



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

---

**EVALUACIÓN DE LA ESTABILIDAD QUÍMICA DE ESCORIAS  
PROCEDENTES DE LA PRODUCCIÓN DE ACERO.**

**TESIS**

*QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE*  
**INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA**

**PRESENTA**

**SOFÍA BARRIOS RODRÍGUEZ**



**Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2016**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:** ALBERTO INGALLS CRUZ  
**VOCAL:** CIRO ELISEO MARQUEZ HERRERA  
**SECRETARIO:** AGUSTIN GERARDO RUIZ TAMAYO  
**1er. SUPLENTE:** SAMUEL KUPERSTEIN APORTELA  
**2° SUPLENTE:** BLANCA PAZ DIAZ

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA METALÚRGICA, EDIFICIO D, FACULTAD DE QUÍMICA.**

**ASESOR DEL TEMA:**

**ALBERTO INGALLS CRUZ**

---

**SUSTENTANTE:**

**SOFÍA BARRIOS RODRÍGUEZ**

---



# Índice

Índice.....	4
Índice de Figuras. ....	6
Capítulo I. Antecedentes .....	8
1.1 Introducción. ....	8
1.2 Regulación ambiental. ....	9
1.2.1 Aviso, Diario Oficial de la Federación. ....	9
1.2.2 Instrumentos Técnicos Normativos. ....	11
1.2.3 Normas Oficiales Mexicanas. ....	15
1.2.3.1 NOM-052-SEMARNAT-2005. ....	15
1.2.3.2 NOM-053-SEMARNAT-1993. ....	19
Capítulo II. Marco Teórico .....	22
2.1 Escorias como subproducto de la producción de acero.....	22
2.2 Clasificación de escoria de acero proveniente de HEA.....	23
2.2.1 Escorias de HAE. ....	25
2.3 Hipótesis. ....	29
2.4 Objetivos.....	29
2.4.1 General.....	29
2.4.2 Particulares. ....	29
Capítulo 3. Metodología.....	31
3.1 Metodología de trabajo. ....	31
3.1.1 Esquema general del trabajo experimental.....	31
3.2 Etapas de la experimentación. ....	32
3.2.1 Recepción del material. ....	32
3.2.2 Preparación de la muestra. ....	32

3.2.3 Pruebas de Difracción de Rayos X. ....	34
3.2.4 Pruebas de lixiviación. ....	34
Capítulo 4. Resultados .....	40
4.1 Caracterización física de las escorias. ....	40
4.2 Difracción de Rayos X. ....	42
4.2 Pruebas de lixiviación. ....	44
Capítulo V. Análisis de Resultados .....	63
Capítulo VI. Conclusiones .....	76
Bibliografía.....	77
ANEXO A. Especificación Experimental de lixiviación.....	79

## Índice de Figuras.

Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento para identificar la peligrosidad de un residuo [Recuperado de NOM-052-2005].....	18
Figura 2. Resumen de prueba de Extracción PECT [Recuperado de NOM-053-1993]. .....	20
Figura 3. Procesos de producción y productos de acero y hierro [Recuperado de <a href="http://www.slg.jp/e/slag/process.html">www.slg.jp/e/slag/process.html</a> ]. .....	24
Figura 4. Esquema de Metodología general de trabajo. ....	31
Figura 5. Trituración de escoria en trituradora de mandíbula. ....	32
Figura 6. Escoria después de trituración. ....	33
Figura 7. Calentamiento de la solución ácida. ....	38
Figura 8. Escoria 8 g. ....	38
Figura 9. Agitación de escoria. ....	38
Figura 10. Filtrado de la solución. ....	39
Figura 11. Dilución del Extracto. ....	39
Figura 12. Partícula de escoria. Malla 14, tomada a 12x. ....	40
Figura 13. Partícula de escoria. Malla 14, tomada a 25x. ....	40
Figura 14. Partícula de escoria. Malla 14, tomada a 12x. ....	40
Figura 15. Partícula metálica. Malla 14, tomada a 15x. ....	41
Figura 16. Partículas de escoria. Malla 40, tomada a 12x. ....	41
Figura 17. Partícula de escoria. Malla 14, tomada a 15x. ....	41
Figura 18. Partícula de escoria. Malla 40, tomada a 40x. ....	42
Figura 19. Partícula de escoria. Malla 30, tomada a 25x. ....	42
Figura 20. Polvo de escoria. Pan del cribado, tomada a 40x. ....	42
Figura 21. Difractograma del polvo de escoria. ....	43
Figura 22. Efecto del HCl en la extracción de Fe. ....	47
Figura 23. Efecto del HNO <sub>3</sub> en la extracción de Fe. ....	48
Figura 24. Efecto del H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> en la extracción del Fe. ....	48
Figura 25. Efecto del HCl en la extracción de Cu. ....	49
Figura 26. Efecto del HNO <sub>3</sub> en la extracción de Cu. ....	49
Figura 27. Efecto del H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> en la extracción de Cu. ....	50
Figura 28. Efecto del HCl en la extracción de Ni. ....	50
Figura 29. Efecto del HNO <sub>3</sub> en la extracción de Ni. ....	51
Figura 30. Efecto del H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> en la extracción de Ni. ....	51
Figura 31. Efecto del HCl en la extracción de Cr. ....	52
Figura 32. Efecto del HNO <sub>3</sub> en la extracción de Cr. ....	52
Figura 33. Efecto del H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> en la extracción de Cr. ....	53
Figura 34. Efecto del HCl en la extracción de Co. ....	53

Figura 35. Efecto del $\text{HNO}_3$ en la extracción de Co.....	54
Figura 36. Efecto del $\text{H}_2\text{SO}_4$ en la extracción del Co. ....	54
Figura 37. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Fe.....	58
Figura 38. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Cu. ....	59
Figura 39. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Ni. ....	60
Figura 40. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Cr. ....	61
Figura 41. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Co. ....	62

# **Capítulo I. Antecedentes**

## **1.1 Introducción.**

La metalurgia como actividad humana, que ha sido practicada desde la antigüedad, ha contribuido a la evolución de la sociedad. Sin embargo un aspecto de la metalurgia, descuidado pero importante, es el tratamiento de sus residuos contaminantes.

Las transformaciones de los materiales metálicos generan grandes cantidades de desechos de todo tipo, desde aquellos del área extractiva hasta los generados en la etapa de la producción de componentes finales. Entre éstos se encuentran: ácidos lixiviantes, lodos, solventes, aguas residuales, polvo y ceniza, gases, aceites, refrigerantes, arenas de fundición, cáscaras de cera, escorias, fundentes, materiales cerámicos refractarios, residuos de pintura, combustibles, compuestos orgánicos volátiles, resinas y catalizadores, rebaba, residuos de limpieza, etc. Todos éstos tienen como consecuencia la contaminación del ambiente, cuando no son tratados con el debido cuidado.

En esa tesitura, a través del presente trabajo, se analiza la estabilidad química de las escorias producidas por la industria de la fundición del acero, frente a tres ácidos que se presentan en el medio ambiente. Éstos son los ácidos sulfúrico, nítrico y clorhídrico.

Las escorias son un subproducto de la fusión de los metales. Éstas flotan en la superficie del metal líquido y están formadas principalmente por una combinación de óxidos, fundentes, carga metálica, ceniza y revestimiento del horno (SEMARNAT-CANACERO, 2003). Su función es actuar como el receptor líquido para las impurezas, exceptuando las que escapan como gases (Peters, 1987).

El acero, es el metal que tiene la mayor producción mundial, tan sólo en el año 2015 se produjeron 1,622.8 millones de toneladas, de las cuales 18.3 millones de toneladas se obtuvieron en México. Considerando el Convenio de Concertación SEMARNAT- CANACERO para el Manejo de Escorias (2004), la cantidad de escoria generada depende del proceso de producción y varía entre 100 a 300 kilogramos por tonelada de acero. Así que con ese dato, se puede estimar que en México se produjeron a su vez 1.83 millones de toneladas de escoria como mínimo en el 2015.

Actualmente la regulación ambiental se ha vuelto más exigente. En cuanto a que se establecieron las primeras normatividades para reglamentar el uso y reciclado de las escorias. Sin embargo, estas normativas aún son limitadas y carecen de una revisión y actualización constante.

Por todo lo anterior, este trabajo tiene además el propósito exponer una investigación de los estándares y normatividad vigente en México, para que aunado con la caracterización de la naturaleza química de las escorias se pueda determinar si éstas cumplen o no con la normatividad ambiental.

## **1.2 Regulación ambiental.**

### **1.2.1 Aviso, Diario Oficial de la Federación.**

Con la finalidad de mejorar el desempeño ambiental de la industria del hierro y acero, la Cámara Nacional de la Industria del Hierro y del Acero (CANACERO) en conjunto con la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT) firmaron un convenio de concertación. Del cual, en el Diario Oficial de la Federación (DOF) se expidió un aviso el 4 de Julio de 2006. Dicho aviso tiene el objetivo de coadyuvar a la valoración de los

residuos provenientes de la industria del hierro y del acero, así como de otras industrias, donde sus actividades generan escorias en sus procesos de producción.

En el aviso se menciona:

1. Que a partir del convenio entre SEMARNAT y CANACERO, surge la elaboración de una serie de Instrumentos Técnicos Normativos (ITN), documentos que tienen como principal objetivo establecer los criterios ambientales complemento del marco regulatorio con el que operan las industrias del hierro y acero.
2. Las escorias que no estén consideradas como residuos peligrosos, de conformidad con las disposiciones jurídicas vigentes; podrán ser consideradas como subproductos cuando se incorporen como insumos en procesos de producción, sean del mismo que lo generó o algún otro.
3. Entre las opciones de reutilización de las escorias que no se consideren residuos peligrosos, se encuentran: fabricación de cemento y agregados de concreto, base para la pavimentación de caminos y autopistas, acondicionamiento de suelos, recuperación de suelos sulfato-ácidos, balasto de ferrocarril, cierre para las celdas en rellenos sanitarios, aplicaciones agrícolas, antideslizantes para el control de nieve y hielo, estabilización de taludes, bancos de estabilización para controlar la erosión, materia prima en la construcción, formación de gaviones, granallado o lijado con chorro de arena (sandblasteo), superficie de rodamiento en caminos y estacionamientos, relleno y nivelación de terrenos, conformación de terraplenes, formulación y fabricación de acondicionadores de

escorias para procesos metalúrgicos y lecho filtrante para tratamiento de aguas residuales, entre otras.

4. Las escorias que cumplan con lo establecido en el ITN, con clave CVC-ITN-2003 para el manejo de escorias, no son consideradas residuos peligrosos bajo las disposiciones jurídicas vigentes y serán consideradas como subproductos para su posible reutilización en otros procesos productivos, como los mencionados en el punto anterior.
5. Los puntos importantes que están relacionados al tema de las escorias y que se establecen en la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos, son:
  - Que se debe fomentar la valoración de residuos, al mismo tiempo que el desarrollo de mercados de subproductos.
  - Que los residuos provenientes de la fundición son de regulación y competencia federal.
  - Que la SEMARNAT tiene la facultad para promover el desarrollo y aplicación de sistemas y procesos que eliminen, reduzcan o minimicen la liberación de residuos al ambiente.

### **1.2.2 Instrumentos Técnicos Normativos.**

Actualmente, han sido creados y aprobados cuatro instrumentos técnicos normativos, de los cuales dos son de particular interés para la presente investigación. Los ITN, se derivaron del convenio de concertación mencionado en el apartado anterior.

### **1) CVSC-ITN02-2003, Manejo de Escorias.**

Dentro del contenido de este ITN, son aspectos significativos los considerandos:

- Se menciona que la escoria es generada en las fases líquidas, etapas de las cuales se forman cristales con enlaces muy fuertes, afirmando que al solidificar, los elementos dentro de su matriz no serán liberados.
- Se indica que actualmente no existe ningún instrumento de carácter jurídico que defina el proceso para el manejo integral de las escorias, ni un método que esclarezca los aspectos a considerar al inspeccionar a las escorias.

Con respecto a lo anterior, el objetivo de este ITN fue el establecer las actividades para el manejo integral de las escorias, específicamente las que derivan de los procesos de producción del hierro y acero, así como de ferroaleaciones de manganeso y silicio.

La aplicabilidad del ITN, es para aquellas escorias que en su composición química cumplan con los rangos expuestos en la siguiente tabla.

**Tabla 1. Composición Química típica de las escorias**

	HAE	HO	CBO	AH	HAS
<b>%CaO</b>	13-40	22-64	40-50	32-48	18-20
<b>%SiO<sub>2</sub></b>	7-30	4-30	10-15	32-42	28-44
<b>%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	2-27	5-44	<2	7-16	8-10
<b>%MgO</b>	4-15	2-11	<9	5-15	14-15
<b>%FeO</b>	20-50	<10			
<b>%MnO</b>	0.1-9	<9	<4	<1	9-18
<b>%P<sub>2</sub>O<sub>6</sub></b>	≤ 1	≤1	1-3	0.2-1	
<b>%Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	≤ 2.5	<2	<1		
<b>%S</b>	< 2	<3	0.5-1	1-2	
<b>%Fe total</b>	15-20	<8			

Dónde: HAE: horno de arco eléctrico, HO: Horno Olla, CBO: Convertidor básico de oxígeno, AH: Alto horno, HAS: Horno de arco sumergido [Tomado de CVSC-ITN02-2003, Manejo de Escorias].

En consecuencia, las actividades que se exponen en el ITN, como propuesta para el manejo integral de las escorias son las siguientes:

1. ***Descoriado del acero y la recepción de la escoria incandescente.***

Etapa que consiste en recibir el residuo en ollas, patios, fosas o contenedores para minimizar los riesgos por la alta temperatura. Por ejemplo con recubrimientos de material refractario u otro aislante para las ollas y contenedores; o en el caso de los patios y fosas se protegen con una capa de arena.

2. ***Enfriamiento.***

Éste es relativamente controlado con la finalidad de evitar los riesgos de alta temperatura. Se recomienda un enfriamiento al aire libre o con esparcido de agua haciendo hincapié que esa agua deberá contar con un sistema de drenaje de acuerdo a normatividad.

### 3. *Transporte de la escoria.*

Se hace el traslado a las áreas de almacenamiento.

### 4. *Acondicionamiento de la carga.*

Se realiza el proceso físico de fragmentar o triturar la escoria para una posterior clasificación. Esto tiene el objetivo de permitir y facilitar la recuperación de los materiales con valor. A partir de esta operación, los valores metálicos extraídos pueden ser susceptibles de reciclado, volviéndose a fundir.

### 5. *Almacenamiento.*

En el almacenamiento se deben identificar cada uno de los residuos de acuerdo a su procedencia. De esta manera se evita la mezcla con otro tipo de materiales o subproductos. La adecuada clasificación y el manejo, evita su dispersión, y se elevan los estándares de seguridad.

## **2) CVSC-ITN02-2006, Metodología para establecer el plan de manejo de escorias generadas en los procesos de fabricación de Hierro, acero y Ferroaleaciones.**

Tiene como objetivo establecer las actividades necesarias para el manejo integral, aprovechamiento de las escorias, así como establecer la metodología para realizarlo. Este procedimiento está conformado por el descoriado, recepción, enfriamiento, transporte, acondicionamiento y almacenamiento como se detalló anteriormente.

Puntualizando que el alcance es aplicable a manejo de escorias procedentes de procesos de fusión de materiales ferrosos, donde se obtengan hierro, acero y ferroaleaciones de manganeso y silicio.

El único punto de actualización en este ITN, con respecto al anterior, es la descripción de cómo registrar ante SEMARNAT los planes de manejo de las escorias.

En ambos ITN, se establece que la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente (PROFEPA) es la institución encargada de verificar su cumplimiento y control.

Los Instrumentos Técnicos Normativos y demás instrumentos en materia de manejo de residuos, pueden ser considerados para la elaboración de las normas a que se refiere la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos en materia de Planes de Manejo.

### **1.2.3 Normas Oficiales Mexicanas.**

En cuanto a la normatividad relacionada al presente trabajo, se encuentran las Normas Oficiales Mexicanas, 052 y 053. Ambas emitidas por SEMARNAT. Éstas normas han sido sujetas a ciertas actualizaciones y a continuación se hace una breve descripción de cada una así como de su evolución a la actualidad.

#### **1.2.3.1 NOM-052-SEMARNAT-2005.**

Establece las características que poseen los residuos peligrosos, un listado de los mismos y los límites que confieren a un residuo la categoría de peligroso debido su toxicidad al ambiente.

En esta norma se define el código de clasificación CRETIB, que categoriza a los residuos peligrosos como: Corrosivos, Reactivos, Explosivos, Tóxicos, Inflamables y Biológico - infecciosos.

A esta norma la precede la NOM- 052-SEMARNAT-1993, en la cual las escorias provenientes de la producción de acero, se encontraban enlistadas en la clasificación de residuos peligrosos por giro industrial y proceso. Con base a ello, las escorias tenían la clasificación (T), es decir tóxicas al ambiente.

Se definió que un residuo se considera peligroso por su toxicidad al ambiente cuando se somete a la prueba de extracción para toxicidad conforme a la NOM-053-SEMARNAT-1993 y el contenido del lixiviado de la muestra representativa contenga cualquiera de los contaminantes listados (véase tabla 2) en concentraciones mayores a los límites señalados.

**Tabla 2. Límites de concentración permitida de elementos potencialmente tóxicos al ambiente.**

<b>Constituyente Inorgánico</b>	<b>Concentración Máxima permitida (mg/L)</b>
<b>Arsénico</b>	5.0
<b>Cadmio</b>	1.0
<b>Cromo</b>	5.0
<b>Níquel</b>	5.0
<b>Plata</b>	5.0
<b>Plomo</b>	5.0
<b>Selenio</b>	1.0

Es de considerarse que los residuos se han diversificado como consecuencia de la modificación e implementación nuevos procesos de

extracción, transformación, uso y tratamiento. De modo que en la versión actual de la norma 052 (del año 2005), se han integrado más sustancias tóxicas a los listados de residuos peligrosos. Además esta norma expresa que la identificación de sustancias con la capacidad de producir efectos adversos a la salud o al medio ambiente, ha sido gracias a los avances científicos y tecnológicos sobre la caracterización de los mismos.

