra que se presentó. La velocidad de exploración de la temperatura de 20 °C/min, expresa las transmisiones de la temperatura en función a la descomposición de la muestra. Lo cual se encuentra dentro de los rangos de 10 °C a 20 °C por minuto.

3.4.5 *Proceso de la calcinación*

El proceso de la calcinación, de la muestra seca se realizó en un horno mufla. De acuerdo con el modelo teórico expresado en la ecuación balanceada (13), lo cual expresa la reacción química del proceso de calcinado del carbonato de calcio (CaCO_3) para la producción de óxido de calcio (CaO) y dióxido de carbono (CO_2).



Las reacciones ponderadas (Ecuación 13), entre los componentes de la reacción permite establecer las equivalencias entre los moles de los componentes de la reacción y sus pesos o masa de las fórmulas que los representan. En consecuencia, el proceso indica que por cada mol (100.07 g) de carbonato de calcio (100 %), se está produciendo un mol (56.09 g) de óxido de calcio (56.05 %), más un mol (43.98 g) de dióxido de carbono (43.95 %).

Además, a partir de las reacciones ponderadas se identificará si el proceso de la calcinación es endotérmico o exotérmico y si el proceso es o no espontáneo a presión y temperatura específica, para lo cual se determinó la entalpía ($\Delta\hat{H}_{rx}$) de la reacción aplicando los siguientes criterios:

$$\Delta\hat{H}_{rx} > 0 \rightarrow \text{Reacción endotérmica}$$

$$\Delta\hat{H}_{rx} < 0 \rightarrow \text{Reacción exotérmica}$$

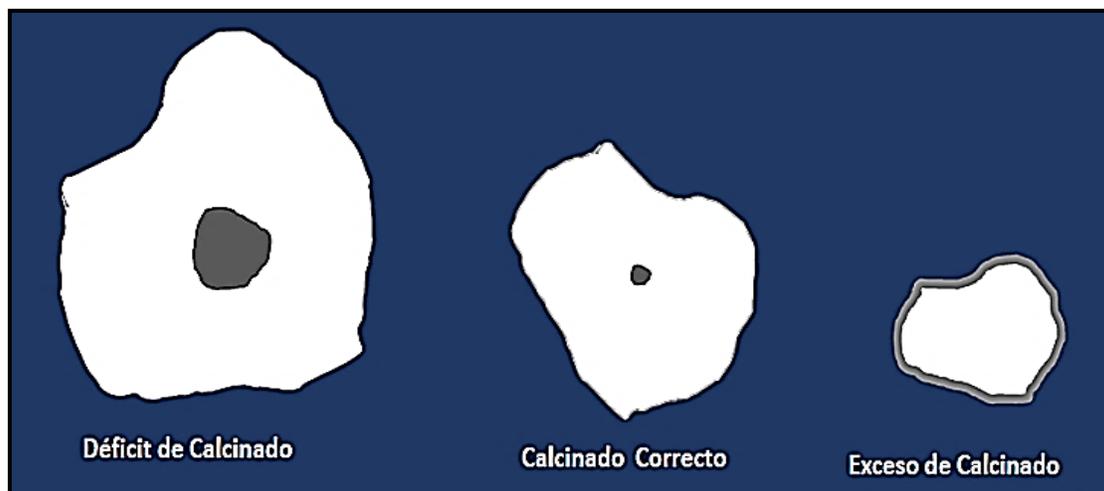
Y si una reacción es espontánea o no espontánea haciendo uso de las variaciones de la energía de libre de Gibbs del proceso mediante los siguientes criterios:

$$\Delta\hat{G}_{rx} < 0 \rightarrow \text{Proceso espontáneo}$$

$$\Delta\hat{G}_{rx} > 0 \rightarrow \text{Proceso no espontáneo}$$

3.4.5.1 Parámetros del proceso de calcinación

Granulometría. La medición de la granulometría es sumamente importante en la etapa de la calcinación, permite clasificar los tamaños de la muestra desde grandes, intermedios y pequeños, ver figura 14.

Figura 14*Influencia de la granulometría en la calcinación*

Nota: La figura muestra la influencia de la granulometría en la calcinación (Gonzales Sacsi & Ticona Cansaya, 2016)

Es decir, en un tamaño de un mineral grande, el calor no penetraría totalmente al centro, por consiguiente, el centro del mineral queda crudo, como carbonato de calcio, mientras se convierte el exterior a óxido de calcio (CaO); estos núcleos o centros son llamados arena. La penetración del calor en minerales de tamaño intermedio es más complicada. Todo el mineral se convierte en CaO, generándose una capa exterior de CaO enlazada a la sílice y la alúmina presentes en la materia prima. El calor ingresa rápidamente al centro de las partículas más pequeñas y llegan a recalcinarse, es decir hay presencia de CaO quemado, las capas superficiales de la muestra se compactan y los poros creados por el escape del gas CO_2 se cerrarán, lo que creará una superficie muy compacta que impida la difusión del gas CO_2 . Esto crea un equilibrio en la reacción e impide que el gas CO_2 se difunda. Por esta razón es muy importante controlar esta variable para evitar estos efectos mencionados. (Gonzales Sacsi & Ticona Cansaya, 2016).

Por otro lado, la granulometría influye en la temperatura óptima de calcinación. Partículas más pequeñas pueden requerir temperaturas más bajas y partículas de grandes requerirán temperaturas altas, esto significa una variación de la temperatura (ΔT) en el proceso de la calcinación. Además, la granulometría puede afectar la capacidad calorífica específica (C_p) en el proceso de la calcinación debido a que las partículas de menor tamaño pueden tener una mayor capacidad calorífica.

Temperatura de calcinación. La temperatura de calcinación debe ajustarse al tamaño de la muestra a utilizar. Por lo tanto, es posible lograr una calcinación completa a una temperatura baja con el menor tiempo de residencia. Sin embargo, una temperatura de calcinación alta provocaría un alto encogimiento y una disminución del volumen de la cal. Además, debido a la presencia de CO_2 de la caliza, la superficie de la cal se recarbonataria (Gonzales Sacsí & Ticona Cansaya, 2016).

Tiempo de residencia. El tiempo de residencia de una muestra en el horno durante el proceso de la calcinación es muy importante. El tiempo de residencia debe ser lo más corto posible. Sin embargo, se debe dar margen para que el calor penetre las partículas de la caliza por suficiente tiempo y conduzca el CO_2 fuera de ellas (Coloma Álvarez, 2008).

Procedimiento para las pruebas de calcinación:

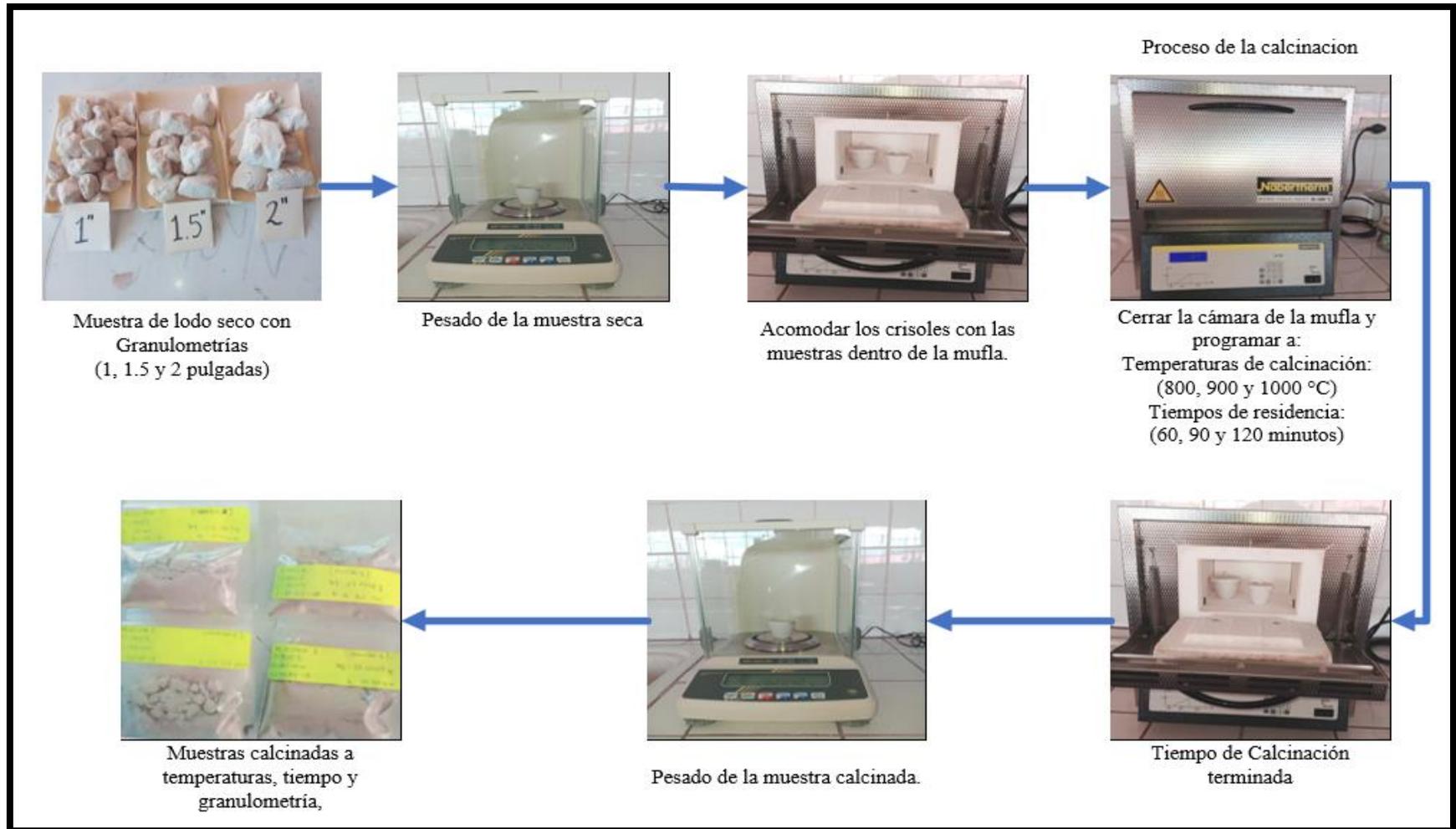
1. Se pesó la muestra en un crisol limpio y seco, utilizando una balanza analítica.
2. Se colocó los crisoles con las muestras dentro de la cámara de calcinación del horno mufla.
3. Se cerró la cámara de calcinación del horno mufla
4. Se programó el horno mufla de acuerdo a la temperatura y tiempo de calcinación.
5. Una vez que transcurrió el tiempo de calcinación, se retiró los crisoles correspondientes.
6. Se pesó cada crisol con la muestra calcinada una vez que estos se encuentren fríos.

7. Se depositó y selló la muestra calcinada en un recipiente debidamente codificada para su posterior análisis.

La Figura 15, representa el proceso de la recuperación del óxido de calcio (CaO), en el laboratorio, para lo cual se prosiguió con los pasos establecidos, iniciando desde el pesado de la muestra de diferentes granulometrías y terminando en la calcinación de los mismos. Finalmente se embolsan, se etiquetan y se almacenan en sobres herméticos para su posterior uso, lo que consistirá en la determinación del porcentaje del óxido de calcio útil (%CaO) mediante la valoración ácido-base

Figura 15

Esquema del proceso de la calcinación de la muestra de lodo seco

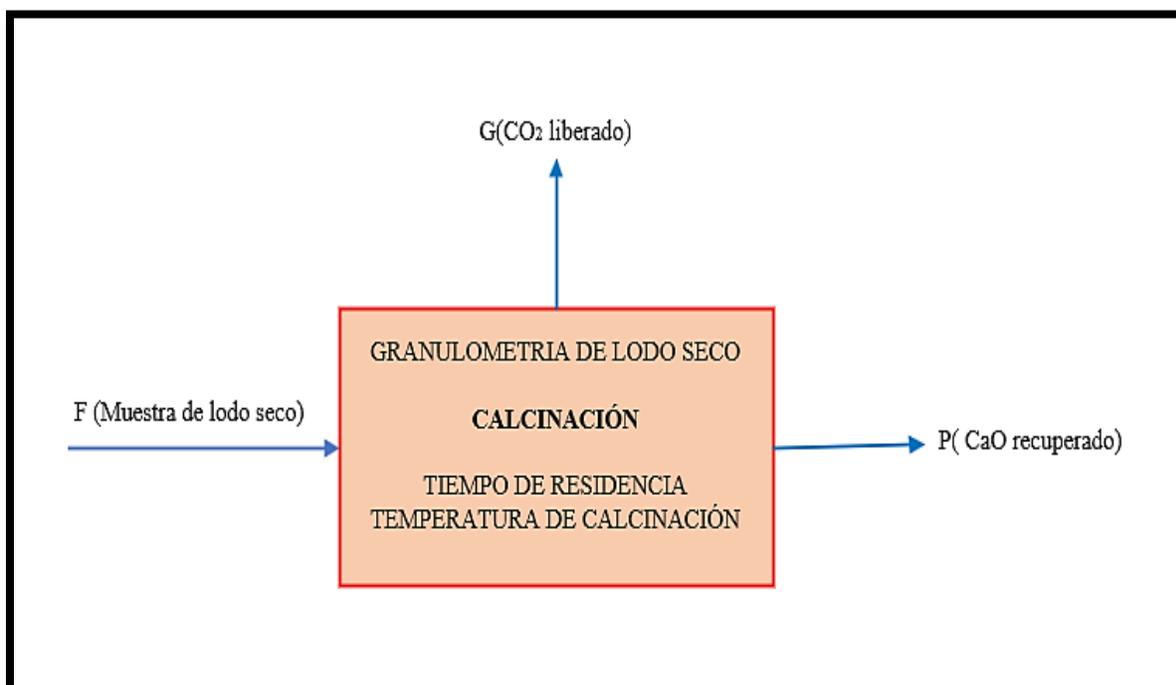


3.4.5.2 Balance de masa

En la figura 16, se muestra el diagrama de balance de materia para la obtención del óxido de calcio a partir de la calcinación de la muestra de lodo seco.

Figura 16

Diagrama de balance de materia



Balance general

$$\text{Entrada} = \text{Salida} \dots \dots (14)$$

$$F(\text{lodo seco}) = G(\text{CO}_2 \text{ liberado}) + P(\text{CaO recuperado}) \dots \dots (15)$$

$$G(\text{CO}_2 \text{ liberado}) = F(\text{lodo seco}) - P(\text{CaO recuperado}) \dots \dots (16)$$

Los pesos iniciales y finales de las muestras calcinadas se registraron en la tabla 8.

Tabla 8

Tabla para la recolección de datos en el proceso de la calcinación

GRUPO	CONDICIONES DE CALCINACIÓN								
	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial del lodo (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
I	800	60	1.5						
		90	2						
		90	1						
		120	1.5						
II	900	60	1						
		60	2						
		90	1.5						
		90	1.5						
		90	1.5						
		120	2						
		120	1						
III	1000	60	1.5						
		90	2						
		90	1						
		120	1.5						

Nota. Esta tabla se utilizó para el registro de datos como: Peso inicial de muestra antes de calcinar (**W Inicial**), peso final de la muestra después de la calcinación (**W Final**), peso del dióxido de carbono (**WCO₂**), porcentaje de solidos después de la calcinación (**% Wf**), porcentaje de dióxido de carbono (**% CO₂**) y porcentaje de óxido de calcio útil (**% CaO**).

Cálculos

Determinación del peso de CO₂:

$$W_{CO_2} = W_{final} - W_{Inicial} \dots \dots (17)$$

Determinación del porcentaje de solidos después de la calcinación:

$$\% CO_2 = \frac{W_{CO_2}}{W_{Inicial}} \times 100 \dots \dots (18)$$

Determinación del porcentaje de CO₂:

$$\% W_f = \frac{W_{final}}{W_{Inicial}} \times 100 \dots \dots (19)$$

3.4.5.3 Determinación de cal útil por valoración Ácido – Base de muestras lodo calcinado

Preparación de soluciones

a) Preparación del Ácido clorhídrico (HCl 1N)

Para la preparación de 1000 mL de ácido clorhídrico (1N), se diluyó 82.81 mL de ácido clorhídrico concentrado (37%) con agua destilada, aforando en un matraz de 1000 mL. La solución no debe ser utilizada pasando los 30 días de haber sido estandarizada, ver la figura 17.

Figura 17

Materiales para preparación de ácido clorhídrico



b) Preparación de indicadores**Anaranjado de metilo como indicador (al 1 %)**

Para la preparación de Anaranjado de metilo como indicador (al 1%), se disolvió 0.1 g de colorante de anaranjado de metilo en alcohol de 96°, y luego se aforo a 100 ml.

Fenolftaleína como indicador (al 4%)

Se disolvió 1 gramo de Fenolftaleína en alcohol al 96%, luego se aforo a 100 mL.

c) Preparación de patrón primario de Carbonato de Sodio Anhidro (0.5 N)

Para preparar el patrón primario de Carbonato de Sodio Anhidro 0.5 N. Primeramente, se pesó 0.2025 gramos de Carbonato de Sodio Anhidro. Seguidamente se disolvió en 50 mL de agua destilada en un vaso precipitado de 100 mL.

d) Estandarización de Ácido clorhídrico (HCl 1N) mediante la valoración ácido - base

Para la estandarización de ácido clorhídrico se realizó lo siguiente:

En un vaso precipitado se tomó 10 ml de la muestra de patrón primario de Carbonato de Sodio Anhidro (Na_2CO_3), esta solución se le conoce como analito. Seguidamente se añadió 2 a 3 gotas de indicador de anaranjado de metilo. Al mismo tiempo, se llenó la bureta con ácido clorhídrico 1 N, esta solución se conoce como titulante. Finalmente, se abre la llave de la bureta para añadir gota a gota la solución titulante hasta observar el cambio de color del analito de un color naranja a un color rojo, en este momento termina la titulación. Como se visualiza en la figura 18.