No obstante, se retiró del listado de residuos peligrosos a las escorias provenientes de acería. Comparativamente, permanecen en clasificación de tóxicas, las escorias procedentes de la producción de aluminio, cobre y estaño.

Un punto en la actualización de esta norma, es la implementación de un diagrama de flujo el cual ejemplifica de manera sencilla los pasos a seguir para identificar si un residuo es peligroso, con relación directa a los listados de residuos que se presentan (véase figura 1).

Este diagrama permitió que en el instrumento técnico normativo, CVSC-ITN02-2006, se expresara que las escorias no entran en la categoría de tóxicas, como en primera instancia habían sido clasificadas de acuerdo al CRETIB en la versión de 1993 de esta norma.

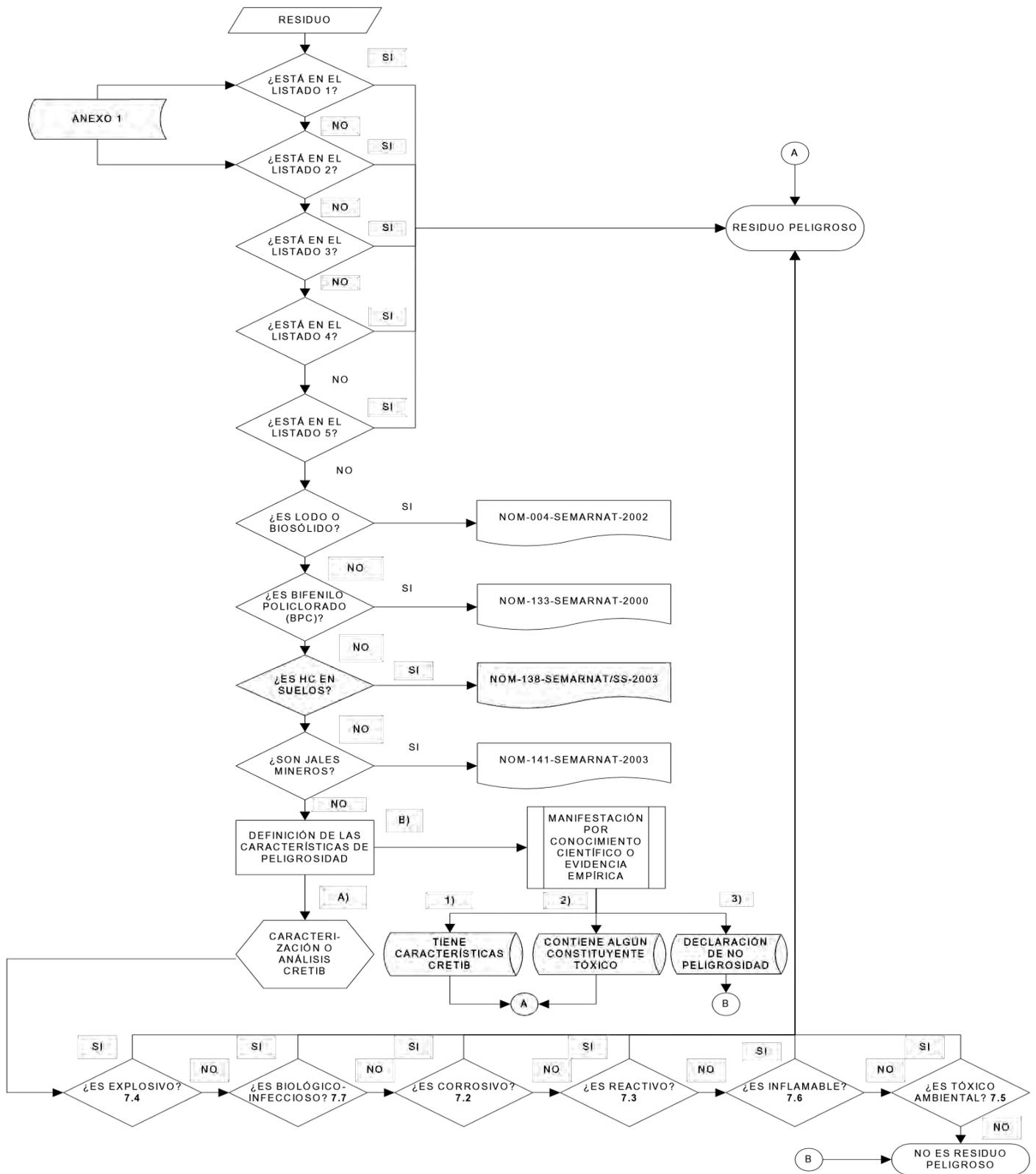


Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento para identificar la peligrosidad de un residuo [Recuperado de NOM-052-2005].

### **1.2.3.2 NOM-053-SEMARNAT-1993.**

Esta norma tiene como objetivo principal establecer el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción que determina la movilidad de los constituyentes dentro de un residuo y que le pueden conferir la característica de peligroso, por su toxicidad al ambiente. El procedimiento de laboratorio, es denominado PECT<sup>1</sup>.

En la NOM-053 se considera que los residuos pueden ser sólidos y líquidos con componentes volátiles o no volátiles. Y con base a la naturaleza del residuo se siguen los pasos correspondientes de la prueba.

En términos de muestreo, preservación y manejo de las muestras se menciona que se debe seguir la NOM aplicable, considerando un mínimo de dos muestras representativas del residuo. Tomando en cuenta que las muestras obtenidas deberán ser preparadas y analizadas en un periodo no mayor a 14 días.

En la norma se detallan los reactivos, material y equipo a utilizar para llevar a cabo la prueba PECT. Dependiendo del tipo de residuo a tratar se pueden utilizar dos reactivos de extracción, que incluyen ácido acético glacial e hidróxido de sodio, o únicamente ácido acético glacial y agua desionizada.

En la figura 2, se presenta el resumen de la prueba de extracción PECT.

---

<sup>1</sup> PECT: Productos de Extracción para Constituyentes Tóxicos.

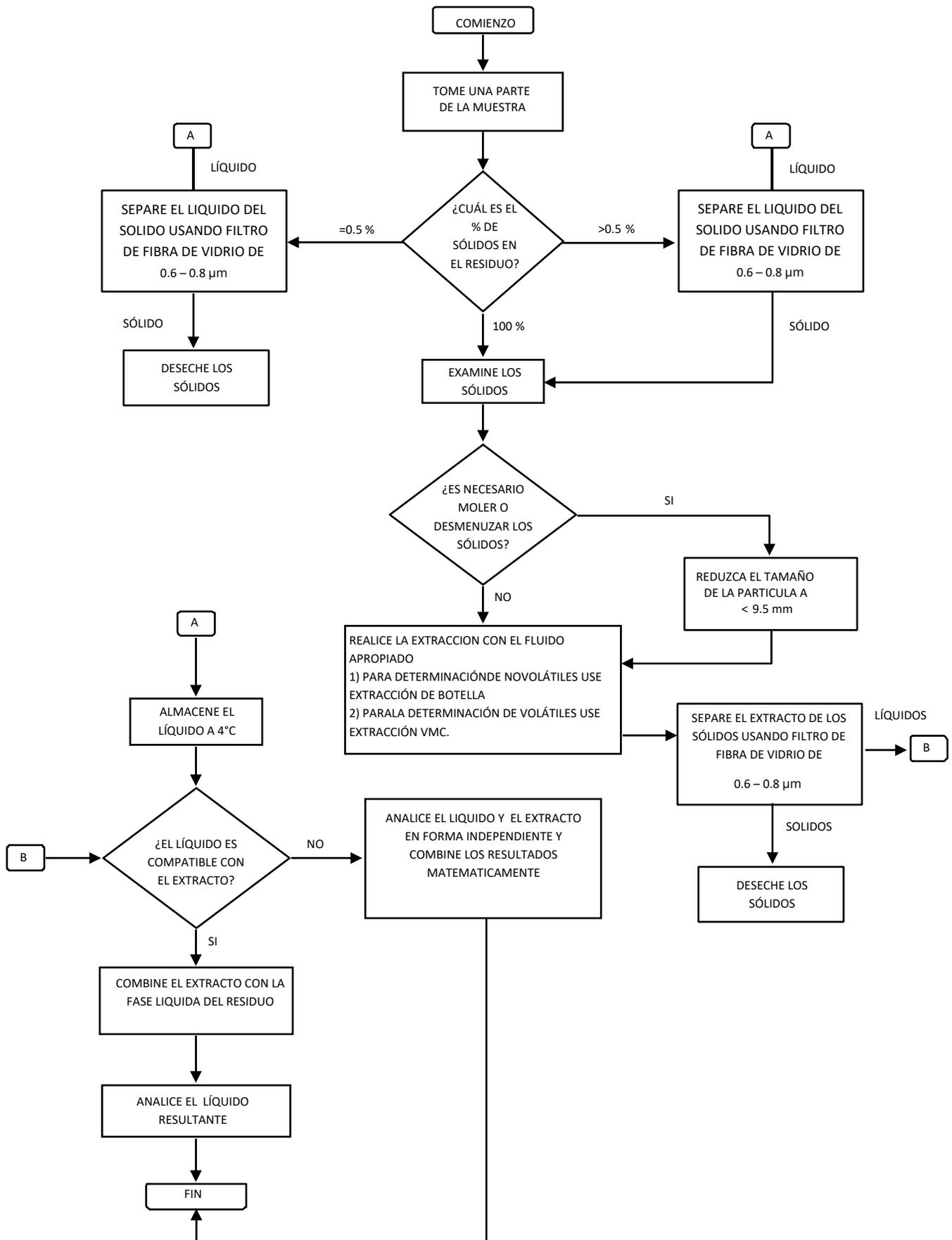


Figura 2. Resumen de prueba de Extracción PECT [Recuperado de NOM-053-1993].

En el caso particular de las escorias, la clasificación correspondiente es de sólidos sin componentes volátiles. Por ello se consideró el procedimiento para este tipo de residuos.

Como primer punto, el método establece que el residuo debe ser reducido a un tamaño de partícula menor a 9.5 mm (observación que se tomó en cuenta para el diseño experimental del presente trabajo).

La prueba precisa que, durante su realización, las muestras deben ser agitadas en todo momento, detallando las características del dispositivo de agitación. Punto que se consideró para la experimentación con las escorias de este trabajo.

## **Capítulo II. Marco Teórico**

### **2.1 Escorias como subproducto de la producción de acero.**

En la industria siderúrgica, la producción de acero comienza en el Alto Horno, donde la mena de hierro junto con otros componentes reductores como el coque y fundentes, reacciona con oxígeno que es insuflado en la parte inferior del horno, a altas temperaturas. Dentro del mismo, las impurezas y agentes fundentes se combinan para formar una masa fundida, que flota por encima del arrabio, llamada escoria de Alto horno, la cual debe ser separada.

El hierro crudo o arrabio que presenta un contenido de carbono de alrededor del 4% será reducido a menos del 0.5% en la etapa siguiente, dentro los hornos de aceración.

El segundo tipo de escoria es la producida en la aceración. Existen diferentes formas de producir acero, dependiendo del tipo de horno que se utilice y como resultado de ello, también se generan diferentes tipos de escoria de aceración. Por ejemplo, las escorias provenientes de un horno convertidor básico de oxígeno (CBO) o las generadas en un horno de arco eléctrico (HAE). La primera es el material oxidado que se genera cuando se añaden cal y otros materiales auxiliares dentro del arrabio al que se le inyecta oxígeno sobre el baño metálico con el fin de eliminar el carbono, fósforo, azufre y otros componentes del arrabio y refinarlo para producir acero fundido. Mientras que la segunda es la que se genera cuando chatarra de hierro y acero se funden y refinan. (Véase figura 3)

Cualquiera que sea la procedencia de la escoria, al solidificarse presentarán características físicas –observables- (vitreas, metálicas, similares a la piedra, compactas o formas vesiculares) que dependerán

principalmente de cómo se enfrió el material. El método de enfriamiento también determina en gran medida los usos para la escoria (Van Oss, 2003).

## **2.2 Clasificación de escoria de acero proveniente de HEA.**

El funcionamiento del Horno eléctrico de arco, tiene como principio la transformación de energía eléctrica en calor, que a su vez se aplica por medio de electrodos comúnmente de grafito, éstos se introducen en la parte superior de la cuba hacia la carga metálica provocando la elevación de la temperatura hasta la fundición del material. Entre los electrodos se crea un arco eléctrico cuando la corriente eléctrica pasa a través de ellos y ioniza el gas circundante.

Se considera que la producción del acero en Horno Eléctrico de Arco consta principalmente de dos fases, la etapa denominada metalurgia primaria o de fusión y una segunda etapa llamada metalurgia secundaria o de afino. En la primera etapa, la carga de materia prima (principalmente chatarra) es fundida dentro del HEA y de la cual se obtiene acero líquido de baja aleación (o al carbono). Dentro de esta etapa se engloban 3 fases importantes: la fase de oxidación, defosforación y la de formación de la escoria negra (Otegi, 2012).

Necesariamente la composición química del acero resultante debe ser ajustada, lo que conlleva a la segunda etapa. La etapa de afino de aceros al carbono engloba las fases de desoxidación, desulfuración y metalurgia de inclusiones. Pero en esta etapa de afino también es común que se añadan aleaciones metalúrgicas para modificar la composición del acero.

Una vez ajustada la ajustada la composición química del acero y previo al vaciado del mismo, se realiza el paso de descoriado.

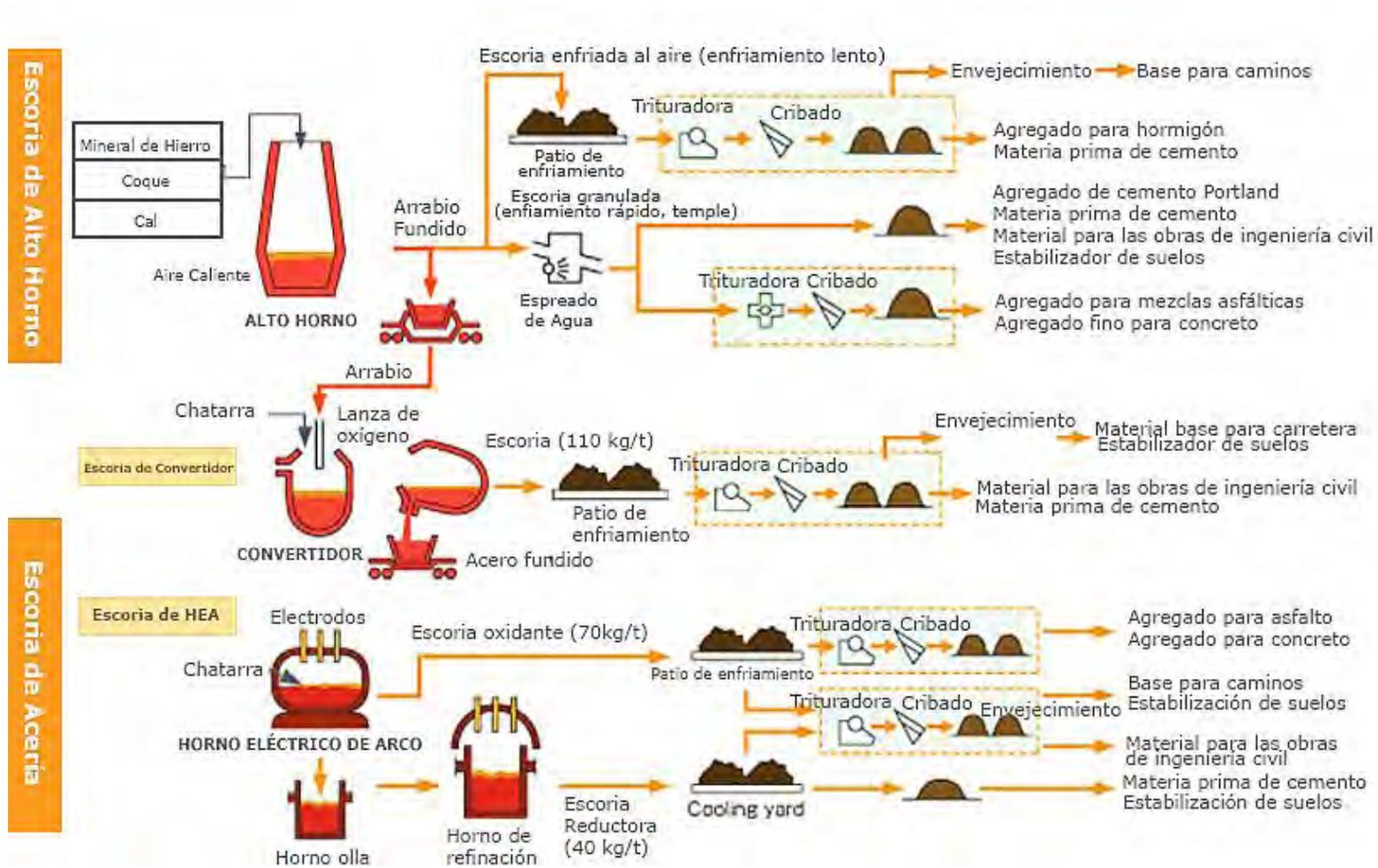


Figura 3. Procesos de producción y productos de acero y hierro [Recuperado de [www.slg.jp/e/slag/process.html](http://www.slg.jp/e/slag/process.html)].

El cual retira la capa superior de óxidos que se forma durante el proceso siderúrgico. Las funciones de la escoria son proteger al metal frente a la oxidación a alta temperatura, aislarlo térmicamente , mejorando así la eficiencia energética, actuar de fase receptora para la captación de inclusiones perjudiciales en la fase metálica y por último proteger el refractario contra ataques químicos (Otegi, 2012).