Este procedimiento se realiza hasta por 4 veces, luego se calcula la concentración de la solución con la siguiente ecuación 23:

$$C_2 = \frac{V_1 \times C_1}{V_2} \dots \dots (20)$$

Donde:

V_1 : es el volumen alícuota del analito (mL).

C_1 : es la concentración del analito (N).

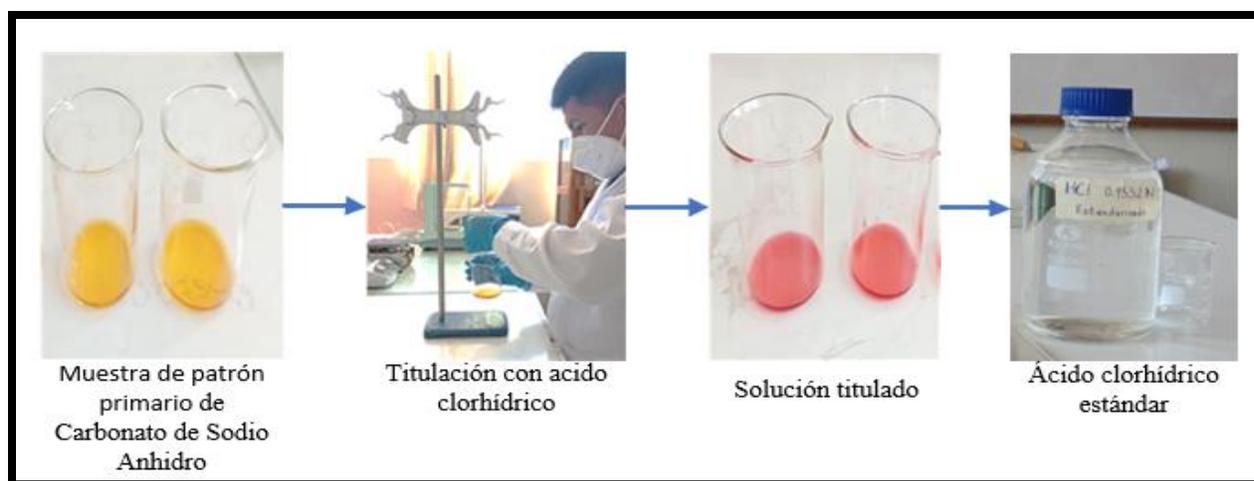
V_2 : es el volumen gastado de la solución titulante (mL).

C_2 : es la concentración de la solución titulante encontrado (N).

De estas concentraciones se calcula el promedio final, obteniendo un ácido clorhídrico estandarizado para su posterior uso en la valoración (ácido-base).

Figura 18

Estandarización del ácido clorhídrico



e) Preparación de la solución de azúcar

b) Preparación de la solución de azúcar neutra (al 40%)

Se pesó, 18 gramos de sacarosa. Seguidamente se vertió a un vaso precipitado de 50 mL de agua destilada en ebullición, luego se agitó la solución durante 15 minutos, hasta la disolución de la sacarosa.

c) Neutralización

Se añadió 3 a 5 gotas de indicador fenolftaleína. Seguidamente se midió el pH con un potenciómetro para luego ajustar el pH de 8.3 a 8.5 con hidróxido de sodio (NaOH 0.1N).

3.4.5.3.1 Procedimiento para la determinación de óxido de calcio (CaO) recuperado

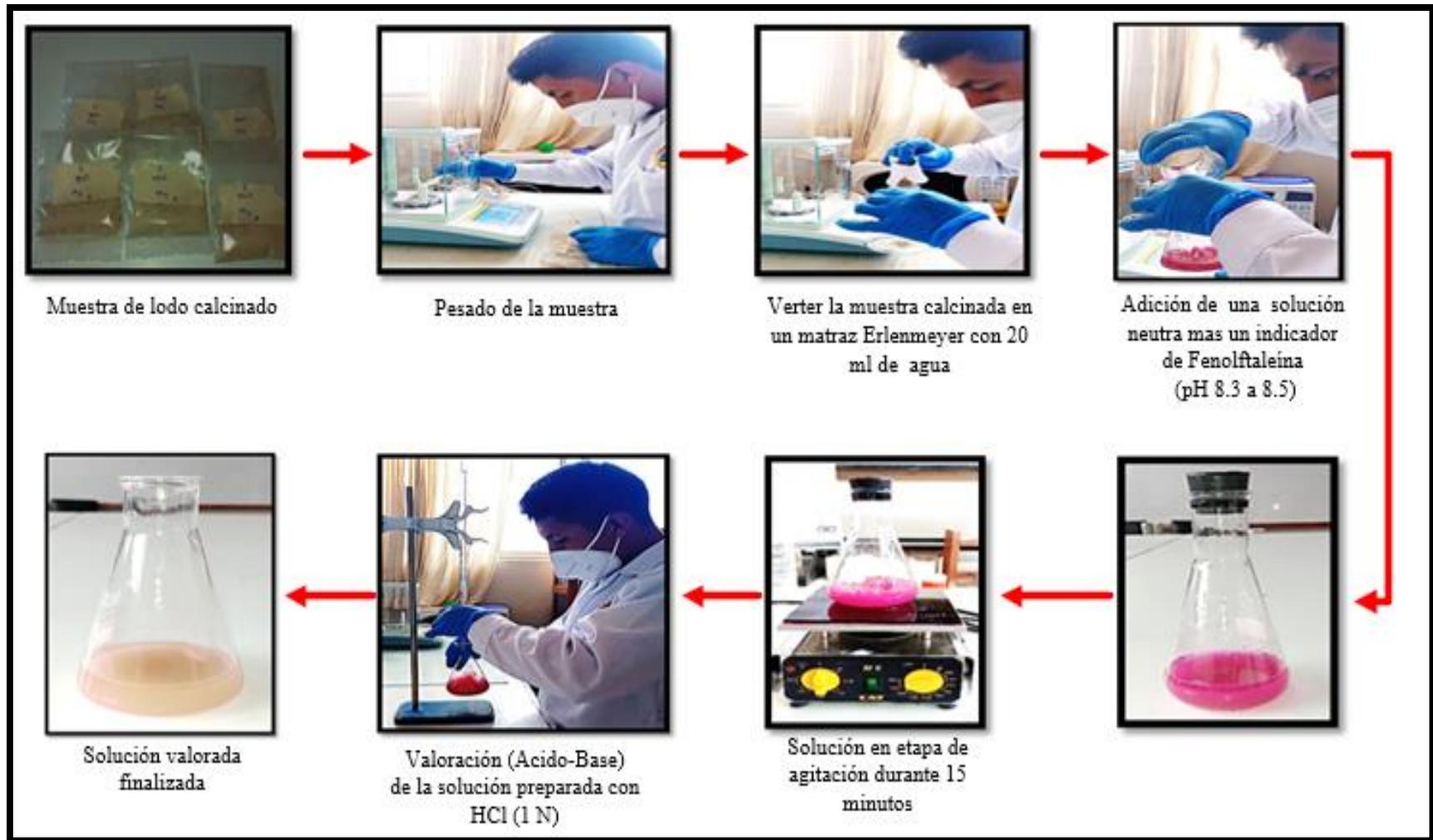
1. Se pesó en una balanza analítica 0.5 gramos aproximadamente de la muestra calcinada rápidamente.
2. Se vertió a un matraz Erlenmeyer de 20 ml de agua destilada en ebullición y tapar inmediatamente.
3. Se destapó y se agregó 50 ml de la solución neutra y se tapó nuevamente.
4. Se colocó en un agitador magnético durante 15 minutos.
5. Se quitó el tapón y se agregó de 3 a 5 gotas de indicador de fenolftaleína hasta observar el color rosa intenso.
6. Durante la titulación con Ácido Clorhídrico 0.95 N estandarizado, se agito la solución durante 15 minutos hasta que permanezca incolora por un tiempo máximo de 3 segundos (recordar que la reacción es reversible). En este momento termina la titulación.

Los pesos de la muestra calcinada y los volúmenes gastados se reemplazan en la ecuación 24, para el cálculo del porcentaje de óxido de calcio (%CaO).

En la figura 19, se visualiza la secuencia para la determinación del porcentaje óxido de calcio útil (%CaO), por la valoración ácido-base.

Figura 19

Esquema de la determinación del óxido de calcio (CaO)



Cálculo:

El cálculo del porcentaje de óxido de calcio útil (% CaO) se realiza en la siguiente ecuación 21:

$$\%CaO = \frac{V_{HCl} \times N_{HCl} \times 2.804}{W_{MUESTRA}} \dots \dots (21)$$

Donde,

V:es el volumen gastado en ml de HCl al titular.

N:es la normalidad del HCl.

W:es el peso de la muestra en gramos.

2.803, es igual a CaO en gramos, equivalente a 1 mL del Ácido estándar por 100 o 1 mL de HCl estándar.

3.4.6 Caracterización del óxido de calcio recuperado y la cal industrial

La caracterización de la muestra de óxido de calcio recuperado y la cal industrial se realizó por el método de difracción de rayos X (DRX), a las mismas condiciones del inciso 3.4.4.1.

CAPITULO IV

4 RESULTADOS Y DISCUSIONES

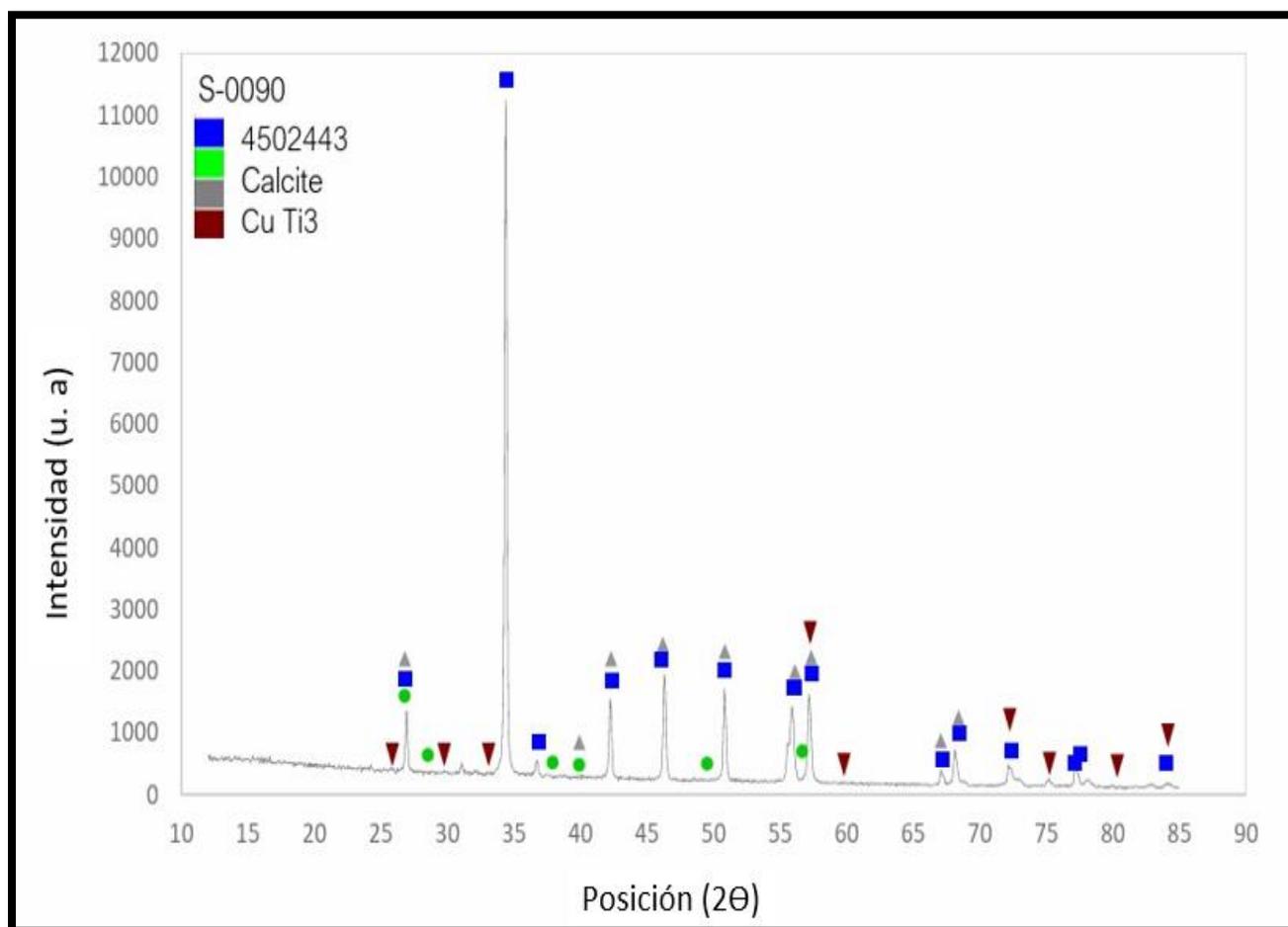
4.1 Caracterización de la muestra de lodo seco

La caracterización de las muestras secas de los lodos del proceso de ablandamiento de agua, fue realizada en el Laboratorio, Sistemas de Servicio y Análisis Químicos S.A.C. “Slab”.

- Por difracción de rayos X (DRX)

Figura 20

Difracto grama de la muestra seca



La Figura 20, representa el difractograma de la muestra seca, en donde se observa varias fases cristalinas. En él, se puede observar un pico de mayor intensidad en el ángulo de difracción $2\theta = 34.8^\circ$, y otros picos en menor intensidad relativamente significativas, en contraste con el número de elementos contenidos en la composición, lo cual puede indicar que aún pueden existir otras fases cristalinas formadas a mayores temperaturas o mayor tiempo con tratamiento térmico.

Tabla 9

Componentes identificados en la muestra seca

Componente identificado	Formula química	Compuesto	Sistema cristalino	Grupo espacial	Resultado (%)
4502443	Ca6. C6. O18.	CaCO ₃	Romboédrico	(R – 3C)	69.90
Calcite	Ca6. C6. O18.	CaCO ₃	Trigonal Romboédrico	(R – 3C)	29.80
Cu Ti₃	Ti3. Cu1.	-	No identificado	-	0.30

La tabla 9, muestra los compuestos identificados en los difractogramas de la muestra de lodo seco, así como su sistema cristalino, el grupo espacial al que pertenecen y la cantidad de componentes porcentuales (%). Según Crystallography Open Data Base, el código 4502443 que representa el pico de mayor intensidad, es el carbonato de calcio (CaCO₃) con un sistema cristalina romboédrica, con composición porcentual de 69.90%, seguido en menor porcentaje de 29.80% de calcita (CaCO₃) con un sistema cristalino trigonal-romboédrico. Es más, la suma de los componentes identificados en términos de CaCO₃ es del 99.7%.

Tabla 10*Resultado del análisis elemental de la muestra seca*

ELEMENTOS	MUESTRA DE LODO	
	%	ppm
Ca	35.11	351100
Mg	3.71	37100
Si	1.76	17600
Al	0.853	8530
P	0.099	990
S	0.78	7800
Ti	0.054	540
V	0.0057	57
Mn	0.0276	276
Fe	0.726	7260
Ni	0.0069	69
Cu	0.0036	36
Zn	0.0027	27
As	0.0004	4
Se	0.0002	2
Sr	0.0942	942
Zr	0.0025	25
EL	56.76	567600

Nota: Resultado de la caracterización de la muestra seca por Difractómetro XRF (fluorescencia de rayos X).

Según la tabla 10, se observa los elementos identificados en los lodos provenientes del proceso de ablandamiento de agua, que en su mayoría se encuentra el calcio (Ca), que es el elemento principal que contiene la muestra. Además, en dicha muestra se encuentran elementos secundarios como el Magnesio (Mg), Silicio (Si) y Aluminio (Al). Por otro lado,

existen otros compuestos en menor proporción o en concentraciones traza. Además, en la muestra se encontraron un 56.76% de elementos livianos que corresponde a la presencia de elementos como Oxígeno (O), Carbono (C), Nitrógeno (N).

El orden de los elementos que se muestran en la tabla 10, se da de acuerdo al peso atómico de cada elemento, inicia desde los elementos más livianos y terminando en los elementos pesados.

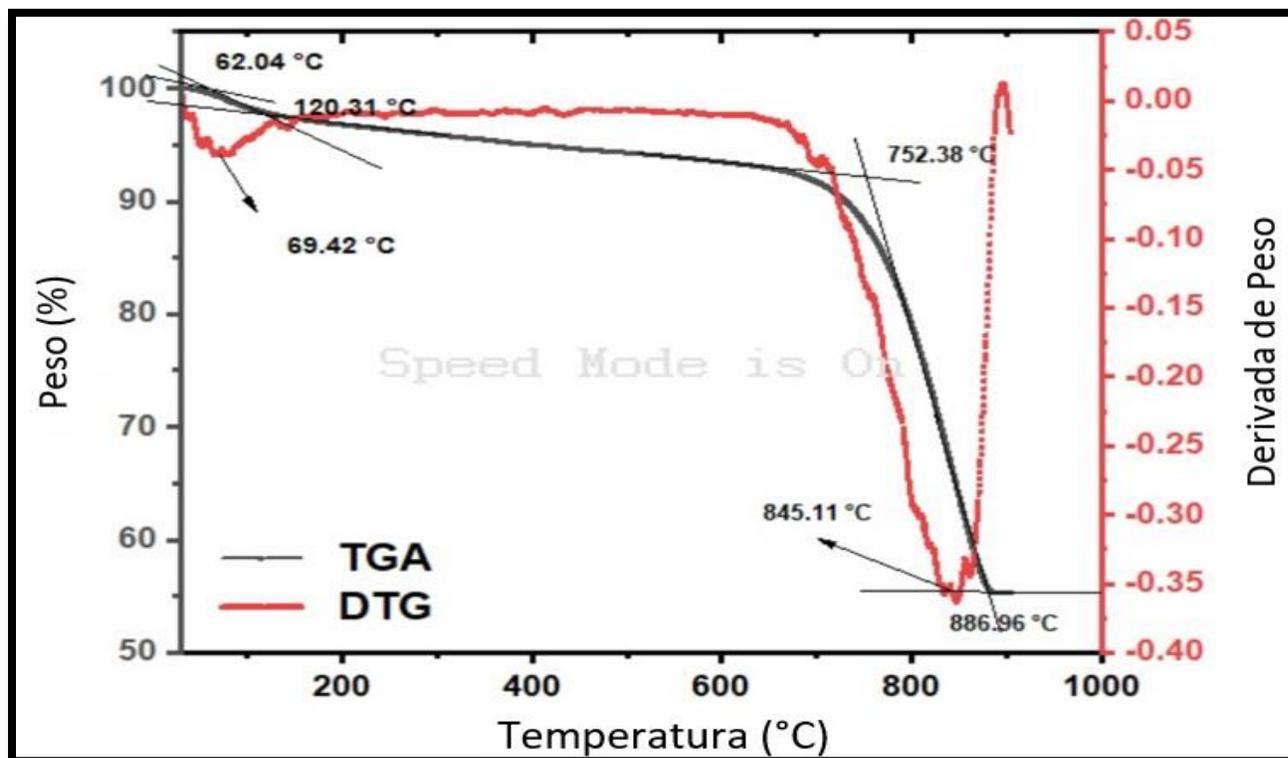
Rodas et al., (2018), en su investigación, caracterizó una muestra de cáscara de huevo por difracción de rayos X (DRX). La difractograma que obtuvo revela que la muestra está constituida principalmente por carbonato de calcio (CaCO_3) del 94.4% de pureza, con pico mayor intensidad en el ángulo de difracción $2\Theta = 29.5$.

Comparando los resultados obtenidos en la difractograma, con el de autor mencionado, no se encuentra similitud ni en el ángulo de difracción 2Θ , ni mucho menos en el porcentaje de carbonato de calcio (CaCO_3), esta diferencia de valores se debe al origen de la muestra que se analizó.

- **Por termogravimetría (TGA).** En la Figura 21, se visualiza la curva de la termogravimetría de la muestra de lodo seco.

Figura 21

Curva TGA Y DTG de la muestra de lodo seco



La curva de TGA representada por la línea negra, es el resultado de la descomposición del carbonato de calcio (CaCO_3), donde se visualiza una rápida pérdida de masa inicial, desde los 50 °C hasta los 120.31 °C, donde se tiene una pérdida en peso aproximadamente de 3.80%, correspondiente a la pérdida de la materia volátil (M.V.) de la muestra de lodo seco. Posteriormente, entre la temperatura de 120.31 °C a 650 °C se da otra pérdida en peso de 4.12% debido a la descomposición de compuestos orgánicos (C.O). Por último, entre la temperatura de 650 °C a 886.96 °C la pérdida de peso es de 37.50% atribuida a la carbonización y descomposición de carbonato de calcio (CaCO_3) a óxido de calcio (CaO). A partir de 886.96 °C no se observan variaciones en la curva, siendo esta de carácter lineal y constante, lo que significa que la muestra

ha alcanzado su máxima conversión y a partir de esta temperatura, la velocidad de reacción es más lenta.

La tabla 11, muestra un resumen de la descomposición de la muestra de lodo seco a medida que se incrementa la temperatura.

Tabla 11

Descomposición de carbonato de calcio en la muestra de lodo seco

Etapa	T_i (°C)	T_f (°C)	T_{max} (°C)	Δ m (%)	Proceso
1	50	120.31	69.42	3.80	CaCO ₃ + C.O + M.V. → CaCO ₃ + C.O +M.V.↑
2	120.31	650	529.69	4.12	CaCO ₃ + C.O → CaCO ₃ + C.O.↑
3	650	886.96	845.11	37.50	CaCO ₃ → CaO + CO ₂ ↑

Nota. Esta tabla muestra la descomposición del lodo seco a medida que la temperatura se incrementa, donde: **C.O** (compuestos orgánicos) y **M.V.** (material volátil).

Por otro lado, la curva (DTG), que se representa de color rojo, corresponde a la primera derivada de la curva de TGA frente a la temperatura (T), lo que indica la velocidad de pérdida de peso del 35.5%, a las temperaturas iniciales y finales del proceso. La tabla 11, muestra un resumen de la descomposición del carbonato de calcio y las reacciones que ocurren. Además, la curva TGA esta relacionada con una de los principales tipos de curva termogravimétrica de la figura 8 y el resultado es un modelo de curva del tipo (IV), esta curva indica una descomposición multietapa de la muestra con intermedios relativamente estables.

Zhu *et al.*, (2011), en su investigación, estudio en comportamiento de una muestra de nano CaCO₃. Para lo cual realizó un análisis de termogravimetría (TGA), como resultado de ello se

obtuvo un modelo de curva del tipo (III). Esta curva representa un deterioro de la muestra en un proceso simple con temperaturas de descomposición inicial de 594.4 °C y final de 721.1 °C.

Comparando los resultados termogravimétricos con el del autor mencionado, no existe similitud alguna en el comportamiento de las curvas, ya que la muestra investigada presenta una curva del tipo IV a diferencia del autor mencionado que presenta del tipo III.

(Rodas et al., 2018), en su investigación estudio el comportamiento termogravimétrico de la muestra de carbonato de calcio proveniente de la cascara de huevo. La curva de TGA presentada una drástica pérdida de masa de 47.25% entre las temperaturas de 600 °C y 800 °C. Como resultado de ello se obtuvo un modelo de curva del tipo (III).

Comparando los resultados de la curva termogravimétrico con el del autor mencionado, no existe ninguna similitud en las temperaturas de la pérdida de masa, ni en el modelo del comportamiento de la curva, ya que la muestra investigada presenta una curva del tipo IV a diferencia del autor mencionado que presenta del tipo III.

4.2 Proceso de la recuperación de óxido de calcio (CaO)

Para el proceso de la recuperación de óxido de calcio se procedió con la calcinación de la muestra de lodo seco, utilizando el diseño experimental Box-Behnken descrito en la tabla 6 y seguido con la determinación de cal útil por valoración de ácido - base.

4.2.1 Pruebas de calcinación y determinación de cal útil

Los datos de las tablas 12, 13 y 14 son el resultado de las pruebas realizadas en laboratorio de calcinación de las muestras de lodo seco, para ello el control del peso inicial en una balanza analítica y precalentando de las muestras en el horno durante un tiempo de 30 minutos, es fundamental, con el propósito de controlar efectivamente las temperaturas de 800, 900 y 1000 °C, los tiempos de 60, 90 y 120 minutos y granulometrías de 1, 1 ½ y 2 pulgadas en la calcinación. Al

final de cada periodo, se registró inmediatamente el peso de la muestra para evitar que la muestra calcinada absorbiera CO_2 o la humedad del medio ambiente. Con los pesos obtenidos, se calcularon la pérdida el peso del dióxido de carbono (WCO_2), el porcentaje de solidos después de la calcinación ($\%Wf$), porcentaje de dióxido de carbono ($\%\text{CO}_2$) y porcentaje de óxido de calcio útil ($\%\text{CaO}$), mediante el método de valoración (acido-base), con la fórmula 24.

Tabla 12

Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Primera replica

CONDICIONES DE CALCINACIÓN									
GRUPO	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial del lodo (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
I	800	60	1.5	6.6871	5.79	0.8971	86.5846	13.4154	15.26
		90	2	22.0634	19.4708	2.5926	88.2493	11.7507	9.09
		90	1	5.8441	5.1069	0.7372	87.3856	12.6144	10.69
		120	1.5	11.1298	9.6437	1.4861	86.6476	13.3524	12.31
II	900	60	1	35.8816	5.8726	30.009	16.3666	83.6334	27.00
		60	2	14.7871	8.919	5.8681	60.3161	39.6839	74.68
		90	1.5	11.1470	7.2824	3.8646	65.3306	34.6694	62.84
		90	1.5	12.2832	7.8139	4.4693	63.6145	36.3855	65.02
		90	1.5	15.0698	10.7191	4.3507	71.1297	28.8703	52.11
		120	2	16.3078	9.5474	6.7604	58.5450	41.4550	81.13
		120	1	9.9133	5.8306	4.0827	58.8159	41.1841	79.07
III	1000	60	1.5	11.6284	6.7545	4.8739	58.0862	41.9138	82.44
		90	2	20.7231	12.0716	8.6515	58.2519	41.7481	80.55
		90	1	8.3257	4.8607	3.465	58.3819	41.6181	79.52
		120	1.5	13.0705	7.6139	5.4566	58.2526	41.7474	80.77

Nota. En la tabla se observan los datos registrados de la primera replica de la calcinación.

Tabla 13

Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Segunda replica

GRUPO	CONDICIONES DE CALCINACIÓN								
	T (°C)	T (min)	Granulometría (in)	W Inicial del lodo (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
1	800	60	1.5	6.0851	5.2177	0.8674	85.7455	14.2545	10.16
2		90	2	13.7573	11.4653	2.292	83.3398	16.6602	8.82
3		90	1	9.1782	8.1549	1.0233	88.8508	11.1492	4.55
4		120	1.5	19.8414	17.3344	2.507	87.3648	12.6352	6.42
1	900	60	1	6.0299	3.5717	2.4582	59.2332	40.7668	79.52
2		60	2	23.6124	15.9632	7.6492	67.6052	32.3948	46.74
3		90	1.5	14.4131	8.9746	5.4385	62.2670	37.7330	72.11
4		90	1.5	13.0055	8.3662	4.6393	64.3282	35.6718	63.39
5		90	1.5	11.3584	6.7177	4.6407	59.1430	40.8570	77.68
6		120	2	14.5774	8.5799	5.9975	58.8575	41.1425	79.04
7		120	1	7.4770	4.3831	3.0939	58.6211	41.3789	81.19
1	1000	60	1.5	8.2175	4.7809	3.4366	58.1794	41.8205	80.27
2		90	2	22.8727	13.372	9.5007	58.4627	41.5373	78.63
3		90	1	7.5614	4.4052	3.1562	58.2591	41.7409	81.58
4		120	1.5	16.9061	9.8416	7.0645	58.2133	41.7867	82.93

Nota. En la tabla se observan los datos registrados de la segunda replica de la calcinación.

Tabla 14

Resultados obtenidos en el proceso de la calcinación – Tercera replica

CONDICIONES DE CALCINACIÓN									
GRUPO	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial del lodo (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%W _f	%CO ₂	%CaO
I	800	60	1.5	15.5449	14.0100	1.5349	90.1260	9.87398	6.71
		90	2	17.2175	15.0119	2.2056	87.1898	12.8102	12.36
		90	1	8.6781	7.6362	1.0419	87.9939	12.0061	13.42
		120	1.5	18.2549	16.1388	2.1161	88.4080	11.5920	10.22
II	900	60	1	7.3040	4.6790	2.6250	64.0608	35.9392	61.21
		60	2	19.6290	13.1120	6.5170	66.7991	33.2009	60.31
		90	1.5	9.9490	5.8150	4.1340	58.4481	41.5519	74.13
		90	1.5	11.2920	6.7720	4.5200	59.9717	40.0283	67.79
		90	1.5	9.0790	5.3820	3.6970	59.2797	40.7203	64.53
		120	2	15.2900	8.9260	6.3640	58.3780	41.6220	81.75
		120	1	8.3830	4.8990	3.4840	58.4397	41.5603	79.60
III	1000	60	1.5	19.9260	11.6028	8.3232	58.2294	41.7706	81.11
		90	2	18.6412	10.8652	7.7760	58.2859	41.7141	81.08
		90	1	10.6994	6.2452	4.4542	58.3696	41.6304	79.55
		120	1.5	15.5491	9.0383	6.5108	58.1275	41.8725	83.97

Nota. En la tabla se observan los datos registrados de la tercera replica de la calcinación

En los datos registrados de la tabla 12, son los resultados de la calcinación y la determinación del óxido de calcio. En donde se observa un óxido de calcio de 82.44% de concentración, lo cual es un resultado que se obtuvo a una temperatura de 1000 °C y un tiempo de 60 minutos y una granulometría de 1.5 pulgadas. Por consiguiente, el porcentaje de recuperación en sólidos (% Wf), fue de 58.08% a esas condiciones, y 41,91% de CO₂ en peso liberado. Por otro lado, en la tabla 13, se aprecia un óxido de calcio con una composición porcentual del 82.93%, que se obtuvo a una temperatura de 1000 °C y un tiempo de 120 minutos y una granulometría de 1 ½ pulgadas. Por consiguiente, el porcentaje de recuperación en sólidos (% Wf), fue de 58.21% a esas condiciones, y 41,78% de CO₂ en peso liberado. De igual forma, la tabla 14, muestra una cal útil de 83.97 % de concentración que se obtuvo a una temperatura de 1000 °C y un tiempo de 120 minutos y una granulometría de 1.5 pulgadas. Por consiguiente, el porcentaje de recuperación en sólidos (% Wf), fue de 58.12% a esas condiciones, y 41,87% de CO₂ en peso liberado.

Además, en el proceso de calcinación a nivel laboratorio de la muestra sometida a 1000 °C de temperatura durante 120 minutos y una granulometría de 1 ½ pulgadas alcanzo el 58.12 % de óxido de calcio (CaO) y 41.87% de dióxido de carbono (CO₂), frente al 56.05% indicado en la ecuación estequiométrica de la reacción de calcinación.

Estos resultados, demuestran que la muestra de lodo, provenientes del proceso de ablandamiento de agua, presenta características favorables para la recuperación de óxido de calcio (CaO), debido al alto contenido de carbonato de calcio (CaCO₃) e hidróxido de magnesio (Mg(OH)₂), las condiciones de calcinación son: una temperatura de 1000 °C, tiempo de residencia de 120 minutos y granulometría de 1 ½ pulgada. La calcinación a condiciones menores a estas, no favorece la recuperación de cal útil de mayor concentración.

Guerreros Meza *et al.*, (2021), en su investigación, logró la conversión de carbonato de calcio a óxido de calcio del 86.12% de concentración para lo cual recomienda trabajar con granulometrías no mayores a 2 pulgadas, tiempo de residencia aproximadamente 2 horas y a una temperatura de calcinación de 900 °C.

Comparando los resultados obtenidos en la presente investigación con el autor mencionado, se concuerda con los resultados de las variables de tiempo y granulometría para la obtención de óxido de calcio, pero no con la temperatura de calcinación ni con la concentración de la cal recuperado. Debido a que el autor mencionado logro obtener una cal útil de 86.12% con una temperatura 900 °C a comparación con lo que se menciona en la investigación que se obtuvo una cal útil de 83.97% a 1000 °C.

Farías Taboada, (2018), en su investigación obtuvo un resultado estequiométrico favorable en el proceso de calcinación de las valvas de concha de abanico, la muestra de carbonato de calcio (CaCO_3), se descompuso en óxido de calcio (CaO), el 56.72% y el 44.31% en dióxido de carbono (CO_2), frente al 56.05% indicado en ecuación estequiométrica de la ecuación de calcinación, a una temperatura 900 °C durante 30 minutos de calcinación, Además, el contenido de óxido de calcio como resultado de la calcinación fue del 92.7%.

Comparando los resultados estequiométricos obtenidos en la investigación, con el autor mencionado, no se concuerda con los resultados, debido a que la descomposición del carbonato de calcio (CaCO_3) en óxido de calcio (CaO), fue de 58.12% y el 41.87% en dióxido de carbono (CO_2), a una temperatura 1000 °C durante 120 minutos de calcinación, frente al 56.05% indicado en ecuación estequiométrica.

- **Balance de la entalpia de reacción**

La calcinación, al ser una reacción química, se puede analizar termodinámicamente. Para determinar si el proceso químico es exotérmico o endotérmico, espontáneo o no espontáneo.

a) Datos termodinámicos a las condiciones estándar de $25\text{ }^{\circ}\text{C} = 273.15\text{ }^{\circ}\text{K}$ para ΔH_{rx}^0 .

$$(\Delta H_f^0)_{CaO} = -151.9 \frac{Kcal}{mol}$$

$$(\Delta H_f^0)_{CO_2} = -94.052 \frac{Kcal}{mol}$$

$$(\Delta H_f^0)_{CaCO_3} = -288.45 \frac{Kcal}{mol}$$

$$\Delta H_{rx}^0 = \sum n \Delta H_{rx}^0 \text{ Productos} - \sum n \Delta H_{rx}^0 \text{ Reactantes} \dots \dots (22)$$

$$\Delta H_{rx}^0 = (1 \times (\Delta \hat{H}_f^0)_{CaO} + 1 \times (\Delta \hat{H}_f^0)_{CO_2}) - (1 \times (\Delta \hat{H}_f^0)_{CaCO_3})$$

$$\Delta H_{rx}^0 = \left[1 \text{ mol} \times \left(-151.9 \frac{Kcal}{mol} \right) \right] + \left[1 \text{ mol} \times \left(-94.052 \frac{Kcal}{mol} \right) \right] \\ - \left[1 \text{ mol} \times \left(-288.45 \frac{Kcal}{mol} \right) \right]$$

$$\Delta H_{rx}^0 = 42.498 \text{ Kcal} = 42498 \text{ cal} > 0$$

- De acuerdo a los resultados, de la calcinación del carbonato de calcio, es un proceso endotérmico a 25°C con un valor $\Delta H_{rx}^0 > 0$.