### **2.2.1 Escorias de HAE.**

La fusión incluye una serie de etapas dirigidas a mejorar la calidad de la aleación. En primer lugar se lleva a cabo la oxidación, que está dirigida a eliminar impurezas de manganeso y silicio. Seguida de la defosforación y la formación de escoria espumante en la que se acumulan todas las impurezas. Etapa a partir de la cual se obtienen las escorias negras.

Consecutivo a la fusión, en la etapa de afino el metal fundido pasa del HEA hacia el horno-cuchara , dentro del cual se forma la escoria blanca, que permite la eliminación de los óxidos metálicos, azufre y ocurre una descarbonación del acero (Ministerio de agricultura, 2013)<sup>2</sup>.

### **Escorias negras.**

Las escorias negras se forman en la primera etapa de fusión. Ésta etapa está compuesta por dos fases significativas en las cuales se forma la escoria negra:

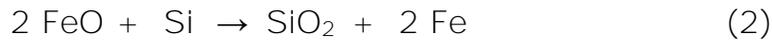
#### a) Oxidación

En esta fase el oxígeno presente en el horno oxida al hierro contenido en la chatarra, dando lugar al óxido de hierro (1), seguido

---

<sup>2</sup> La referencia aquí mencionada es una ficha técnica creada por El Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente en conjunto con el Centro de estudios y Experimentación de Obras Públicas (CEDEX) ambos son organismos en España. El CEDEX provee apoyo multidisciplinar en tecnología de ingeniería civil, edificación y al medio ambiente asociado.

de esto, el óxido de hierro producido tiene reacción con el manganeso y el silicio dentro del acero líquido (2 y 3)



Los óxidos formados, flotan hacia la superficie del metal líquido incorporándose a la escoria.

Consecutivamente, es adicionado carbono, con la finalidad de recuperar el hierro del óxido de hierro (4)



Parte del carbono añadido también reacciona con el oxígeno (5) produciendo monóxido de carbono en forma de gas.

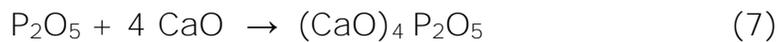


El desprendimiento del monóxido de carbono a través del baño metálico fomenta la uniformidad en la composición química y facilita la eliminación de otros gases. Para dar lugar a la formación de escoria espumante.

La fase de oxidación termina cuando el burbujeo ha cesado, indicador de que el carbono se ha oxidado en su mayoría. En este momento la escoria negra está formada y es retirada para su posterior enfriamiento (Otegi, 2012).

b) Defosforación.

El propósito de retirar el fósforo del acero líquido reside en que este provoca fragilidad cuando el acero ha solidificado, característica indeseada. El fósforo presente proviene de la materia prima y, por lo tanto, es requerido retirar la mayor cantidad posible. Las reacciones que se producen son las siguientes:



Todos los óxidos de fósforo formados, también serán contenidos en la escoria (Otegi, 2012).

### **Escorias blancas.**

Para la segunda etapa de producción de acero, el afino; se obtienen como subproducto las escorias blancas, éstas se caracterizan por su contenido en metales pesados como cromo, zinc o plomo (inferior al 1%) y un reducido tamaño de partícula (Ministerio de Agricultura, 2013)<sup>1</sup>.

La etapa de afino engloba 3 fases principales, la desoxidación, desulfuración y la metalurgia de inclusiones. Sin embargo la etapa de afino, no se lleva a cabo en el HEA, el acero fundido es vertido en hornocuchara.

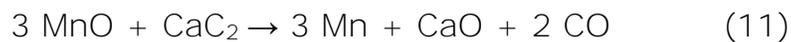
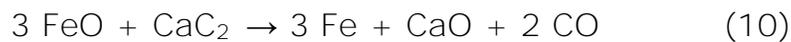
A continuación se describen las tres fases de ésta etapa.

a) Desoxidación

En la primera fase del afino se tiene un acero líquido generalmente oxidado, por lo tanto es necesario revertir la oxidación, en esta operación es común que se pongan agregados (fundentes) al acero de carácter reductor, como es el caso de la cal, espato-flúor y coque o grafito.

La escoria formada se agita continuamente con el soplado de gas inerte, normalmente argón, que se utiliza para homogeneizar la composición química baño metálico y la temperatura, evitar la oxidación secundaria y facilitar el desplazamiento de las inclusiones metálicas hacia la escoria (Parra, L.; Sánchez, D., 2010).

Las reacciones que se llevan a cabo en esta etapa son las siguientes:



b) Desulfuración

La presencia de azufre en el acero se considera nociva para las propiedades mecánicas. Principalmente porque induce fragilidad, pues dentro del baño, el azufre se encuentra en forma de sulfuro de hierro.

La forma de eliminar el azufre presente es mediante reacción con metales o compuestos alcalino o alcalino térreos. Los más utilizados son la cal, el carburo de calcio y siliciuro de cal.

Cada uno es utilizado dependiendo del acero a producir, sin embargo independientemente del escorificante adicionado, la reacción (12) se considera la reacción fundamental durante la desulfuración:



La desulfuración efectiva tiene lugar cuando el contenido de FeO en la escoria es menor que el 1 % y el oxígeno disuelto en el acero es menor que 15 ppm (Enríquez et al., 2009). Por lo que, la fase de desoxidación es de gran importancia para poder desulfurar el acero.

## **2.3 Hipótesis.**

Las escorias procedentes del proceso de producción del acero, son materiales inertes en el medio ambiente.

## **2.4 Objetivos.**

### **2.4.1 General.**

- Determinar la estabilidad química de las escorias procedentes de acería, frente a los ácidos clorhídrico, nítrico y sulfúrico.

### **2.4.2 Particulares.**

- Determinar las características físicas (observables) y químicas de las escorias de acero.

- Proponer un método de experimentación química, no contemplado por la regulación ambiental, que permita determinar la estabilidad química de las escorias.
- Determinar la concentración de elementos potencialmente tóxicos para la salud humana y el medio ambiente, presentes en las escorias.
- Examinar los alcances y limitaciones de la normatividad ambiental vigente en México, relacionada con el manejo y tratamiento de escorias de HEA.

## Capítulo 3. Metodología

El tercer capítulo de este trabajo tiene el cometido de exponer la metodología seguida durante la realización del mismo.

### 3.1 Metodología de trabajo.

#### 3.1.1 Esquema general del trabajo experimental.

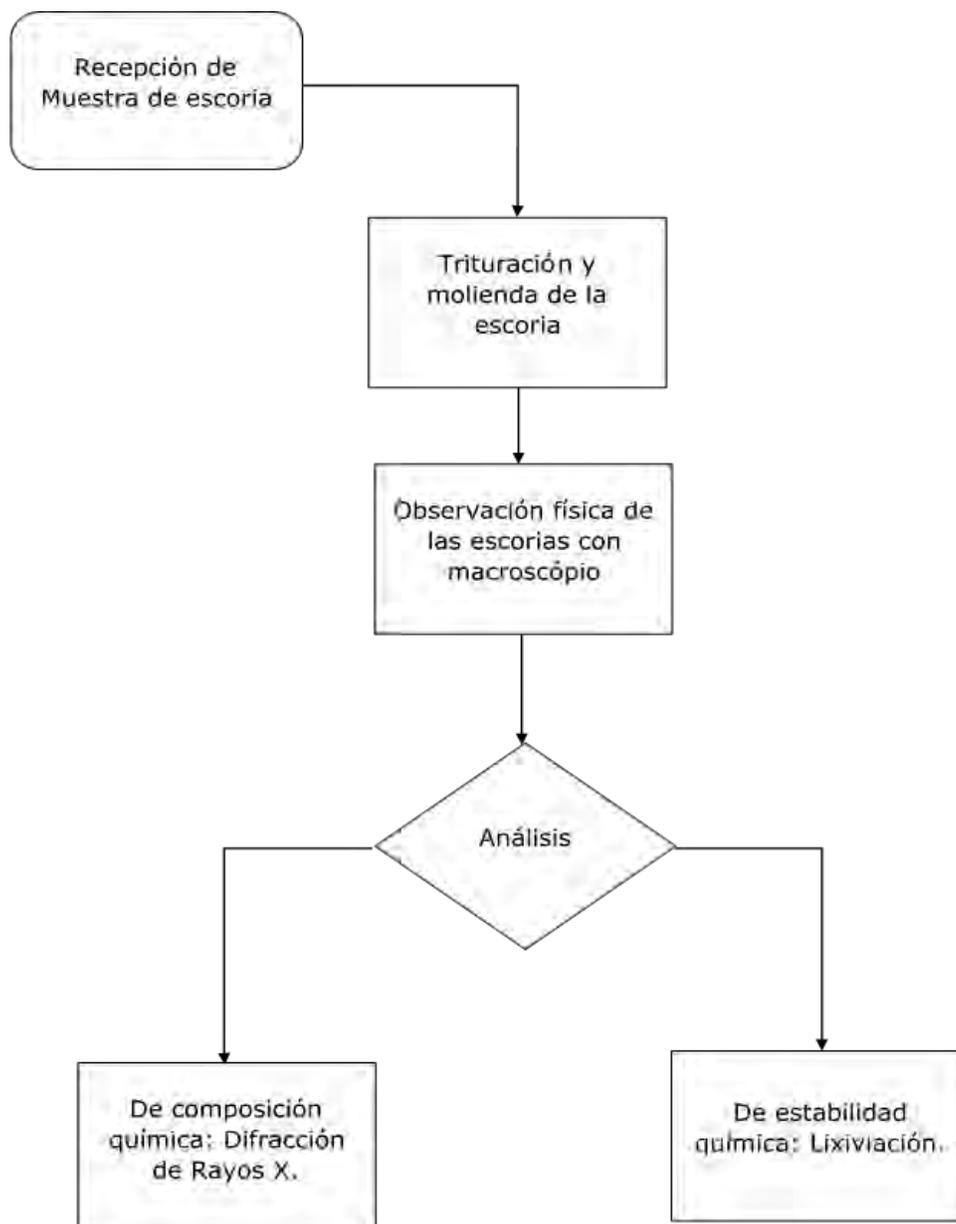


Figura 4. Esquema de Metodología general de trabajo.

## 3.2 Etapas de la experimentación.

### 3.2.1 Recepción del material.

El material utilizado durante la experimentación, fue un donativo de la empresa FIMSA S.A. de C.V., dedicada a la producción de aceros al carbón y aleados.

Las muestras de escoria donadas, provienen de la producción de un acero 9840.

Dicho acero presenta normalmente la siguiente composición química.



Figura 5. Trituración de escoria en trituradora de mandíbula.

**Tabla 3. Composición química normal del acero 9840.**

Composición Química (%Wt)								
Acero	C	Mn	Si	Cr	Mo	Ni	S	P
<b>9840</b>	0.4	0.8	0.3	0.8	0.25	1.00	0.035 máx	0.040 máx

### 3.2.2 Preparación de la muestra.

1. La escoria se trituró, en una trituradora de quijadas, (véase figuras 5 y 6). Este paso se repitió tres veces.
2. Las escorias fueron molidas dentro de un molino de bolas, durante 10 minutos.

3. Cribado de la muestra.

Se escogieron las cribas ASTM mallas 14 (1.44 mm), 30 (0.60 mm), 40 (0.43 mm), con la finalidad de facilitar la caracterización física de la muestra.

La muestra se cribó en un "rotap", durante 10 minutos.

La siguiente tabla, muestra el retenido en gramos del proceso de cribado.



Figura 6. Escoria después de trituración.

**Tabla 4. Distribución de retenido del cribado.**

<b>Malla</b>	<b>Peso (g)</b>
<b>14</b>	21.8
<b>30</b>	0.5
<b>40</b>	0.3
<b>Pan</b>	95.1
<b>Total</b>	117.7

Peso inicial: 117.9 gramos

### 3.2.3 Pruebas de Difracción de Rayos X.

Se tomó una muestra de 1 gramo de polvo de escoria (véase figura 15), para llevarla a análisis de difracción de rayos X de polvos. Dicho análisis se realizó en la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI), de la facultad de Química, UNAM. Con el equipo Difractómetro de rayos X, modelo D8 ADVANCE DAVINI.

Los elementos y compuestos analizados en la muestra fueron los siguientes: óxido de silicio, óxido de cromo, óxido de manganeso, óxido de molibdeno, óxido de níquel y óxidos de hierro.

### 3.2.4 Pruebas de lixiviación.

La lixiviación de la escoria, se llevó a cabo con el empleo de tres ácidos: clorhídrico, nítrico y sulfúrico.

En cuanto al diseño de esta experimentación se utilizó el método factorial.

Muchos experimentos se llevan a cabo para estudiar los efectos producidos por dos o más factores. Puede mostrarse que en general los diseños factoriales son los más eficientes para este tipo de experimentos. *Por diseño factorial se entiende aquel en el que se investigan todas las posibles combinaciones de los niveles de los factores en cada ensayo completo o réplica del experimento* (Reyes, 2009).

A partir de éste, se consideraron los factores **tiempo**, **temperatura** y **concentración de la solución**, como principales.

Sin embargo, se tiene en cuenta que existen distintos factores que pueden intervenir en los resultados del experimento, como la agitación de la

solución ácida, el tamaño de partícula de escoria, así como la cinética de la reacción. Con esto presente, se tomaron las acciones requeridas para minimizar el posible efecto de estos factores en el experimento:

- La agitación durante la experimentación se fijó cualitativamente a agitación media y se mantuvo así para todas las corridas.
- El tamaño de partícula se definió al tamiz menor de 9.5 mm, con lo cual se asegura que la superficie de contacto sea mayor y la cinética de la reacción no intervenga de forma significativa en la experimentación.

En el diseño del experimento además de los 3 factores principales, se definió para 2 niveles (valor mínimo y valor máximo), de modo que se obtiene una combinación de 8 experimentos posibles. Considerando que se tienen 3 ácidos, el total de experimentos es de 24.

$$n^k = 2^3 = 8 \text{ experimentos} \quad (12)$$

Donde:

n= nivel

k= Factor

La tabla 5, muestra las combinaciones posibles, que resultan de la aplicación del método factorial.

**Tabla 5. Combinación de Factores experimentales.**

N° de Prueba	Concentración	Temperatura	Tiempo
<b>1</b>	Mínima	Mínima	Mínimo
<b>2</b>	Máxima	Mínima	Mínimo
<b>3</b>	Mínima	Máxima	Mínimo
<b>4</b>	Máxima	Máxima	Mínimo
<b>5</b>	Mínima	Mínima	Máximo
<b>6</b>	Máxima	Mínima	Máximo
<b>7</b>	Mínima	Máxima	Máximo
<b>8</b>	Máxima	Máxima	Máximo

Los valores mínimo y máximo establecidos para cada factor son los siguientes:

**Tabla 6. Valores de Experimentación.**

<b>Factor</b>	<b>Valor Mínimo</b>	<b>Valor Máximo</b>
<b>Tiempo (h)</b>	0.5	2.0
<b>Temperatura (°C)</b>	23±2	60±2
<b>Concentración (N)</b>	0.1	1.0

Por lo tanto, el tratamiento al que se sometió cada muestra fue el siguiente.

**Tabla 7. Tratamiento de Experimental.**

N° de Prueba	Concentración (N)	Temperatura (°C)	Tiempo (h)
<b>1</b>	0.1	23±2	0.5
<b>2</b>	1.0	23±2	0.5
<b>3</b>	0.1	60±2	0.5
<b>4</b>	1.0	60±2	0.5
<b>5</b>	0.1	23±2	2.0
<b>6</b>	1.0	23±2	2.0
<b>7</b>	0.1	60±2	2.0
<b>8</b>	1.0	60±2	2.0

A continuación se hace una descripción de como se llevó a cabo el experimento. El listado de materiales, así como detalles del procedimiento (preparación de las soluciones ácidas, peso de las muestras, etc.) se encuentran en el Anexo A.

## Procedimiento.

1. Se lavó y secó el material de vidrio a utilizar.
2. Se prepararon las soluciones ácidas, con concentración 1N y 0.1N, correspondientes a cada uno de los ácidos.
3. En vasos de precipitado se colocaron 80 mL de la solución ácida con la concentración correspondiente a la tabla 7.
4. Se calentó la solución de las pruebas 3, 4, 7 y 8 a temperatura de  $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , en la parrilla con agitación (Véase figura 7).
5. Se pesaron muestras con 8.0 gramos de escoria en la balanza analítica (Véase figura 8 y Anexo A).
6. Se distribuyeron los vasos de precipitados sobre la parrilla de agitación y se agregó cuidadosamente la escoria a las soluciones (Véase figura 9).
7. Se inició la agitación de las soluciones, con el debido cuidado de que esta fuese regular en todas las muestras.
8. Se hizo un lavado ácido al papel filtro, con la solución de concentración 1 N.
9. Una vez transcurrido el tiempo correspondiente a cada prueba, se filtró la solución, a la cual se le denomina extracto.



Figura 7. Calentamiento de la solución ácida.



Figura 8. Escoria 8 g.



Figura 9. Agitación de escoria.

10. El extracto filtrado fue envasado y etiquetado (Véase figura 10). También una muestra de las soluciones iniciales (0.1 y 1 N) de cada uno de los 3 ácidos empleados (solución blanco).

11. A partir de cada extracto se hizo un segundo filtrado y una dilución 1:50, que se llevó a aforo con agua destilada (Véase figura 11).

12. Las muestras 4 y 8, en ácido nítrico y sulfúrico se les hizo una tercera dilución 1:100. Debido a que la concentración en Fe en la solución, excedía los límites de lectura del equipo de absorción atómica.

13. Las muestras de dilución se envasaron y etiquetaron.

14. Se realizó la lectura de los elementos Fe, Cu, Ni, Cr, Co, por medio de técnica de Espectroscopía de Absorción Atómica, con el equipo Atomic Absorption Spectrometer 3100, Perkin Elmer.



Figura 10. Filtrado de la solución.



Figura 11. Dilución del Extracto.

## Capítulo 4. Resultados

### 4.1 Caracterización física de las escorias.



Figura 13. Partícula de escoria.  
Malla 14, tomada a 25x.



Figura 12. Partícula de escoria.  
Malla 14, tomada a 12x.



Figura 14. Partícula de escoria.  
Malla 14, tomada a 12x.

Las escorias se observaron en el microscopio estereoscopio [SZ-PT, Olympus]. A continuación se muestran algunas de las fotografías tomadas y una breve descripción de las características físicas de las escorias.

En las figuras 12, 13 y 14 se presentan imágenes de la misma partícula de escoria, tomadas en diferentes ángulos y aumentos. De esta partícula se puede apreciar una coloración oscura, al mismo tiempo presenta translucidez, ya que en la superficie fue posible distinguir partículas metálicas brillantes contenidas en la matriz, los bordes son filosos, tiene un aspecto vitrificado y poroso.

En la figura 15, se puede apreciar una partícula esférica y metálica, que presenta oxidación en su superficie. Esta partícula fue liberada después de los pasos de trituración y/o molienda. La cual se retuvo en la malla 14, por lo que aproximadamente su tamaño es de 1.44 milímetros.

En la figura 11, se muestran varias partículas de escoria retenidas en la malla 40. En esta imagen se aprecia que las partículas presentan diferencias en cuanto



Figura 15. Partícula metálica.  
Malla 14, tomada a 15x.



Figura 16. Partículas de escoria. Malla 40, tomada a 12x.

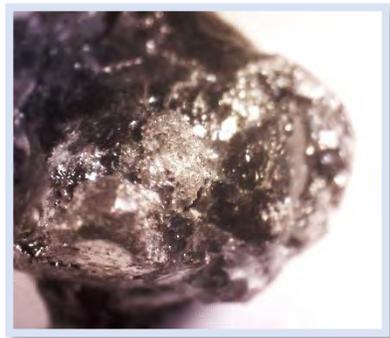


Figura 17. Partícula de escoria. Malla 14, tomada a 15x.

color, algunas más claras que otras. Sin embargo, todas tienen en común una apariencia vidriosa, de bordes filosos con partículas metálicas contenidas en su matriz. Desde ese aumento (12x) no se observa ninguna porosidad.

La siguiente imagen, en la figura 17, se muestra una partícula amorfa, no presenta los bordes filosos y angulares como el resto de las partículas. En la matriz se encuentra embebida una fase metálica. Esta partícula fue retenida en la malla 14.

En la imagen de la figura 18. Se muestra una partícula con bordes filosos y angulares. También en ésta se aprecia que contiene partículas más pequeñas de naturaleza metálica dentro de ella.

La figura 19, se observa una partícula color café, con una superficie muy porosa. No presenta el aspecto vitrificado de las partículas antes mencionadas, en menor medida los bordes filosos y angulares.

En el caso de la figura 20 se observa el polvo más fino conseguido después de la molienda. En ella se observan partículas metálicas liberadas de la matriz de escoria.



Figura 18. Partícula de escoria. Malla 40, tomada a 40x.



Figura 19. Partícula de escoria. Malla 30, tomada a 25x.



Figura 20. Polvo de escoria. Pan del cribado, tomada a 40x.

## 4.2 Difracción de Rayos X.

Los resultados de la lectura de los elementos y compuestos mencionados en el apartado 3.2.3, por medio de la técnica de difracción de rayos X, se muestran en la figura 21 de la página siguiente.

Facultad de Química, USAI, UNAM México  
662412\_9840M1

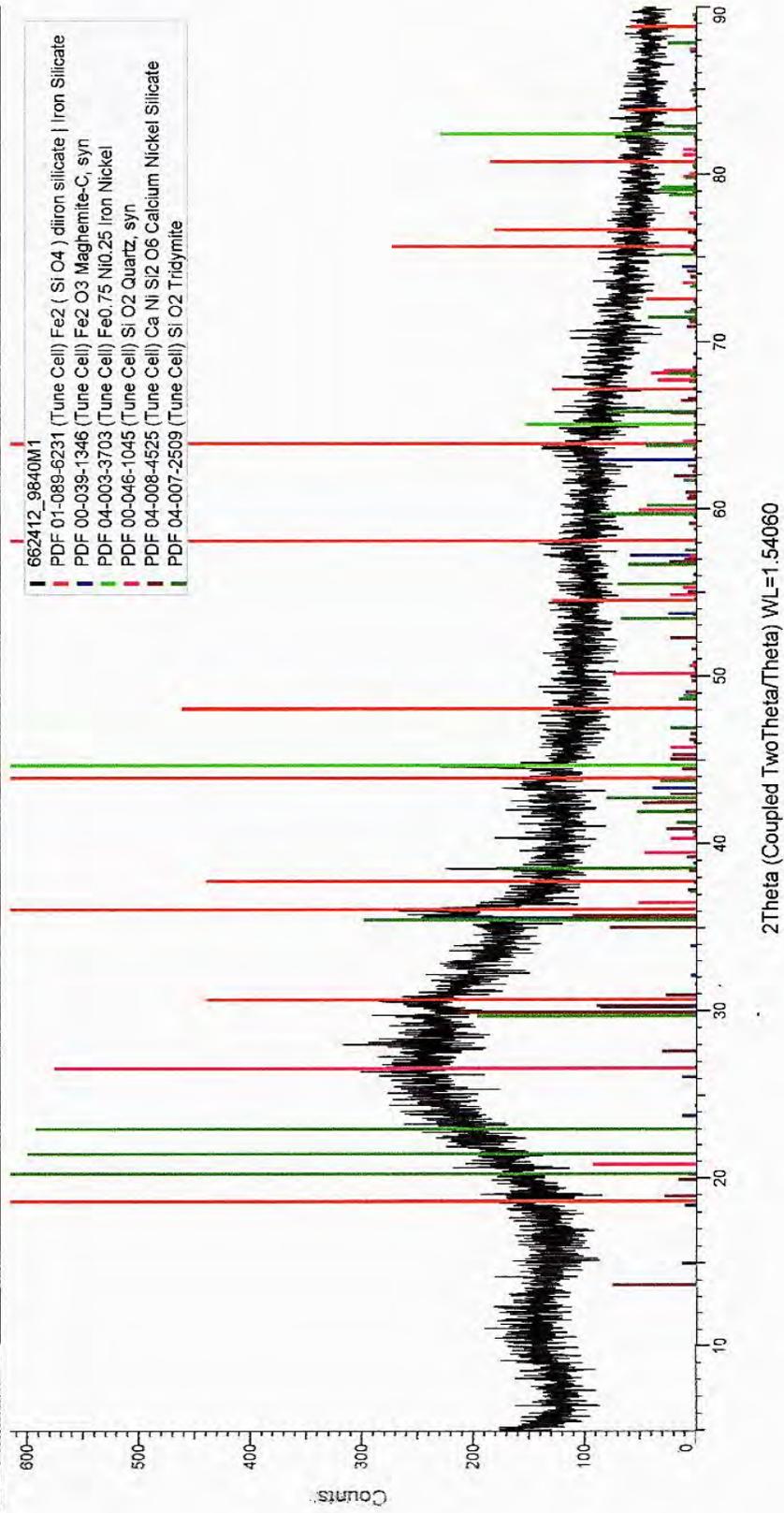


Figura 21. Difractograma del polvo de escoria.

## 4.2 Pruebas de lixiviación.

A partir de la lectura del extracto lixiviado por medio de espectroscopía de absorción atómica, se obtuvieron las siguientes concentraciones de los elementos: hierro, cobre, níquel, cobalto y cromo:

**Tabla 8. Concentración de Hierro presente en los extractos.**

N° Experimento	Concentración de Fe (ppm)		
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>1</b>	5.40	22.20	8.50
<b>2</b>	33.80	10.00	7.10
<b>3</b>	12.90	18.40	25.50
<b>4</b>	69.00	98.60	183.20
<b>5</b>	9.00	18.60	14.60
<b>6</b>	25.80	103.40	39.50
<b>7</b>	22.60	18.80	23.80
<b>8</b>	51.60	110.40	345.00

Nota: La lectura de Fe en el experimento 4 en HCl, se hizo a dilución 1:50. La lectura en los experimentos 4 y 8 para HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, se hizo a dilución 1:100 de la dilución anterior. La concentración mostrada en esos casos es resultado del cálculo estimativo de la concentración en el extracto.

**Tabla 9. Concentración de Cobre presente en los extractos.**

<b>Concentración de Cu (ppm)</b>			
<b>Nº Experimento</b>	<b>HCl</b>	<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>
<b>1</b>	0.10	1.40	0.10
<b>2</b>	0.20	3.20	0.30
<b>3</b>	0.10	1.60	0.20
<b>4</b>	0.30	3.20	0.00
<b>5</b>	0.10	1.60	0.30
<b>6</b>	0.30	2.90	0.10
<b>7</b>	0.30	1.90	0.40
<b>8</b>	0.50	3.90	0.30

**Tabla 10. Concentración de Níquel presente en los extractos.**

<b>Concentración de Ni (ppm)</b>			
<b>Nº Experimento</b>	<b>HCl</b>	<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>
<b>1</b>	0.50	2.70	0.80
<b>2</b>	1.70	6.90	2.90
<b>3</b>	0.80	3.00	2.00
<b>4</b>	1.90	6.60	1.50
<b>5</b>	0.60	3.50	1.20
<b>6</b>	1.60	7.60	2.60
<b>7</b>	2.10	4.60	3.80
<b>8</b>	3.00	11.00	4.70

**Tabla 11. Concentración de Cromo presente en los extractos.**

<b>Concentración de Cr (ppm)</b>			
<b>Nº Experimento</b>	<b>HCl</b>	<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>
<b>1</b>	10.90	6.60	10.30
<b>2</b>	3.20	0.00	5.00
<b>3</b>	7.80	4.30	12.60
<b>4</b>	4.30	2.90	5.30
<b>5</b>	7.40	5.20	16.80
<b>6</b>	2.50	2.60	3.20
<b>7</b>	9.90	3.90	13.30
<b>8</b>	0.30	2.40	5.70

**Tabla 12. Concentración de Cobalto presente en los extractos.**

<b>Concentración de Co (ppm)</b>			
<b>Nº Experimento</b>	<b>HCl</b>	<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>
<b>1</b>	0.00	0.20	0.00
<b>2</b>	0.40	0.40	0.50
<b>3</b>	0.00	0.00	0.00
<b>4</b>	0.00	0.40	0.00
<b>5</b>	0.00	0.00	0.00
<b>6</b>	0.40	0.40	0.00
<b>7</b>	0.20	0.00	0.00
<b>8</b>	0.00	0.50	0.00

A partir de las lecturas de concentración de los elementos en el extracto, se realizaron las siguientes gráficas. Las cuales muestran con mayor claridad el efecto de la combinación de factores. Se presentan tres gráficos por elemento, de acuerdo a los tres ácidos empleados en la experimentación.

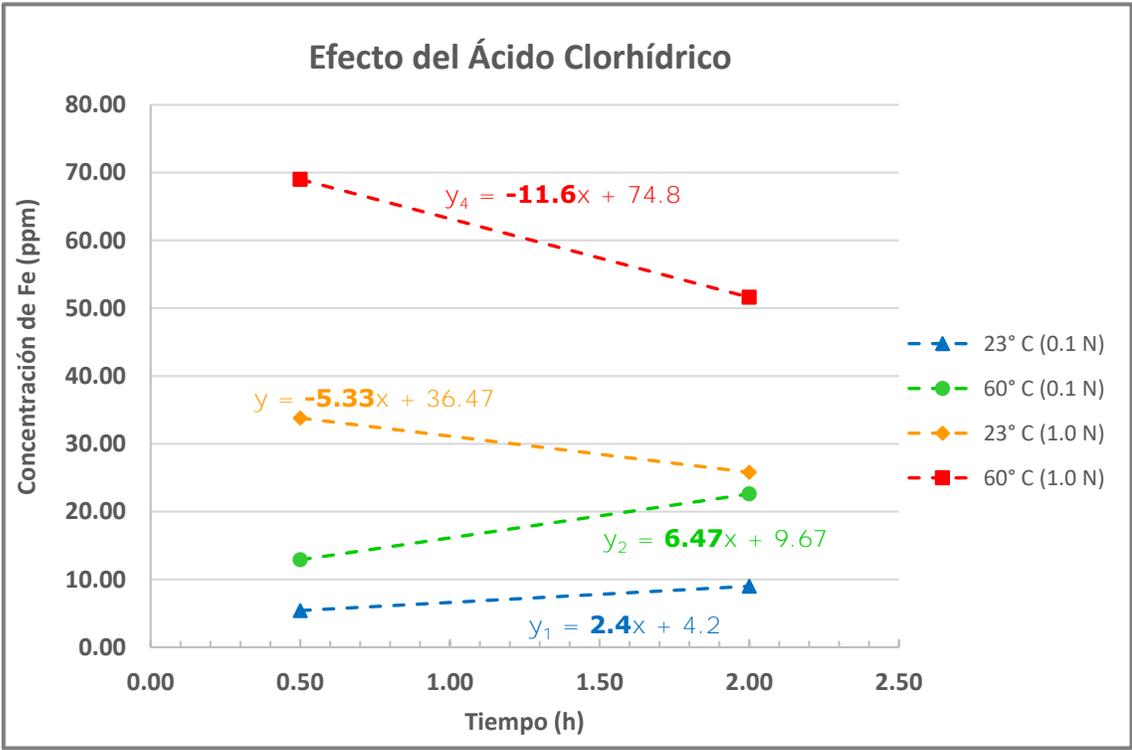


Figura 22. Efecto del HCl en la extracción de Fe.

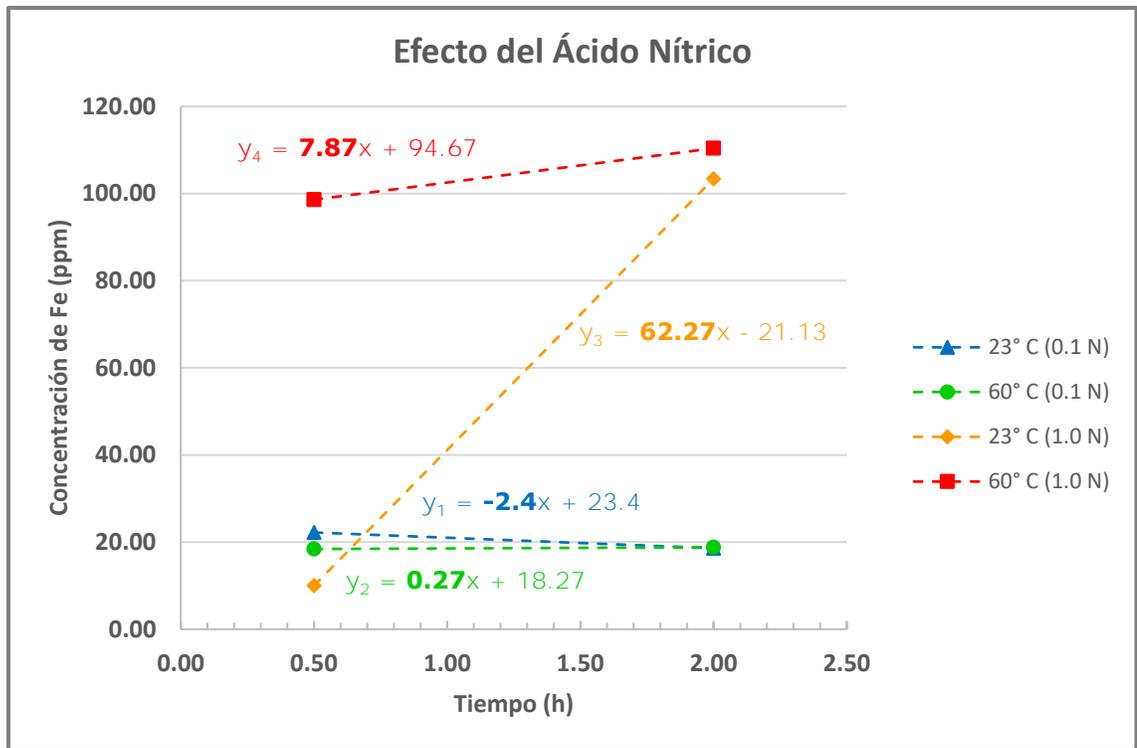


Figura 23. Efecto del HNO<sub>3</sub> en la extracción de Fe.

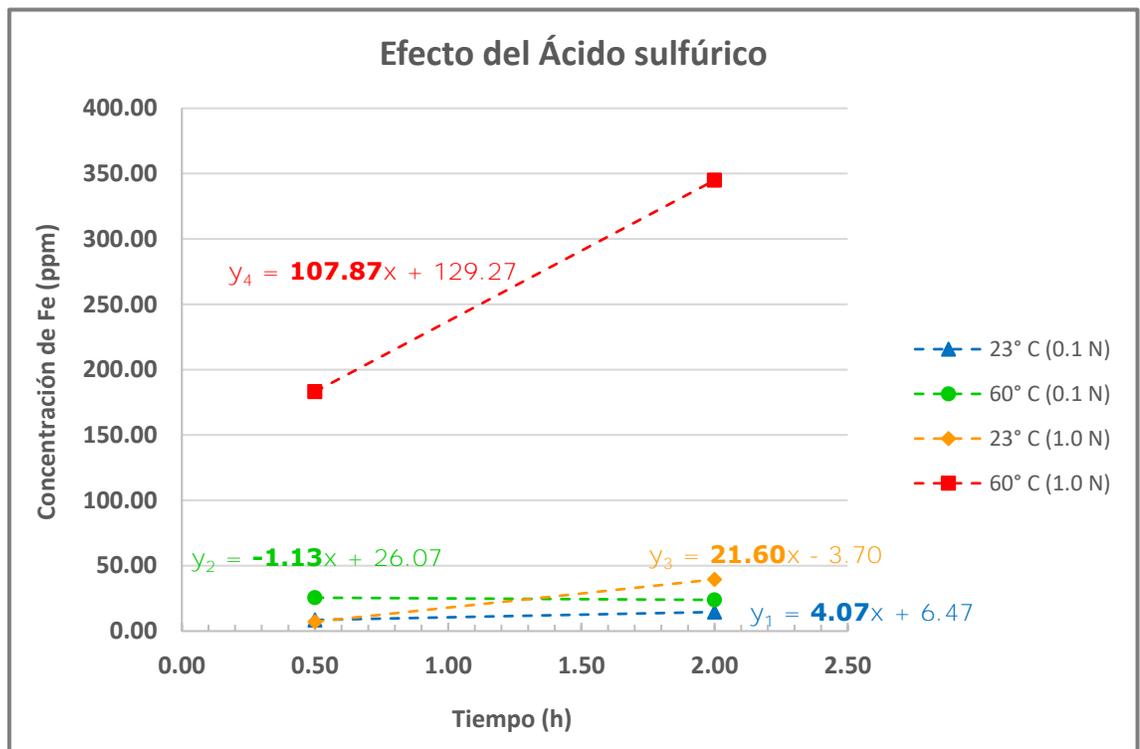


Figura 24. Efecto del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la extracción del Fe.