b) Datos de las capacidades caloríficas de las sustancias, ecuación 23:

$$Cp = a + bT + cT^2 \frac{J}{mol - ^{\circ}K} \dots \dots (23)$$

$$Cp_{CO_2}^0 = 33.11 + (4.233 \times 10^{-2})T + (-2.887 \times 10^{-5})T^{-2}$$

$$Cp_{CaO}^0 = 41.84 + (2.03 \times 10^{-2})T + (-4.52 \times 10^{-10})T^{-2}$$

$$Cp_{CaCO_3}^0 = 82.34 + (4.975 \times 10^{-2})T + (-12.87 \times 10^{-10})T^{-2}$$

$$\Delta Cp^0 = \sum n Cp^0_{\text{Productos}} - \sum n Cp^0_{\text{Reactantes}} \dots \dots (16)$$

$$\begin{aligned} \Delta Cp^0 &= [33.11 + (4.233 \times 10^{-2})T + (-2.887 \times 10^{-5})T^{-2}] \\ &+ [41.84 + (2.03 \times 10^{-2})T + (-4.52 \times 10^{-10})T^{-2}] \\ &- [82.34 + (4.975 \times 10^{-2})T + (-12.87 \times 10^{-10})T^{-2}] \\ \Delta Cp^0 &= -7.39 + 1.288 \times 10^{-2}T + 5.463 \times 10^{-10}T^{-2} \end{aligned}$$

c) Determinación de calor de reacción a 298 °K, en la ecuación 24:

$$\Delta H_{RT}^0 = \Delta H_{T_0}^0 + \int_{T_0}^T \Delta Cp dT \dots \dots (24)$$

$$\Delta H_{R(T=298^{\circ}K)}^0 = \Delta H_{T=0}^0 + \int_{T=0}^{T=298^{\circ}K} \Delta Cp dT$$

$$42498 \text{ cal} = \Delta H_{T=0}^0 + \int_0^T (-7.39 + 1.288 \times 10^{-2}T + 5.463 \times 10^{-10}T^{-2}) dT$$

$$\Delta H_{T=0}^0 = 42498 + \int_0^T (-7.39 + 1.288 \times 10^{-2}T + 5.463 \times 10^{-10}T^{-2}) dT$$

$$\Delta H_0^0 = 42498 - 7.39T + 6.44 \times 10^{-3}T^2 - 5.463 \times 10^{-10}T^{-1}$$

$$\begin{aligned} \Delta H_{T=0}^0 &= 42498 - 7.39 \times (298) + 6.44 \times 10^{-3} \times (298)^2 \\ &- 5.463 \times 10^{-10} \times (298)^{-1} \end{aligned}$$

$$\Delta H_{T=0}^0 = 41108.36 \text{ cal}$$

Determinación de calor de reacción a 1273 °K:

$$\Delta H_{R(T=1073^{\circ}K)}^0 = \Delta H_{T_0}^0 + \int_{T=0}^{T=1073^{\circ}K} \Delta Cp dT$$

$$\begin{aligned} \Delta H_{R(T=1073^{\circ}K)}^0 &= 41108.36 - 7.39 \times (1273) + 6.44 \times 10^{-3} \times (1273)^2 \\ &- 5.463 \times 10^{-10} \times (1273)^{-1} \end{aligned}$$

$$\Delta H_{R(T=1273^{\circ}K)}^0 = 41354.22 \text{ cal}$$

• **Balance de entropía de reacción**

a) Cálculo de la entropía de formación $\Delta S_{RX(T=298^\circ K)}^0$:

$$(\Delta S_f^0)_{CaO} = 9.5 \frac{cal}{mol^\circ K}$$

$$(\Delta S_f^0)_{CO_2} = 51.061 \frac{cal}{mol^\circ K}$$

$$(\Delta S_f^0)_{CaCO_3} = 22.2 \frac{cal}{mol^\circ K}$$

$$\Delta S_{RX(T=298^\circ K)}^0 = \sum n \Delta S_{rx\text{ Productos}}^0 - \sum n \Delta S_{rx\text{ Reactantes}}^0 \dots \dots (25)$$

$$\Delta \hat{s}_{rx}^0 = 1mol \times \left(9.5 \frac{cal}{mol}\right) + 1mol \times \left(51.061 \frac{cal}{mol}\right) - 1mol \times \left(22.2 \frac{cal}{mol}\right)$$

$$\Delta \hat{s}_{rx}^0 = 38.361 cal > 0$$

$$\Delta S_{R(T=298^\circ K)}^0 = \Delta S_{T=0}^0 + \int_{T=0}^{T=298^\circ K} \frac{\Delta Cp}{T} dT$$

$$\Delta S_{T=0}^0 = \Delta S_{R(T=298^\circ K)}^0 + \int_{T=0}^{T=298^\circ K} \frac{\Delta Cp}{T} dT$$

$$\Delta S_{T=0}^0 = 38.361 + \int_0^T \frac{-7.39 + 1.288 \times 10^{-2}T + 5.463 \times 10^{-10}T^{-2}}{T} dT$$

$$\Delta S_{T=0}^0 = 38.361 - 7.39 \ln T + 1.288 \times 10^{-2}T - 2.7315 \times 10^{-10}T^{-2}$$

$$\Delta S_{T=0}^0 = 38.361 - 7.39 \times 5.697 + 1.288 \times 10^{-2}(298) - 2.7315 \times 10^{-10}(298)^{-2}$$

$$\Delta S_{T=0}^0 = 29.217 \frac{cal}{^\circ K}$$

b) Entropía a 1273 °K;

$$\Delta S_{R(T=1273^\circ K)}^0 = \Delta S_{T=0}^0 + \int_{T=0}^{T=1273^\circ K} \frac{\Delta Cp}{T} dT$$

$$\Delta S_{T=1273^\circ K}^0 = 29.217 + \int_0^T \frac{-7.39 + 1.288 \times 10^{-2}T + 5.463 \times 10^{-10}T^{-2}}{T} dT$$

$$\Delta S_{T=1273^\circ K}^0 = 29.217 - 7.39 \ln T + 1.288 \times 10^{-2}T - 2.7315 \times 10^{-10}T^{-2}$$

$$\Delta S_{T=1273^\circ K}^0 = 29.217 - 7.39 \times 7.1491 + 1.288 \times 10^{-2}(1273)$$

$$- 2.7315 \times 10^{-10}(1273)^{-2}$$

$$\Delta S_{T=1273^\circ K}^0 = 20.508 \frac{cal}{^\circ K}$$

- **Calculo de energía libre de Gibbs:**

a) Energía Gibbs a 273 °K;

$$\Delta G_{R(T=298^\circ K)} = \Delta H - T\Delta S \dots \dots (26)$$

$$\Delta G_{R(T=298^\circ K)} = 42498 \text{ cal} - (298^\circ K) \times 29.217 \frac{cal}{^\circ K}$$

$$\Delta G_{R(T=298^\circ K)} = 33791.33 \text{ cal} > 0$$

De acuerdo al resultado obtenido se concluye que la reacción no es espontanea a una temperatura de 25 °C, donde: $\Delta G_{rx}^0 > 0$; significa que la reacción requiere una energía externa para iniciar la reacción.

b) Energía Gibbs a 1273 °K;

$$\Delta G_{R(T=1273^\circ K)} = \Delta H - T\Delta S$$

$$\Delta G_{R(T=1273^\circ K)} = 41354.22 \text{ cal} - \left[(1273^\circ K) \times 20.508 \frac{cal}{^\circ K} \right]$$

$$\Delta G_{R(T=1273^\circ K)} = 15247 \text{ cal}$$

4.3 Análisis estadístico

4.3.1 Análisis de varianza ANOVA

La tabla 15, muestra los resultados del análisis de varianza, obtenidos en el software estadístico Statgraphics Centurion XVI.

Tabla 15

Análisis de Varianza para la recuperación de óxido de calcio

Modelo	Suma de Cuadrados	G.l.	Cuadrado medio	valor - F	valor- P
A: Temperatura	26429.2	1	26429.2	325.05	0.0000
B: tiempo	1355.41	1	1355.41	16.67	0.0065
C: Granulometría	24.543	1	24.543	0.3	0.6026
AA	4274.99	1	4274.99	52.58	0.0003
AB	184.475	1	184.475	2.27	0.1827
AC	0.653333	1	0.653333	0.01	0.9315
BB	266.742	1	266.742	3.28	0.1201
BC	21.2534	1	21.2534	0.26	0.6274
CC	2.34671	1	2.34671	0.03	0.8707
Falta de ajuste	389.575	2	194.788	2.4	0.1719
Error total	4392.08	27	162.67	2	0.1972
Error puro	487.855	6	81.3092		
Total (corr.)	38023	44			

$R^2 = 87.1658\%$
 $R^2(\text{ajustado}) = 82.8878\%$

En la tabla 15, del análisis de varianza (ANOVA), se identificaron las variables significativas en el proceso de la calcinación para la recuperación de óxido de calcio (CaO). Estos variables son: A (temperatura de calcinación) y B (tiempo de residencia) con un valor de $P < 0.05$, a comparación de la variable granulometría supera el valor de $P > 0.05$ por lo que es una variable

no significativa en el proceso de la calcinación. Por otro lado, las interacciones más significativas son: AA (temperatura) presenta un valor de $P < 0.05$.

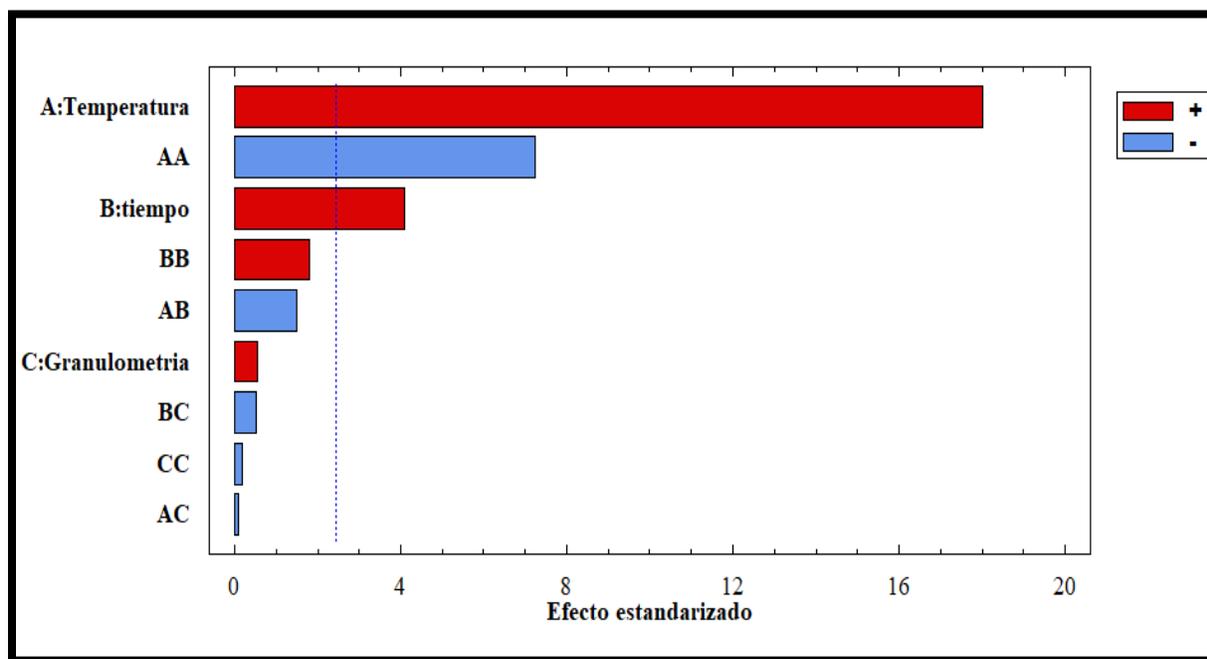
Para este análisis de varianza se tiene un valor de R- cuadrado:

$$R^2 = 87.165\%$$

Este valor indica que el modelo utilizado para describir el proceso de calcinación explica aproximadamente el 87.165% de la variabilidad en los datos. Esto implica que el modelo puede adaptarse a los datos experimentales y puede emplearse para anticipar la recuperación del óxido de calcio (CaO).

Figura 22

Diagrama de Pareto estandarizado para la recuperación de óxido de calcio



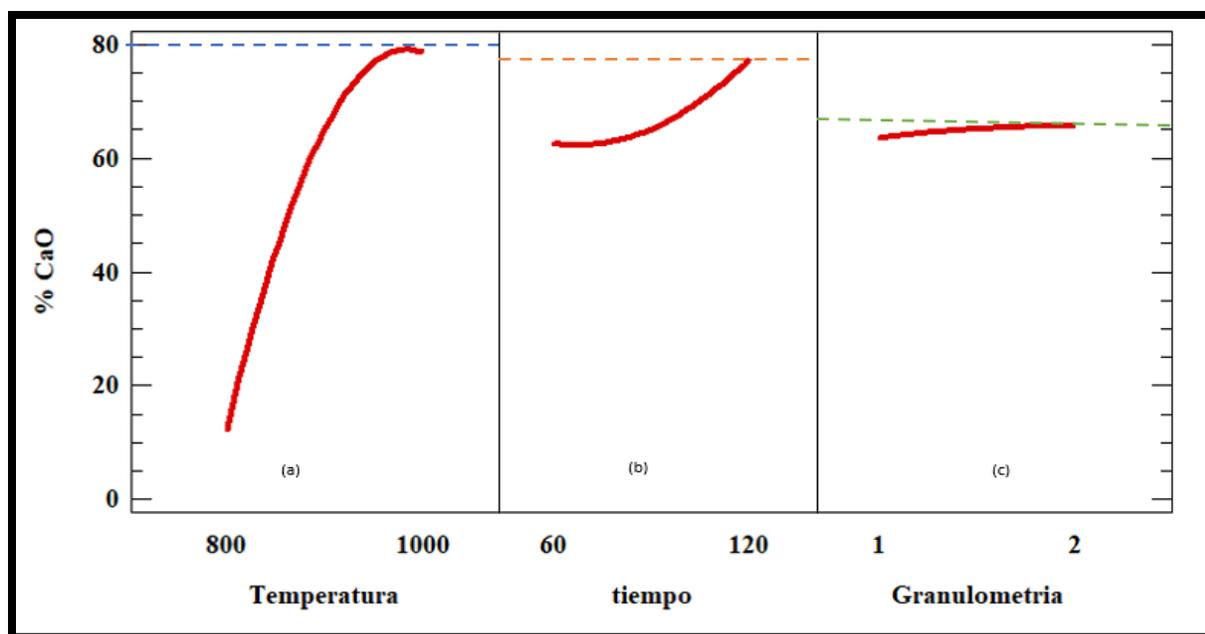
En la figura 22, el eje vertical del diagrama Pareto representa los efectos positivos como negativos de cada una de las variables de estudio, del mismo modo el eje horizontal lista los elementos en orden descendente de su aportación. Del diagrama, permite deducir que la variable

temperatura tiene una significancia mayor positivo, seguido del tiempo, los cuales influyen significativamente en el proceso de la calcinación, pues supera la línea vertical entrecortada de color azul de referencia que posee un valor de 2.31 con nivel de confianza de $P < 0.05$ según el modelo usado. Mientras que la variable granulometría tiene un efecto menos significativo en la calcinación.

Por consiguiente, la gráfica de Pareto muestra únicamente las dos variables significativas del proceso de calcinación para la recuperación de óxido de calcio.

Figura 23

Gráfica de efectos de variables en la recuperación de óxido de calcio



Nota. Las líneas (azul, amarillo y verde) indican el valor óptimo de los parámetros de calcinación para la recuperación del óxido de calcio (CaO).

En la figura 23, se visualiza las variables de mayor incidencia en función al porcentaje de recuperación de óxido de calcio (CaO). En la sección (a) se visualiza una curva en crecimiento desde una temperatura de 800 °C hasta 1000 °C, en cuanto al porcentaje del óxido de calcio (%).

CaO) registra un aumento de 12% hasta 80%, llegando a ser constante a la temperatura de 1000 °C. En la sección (b) se visualiza una curva invertida de crecimiento exponencial del tiempo de calcinación de 60 a 120 minutos, del mismo modo el porcentaje de óxido de calcio (% CaO) registra un incremento de 63% a 77%. En la sección (c) se visualiza una curva en crecimiento de la granulometría de 1 hasta 1.5 pulgadas; a partir de 1.5 a 2 pulgadas la curva se mantiene constante. De la misma forma el porcentaje de óxido de calcio (% CaO) registra un incremento de 64% a 68%.

En resumen, la figura 24 proporciona una información sobre los parámetros importantes en la calcinación para la recuperación del óxido de calcio. Los valores que se puede deducir para la calcinación son una temperatura de 1000 °C, con un tiempo de 120 minutos y una granulometría de 1.8 pulgadas.

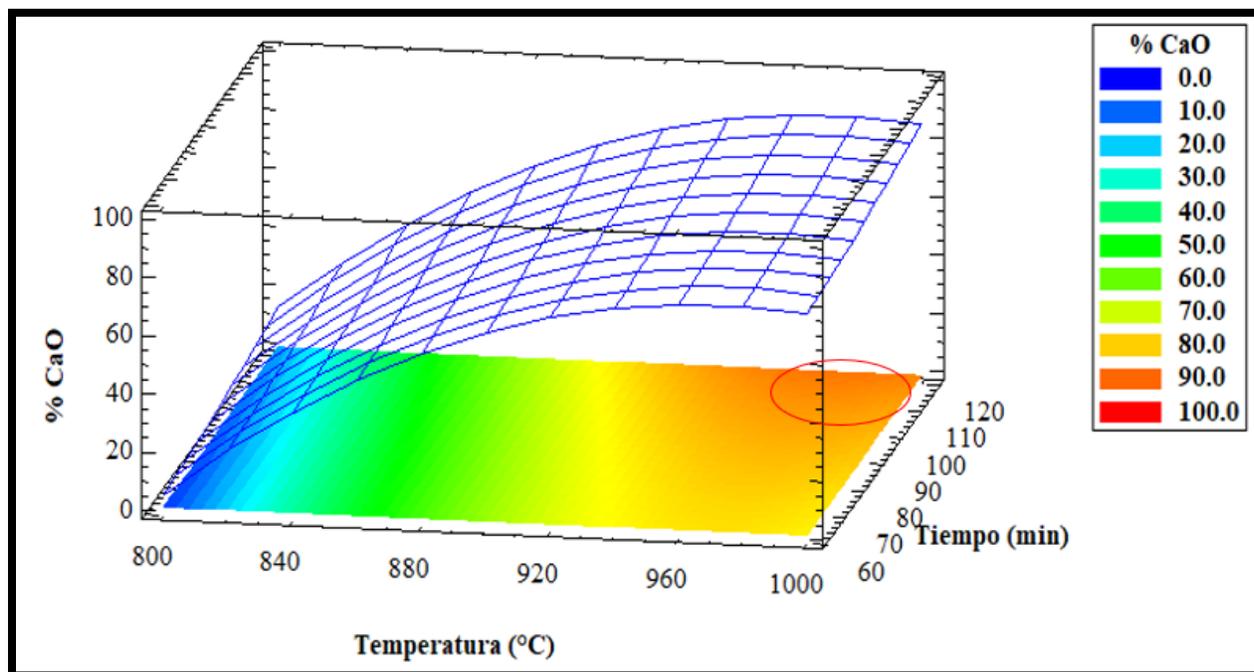
4.3.2 Análisis de datos de calcinación para la recuperación de óxido de calcio

En la gráfica de la superficie de respuesta estimada, obtenido a partir de los datos experimentales en el proceso de calcinación, que constan de 15 ensayos y tres repeticiones, usando dos extremos y un punto medio. Se visualiza la relación e interacción de las variables dependientes (%CaO) e independientes (temperatura de calcinación, tiempo de residencia y granulometría).