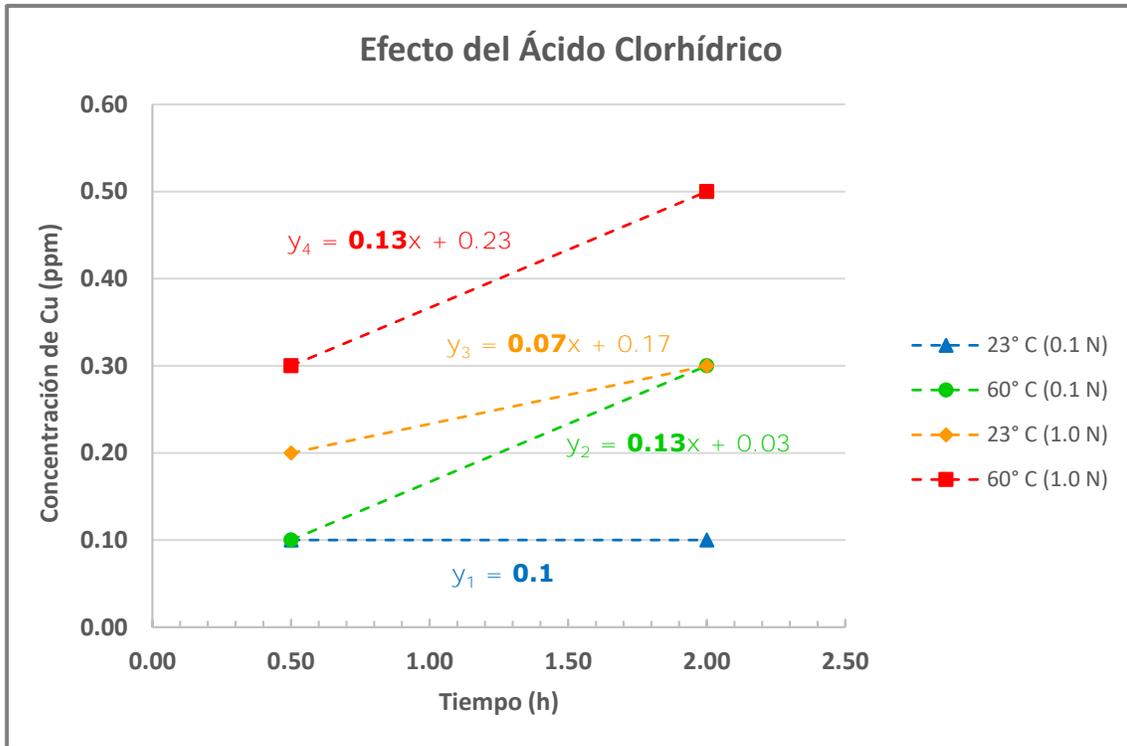


Figura 25. Efecto del HCl en la extracción de Cu.

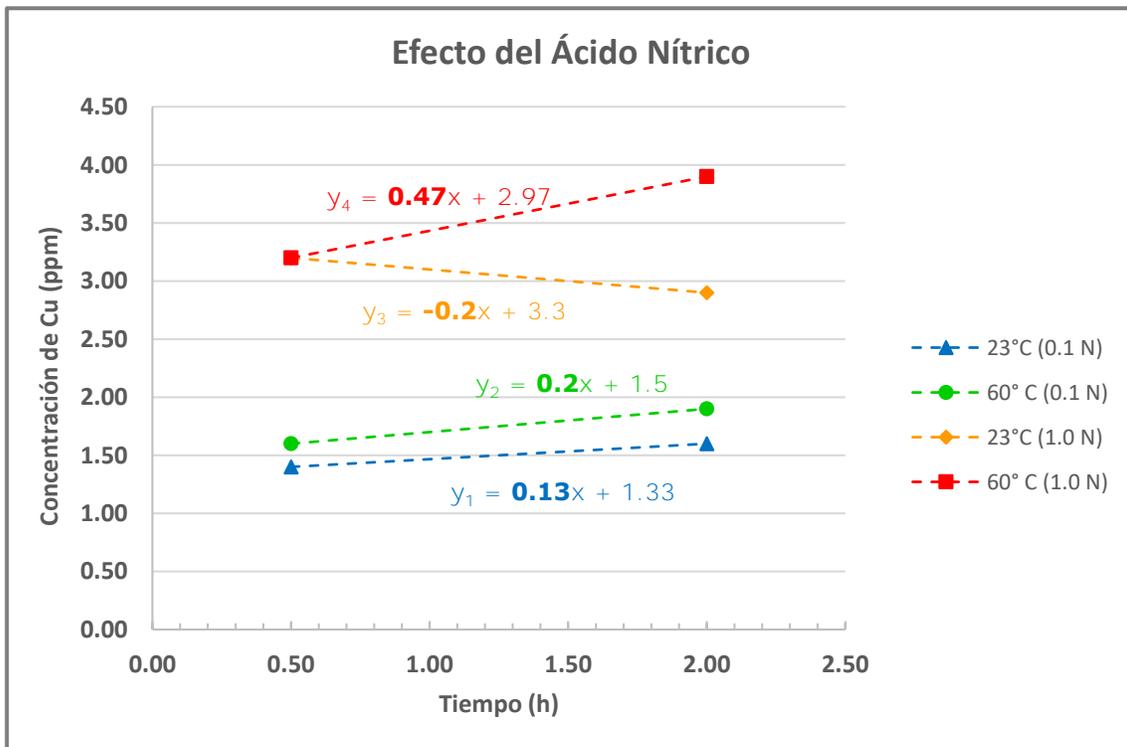


Figura 26. Efecto del HNO<sub>3</sub> en la extracción de Cu.

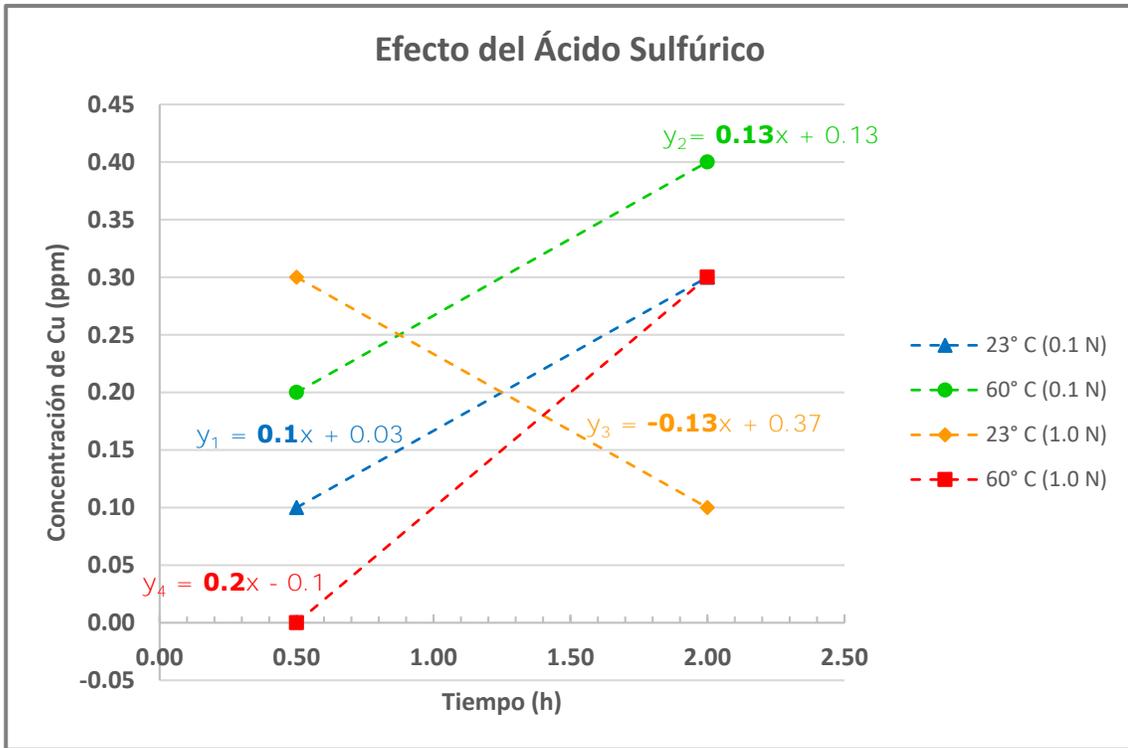


Figura 27. Efecto del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la extracción de Cu.

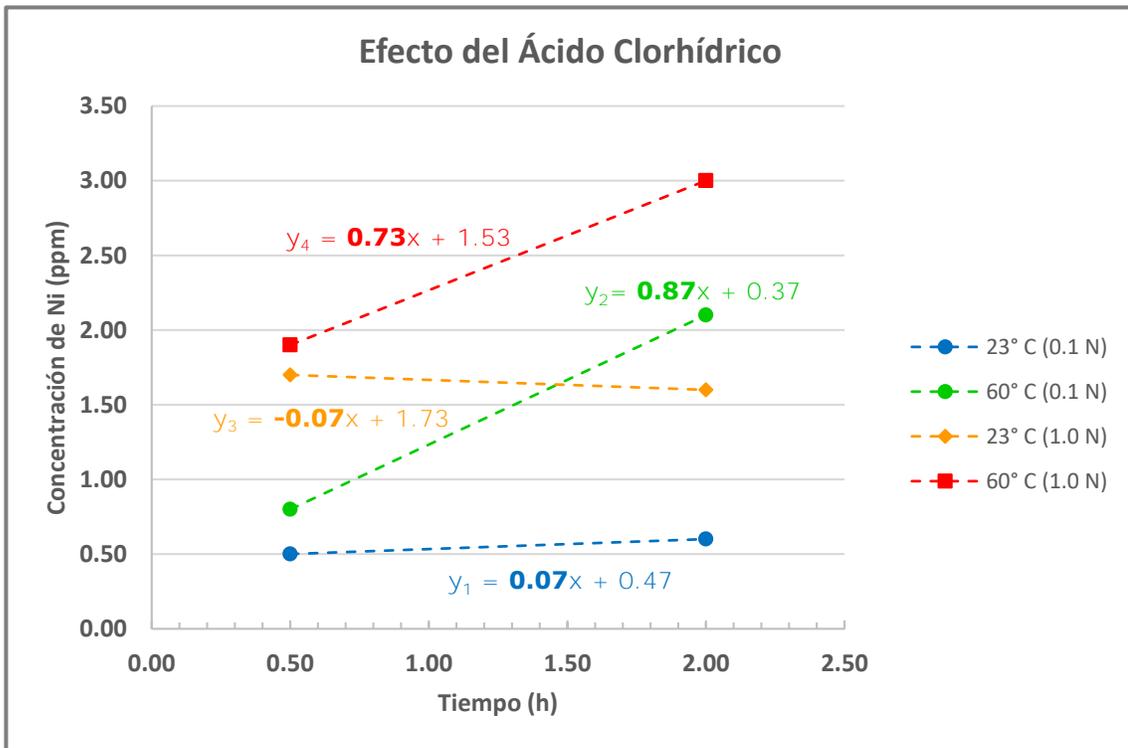


Figura 28. Efecto del HCl en la extracción de Ni.

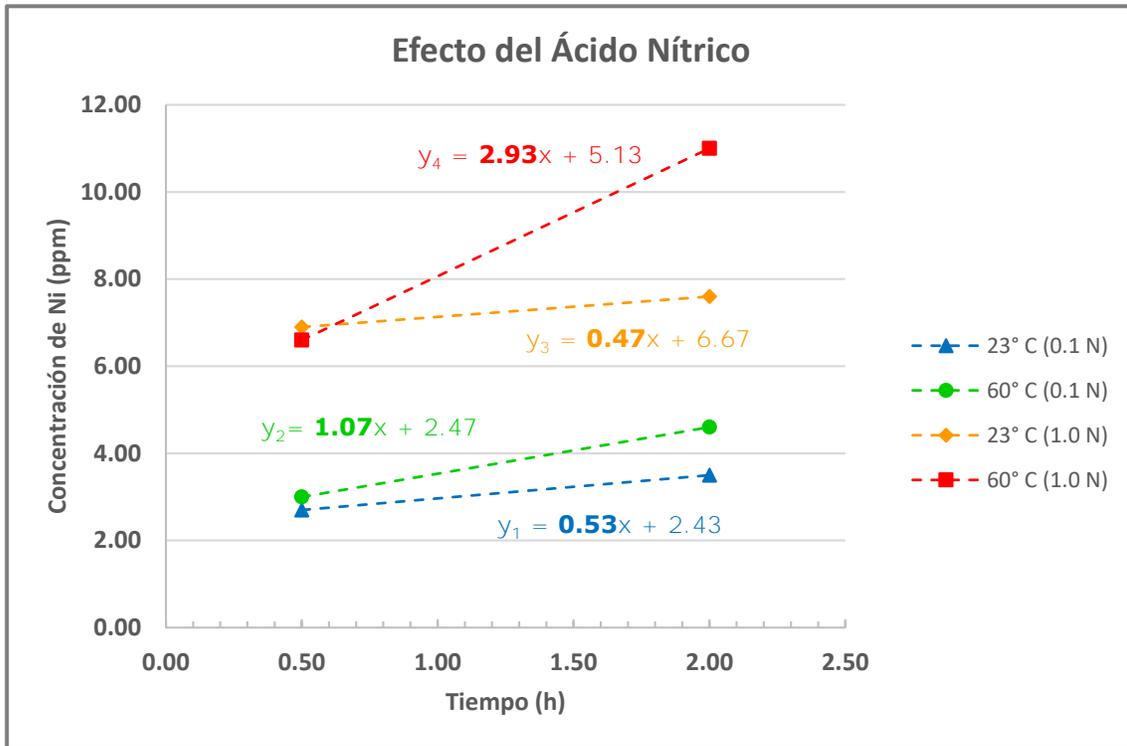


Figura 29. Efecto del HNO<sub>3</sub> en la extracción de Ni.

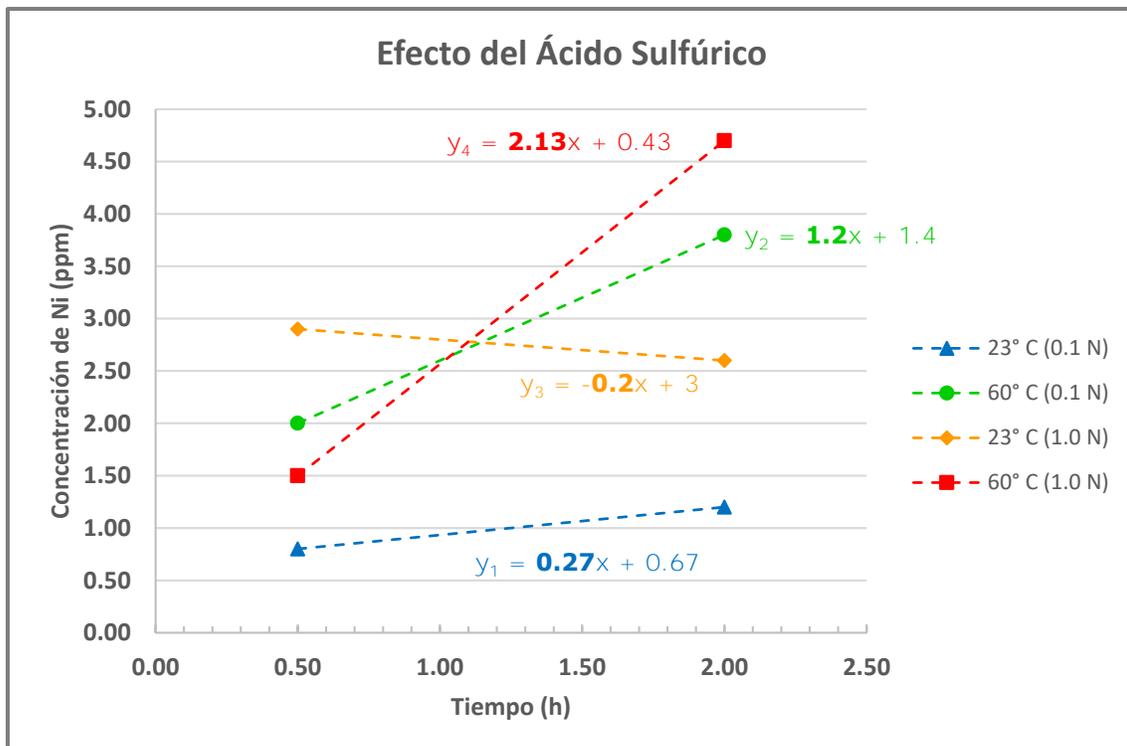


Figura 30. Efecto del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la extracción de Ni.

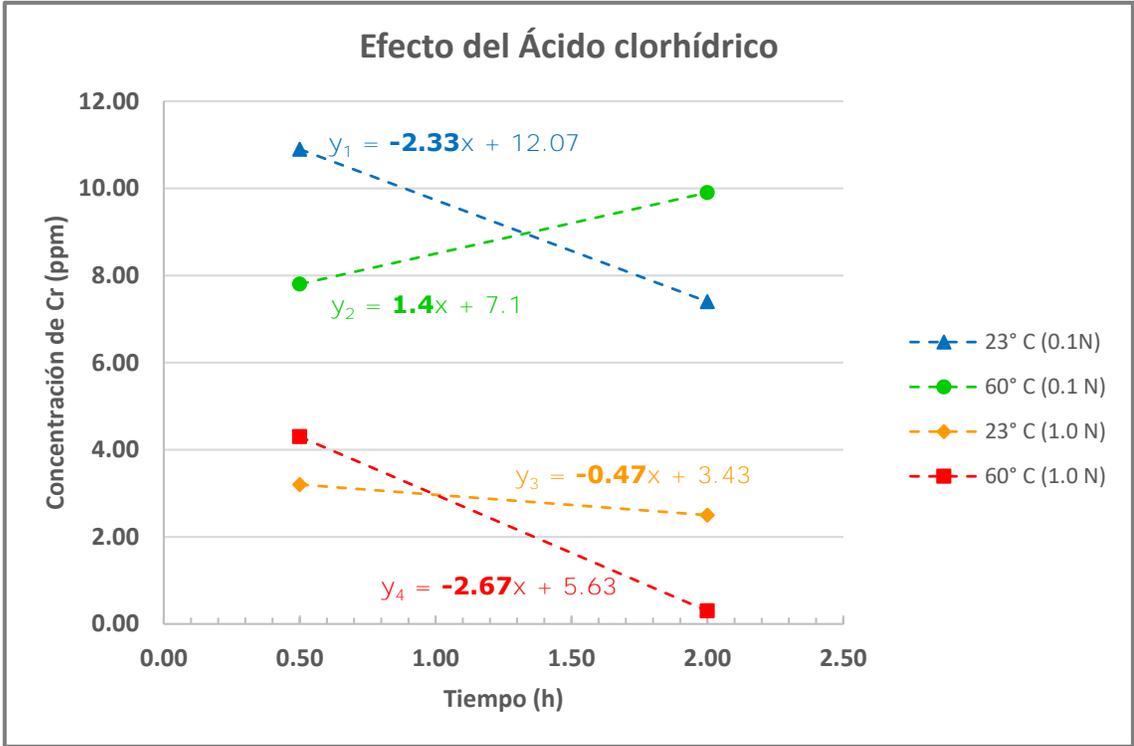


Figura 31. Efecto del HCl en la extracción de Cr.

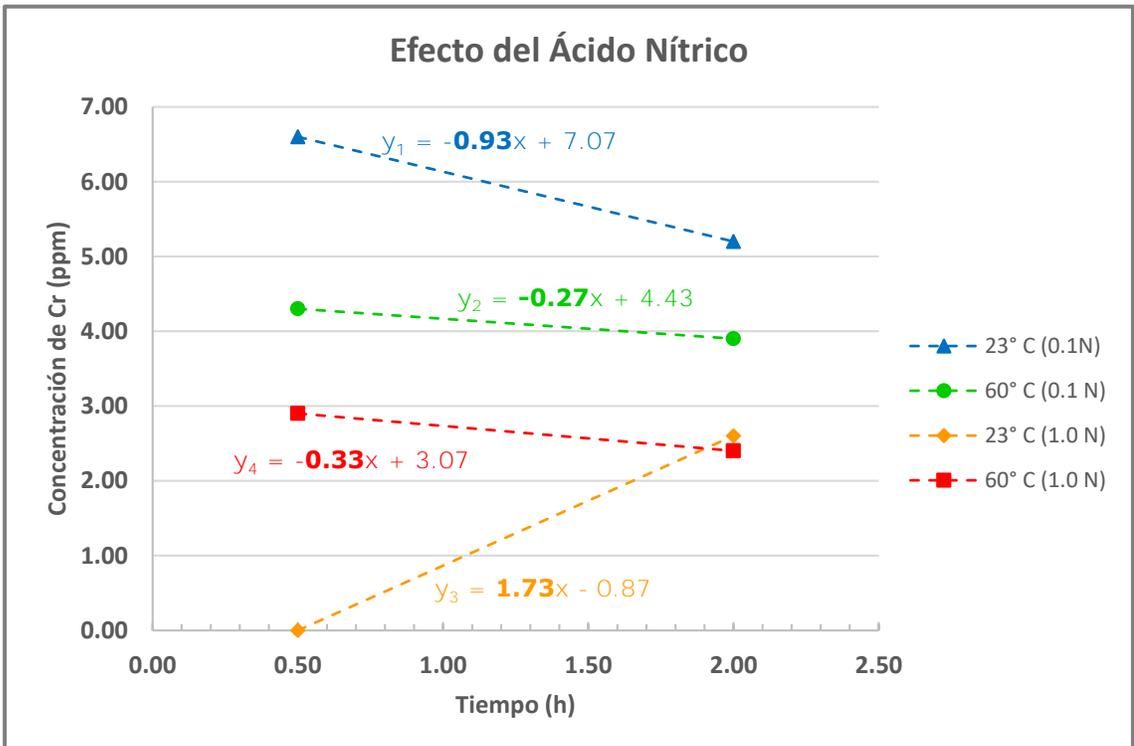


Figura 32. Efecto del HNO<sub>3</sub> en la extracción de Cr.

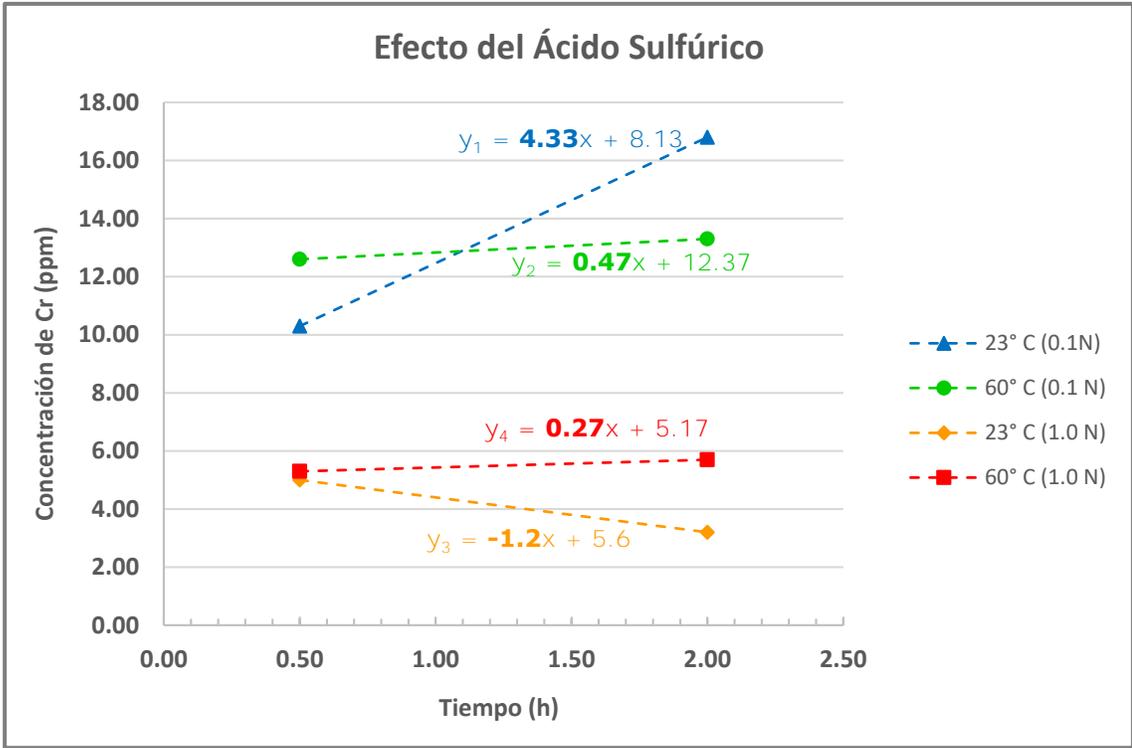


Figura 33. Efecto del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la extracción de Cr.

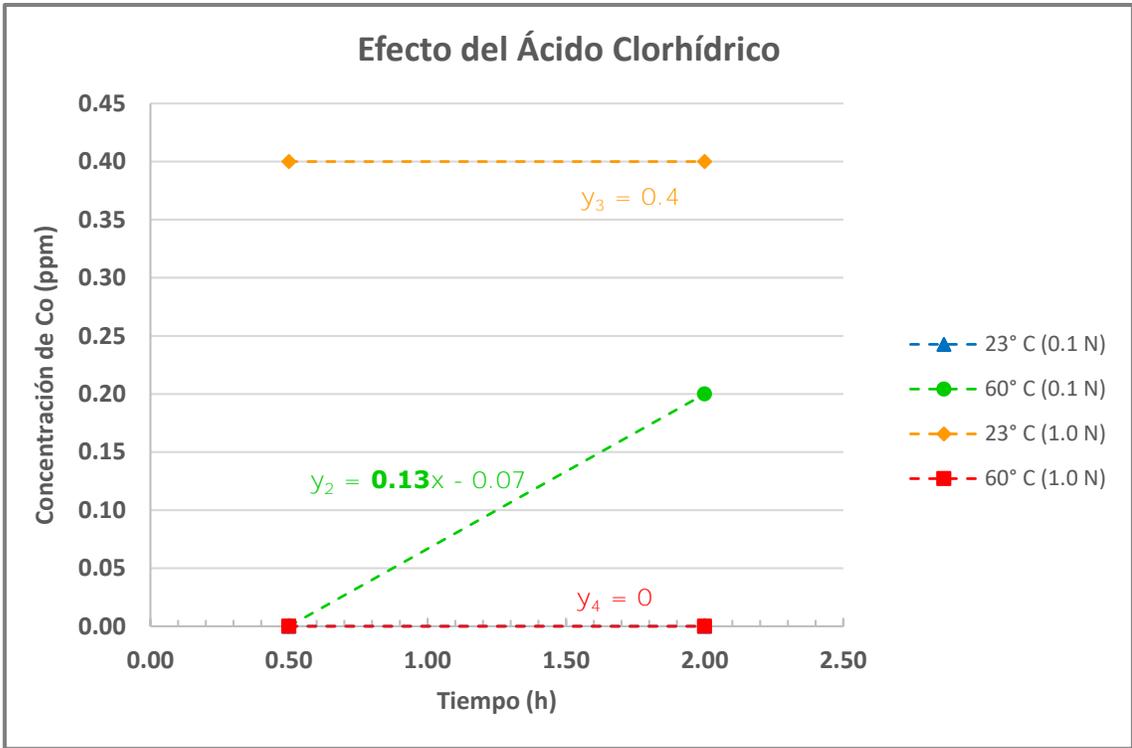


Figura 34. Efecto del HCl en la extracción de Co.

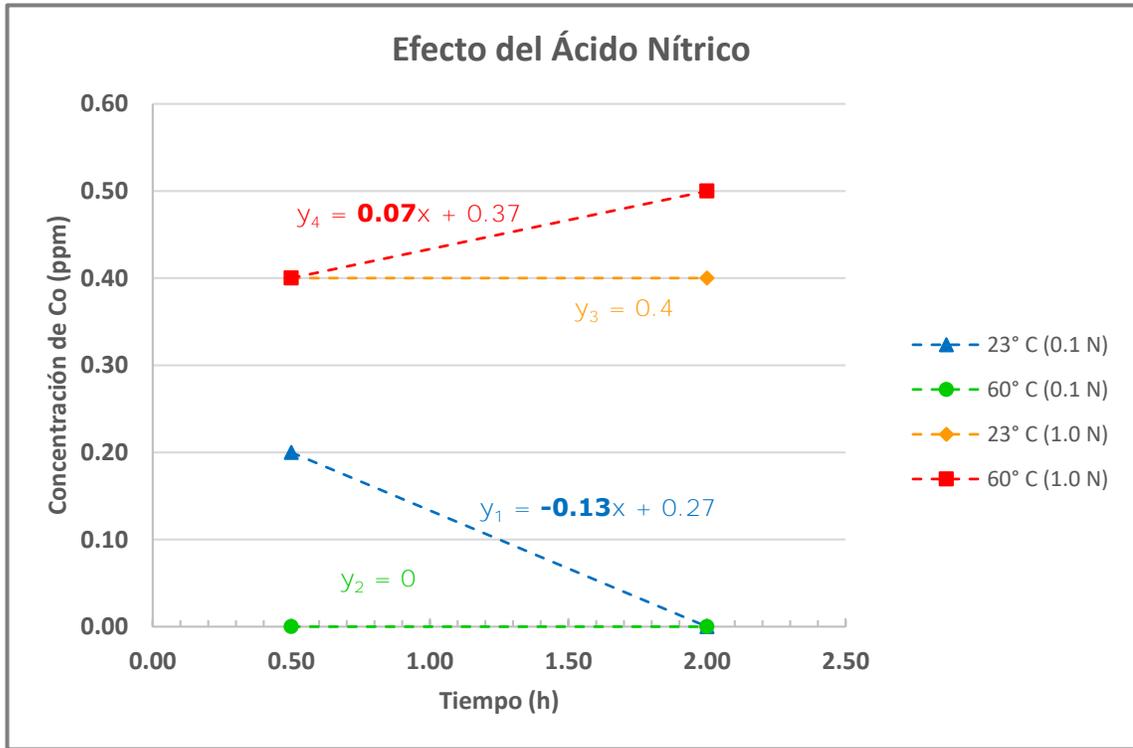


Figura 35. Efecto del HNO<sub>3</sub> en la extracción de Co.

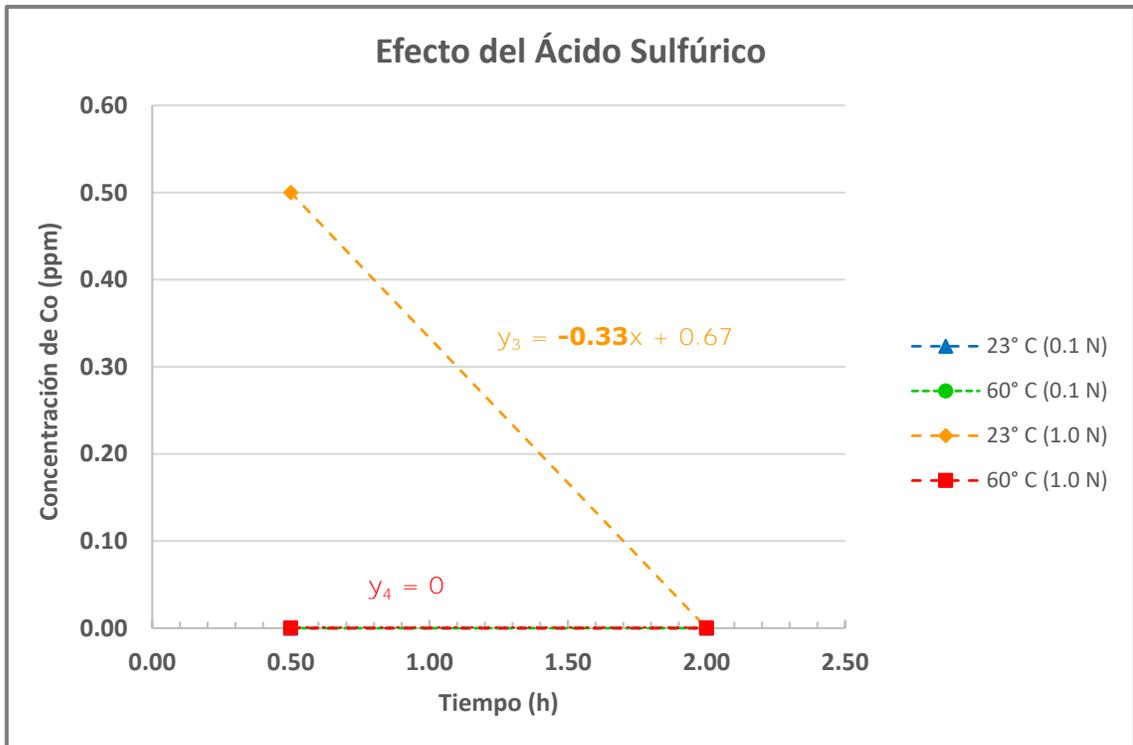


Figura 36. Efecto del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la extracción del Co.

Para la interpretación de los resultados, el método factorial  $2^k$  permite conocer el efecto de cada factor dentro del experimento. El número de respuestas que se pueden obtener es igual al número de experimentos realizados.

Estas respuestas son: El valor medio (promedio), que indica alrededor de qué valor han variado las respuestas. Los efectos principales (tiempo, Temperatura y Concentración), que miden cómo afecta cada factor a la respuesta. Los efectos de interacción entre dos factores (t x T, t x C y T x C) que miden la influencia que tiene una combinación de factores en la respuesta. Finalmente el efecto de interacción de los tres factores (t x T x C), el cual indica en qué grado el efecto de un factor depende del valor combinado de los otros dos factores (Ferré, 2004).

El cálculo de los efectos se realiza a partir del resultado de cada experimento, es decir de la concentración de los elementos Fe, Cu, Ni, Cr y Co, presentes en el extracto de cada ácido. Tales cálculos se realizaron como se muestra en la tabla 13.