En figura 24, se observa una curvatura en ascenso, debido a la influencia significativa de la temperatura de calcinación representada por el eje X, y el eje Y representa el tiempo de residencia, la gráfica es una curvatura ascendente a medida que sus valores incrementa.

Figura 24

Grafica de superficie de respuesta estimada



Nota. La grafica de superficie de respuesta estimada considera una granulometría de 1 ½ pulgadas.

En la región inferior de la figura 24, se aprecia un gráfico de contorno donde se visualiza la recuperación del óxido de calcio, estimada en distintas áreas, siendo el lado izquierdo coloreado de azul, el que representa menor recuperación de óxido de calcio. Sin embargo, la zona pintada de color naranja (lado derecho superior), representa el mayor porcentaje de recuperación de óxido de calcio.

En la tabla 16, se observan datos estimados obtenidas a partir de la gráfica de superficie de respuesta para la obtención de óxido de calcio de 88.61%, por lo cual, se debe calcinar el lodo a una temperatura de 974.79 °C, tiempo 120 minutos y una granulometría de 1.23 pulgada.

Tabla 16*Mejores resultados para cada factor*

Factores	Bajo	Alto	Mejores resultados
Temperatura (°C)	800	1000	974.79
Tiempo (minutos)	60	120	120
Granulometría (pulgadas)	1	2	1.232

La tabla 17, muestra los coeficientes de la ecuación regresión de segundo orden.

Tabla 17*Coefficiente de la ecuación de regresión de segundo orden*

Coefficiente	Estimado
Constante	-1934.47
A: Temperatura	3.99262
B: Tiempo	0.578389
C: Granulometría	19.7308
AA	-0.00196453
AB	-0.00130694
AC	-0.00466667
BB	0.00545247
BC	-0.0887222
CC	-1.84111

Nota. Esta tabla muestra la ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos.

Ecuación de regresión de segundo orden:

$$\begin{aligned} \% \text{ CaO} = & -1934.47 + 3.99262A + 0.578389B + 19.7308C - 0.00196453A^2 \\ & - 0.00130694A \times B - 0.00466667A \times C + 0.00545247B^2 - 0.0887222B \times C \\ & - 1.84111C^2 \dots \dots (27) \end{aligned}$$

Donde:

A: es la temperatura (°C)

B: es el tiempo (minutos)

C: es la granulometría (pulgadas)

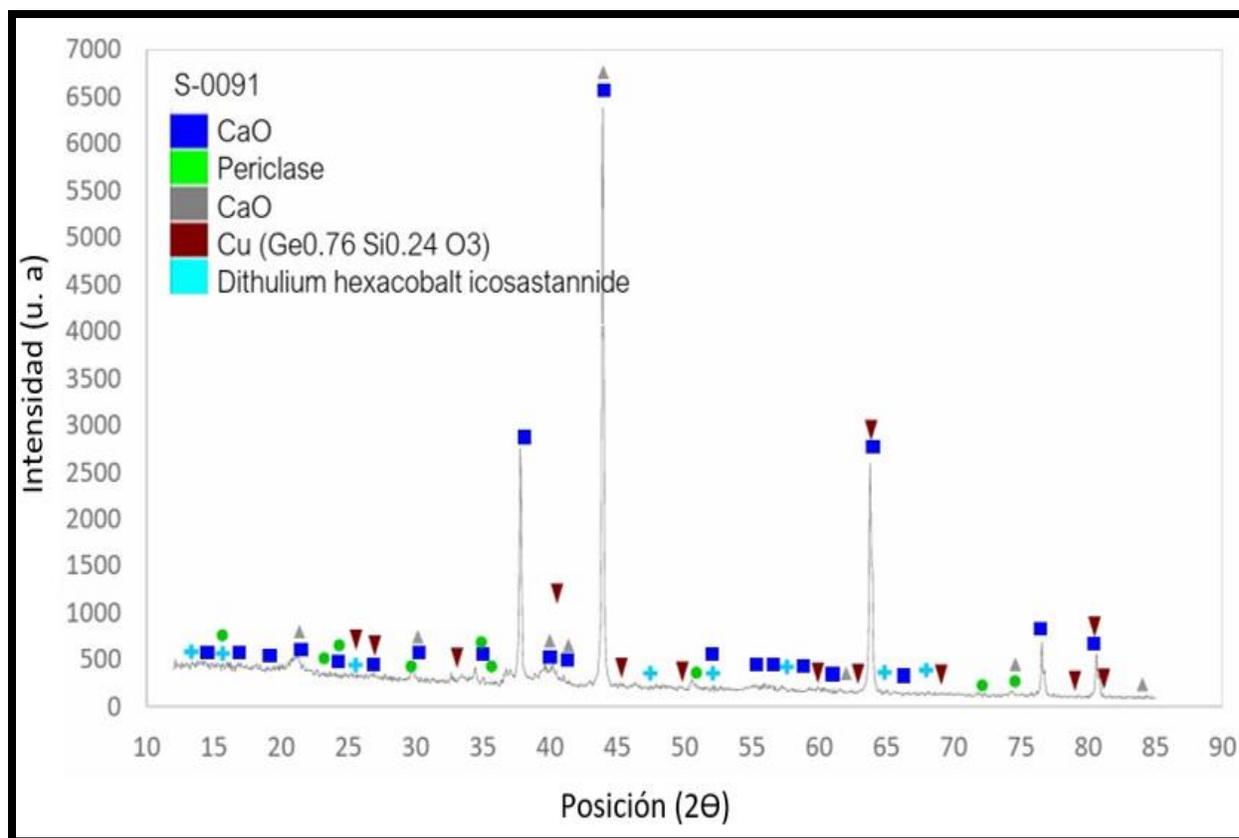
La ecuación 25, representa el modelo matemático para la recuperación del óxido de calcio, lo cual tiene influencia con las variables temperatura, tiempo y granulometría, así como interacciones entre variables. Así mismo, facilita realizar predicciones en cuanto a las variables de mayor influencia.

4.4 Caracterización de las muestras de lodo calcinado y de la cal industrial

4.4.1 Muestra calcinada

Figura 25

Difractograma de la muestra calcinado



El difractograma de la figura 25, es el resultado de la muestra de lodo calcinado a una temperatura de 1000 °C por un periodo de 120 minutos y granulometría de 1 ½ pulgadas, donde se observan picos de mayor y menor intensidad, lo cual indican la existencia de cristales de tamaños grandes y de menor impureza. Según Crystallography Open Data Base, el pico de mayor intensidad con ángulo de difracción $2\theta = 48^\circ$ representa el óxido de calcio con una composición porcentual de 67.38%, con un sistema cristalino cubico, seguido de óxido de magnesio (Periclase) con un contenido porcentual del 6.92%, con un sistema cristalino cubico.

La tabla 18, muestra los compuestos identificados en la muestra calcinado, así como su sistema cristalino, el grupo espacial al que pertenecen y la cantidad de componentes porcentuales (%).

Tabla 18

Componentes identificados en la muestra calcinada

Componente identificado	Formula Química	Compuesto	Sistema cristalino	Grupo espacial	Resultado %
CaO	Ca ₄ . O ₄ .	Oxido de Calcio	Cubico	225 (Fm – 3m)	67.38
Periclase	Mg ₄ . O ₄	Oxido de Magnesio	Cubico	(Fm – 3m)	6.92
Cu (Ge _{0.76} Si _{0.24} O ₃)	Si _{0.48} O ₆ . Cu ₂ . Ge _{1.52}	No identificad	No identificad	No identificad	6.42
Dithulium hexacobalt icosastannide	Tm _{8.86} Sn ₈₀ . Co ₂₄ .	No identificad	No identificad	(Fm – 3m)	19.27

De acuerdo a la tabla 18, el componente identificado como el óxido de calcio con una composición porcentual del 67.38%, indican que la temperatura de calcinación fue suficiente para descomponer el carbonato de calcio. Al mismo tiempo puede reaccionar con el agua para formar cemento, lo que afectaría la estructura y propiedades de la muestra calcinada. Por otro lado, la presencia del óxido de magnesio del 6.92%, indica que la temperatura de calcinación fue suficiente para descomponer el mineral de magnesio. Además, la presencia del óxido de magnesio al reaccionar con otros óxidos puede formar compuestos cerámicos, lo que afectaría las propiedades de la muestra calcinada.

La relación del óxido de calcio y el óxido de magnesio (CaO/MgO), indican la procedencia y composición original de la muestra que se calcinó. Además, la presencia y cantidad indican el nivel de calcinación alcanzado.

Tabla 19

Resultado del análisis elemental de la muestra calcinada

ELEMENTOS	T = 1000°C y t = 120 minutos	
	%	ppm
Ca	46.60	466000
Mg	2.35	23500
Si	1.245	12450
Al	0.522	5220
P	0.136	1360
S	0.958	9580
Ti	0.052	520
Mn	0.0307	307
Fe	0.994	9440
Ni	0.0054	54
Cu	0.0022	22
Zn	0.0051	51
As	0.0006	6
Sr	0.1159	1159
V	0.0003	3
Zr	0.0025	25
Pb	0.0012	12
Th	0.0027	27
EL	47.02	470200

Nota: Resultado de la caracterización de la muestra calcinada por Difractómetro XRF (fluorescencia de rayos X).

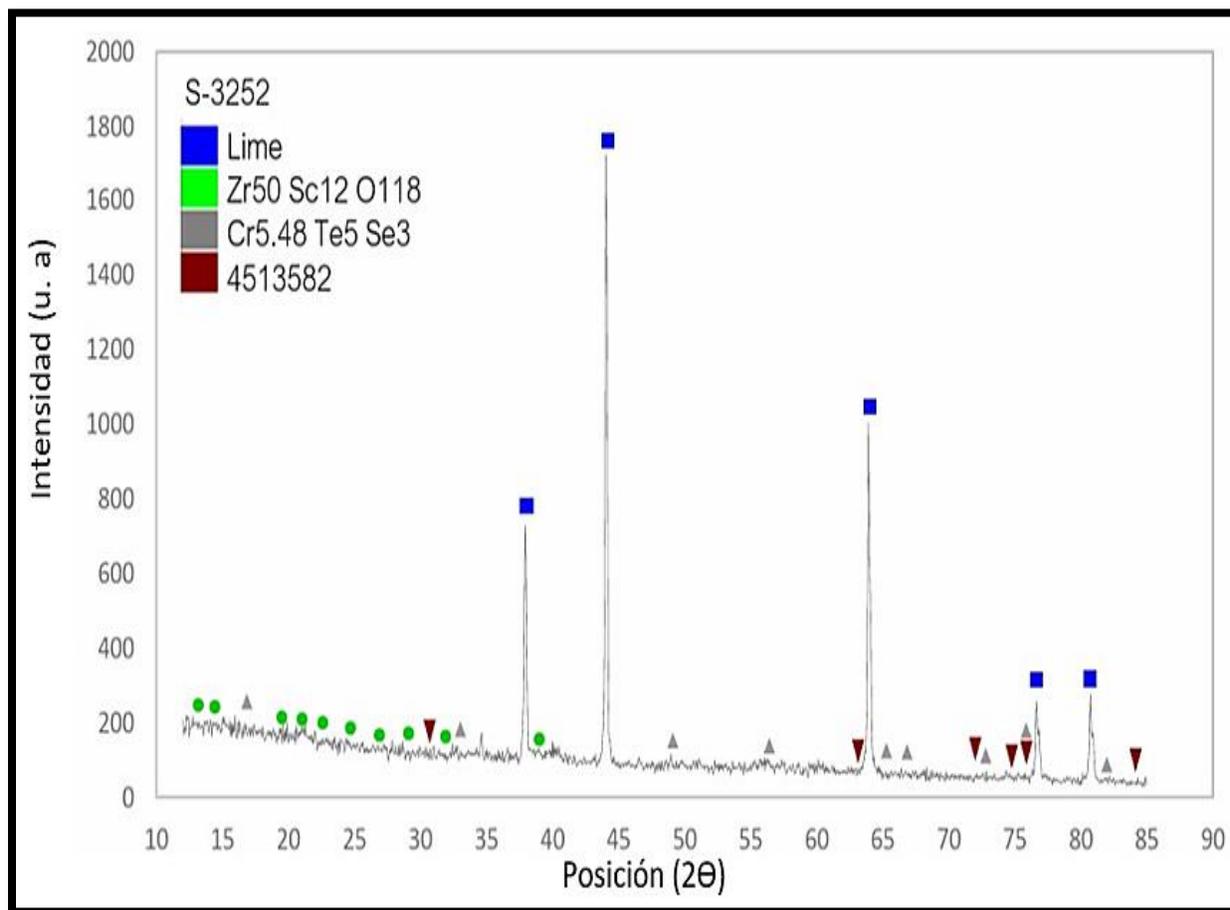
En la tabla 19, se observa los elementos identificados en la muestra calcinada, como elemento principal se encuentra el Calcio (Ca), que es el elemento principal del óxido de calcio; seguido de los elementos secundarios como el Magnesio (Mg), Aluminio (Al), Silicio (Si) y Azufre (S). Además, se encuentran otros elementos en concentraciones traza, como el Hierro (Fe), Níquel (Ni), Cobre (Cu), Zinc (Zn), etc. También se encontraron un 47.02% de elementos livianos que corresponde a la presencia de elementos como Oxígeno (O), Carbono (C), Nitrógeno (N).

El orden de los elementos identificados que se muestran en la tabla 10, se da de acuerdo al peso atómico de cada elemento, inicia desde los elementos más livianos y terminando en los elementos pesados.

4.4.2 Muestra de la cal industrial

Figura 26

Difractograma de la muestra de cal industrial



El difractograma de la figura 26, es el resultado de la muestra de la cal industrial, donde se observa picos de mayor y menor intensidad, lo cual indican la existencia de cristales de tamaños grandes y de menor impureza. Según Crystallography Open Data Base, el pico de mayor intensidad con ángulo de difracción $2\theta = 48^\circ$ representado por el Lime, es el óxido de calcio con una composición porcentual del 95.20%, con un sistema cristalino cubico, seguido de otros compuestos químicos encontrados en menor proporción como indica la tabla 20.

La tabla 20, muestra los compuestos identificados en los difractogramas de la muestra de la cal industrial, así como su sistema cristalino, el grupo espacial al que pertenecen y la cantidad de componentes porcentuales (%).

Tabla 20

Componentes identificados en la muestra cal industrial

Componente identificado	Formula Química	Compuesto	Sistema cristalino	Grupo espacial	Resultado %
Lime	Ca4.00 O4.00	Oxido de Calcio	Cubico	225 (Fm – 3m)	95.20
Zr ₅₀ Sc ₁₂ O ₁₁₈	O354.00 Sc36.08 Zr149.92	No identificad	No identificad	R-3:H	0.10
Cr _{5.48} Te ₅ Se ₃	Te10.00 Cr10.96 Se6.00	No identificad	No identificad	P-3m ₁	0.70
4513582	As32.00 O48.00	No identificad	No identificad	No identificad	4.00

Según el archivo International Center for Diffraction Data (ICDD-PDF 01-004-0777), se caracterizó una muestra de óxido de calcio derivada de la descomposición del CaCO₃ obtenido de J.T. Baker Chemical Company y calentado a una temperatura de 925 °C en un crisol de Pt durante 1 hora. El análisis de la muestra de óxido de calcio por BSS presenta un 0.21 % de MgO, 0.1 % Ba, y ninguna otra impureza mayor al 0.04 %, con una pureza del 99.65%. Esta muestra de óxido de calcio (CaO) presenta un sistema cristalino cubico, del número de grupo espacial 225 y grupo

espacial Fm-3m. También posee varias fases cristalinas ideales (forma lineal), con picos con mayor intensidad en $2\Theta = 2.063^\circ$, 2.383° y 3.369° .

Del mismo modo, comparando el difractograma (figura 26) de la muestra de cal industrial, se encuentra una similitud en el sistema cristalino y el grupo espacial, pero no en los ángulos de difracción 2Θ que se menciona en el ICDD, debido a la impureza de las muestras. Por otro lado, la forma de los picos es muy diferentes, la ICDD presenta forma ideal (forma lineal) y la muestra de la cal industrial presenta una forma real (forma laurenciana), esto se debe a la pureza de las muestras, mientras más puro sea las muestras a identificar el difractograma tendrá una forma ideal, pero si las muestra a identificar presenta mayor cantidad de impurezas, el difractograma tendrá una forma real (forma laurenciana).

En resumidas cuentas, la cal industrial tiene una mayor contracción de cal útil de 95.20% y presenta menos impurezas con respecto a la cal recuperada que presenta una cal útil de 67.38% y un óxido de calcio total (CaO útil más MgO) de 74.30% más impurezas.

4.5 Cálculo de los errores porcentuales

Según, Gutierrez Aranzeta, (2010), el error experimental es inherente al proceso de medición, su valor se puede estimar.

a) Error porcentual para óxido de calcio de muestra calcinado:

Cálculos del error absoluto:

$$\text{error absoluto } (e) = X - X_V \dots \dots (28)$$

Donde:

X (Valor medio); se tomó como valor experimental la concentración de óxido de calcio del 67.68%, dato proveniente del análisis por DRX.