**Tabla 13. Cálculo de los efectos de los factores.**

Efecto	Cálculo
<b>Promedio</b>	$= \frac{(+E_1 + E_2 + E_3 + E_4 + E_5 + E_6 + E_7 + E_8)}{8}$
<b>Concentración</b>	$= \frac{(-E_1 + E_2 - E_3 + E_4 - E_5 + E_6 - E_7 + E_8)}{4}$
<b>Temperatura</b>	$= \frac{(-E_1 - E_2 + E_3 + E_4 - E_5 - E_6 + E_7 + E_8)}{4}$
<b>tiempo</b>	$= \frac{(-E_1 - E_2 - E_3 - E_4 + E_5 + E_6 + E_7 + E_8)}{4}$
<b>C x T</b>	$= \frac{(+E_1 - E_2 - E_3 + E_4 + E_5 - E_6 - E_7 + E_8)}{4}$
<b>C x t</b>	$= \frac{(+E_1 - E_2 + E_3 - E_4 - E_5 + E_6 - E_7 + E_8)}{4}$
<b>T x t</b>	$= \frac{(+E_1 + E_2 - E_3 - E_4 - E_5 - E_6 + E_7 + E_8)}{4}$
<b>C x T x t</b>	$= \frac{(-E_1 + E_2 + E_3 - E_4 + E_5 - E_6 - E_7 + E_8)}{4}$

Donde:  $E_x$  Experimento, el subíndice indica el número del experimento.

A partir de la tabla 14 hasta la tabla 18, se presenta el resultado del cálculo del efecto que produce cada factor. Mientras que desde la figura 37 a la 41, se muestran las gráficas con la representación de los valores de los efectos.

**Tabla 14. Efecto de los factores en la extracción de Hierro.**

Valor del efecto			
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Promedio</b>	25.54	50.05	80.90
<b>Concentración</b>	26.13	61.10	125.60
<b>Temperatura tiempo</b>	14.08	23.00	126.95
<b>C x T</b>	-9.48	25.50	49.65
<b>C x t</b>	3.53	24.80	113.85
<b>T x t</b>	-16.13	27.10	47.45
<b>C x T x t</b>	-7.28	-19.40	30.40
	-10.33	-21.40	34.30

**Tabla 15. Efecto de los factores en la lixiviación de Cobre.**

Valor del efecto			
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Promedio</b>	0.24	2.46	0.21
<b>Concentración</b>	0.18	1.68	-0.08
<b>Temperatura tiempo</b>	0.13	0.38	0.03
<b>C x T</b>	0.13	0.23	0.13
<b>C x t</b>	0.03	0.13	-0.08
<b>T x t</b>	0.03	-0.03	-0.08
<b>C x T x t</b>	0.08	0.28	0.13
	-0.03	0.23	0.13

**Tabla 16. Efecto de los factores en la lixiviación de Níquel.**

Valor del efecto			
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Promedio</b>	1.53	5.74	2.44
<b>Concentración</b>	1.05	4.58	0.98
<b>Temperatura</b>	0.85	1.13	1.13
<b>tiempo</b>	0.60	1.88	1.28
<b>C x T</b>	-0.05	0.43	-0.78
<b>C x t</b>	-0.10	0.68	0.18
<b>T x t</b>	0.60	1.13	1.23
<b>C x T x t</b>	0.00	0.73	0.53

**Tabla 17. Efecto de los factores en la lixiviación de Cromo.**

Valor del efecto			
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Promedio</b>	5.79	3.49	9.03
<b>Concentración</b>	-6.43	-3.03	-8.45
<b>Temperatura</b>	-0.43	-0.23	0.40
<b>tiempo</b>	-1.53	0.08	1.45
<b>C x T</b>	-0.13	1.58	1.00
<b>C x t</b>	-0.83	0.98	-2.15
<b>T x t</b>	0.58	-0.53	-0.90
<b>C x T x t</b>	-2.23	-1.03	2.00

**Tabla 18. Efecto de los factores en la lixiviación de Cobalto.**

Valor del efecto			
	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Promedio</b>	0.13	0.24	0.06
<b>Concentración</b>	0.15	0.38	0.13
<b>Temperatura</b>	-0.15	-0.03	-0.13
<b>tiempo</b>	0.05	-0.03	-0.13
<b>C x T</b>	-0.25	0.08	-0.13
<b>C x t</b>	-0.05	0.08	-0.13
<b>T x t</b>	0.05	0.08	0.13
<b>C x T x t</b>	-0.05	-0.03	0.13

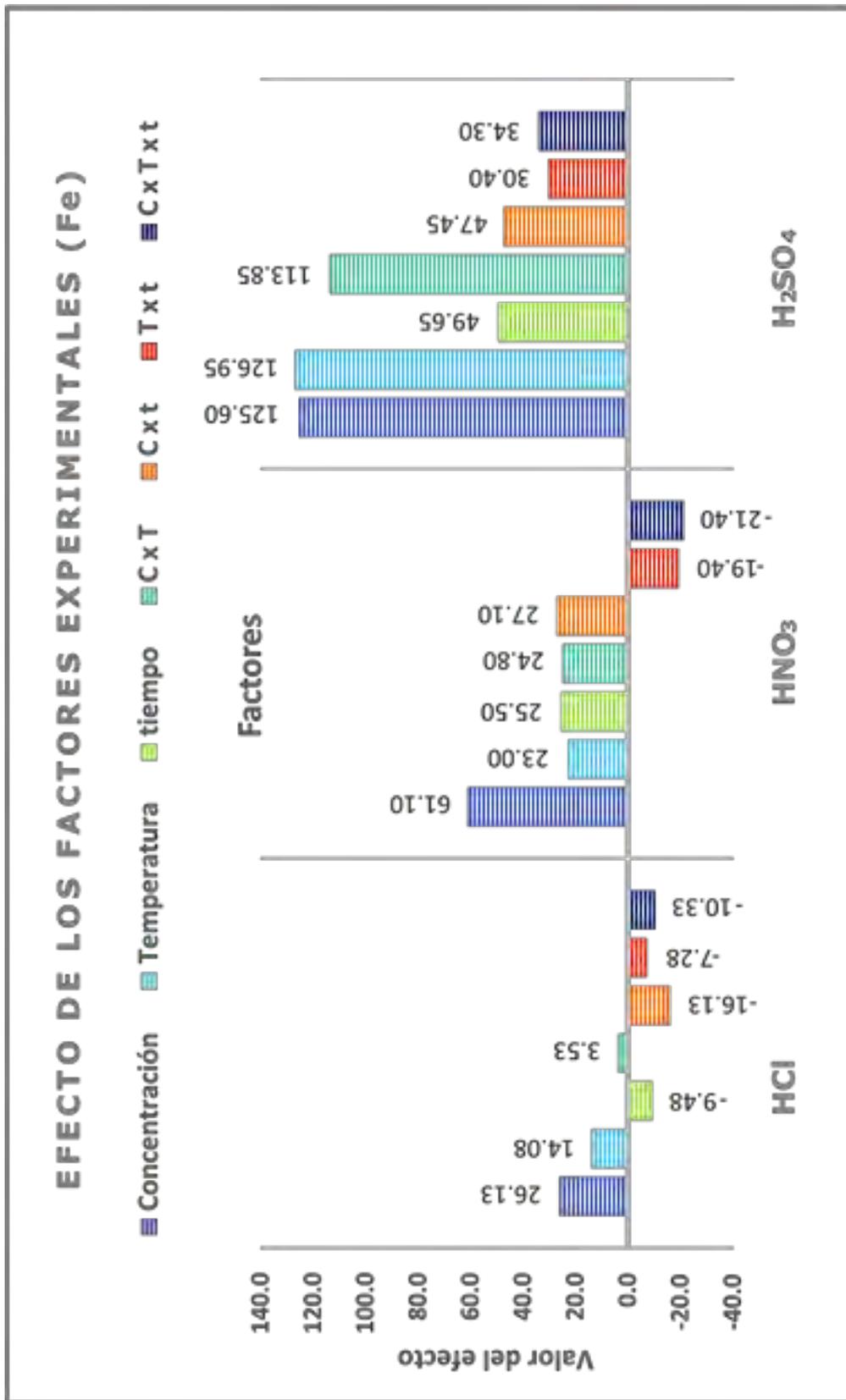


Figura 37. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Fe.

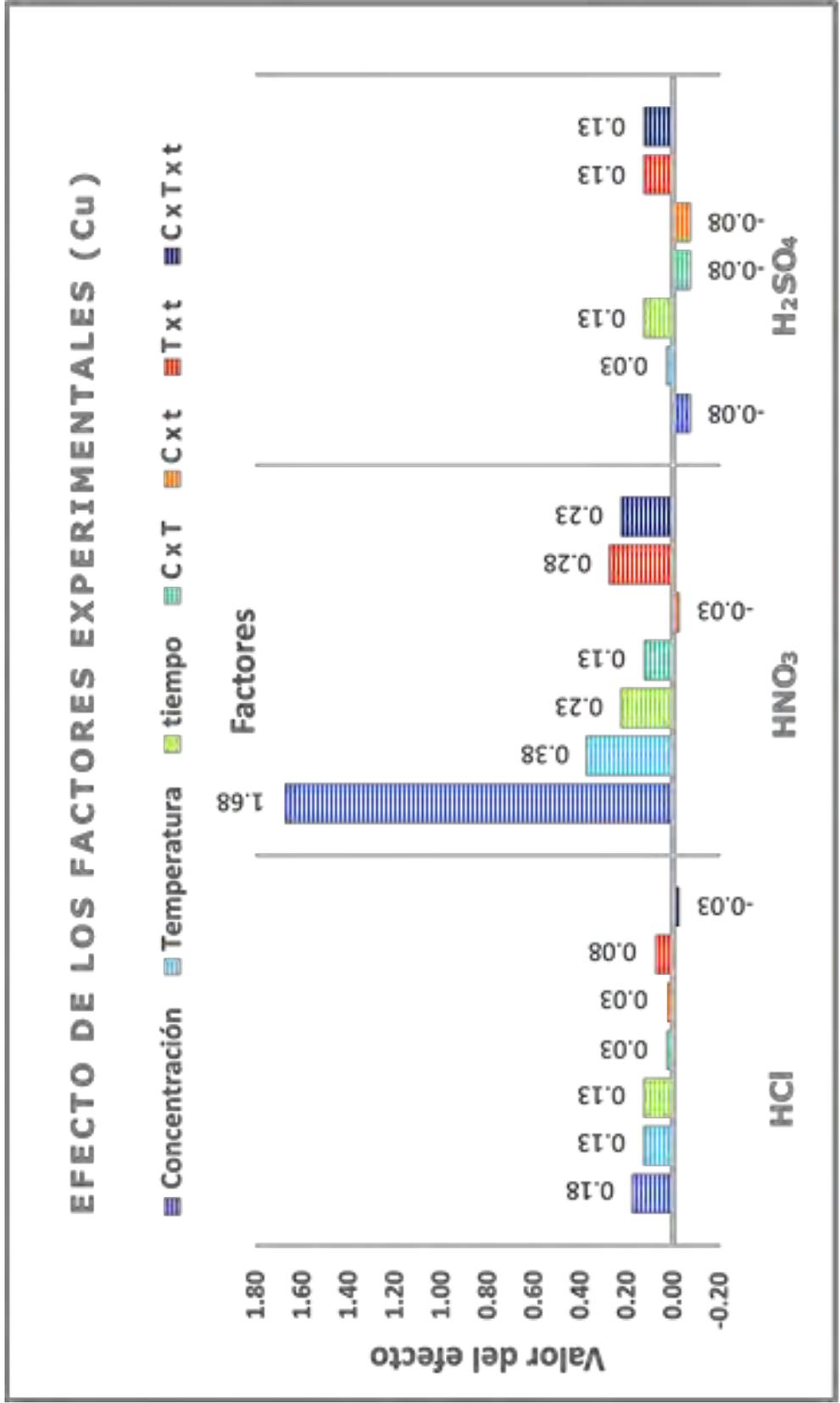


Figura 38. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Cu.

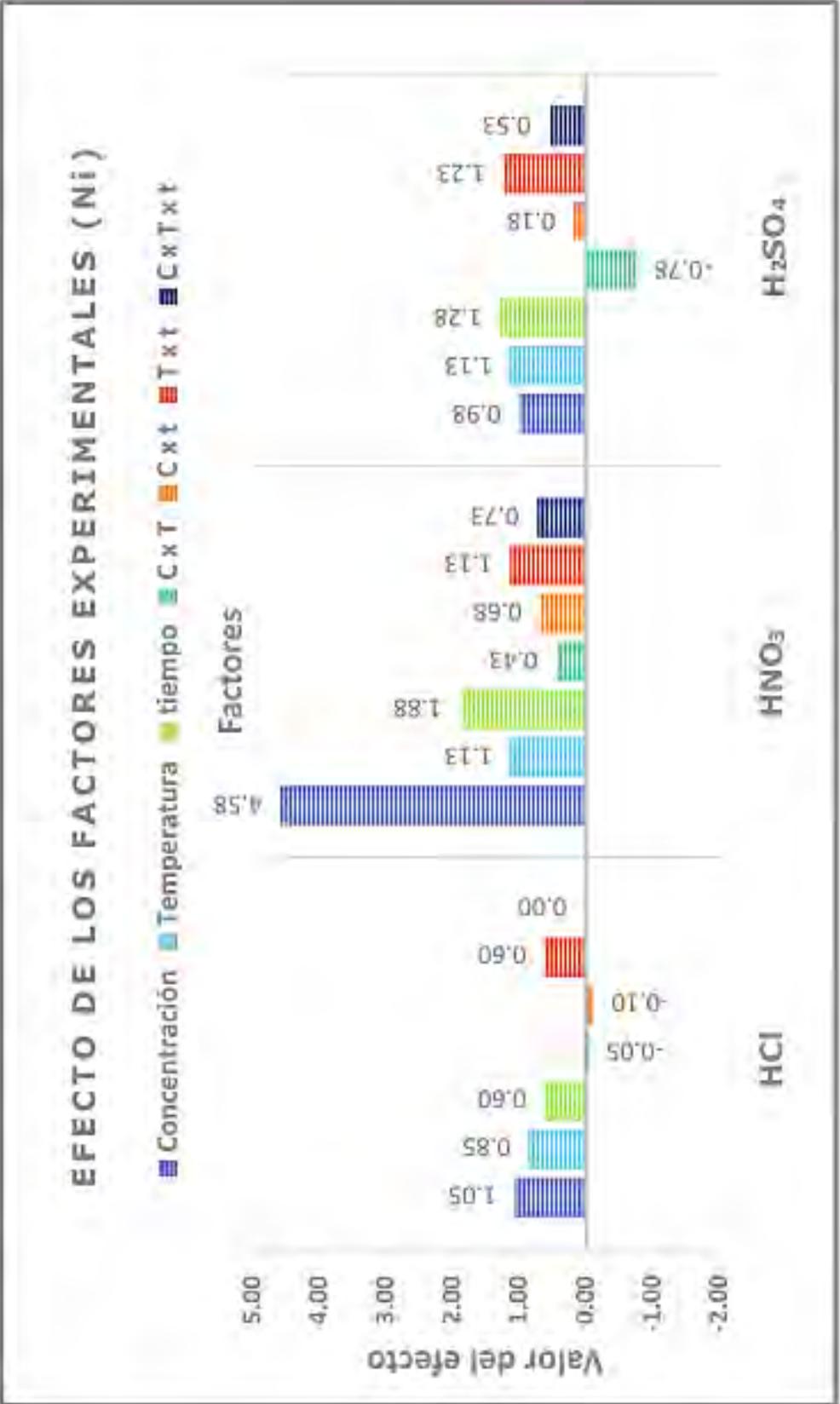


Figura 39. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Ni.

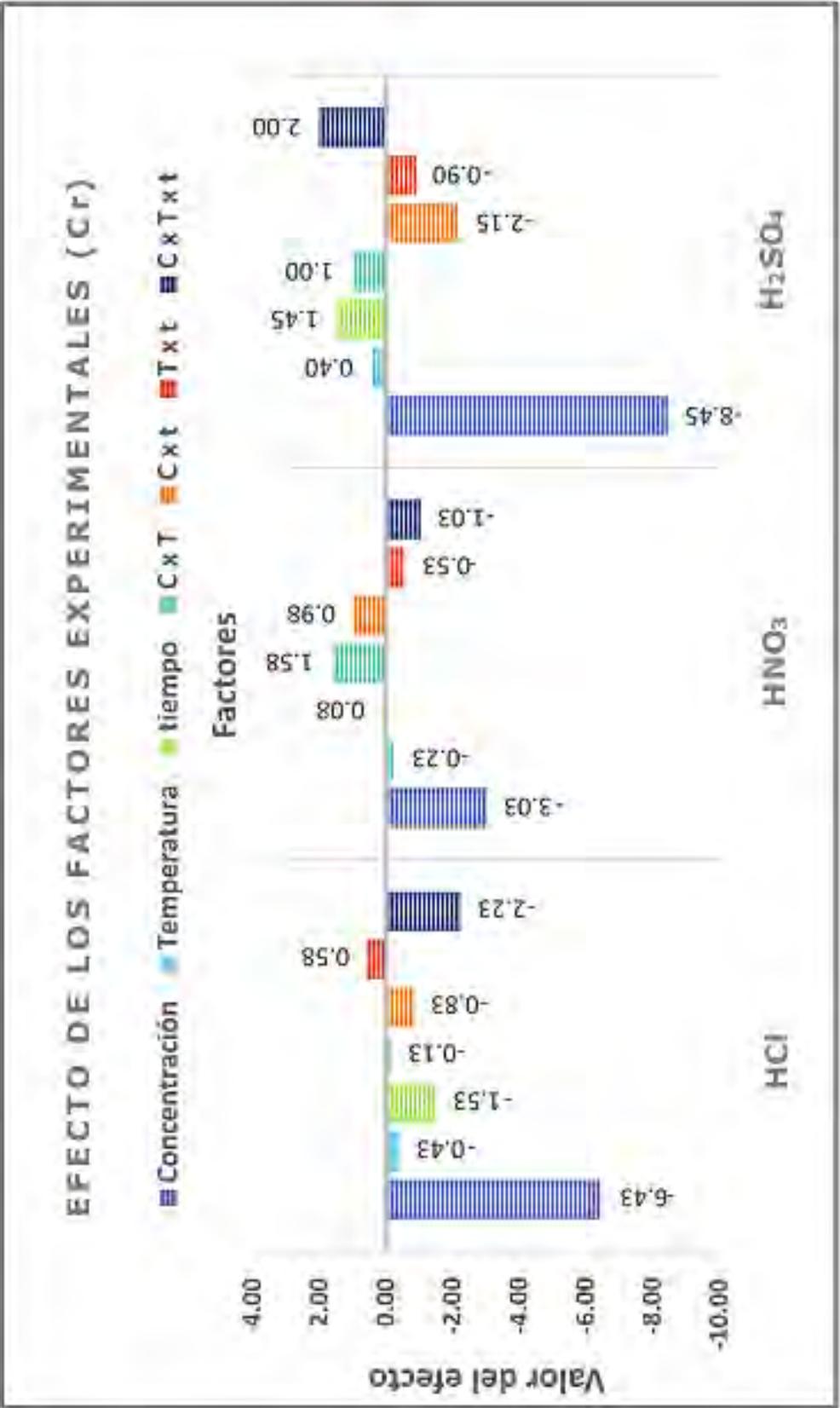


Figura 40. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Cr.