X_v (valor verdadero); se tomó como valor teórico la concentración del óxido de calcio del 99.65%, dato proveniente de la ICDD.

Reemplazando en la ecuación 28 se tiene;

$$e = 67.38\% - 99.65\%$$

$$e = -32.27\%$$

Calculo del error relativo:

$$\text{error relativo } (E_x) = \frac{|e|}{X_v} \dots \dots (29)$$

$$E_x = \frac{|-32.27\%|}{99.65\%}$$

$$E_x = 0.3238$$

Calculo del error porcentual:

$$\text{error porcentual} = E_x \times 100 \dots \dots (30)$$

$$\text{error porcentual} = 32.38\%$$

Calculo del porcentaje real del óxido de calcio recuperado:

$$\% CaO = 99.65\% - 32.38\%$$

$$\% CaO = 67.27\%$$

b) Error porcentual para oxido de calcio de la muestra de cal industrial:

Cálculos del error absoluto:

Donde:

X (Valor medio); se tomó como valor experimental la concentración de óxido de calcio del 95.20%, dato proveniente del análisis por DRX.

X_v (valor verdadero); se tomó como valor teórico la concentración del óxido de calcio del 99.65%, dato proveniente de la ICDD.

Reemplazando en la ecuación 28, se tiene;

$$e = 95.20\% - 99.65\%$$

$$e = -4.45\%$$

Calculo del error relativo en la ecuación 29:

$$E_x = \frac{|-4.45\%|}{99.65\%}$$

$$E_x = 0.0446$$

Calculo del error porcentual en la ecuación 30:

$$\text{error porcentual} = 4.465\%$$

Calculo del porcentaje real del óxido de calcio industrial:

$$\% \text{ CaO util} = 99.65\% - 4.465\%$$

$$\% \text{ CaO util} = 95.185\%$$

El cálculo del error porcentual calculado indica que el porcentaje del óxido de calcio recuperado posee un error experimental del 32.38%, lo que significa que durante la experimentación de la calcinación y la valoración existieron una serie factores que no se tomaron en cuenta como las mediciones o variaciones de temperatura y tiempo de calcinación o también depende mucho del tipo de muestra y sus impurezas. Lo cual impidieron obtener un valor verdadero del 99.65% de óxido de calcio recuperado.

Del mismo modo, realizando los cálculos del error porcentual para el óxido de calcio industrial, del 95.20% de concentración encontrado en la caracterización de tal muestra, posee un error experimental del 4.46%, lo que indica que existieron errores en su medición, lo cual impidieron obtener un valor de 99.65% de óxido de calcio.

CONCLUSIONES

- Se logró recuperar un óxido de calcio (CaO) de los lodos generados en el proceso de ablandamiento de agua.
- Los resultados de los análisis por difracción de rayos X (DRX) demostraron que la muestra de lodo del proceso de ablandamiento de agua presenta un 99.70% de carbonato de calcio. Además, los resultados del análisis de la termogravimetría (TGA) indica que la conversión de carbonato de calcio (CaCO₃) a óxido de calcio (CaO) empieza a partir de la temperatura de 752.32 °C.
- De las pruebas experimentales se determinó las variables de mayor influencia en la calcinación del lodo, los cuales son la temperatura y tiempo. Así mismo la granulometría no tiene mucha significancia, pero guarda relación con las anteriores variables.
- Se logró determinar las variables como la granulometría, temperatura de calcinación y tiempo de residencia, para la recuperación experimentalmente de óxido de calcio del 88.61%, los cuales son: granulometría de 1.23 pulgadas, temperatura de calcinación de 1000 °C y tiempo de residencia de 120 minutos.
- Se obtuvo un óxido de calcio recuperado de los lodos del 67.38%, en comparación con la cal industrial que es del 95.20% el cual es mayor.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar los análisis de difracción de rayos X (DRX) en las temperaturas entre 752.32 °C y 886.96 °C para efectos de comparación de la muestra de óxido de calcio en la muestra de lodo calcinado con la cal industrial.
- Dado que la experimentación se ha llevado a nivel de laboratorio y puede haber ajustes, es necesario realizar un procedimiento de escalamiento a nivel piloto antes de que se lleve a cabo a nivel industrial.
- Se recomienda llevar a cabo, una investigación sobre la aplicación industrial de este producto recuperado con el fin de establecer un campo mucho más amplio para la recuperación de productos residuales.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Avelino Romualdo, J. C. (2019). *Evaluación de las calizas para el diseño de la planta de calcinación en la concesión Calquipa – Junín—2018*. Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión. <http://repositorio.undac.edu.pe/handle/undac/2259>
- Badilla-Vargas, G., Salazar-Delgado, J., Aguiar-Moya, J. P., & Loría-Salazar, L. G. (2013). *Caracterización físico-química de materiales de origen calizo para su uso en estructuras de pavimentos de costa rica* [Technical Report]. Programa Infraestructura del Transporte (PITRA), LanammeUCR. <https://www.lanamme.ucr.ac.cr/repositorio/handle/50625112500/1373>
- Box, G. E. P., Hunter, J. S., & Hunter, W. G. (2008). *Estadística para investigadores: Diseño, innovación y descubrimiento*, segunda edición. Reverte.
- Calcinor. (2020, noviembre 20). *Tratamiento de lodos*. Calcinor. Minerales industriales. <https://www.calcinor.com/es/calcinor/tratamiento-de-lodos>
- Chambi Mamani, C. E. (2017). *Determinación de fosforo total en fertilizantes por técnica volumétrica ácido-base* [Thesis]. <http://repositorio.umsa.bo/xmlui/handle/123456789/13570>
- Chambi Viraca, L. C. (2012). *Manual de guías de laboratorio de pirometalurgia*. <https://docplayer.es/10993200-Manual-de-guias-de-laboratorio-de-pirometalurgia.html>
- Coloma Álvarez, G. (2008). *La cal ¿es un reactivo químico!* Instituto de Ingenieros de Minas de Chile.
- Cordoví Alarcón, L. (2022). *Determinación de óxido de calcio en la planta de cal de Urbano Noris* [BachelorThesis, Universidad de Holguín, Facultad de Ciencias Naturales y Agropecuarias]. <http://repositorio.uho.edu.cu/xmlui/handle/uho/9397>

- Cullity, B. D. (with Osmania University & Digital Library Of India). (1956). *Elements Of X Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
<http://archive.org/details/elementsofxraydi030864mbp>
- Domènech, X., & Peral, J. (2006). *Química ambiental de sistemas terrestres*. Editorial Reverté.
- Domínguez Rovira, M. A. (2013). *Síntesis y caracterización del nano-compuesto Ba(Er_{0.5}Nd_{0.5})(In_{0.3}Sn_{0.3}Pb_{0.3})CuO_{4.55} mediante la ruta sol-gel vía acrilamida*.
<https://repositorioinstitucional.buap.mx/handle/20.500.12371/5443>
- Farías Taboada, M. A. (2018). *Obtención de óxido de calcio (cao) a nivel de laboratorio por medio de la calcinación de valvas de concha de abanico (argopecten purpuratus) en la ciudad de Sechura*. Universidad Nacional de Piura / UNP.
<http://repositorio.unp.edu.pe/handle/UNP/1377>
- Flores Alamo, M., & Salcedo Luna, M. C. (2024). *Difracción de Rayos X de Monocristal y de Polvos*. Facultad de Química. <https://quimica.unam.mx/investigacion/servicios-para-la-investigacion/usaii/difraccion-de-rayos-x-de-monocristal-y-de-polvos/>
- Gonzales Sacsí, S., & Ticona Cansaya, K. A. (2016). *Evaluación de la influencia de la granulometría de piedra caliza, concentración de carbonato de calcio, tiempo de residencia y temperatura de calcinación para mejorar el rendimiento en la obtención de óxido de calcio (Cal Viva)*. <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/2403>
- Granados Cristancho, Y. A. (2015). *Importancia de los ensayos TGA y DSC en el estudio de las propiedades térmicas de mezclas asfálticas*.
<http://repository.udistrital.edu.co/handle/11349/3709>
- Guerreros Meza, M. R., Rupay Güere, F., & Guerreros Lazo, J. L. (2021). *Cinética de la calcinación de los carbonatos de calcio de Angasmayo provincia de Chupaca – Junín –*

- Perú. Prospectiva Universitaria*, 18(1), Article 1.
<https://doi.org/10.26490/uncp.prospectivauniversitaria.2021.18.1421>
- Gutierrez Aranzeta, C. (2010). *Introducción a la Metodología Experimental* (Segundo). Editorial Limusa.
- Gutierrez Pulido, H., & De la Vara Salazar, R. (2008). *Análisis y Diseño de Experimentos*. 2.
https://www.academia.edu/37795147/An%C3%A1lisis_y_Dise%C3%B1o_de_Experimentos_2ed_Guti%C3%A9rez_Pulido
- Herrera Robalino, D. M. (2012). *Diseño del Proceso de Elaboración de un Producto para Acabado de Paredes a Partir del Hidróxido de Calcio Resultante de la Combustión de la Piedra Caliza* [Bachelor Thesis, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo].
<http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/2030>
- Laca Pérez, A., Laca, A., & Díaz Fernández, M. (2018). *Producción y características de lodos. Ecuaciones y cálculos para el tratamiento de aguas*, 2018, ISBN 9788428341523, págs. 251-262, 251-262. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6785471>
- Lockuán Lavado, F. E. (2012). *La industria textil y su control de calidad*. Tintorería (Vol. 1).
- Mendoza Cañas, D. L., & Fajardo Mendieta, A. J. (2020). *Alternativas de aprovechamiento de los lodos provenientes de plantas de tratamiento de agua potable y residual industrial*.
<https://noesis.uis.edu.co/items/1b57bf4f-a977-4b5b-b551-bdbfa2f9ea2c>
- MTC. (2024, noviembre 6). *Ministerio de Transportes y Comunicaciones—MTC*.
<https://www.gob.pe/mtc>
- Odetti, H., & Bottani, E. (2020). *Química inorgánica*. Ediciones UNL.
<https://bibliotecavirtual.unl.edu.ar/handle/11185/5523>

- Peraza Barrios, A. (2009). *Suavización del agua a través de la precipitación de carbonato de calcio obtenida por las reacciones de reducción electroquímica de protones y de oxígeno*. Centro de investigación y desarrollo tecnológico en electroquímica, S.C.
<http://repositorioslatinoamericanos.uchile.cl/handle/2250/4128048>
- Rayner Canham, G. (2000). *Química Inorgánica Descriptiva*. 2.
https://www.academia.edu/39249346/Quimica_Inorganica_Descriptiva_Rayner_Canham
- Rodas, J., Monteiro, M., & Ribeiro, A. A. (2018). *Production and characterization of calcium oxide from alternative sources for using as a precursor in the synthesis of hydroxyapatite*. CBECIMAT 2018: 23 Brazilian congress on engineering and material science, Brazil.
- Samayoa Curiales, M. E. (2005). *Análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los procesos de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno mediante el análisis de termogravimetría (TGA)*. Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Villa, C. L., & Cortes, J. D. (2021). *Difracción de rayos X: La física, la ingeniería, y el análisis de difractogramas*.
<http://repositorio.unicauca.edu.co:8080/xmlui/handle/123456789/4952>
- Villasante Muñoz, J. G. (2023). *Análisis termodinámico y de equilibrio de la adsorción de cromo (III) de aguas contaminadas utilizando Pennisetum clandestinum Hochst (kikuyo)*.
<https://repositorio.unsaac.edu.pe/handle/20.500.12918/7283>
- VIVIENDA. (2024). *Ministerio de Vivienda, Construcción y Saneamiento—VIVIENDA*.
<https://www.gob.pe/vivienda>
- Zhu, Y., Wu, S., & Wang, X. (2011). *Nano CaO grain characteristics and growth model under calcination*. *Chemical Engineering Journal*, 175, 512-518.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2011.09.084>

APÉNDICE

Apéndice 1 Imágenes de los tamices con mallas comerciales de 1, 1.5 y 2 pulgadas



Apéndice 2 Imagen de las muestras de lodo seco con diferentes granulometrías para su posterior calcinación

Muestras de lodo seco con diferentes granulometrías para su posterior calcinación.



Apéndice 3 Imágenes del proceso de la calcinación de las muestras de lodo seco

Pesado y registro de peso de la muestra de lodo seco.



Muestras dentro de la cámara de combustión de la mufla



Horno programado para el proceso de calcinación en una temperatura y tiempo requerido.



Pesado de la muestra calcinado.

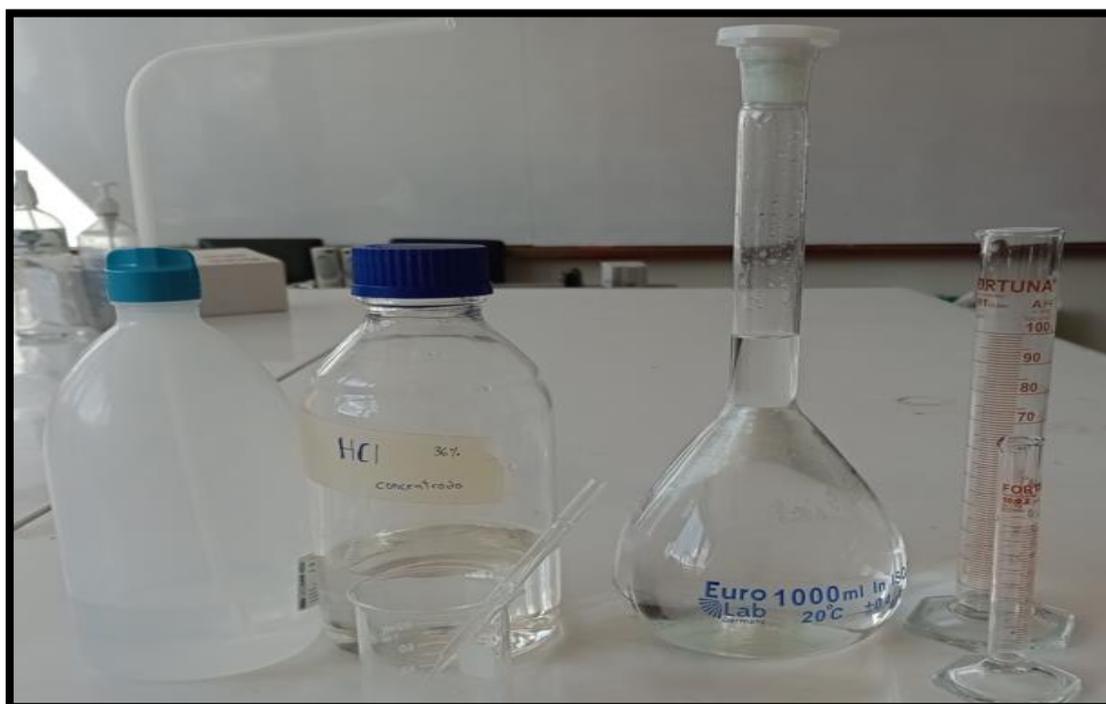


Etiquetado de las muestras calcinadas para su posterior almacenamiento y determinación del porcentaje de óxido de calcio (CaO) útil.



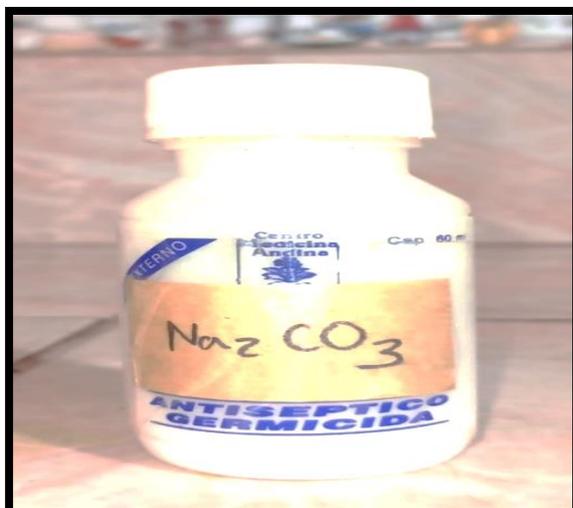
Apéndice 4 Imágenes de la preparación de ácido clorhídrico (HCL 1N)

Materiales y reactivos para preparar ácido clorhídrico 0.1 N a partir de ácido clorhídrico concentrado de 37%.

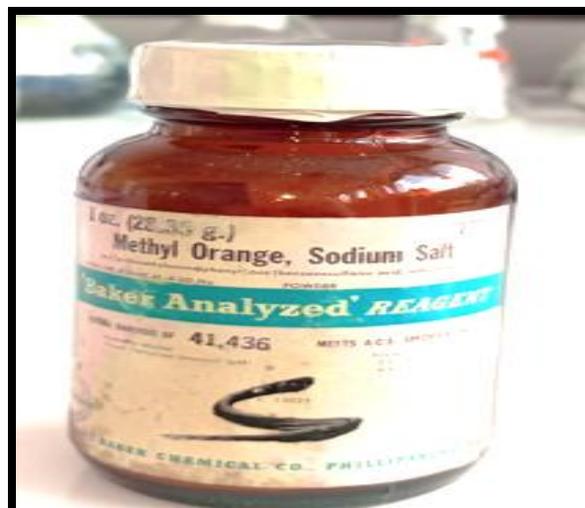


Apéndice 5 Imágenes de reactivos para la estandarización de ácido clorhídrico (HCL 1 N)

Carbonato de sodio (Na_2CO_3) en polvo



Indicador de anaranjado de metilo ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$) 1%

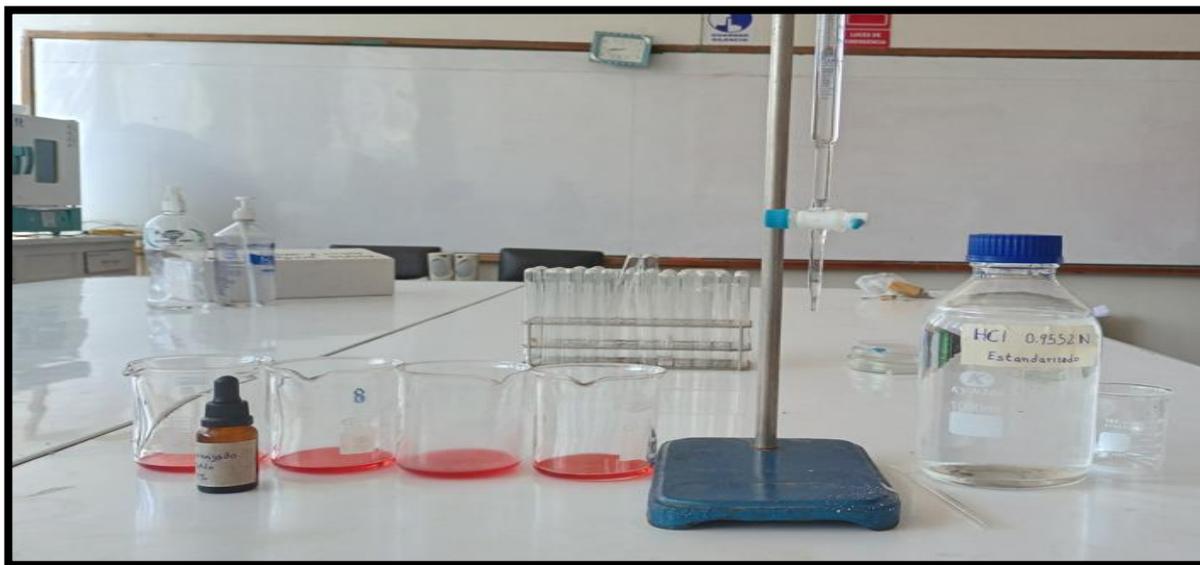


Apéndice 6 Imágenes de la estandarización de ácido clorhídrico

Estandarización del ácido clorhídrico preparado, utilizando como indicador anaranjado de metilo al 1% y como base Carbonato de Sodio Anhidro.



Ácido clorhídrico estandarizado al 0.9552 N, donde el indicador anaranjado de metilo al 1% vira de color naranja a color rosa.



Apéndice 7 Imágenes de los reactivos para la determinación el porcentaje oxido de calcio (%CaO) recuperado

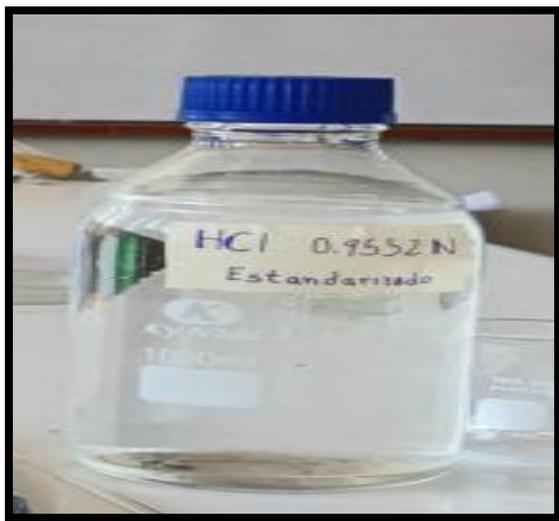
Agua destilada



Azúcar blanca



Ácido clorhídrico (HCl) 0.1 N



Indicador de fenolftaleína 1 % e hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N



Apéndice 8 Imágenes de la determinación del porcentaje de óxido de calcio (%CaO) útil

Pesado de la muestra calcinada



Vertido de la muestra calcinada a un matraz Erlenmeyer que contenga 20 mL de agua destilada



Pesado de azúcar blanca para su posterior disolución en agua



Adición de hidróxido de sodio (NaOH 0.1N) y fenolftaleína al 1% a la solución de azúcar



Solución azúcar neutra con un pH 8.3



Mesclado de las soluciones de azúcar neutra y la muestra calcinada



Agitación de la solución a titular durante 15 minutos para su posterior valoración (ácido – base)



Titulación en fase inicial, donde se visualiza el color rosa



Titulación en fase final, donde el color rosa pierde el color dando como resultado una solución incolora



Apéndice 9 Calculo para la preparación de disoluciones

Concentración de ácido clorhídrico 37%

- Densidad 1.19 g/mL
- Peso molecular 36.45 g/mol

$$\frac{1 \text{ ml HCl}}{1.19 \text{ g HCl}} \times \frac{100 \text{ g solución HCl}}{37 \text{ g HCl}} \times \frac{36.45 \text{ g HCl}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1 \text{ mol HCl}}{1 \text{ L solución}} \times 1 \text{ Litro}$$

$$\text{HCl} = 82.81 \text{ mL HCl}$$

Para preparar 1 litro de disolución de ácido clorhídrico se necesitará 82.81 mL de ácido clorhídrico puro (37 %) y un matraz de 1 litro se añadir agua destilada libre de CO₂ para aforar y luego agitar hasta que la solución quede homogénea.

Después este acido preparado se estandarizará con carbonato de calcio.

Estandarización del ácido clorhídrico

El ácido clorhídrico será normalizado en una solución de carbonato de sodio anhidro (Na₂CO₃), esta disolución se prepara disolviendo 0.2025 gramos en 50 mL de agua destilada.

Calculo:

Peso molecular de Na₂CO₃ es 106 g

$$\text{Pequivalente} = \frac{\text{PM}}{\# \text{ de oxidacion}} = \frac{106 \text{ g}}{2} = 53 \text{ g/eq}$$

$$\# \text{eq} = \frac{\text{masa (g)}}{\text{Peq}} = \frac{0.2025 \text{ g}}{53 \frac{\text{g}}{\text{eq}}} = 0.003821 \text{ eq}$$

$$\text{NORMALIDAD} = \frac{\# \text{ eq}}{\text{L(solucion)}} = \frac{0.003821 \text{ eq}}{0.05 \text{ L}} = 0.0764$$

Después se tituló con ácido preparado para hallar las concentraciones estandarizadas en la siguiente ecuación 29:

$$V1 \times C1 = V2 \times C2 \dots \dots (29)$$

$$10 \text{ ml} \times 0.0764 = 0.8 \times C2$$

$$C2 = 0.9551$$

Repitiendo el procedimiento hasta 3 veces aproximadamente, se calcularon las concentraciones de ácido clorhídrico:

$$C_2 = 0.9551, C_2 = 0.9551 \text{ y } C_2 = 0.9551$$

De estas concentraciones se calcula el promedio final, obteniendo un ácido clorhídrico de 0.9551 N estandarizado para su posterior uso en la valoración (ácido – base).

Apéndice 10 Procedimiento para determinar el porcentaje de óxido de calcio disponible

El contenido disponible del óxido de calcio en la cal viva, es el correspondiente al volumen añadido de una solución valorada de ácido clorhídrico. La presencia de sacarosa favorece la solubilidad del óxido de calcio (CaO).

Masa molar del óxido de calcio (CaO): 56 g

$$NORMALIDAD = \frac{\# eq}{Litro de disolucion}$$

$$P_{eq} = \frac{PM}{\# Hidrogenos} = \frac{56 g}{2} = 28 g/eq$$

$$1 \text{ milieq de CaO} = \frac{28}{1000} = 0.028 g$$

$$V_{HCl} \times N_{HCl} = 1 \text{ milieq HCl}$$

$$1 \text{ milieq HCl} = 1 \text{ melieq de CaO}$$

Luego;

$$1 \text{ melieq de CaO} \text{ --- --> } 0.028 g$$

$$(V_{HCl} \times N_{HCl}) \text{ melieq de CaO} \text{ --- --> } X$$

Finalmente se tiene:

$$X g \text{ de CaO} \text{ --- --> } W g \text{ (peso de la muestra)}$$

$$Y \text{ --- --> } 100$$

$$Y = \%CaO = \frac{V_{HCl} \times N_{HCl} \times 0.028 \times 100}{W g}$$

Apéndice 11 Formato para la recolección de datos del proceso de la calcinación

GRUPO	CONDICIONES DE CALCINACIÓN			W Inicial del lodo (g)	W Final CaO (g)	W _{CO2} (g)	%W _f	%CO ₂	% CaO
	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)						
I	800	60	1.5						
		90	2						
		90	1						
		120	1.5						
II	900	60	1						
		60	2						
		90	1.5						
		90	1.5						
		90	1.5						
		120	2						
		120	1						
III	1000	60	1.5						
		90	2						
		90	1						
		120	1.5						

Apéndice 12 Tabla de Registro de datos del proceso de la calcinación - Primera repetición.

GRUPO	CONDICIONES DE CALCINACIÓN								
	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial CaCO ₃ (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
I	800	60	1.5	6.6871	5.79	0.8971	86.5846	13.4154	15.26
		90	2	22.0634	19.4708	2.5926	88.2493	11.7507	9.09
		90	1	5.8441	5.1069	0.7372	87.3856	12.6144	10.69
		120	1.5	11.1298	9.6437	1.4861	86.6476	13.3524	12.31
II	900	60	1	35.8816	5.8726	30.009	16.3666	83.6334	27.00
		60	2	14.7871	8.919	5.8681	60.3161	39.6839	74.68
		90	1.5	11.1470	7.2824	3.8646	65.3306	34.6694	62.84
		90	1.5	12.2832	7.8139	4.4693	63.6145	36.3855	65.02
		90	1.5	15.0698	10.7191	4.3507	71.1297	28.8703	52.11
		120	2	16.3078	9.5474	6.7604	58.5450	41.4550	81.13
		120	1	9.9133	5.8306	4.0827	58.8159	41.1841	79.07
III	1000	60	1.5	11.6284	6.7545	4.8739	58.08624	41.9138	82.44
		90	2	20.7231	12.0716	8.6515	58.2519	41.7481	80.55
		90	1	8.3257	4.8607	3.465	58.3819	41.6181	79.52
		120	1.5	13.0705	7.6139	5.4566	58.2526	41.7474	80.77

Apéndice 13 Tabla de registro de datos del proceso de la calcinación - Segunda repetición

GRUPO	CONDICIONES DE CALCINACIÓN								
	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial CaCO ₃ (g)	W Final (g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
I	800	60	1.5	6.0851	5.2177	0.8674	85.7455	14.2545	10.16
		90	2	13.7573	11.4653	2.292	83.3398	16.6602	8.82
		90	1	9.1782	8.1549	1.0233	88.8508	11.1492	4.55
		120	1.5	19.8414	17.3344	2.507	87.3648	12.6352	6.42
II	900	60	1	6.0299	3.5717	2.4582	59.2332	40.7668	79.52
		60	2	23.6124	15.9632	7.6492	67.6052	32.3948	46.74
		90	1.5	14.4131	8.9746	5.4385	62.2670	37.7330	72.11
		90	1.5	13.0055	8.3662	4.6393	64.3282	35.6718	63.39
		90	1.5	11.3584	6.7177	4.6407	59.1430	40.8570	77.68
		120	2	14.5774	8.5799	5.9975	58.8575	41.1425	79.04
		120	1	7.4770	4.3831	3.0939	58.6211	41.3789	81.19
III	1000	60	1.5	8.2175	4.7809	3.4366	58.179495	41.8205	80.27
		90	2	22.8727	13.372	9.5007	58.4627	41.5373	78.63
		90	1	7.5614	4.4052	3.1562	58.2591	41.7409	81.58
		120	1.5	16.9061	9.8416	7.0645	58.2133	41.7867	82.93

Apéndice 14 Tabla de registro de datos del proceso de la calcinación - Tercera repetición

CONDICIONES DE CALCINACIÓN									
GRUPO	T (°C)	t (min)	Granulometría (in)	W Inicial CaCO ₃ (g)	W Final(g)	W CO ₂ (g)	%Wf	%CO ₂	%CaO
	I	800	60	1.5	15.5449	14.0100	1.5349	90.1260	9.87398
90			2	17.2175	15.0119	2.2056	87.1898	12.8102	12.36
90			1	8.6781	7.6362	1.0419	87.9939	12.0061	13.42
120			1.5	18.2549	16.1388	2.1161	88.4080	11.5920	10.22
II	900	60	1	7.3040	4.6790	2.6250	64.0608	35.9392	61.21
		60	2	19.6290	13.1120	6.5170	66.7991	33.2009	60.31
		90	1.5	9.9490	5.8150	4.1340	58.4481	41.5519	74.13
		90	1.5	11.2920	6.7720	4.5200	59.9717	40.0283	67.79
		90	1.5	9.0790	5.3820	3.6970	59.2797	40.7203	64.53
		120	2	15.2900	8.9260	6.3640	58.3780	41.6220	81.75
		120	1	8.3830	4.8990	3.4840	58.4397	41.5603	79.60
III	1000	60	1.5	19.9260	11.6028	8.3232	58.2294	41.7706	81.11
		90	2	18.6412	10.8652	7.7760	58.2859	41.7141	81.08
		90	1	10.6994	6.2452	4.4542	58.3696	41.6304	79.55
		120	1.5	15.5491	9.0383	6.5108	58.1275	41.8725	83.97

Apéndice 15 Informe de difracción de rayos x de la muestra de lodo seco y pulverizado



**SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS
S.A.C.**

**INFORME DE ENSAYO
IE-2024-0077**

1. DATOS DEL CLIENTE

1.1 Cliente : RUDY TTITO TTITO
1.2 RUC o DNI : 48212026
1.3 Dirección : No Precisa

2. DATOS DE LA MUESTRA

2.1 Producto : MUESTRA INORGANICA
2.2 Muestreado por : CLIENTE (c)
2.3 Número de Muestras : 01
2.4 Fecha de Recepción : 2023-12-11
2.5 Periodo de Ensayo : 2023-12-11 al 2023-12-20
2.6 Fecha de Emisión : 2023-12-21
2.7 Fecha y Hora de Muestreo : No Precisa
2.8 N° de cotización : COT-134900-SL23

3. ENSAYO SOLICITADO - METODOLOGÍA UTILIZADA

ENSAYO	MÉTODO
Ensayo de Difracción de Rayos X Composición Química por Fases	Difracción de Rayos X - DRX

4. RESULTADOS

4.1. DESCRIPCIÓN

Descripción de Muestra: M1: MUESTRA DE LODO SECO (c)


DIEGO ROMANO VERGARAY D'ARRIGO
QUÍMICO
CQP. 1337

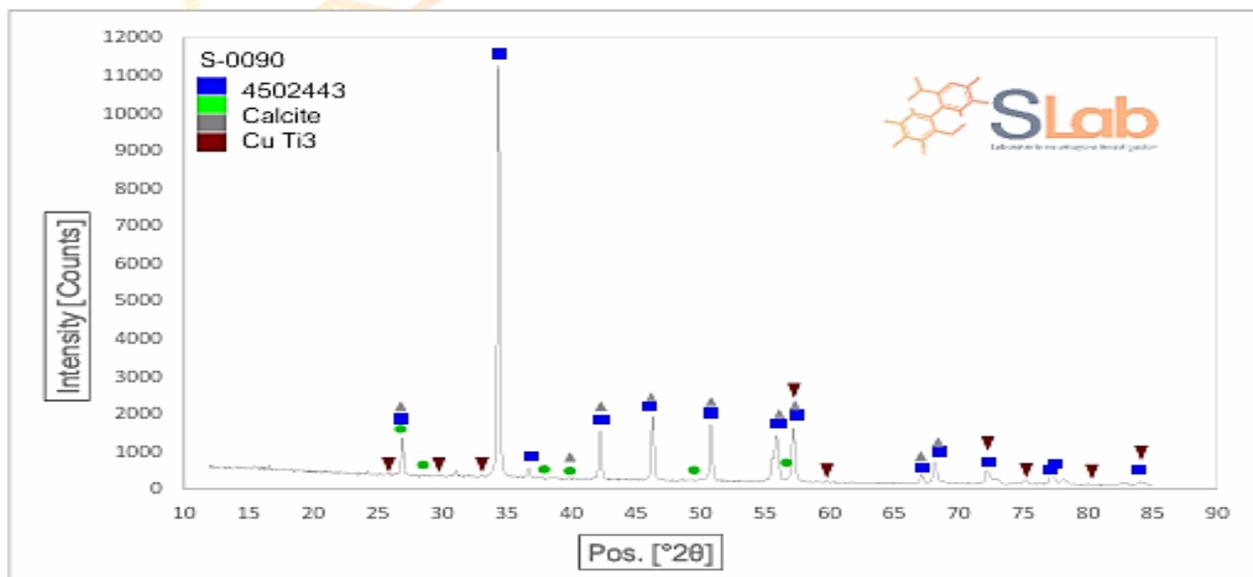
INFORME DE ENSAYO IE-2024-0077

4.2. RESULTADOS OBTENIDOS DE ENSAYO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X - DRX

- Equipo Utilizado: PANALYTICAL – MODELO AERIS
- Posición inicial [°2θ]: 5.0109
- Posición Final [°2θ]: 79.9869
- Tamaño de paso [°2θ]: 0.0220
- Material del ánodo: Co
- Tipo de longitud de onda prevista: K-Alpha

Tabla N°1: CONCENTRACIÓN DE LAS FASES CRISTALINAS EN LA MUESTRA

Nombre del componente identificado	Fórmula Química	Unidad	Resultado
4502443	Ca6.00 C6.00 O18.00	%	69.90
Calcite	Ca6.00 C6.00 O18.00	%	29.80
Cu Ti3	Ti3.00 Cu1.00	%	0.30


Figura N°1: DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA Y FASES CRISTALINAS IDENTIFICADAS.

Apéndice 16 Informe de termogravimetría de la muestra de lodo seco y pulverizado



**SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS
S.A.C.**

**INFORME DE ENSAYO
IE-2023-1945**

1. DATOS DEL CLIENTE

1.1 Cliente : RUDY TTITO TTITO
1.2 RUC o DNI : 48212026
1.3 Dirección : No Precisa

2. DATOS DE LA MUESTRA

2.1 Producto : MUESTRA INORGÁNICA
2.2 Muestreado por : CLIENTE (c)
2.3 Número de Muestras : 01
2.4 Fecha de Recepción : 2023-11-17
2.5 Periodo de Ensayo : 2023-11-17 al 2023-11-24
2.6 Fecha de Emisión : 2023-11-27
2.7 Fecha y Hora de Muestreo : No Precisa
2.8 N° de cotización : COT-128960-SL23

3. ENSAYO SOLICITADO - METODOLOGÍA UTILIZADA

ENSAYO	MÉTODO
Análisis Termo gravimétrico TGA	ASTM E1131 Método de prueba estándar para análisis de composición por termogravimetría

4. RESULTADOS

4.1. RESULTADOS OBTENIDOS

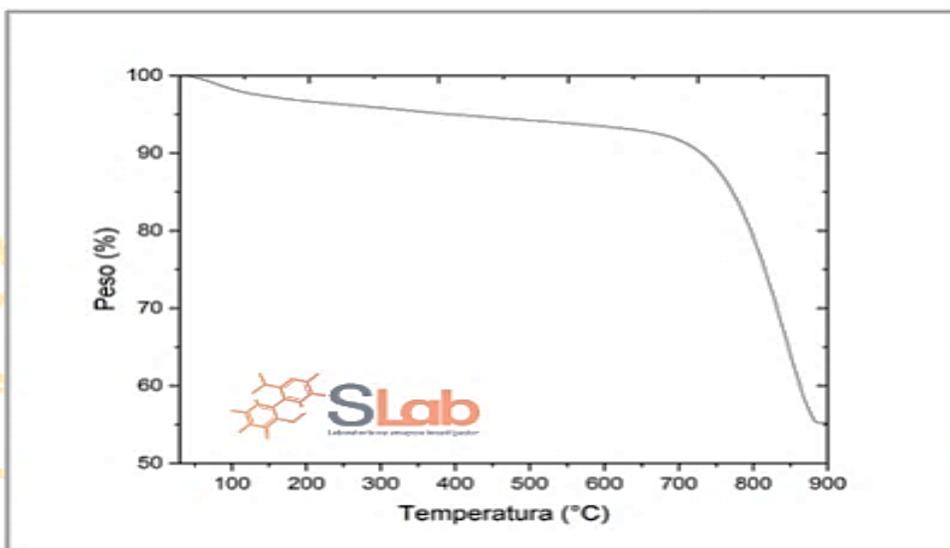
Descripción de Muestra: MUESTRA SECA DE LODOS (MSL), PROCEDENTES DEL PROCESO DEL ABLANDAMIENTO DE AGUA (c)

Laboratorio de ensayo e investigación


DIEGO ROMANO VERGARAY D'ARRIGO
QUÍMICO
CQP. 1337

INFORME DE ENSAYO IE-2023-1945
4.2. RESULTADOS OBTENIDOS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA)

- Método: ASTM E1131 "Método de prueba estándar para análisis composicional por Termogravimetría".
- Equipo Utilizado: Analizador térmico - Perkin Elmer - STA 6000.
- Rango de Temperatura: 35.00 °C – 600.00 °C. Atmósfera de Nitrógeno.
- Rampa: 35,00 °C a 900,00 °C a 20,00 °C/min
- Peso de prueba: 15.158 mg.


Figura N°3: CURVA TGA DE LA MUESTRA EVALUADA

- De 0 a 200 °C tiene una pérdida aproximada del 3.80 % atribuida a materia volátil
- De 200 a 700 °C tiene una pérdida aproximada de 4.12% atribuida a compuestos orgánicos
- De 700 a 900 °C tiene una pérdida aproximada de 37.50% atribuida a la carbonización de la muestra

Leyenda

(c) Información suministrada por el cliente.

FIN DE DOCUMENTO

- Sin la aprobación del laboratorio Sistema de Servicios y Análisis Químicos S.A.C. no se debe reproducir el informe de ensayo parcial, excepto cuando se reproduce en su totalidad.
- Los resultados de los ensayos se aplican a la muestra cómo se recibió y no se deben usar como una declaración de conformidad con una especificación o normas de productos de la entidad que lo produce.
- El laboratorio no es responsable de la información que ha sido identificada como suministrada por el cliente.
- El muestreo está fuera del alcance de acreditación.
- Los resultados se relacionan solamente con los ítems sometidos a ensayo.
- Este laboratorio está acreditado de acuerdo con la norma internacional reconocida ISO / IEC 17025. Esta acreditación demuestra la competencia técnica para un alcance definido y el funcionamiento de un sistema de gestión de calidad de laboratorio.



SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS S.A.C.

El presente informe reemplaza al IE-2023-2169.

Leyenda

(*) Información suministrada por el cliente.

FIN DE DOCUMENTO

- Sin la aprobación del laboratorio Sistema de Servicios y Análisis Químicos S.A.C. no se debe reproducir el informe de ensayo parcial, excepto cuando se reproduce en su totalidad.
- Los resultados de los ensayos se aplican a la muestra cómo se recibió y no se deben usar como una declaración de conformidad con una especificación o normas de productos de la entidad que lo produce.
- El laboratorio no es responsable de la información que ha sido identificada como suministrada por el cliente.
- El muestreo está fuera del alcance de acreditación.
- Los resultados se relacionan solamente con los ítems sometidos a ensayo.
- Este laboratorio está acreditado de acuerdo con la norma internacional reconocida ISO / IEC 17025. Esta acreditación demuestra la competencia técnica para un alcance definido y el funcionamiento de un sistema de gestión de calidad de laboratorio.



Apéndice 17 Informe de difracción de rayos x de la muestra de lodo calcinado



**SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS
S.A.C.**

**INFORME DE ENSAYO
IE-2024-0078**

1. DATOS DEL CLIENTE

1.1 Cliente : RUDY TTITO TTITO
1.2 RUC o DNI : 48212026
1.3 Dirección : No Precisa

2. DATOS DE LA MUESTRA

2.1 Producto : MUESTRA INORGANICA
2.2 Muestreado por : CLIENTE (c)
2.3 Número de Muestras : 01
2.4 Fecha de Recepción : 2023-12-11
2.5 Período de Ensayo : 2023-12-11 al 2023-12-20
2.6 Fecha de Emisión : 2023-12-21
2.7 Fecha y Hora de Muestreo : No Precisa
2.8 N° de cotización : COT-134900-SL23

3. ENSAYO SOLICITADO - METODOLOGÍA UTILIZADA

ENSAYO	MÉTODO
Ensayo de Difracción de Rayos X Composición Química por Fases	Difracción de Rayos X - DRX

4. RESULTADOS

4.1. DESCRIPCIÓN

Descripción de Muestra: M2: MUESTRA DE LODO CALCINADO (c)

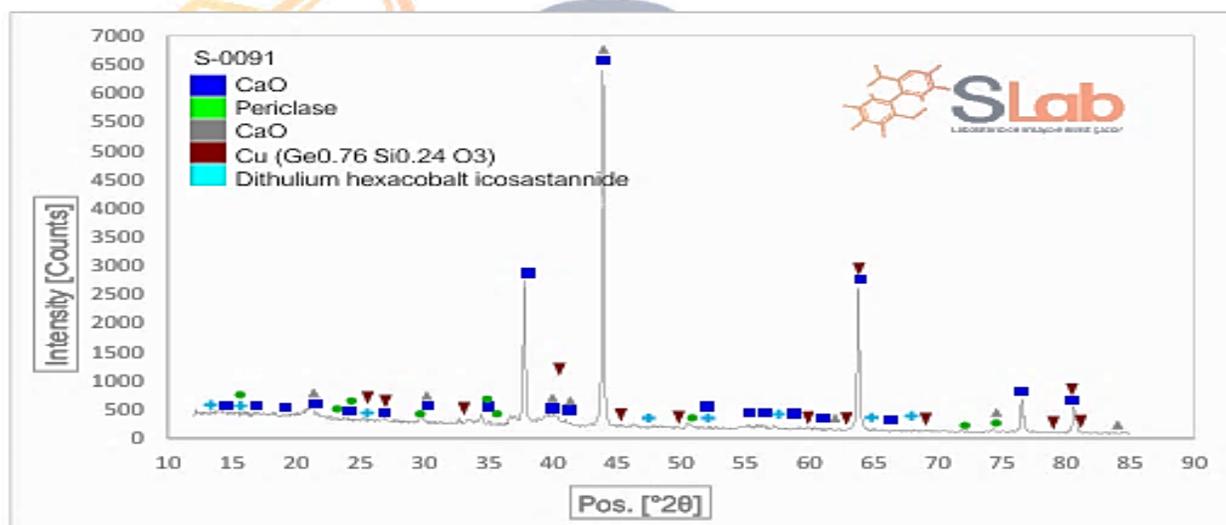

DIEGO ROMANO VERGARAT D'ARRIGO
QUÍMICO
CQP. 1337

INFORME DE ENSAYO IE-2024-0078
4.2. RESULTADOS OBTENIDOS DE ENSAYO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X - DRX

- Equipo Utilizado: PANALYTICAL – MODELO AERIS
- Posición inicial [°2θ]: 5.0109
- Posición Final [°2θ]: 79.9869
- Tamaño de paso [°2θ]: 0.0220
- Material del ánodo: Co
- Tipo de longitud de onda prevista: K-Alpha

Tabla N°1: CONCENTRACIÓN DE LAS FASES CRISTALINAS EN LA MUESTRA

Nombre del componente identificado	Fórmula Química	Unidad	Resultado
CaO	Ca4.00 O4.00	%	44.48
Periclase	Mg4.00 O4.00	%	6.92
CaO	Ca4.00 O4.00	%	22.9
Cu (Ge0.76 Si0.24 O3)	Si0.48 O6.00 Cu2.00 Ge1.52	%	6.42
Dithulium hexacobalt icosastannide	Tm8.86 Sn80.00 Co24.00	%	19.27


Figura N°1: DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA Y FASES CRISTALINAS IDENTIFICADAS.



SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS S.A.C.

El presente informe reemplaza al IE-2023-2170.

Leyenda

(c) Información suministrada por el cliente.

FIN DE DOCUMENTO

- Sin la aprobación del laboratorio Sistema de Servicios y Análisis Químicos S.A.C. no se debe reproducir el informe de ensayo parcial, excepto cuando se reproduce en su totalidad.
- Los resultados de los ensayos se aplican a la muestra cómo se recibió y no se deben usar como una declaración de conformidad con una especificación o normas de productos de la entidad que lo produce.
- El laboratorio no es responsable de la información que ha sido identificada como suministrada por el cliente.
- El muestreo está fuera del alcance de acreditación.
- Los resultados se relacionan solamente con los ítems sometidos a ensayo.
- Este laboratorio está acreditado de acuerdo con la norma internacional reconocida ISO / IEC 17025. Esta acreditación demuestra la competencia técnica para un alcance definido y el funcionamiento de un sistema de gestión de calidad de laboratorio.



Apéndice 18 Informe de difracción de rayos x de la muestra de cal industrial



**SISTEMA DE SERVICIOS Y ANÁLISIS QUÍMICOS
S.A.C.**

**INFORME DE ENSAYO
IE-2023-2171**

1. DATOS DEL CLIENTE

1.1 Cliente : RUDY TTITO TTITO
1.2 RUC o DNI : 48212026
1.3 Dirección : No Precisa

2. DATOS DE LA MUESTRA

2.1 Producto : MUESTRA INORGANICA
2.2 Muestreado por : CLIENTE (c)
2.3 Número de Muestras : 01
2.4 Fecha de Recepción : 2023-12-11
2.5 Período de Ensayo : 2023-12-11 al 2023-12-20
2.6 Fecha de Emisión : 2023-12-21
2.7 Fecha y Hora de Muestreo : No Precisa
2.8 N° de cotización : COT-134900-SL23

3. ENSAYO SOLICITADO - METODOLOGÍA UTILIZADA

ENSAYO	MÉTODO
Ensayo de Difracción de Rayos X Composición Química por Fases	Difracción de Rayos X - DRX

4. RESULTADOS

4.1. DESCRIPCIÓN

Descripción de Muestra: M3: MUESTRA DE CAL INDUSTRIAL (c)

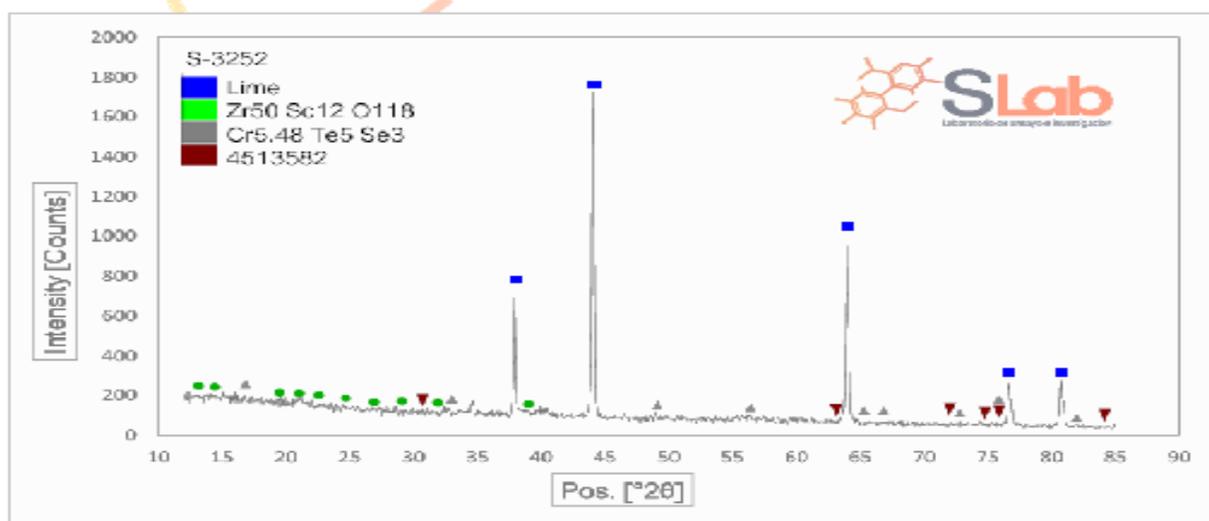

DIEGO ROMANO VERGARAY D'ARRIGO
QUÍMICO
CQP. 1337

INFORME DE ENSAYO IE-2023-2171
4.2. RESULTADOS OBTENIDOS DE ENSAYO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X - DRX

- Equipo Utilizado: PANALYTICAL – MODELO AERIS
- Posición inicial [°2θ]: 5.0109
- Posición Final [°2θ]: 79.8869
- Tamaño de paso [°2θ]: 0.0220
- Material del ánodo: Co
- Tipo de longitud de onda prevista: K-Alpha

Tabla N°1: CONCENTRACIÓN DE LAS FASES CRISTALINAS EN LA MUESTRA

Nombre del componente identificado	Fórmula Química	Unidad	Resultado
Lime	Ca4.00 O4.00	%	95.20
Zr50 Sc12 O118	O354.00 Sc36.08 Zr149.92	%	0.10
Cr5.48 Te5 Se3	Te10.00 Cr10.96 Se6.00	%	0.70
4513582	As32.00 O48.00	%	4.00


**Figura N°1: DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA Y FASES
 CRISTALINAS IDENTIFICADAS.**

Leyenda

(c) Información suministrada por el cliente.

FIN DE DOCUMENTO

- Sin la aprobación del laboratorio Sistema de Servicios y Análisis Químicos S.A.C. no se debe reproducir el informe de ensayo parcial, excepto cuando se reproduce en su totalidad.
- Los resultados de los ensayos se aplican a la muestra cómo se recibió y no se deben usar como una declaración de conformidad con una especificación o normas de productos de la entidad que lo produce.
- El laboratorio no es responsable de la información que ha sido identificada como suministrada por el cliente.
- El muestreo está fuera del alcance de acreditación.
- Los resultados se relacionan solamente con los ítems sometidos a ensayo.
- Este laboratorio está acreditado de acuerdo con la norma internacional reconocida ISO / IEC 17025. Esta acreditación demuestra la competencia técnica para un alcance definido y el funcionamiento de un sistema de gestión de calidad de laboratorio.



Apéndice 19 Solicitud de aceptación de la empresa INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A. para la obtención de la muestra de lodo del proceso de ablandamiento de agua

Cusco, 08 de mayo del 2023

Ing. Eduardo Eusebio Mendragón Puma

Industrias Cachimayo S.A.

ENAEX PERU

ASUNTO: DONACION DE MUESTRA DE LODOS GENERADOS EN EL TANQUE REACTOR DE TRATAMIENTO PRIMARIO DE AGUA CON FINES DE INVESTIGACION Y REUTILIZACION

Previo cordial saludo, por medio de la presente le solicitamos por favor su apoyo con la donación de muestras de lodo generado en el tanque reactor de la planta de tratamiento primario de agua para fines de investigación. La investigación se centra en calcinar las muestras de lodos para darle un valor útil a los residuos generados. Dado que en el proceso de ablandamiento de agua se producen lodos ricos en carbonato de calcio, se espera con el proceso de calcinación, obtener óxido de calcio nuevamente y ser utilizado como agente ablandador nuevamente. El lodo será secado a temperatura ambiente y posteriormente calcinado a distintas temperaturas (800, 950 y 1100 °C) a distintas granulometrías e intervalos de tiempo. Al final, se evaluará el porcentaje de cal útil recuperado y se comparará su utilidad técnica con la cal comercial.

Por las razones anteriores expuestas solicitamos por favor la donación de 10 kg de lodos para el trabajo de investigación que se realizará en la Escuela Profesional de Ingeniería Química de la Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco.

Quedando de Ud.

Atentamente,



Ing. Uriel Fernandez Bernaola
DNI: 43130855

Est. Rudy Tito Itito
DNI: 482122026

ANEXO

Anexo 1 Certificado de calidad de la cal viva comercial



CERTIFICADO DE CALIDAD DE: CAL VIVA PULVERIZADA

Producto

N° 2744 - 23 - CC

USUARIO : *INDUSTRIAS CACHIMAYO S.A.*

N° de Placa Tracto : F8V881/TLV974

Componentes	Unidad	Valor	Método de Referencia
Cal Útil ó Disponible	%	80.28	ASTM C-25

Clasificación Granulometría			
Retenido Malla 200 (0.075 mm)	%	4.31	ASTM C-110

Planta, 27 de agosto de 2023

Elmer Quispe Mamani
Ing. de Control de Calidad