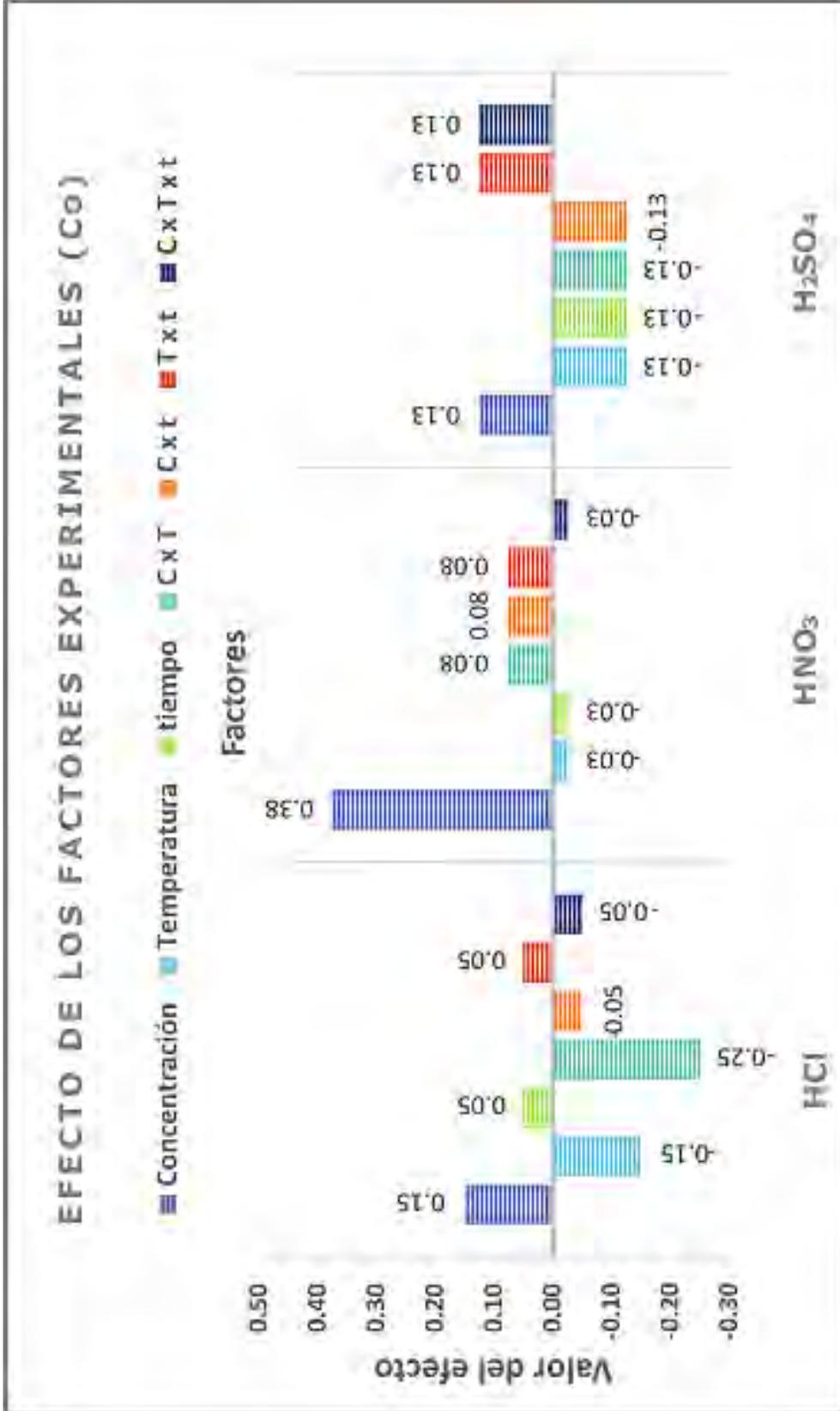


Figura 41. Gráfica, Efecto de los factores en la extracción de Co.

## Capítulo V. Análisis de Resultados

En la Figura 21, se presenta el difractograma resultante del análisis de la muestra de escoria por medio de difracción de rayos X. Este análisis se realizó con el objetivo de conocer la composición de las escorias.

En el difractograma se aprecia que los componentes presentes en mayor proporción son silicatos y óxidos de hierro. Específicamente los compuestos  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Fe}_2(\text{SiO}_4)$ . Además, aparece un contenido mínimo de silicato de níquel.

Es de notar que, en el difractograma no se revelaron óxidos de cromo, manganeso o de molibdeno, compuestos que fueron solicitados en el análisis. También que, en la parte inferior del difractograma se observa un patrón de líneas conjuntas negras, que se atribuye a ruido en la lectura debido a la morfología de la muestra.

En cuanto a las pruebas de lixiviación y el tratamiento de estos resultados, se realizó el análisis conforme a las 3 gráficas correspondientes a cada ácido y para cada elemento (véanse figuras 22 a 36), seguido de la interpretación del cálculo del efecto (véase tablas 14 a 18) que produce cada factor en la extracción del elemento en cuestión.

### a. Hierro.

En la figura 22 se muestra la gráfica que presenta el efecto del ácido clorhídrico en la extracción de hierro. En ésta gráfica, se expone que tanto en  $y_1$  como en  $y_2$  existe un aumento de la concentración de hierro conforme el tiempo aumenta y sucede con una rapidez de **2.4** y **6.47** ppm/h, respectivamente. Por otro lado en  $y_3$  y  $y_4$ , se exhibe un comportamiento negativo, en el que la concentración del hierro disminuye en el mayor tiempo. Esto se adjudica a que el aumento en la

concentración de éste ácido, no favorece la lixiviación en tiempos prolongados.

En relación con la tabla 14, efecto de los factores en la lixiviación de hierro, así como a la figura 37; se comprueba que la concentración de la solución de ácido clorhídrico, ejerce la principal influencia en el experimento. Como se mencionó, el ácido en baja concentración favorece la extracción, mientras que a alta concentración el efecto resulta negativo. El segundo factor que interviene en la respuesta experimental es la temperatura, tal valor se demuestra en la figura 22. En consecuencia, la combinación de ambos factores proporciona el tercer efecto de valor considerable en ésta serie de experimentos.

En la figura 23, se presenta el efecto del ácido nítrico en la lixiviación de hierro. En esta gráfica se observa que las rectas  $y_2$ ,  $y_3$  y  $y_4$ , tienen un comportamiento positivo. La mayor rapidez de extracción asciende a **62.27** ppm/h y se presenta en la recta  $y_3$ . Además, las condiciones en  $y_4$  fomentaron la extracción del hierro desde el tiempo mínimo, obteniéndose concentraciones superiores a las 100 ppm.

En éste medio, la temperatura y concentración mínimas, no propiciaron la extracción de hierro, como se presenta en  $y_1$ .

Asociando esto con la figura 37 en la sección de ácido nítrico, se observa que la respuesta experimental, fue influenciada primordialmente por la concentración del ácido y en segundo lugar por la combinación de la concentración con la temperatura.

En la figura 24 se presenta el efecto del ácido sulfúrico en la extracción del hierro. A partir de ésta, se puede resumir que los niveles máximos de concentración de ácido y temperatura fomentaron la extracción del elemento, como se muestra en  $y_4$ . Además de que la rapidez de extracción

es la más elevada de toda la experimentación y ésta asciende a **107.87** ppm/h.

Comparativamente entre  $y_1$  y  $y_2$ , la temperatura y concentración del ácido, en el nivel mínimo, favorecieron la extracción como muestra  $y_1$ , mientras que elevar la temperatura causa el efecto contrario como en  $y_2$  se presenta.

Si se vinculan estos resultados con la sección correspondiente al ácido sulfúrico en la figura 37, se muestra que la temperatura es el principal factor influyente en la experimentación, seguido de la concentración del ácido. Además el efecto de la combinación de ambos factores también generó un alto valor, que se considera sobresaliente en los resultados experimentales.

## **b. Cobre.**

En la figura 25, se presenta la concentración de cobre con respecto al tiempo, para los 8 experimentos realizados en solución con ácido clorhídrico. De esta gráfica se resume que las condiciones mínimas de experimentación promueven una extracción de Cobre que se mantiene constante durante las 2 horas, este comportamiento puede observarse en la recta  $y_1$ , donde la máxima concentración alcanzada es de 0.1 ppm.

En cambio, para las rectas  $y_2$ ,  $y_3$  y  $y_4$ , se exhibe que el comportamiento al aumentar la temperatura a 60°C y la concentración del ácido a 1.0 N, favorece la extracción del cobre. Supuesto que se confirma al revisar que el efecto individual de la concentración máxima de ácido clorhídrico mostrado en la tabla 15, es el efecto de mayor valor,  $C= 0.18$ . Consecutivamente el efecto de la temperatura y el tiempo es un valor idéntico que asciende a 0.13. Esto también se puede observar en la figura 38, en la sección del ácido clorhídrico.

Es de notar que, la rapidez de extracción en las rectas  $y_2$  y  $y_4$  es idéntica y esta asciende a **0.13** ppm/h. Esta conducta indica que cuando la temperatura es de 60°C, se obtendrá la misma rapidez de extracción, aun cuando la concentración del ácido clorhídrico sea diferente.

Aunado a ello, se destaca la presencia de intersecciones entre la línea  $y_1$  y  $y_2$  al tiempo de 0.5 h y entre  $y_2$  y  $y_3$  al tiempo de 2 h. Las intersecciones implican que la combinación de factores experimentales en estos puntos conduce a la misma concentración de cobre en el extracto. Comportamiento que se comprende al revisar en la tabla 15, que el valor obtenido de  $C \times T$  y  $C \times t$ , es el mismo y asciende a 0.03.

Por otro lado, en la gráfica de la figura 38, se observa que el efecto de la interacción de los 3 factores experimentales,  $C \times T \times t = -0.03$ , es un valor negativo e inferior comparado con los valores de las interacciones de 2 factores y de los efectos principales, que se traduce en que la influencia de un factor bajo la combinación de los otros dos, no es significativa.

En la figura 26 se muestra la concentración de cobre con respecto al tiempo, para los 8 experimentos realizados en solución con ácido nítrico. Comparando cada par de rectas con la misma concentración de ácido, se observa que en la línea  $y_1$  de esta gráfica, la concentración de Cobre incrementa de 1.40 ppm a 1.60ppm a razón de **0.13** ppm/h. Mientras que en  $y_2$  se extrajo la misma concentración de 1.60 ppm al tiempo de media hora, concentración que asciende a 1.90 ppm a las 2 horas. La rapidez con la que esto ocurre es de **0.2** ppm/h. Conducta que da pauta para interpretar lo mostrado en la tabla 15, en la columna referente al ácido nítrico. Se muestra que la concentración como efecto individual, tiene el valor más alto de entre todos los efectos,  $C = 1.68$ . Sin embargo se debe considerar su efecto combinado con la temperatura ( $C \times T$ ), el cual asciende a 0.13, mostrado también en la figura 38, en la sección media de la gráfica.

En el caso de las líneas  $y_3$  y  $y_4$ , se repara en que se obtuvo la misma concentración de 3.20 ppm a un tiempo de media hora. Sin embargo las condiciones que representa la línea  $y_3$ , muestran que la concentración de cobre al tiempo máximo, disminuye a 2.90 ppm. Con ello se considera que las condiciones que  $y_3$ , representa, no favorecen la extracción de cobre. Mientras que en  $y_4$  la concentración aumenta hasta 3.90 ppm a las 2 horas, esto sucede a razón de **0.47** ppm/h.

Caso que se relaciona con el valor del efecto combinado de  $T \times t = 0.28$ , mostrado en la figura 38, el cual confirma que la temperatura y el tiempo tienen una mayor influencia en los resultados.

La figura 27 muestra el efecto del ácido sulfúrico en la extracción de cobre. El comportamiento de las líneas  $y_1$ ,  $y_2$  y  $y_4$  de esta gráfica manifiesta que al aumentar el tiempo de reacción, la concentración de cobre a su vez aumenta. Específicamente, las concentraciones más altas de cobre se obtuvieron cuando la concentración del ácido sulfúrico fue la mínima (mostrado en  $y_1$  y  $y_2$ ). En tanto que en  $y_4$  se presentó la mayor rapidez de extracción, **0.20** ppm/h, y que en efecto alcanza la misma concentración de 0.30 ppm que se obtiene en el segundo punto de  $y_1$ . Es de notar que la línea  $y_3$  presenta un comportamiento contrario, en donde la concentración de cobre disminuye cuando el tiempo es de 2 horas. Como consecuencia de este comportamiento se producen 3 intersecciones con las otras 3 rectas, que predicen que el efecto de la combinación de los factores experimentales será el mismo en estos 3 puntos: 0.87 horas se obtendrían 0.25 ppm, en 1.25 horas se conseguirían 0.20 ppm y en 1.40 horas con 0.18 ppm.

Asociando este análisis con la última columna de la tabla 15. Se observa que el efecto de la combinación de los 3 factores,  $C \times T \times t = 0.13$ , tiene el mismo valor que el del efecto de  $T \times t$ . Lo que conlleva a descartar a la concentración del ácido como un factor de gran influencia en el

experimento, donde incluso su efecto individual es negativo,  $C = -0.08$  y se observa en la figura 38, en la sección de ácido sulfúrico.

En esta corrida de experimentos, el tiempo es el factor más significativo, tanto en su efecto individual,  $t = 0.13$ , como en su efecto combinado con la temperatura. Además se repara en que la temperatura tiene un efecto insignificante con respecto del tiempo, puesto que  $T = 0.03$  y  $C \times T = -0.08$

### c. Níquel.

La figura 28 presenta el efecto del ácido clorhídrico en la extracción del níquel. Si se comparan pares de rectas, por ejemplo  $y_1$  y  $y_2$ , en donde se aprecia que cuando la temperatura y la concentración del ácido clorhídrico son mínimas, el nivel de extracción de níquel se mantiene en valores reducidos (0.5 ppm) e incluso la velocidad de extracción se considera insignificante, pues tiene un valor de 0.07 ppm/h. Mientras que en  $y_2$ , se nota que el cambio en elevar la temperatura favorece la extracción, provocando una rapidez de **0.87** ppm/h.

Por otro lado, se observa una intersección entre  $y_2$  y  $y_3$ , en el tiempo de 1.48 h. Este suceso implica que la combinación de factores experimentales que representan estas rectas en el punto de intersección, se obtiene una respuesta en común; una concentración de níquel de 1.65 ppm en un tiempo de 1.45 horas. Mientras que en  $y_4$ , se aprecia que la extracción de níquel con respecto al tiempo es favorecida, aunque esto sucede a una razón menor que en el caso homólogo de la línea  $y_2$ , con una rapidez de **0.73** ppm/h.

En la tabla 16, se muestra el efecto de los factores en la lixiviación de Níquel en cada ácido. En la segunda columna se muestran los resultados del ácido clorhídrico. Se observa que  $C \times T \times t = 0$ , valor que conlleva a asumir que ningún factor depende de la combinación de los otros dos. En cuanto al efecto combinado de dos factores, destaca  $T \times t = 0.60$ , valor

que se relaciona con lo observado de la gráfica 28, donde a temperatura máxima, se obtuvieron los niveles más altos de concentración de níquel así como en el tiempo de 2 horas. Sin embargo en la figura 39, se aprecia que la concentración del ácido es el factor con la mayor influencia en esta serie de experimentos.

En la figura 29, para la extracción de níquel en ácido nítrico, se aprecia que el aumento en la concentración de ácido favorece el incremento en la concentración de este elemento. Ya que al comparar las rectas  $y_1$  y  $y_2$ , con respecto a  $y_3$  y  $y_4$ , se observa que éstas últimas se encuentran en una zona de mayor concentración de níquel. El mismo efecto es el que se presenta con las líneas con temperatura de  $60^\circ\text{C}$ ,  $y_2$  y  $y_4$ .

En relación con la tercera columna de la tabla 16, cuando se analiza el efecto individual, se observa que la Concentración del ácido es el factor con mayor influencia en la respuesta de experimento,  $C = 4.58$ . Seguido del tiempo,  $t = 1.88$ , y finalmente de la temperatura  $T = 1.13$ . Sin embargo se debe considerar el efecto combinado de los 3 agentes,  $C \times T \times t = 0.73$ , puesto que los experimentos se realizaron bajo esta respuesta conjugada. Éste valor es significativo, ya que se traduce en que los tres factores influenciaron considerablemente en el experimento, en la figura 39 se observa tal efecto. Mientras que en los efectos combinados de dos factores, se encuentra que el de mayor influencia es  $T \times t = 0.68$ . Efecto que se relaciona con los valores de rapidez de extracción en las líneas  $y_2$  y  $y_4$ .

En la figura 30, se presentan los 8 resultados obtenidos en solución de ácido sulfúrico de la lectura de concentración de níquel.

Comparando por pares de rectas, se observa que  $y_1$  presenta un comportamiento positivo, en donde la mínima concentración obtenida es de 0.80 ppm y ésta aumenta hasta 1.20 ppm con una rapidez de **0.27** ppm/h. En cuanto a  $y_2$ , se observa que el comportamiento positivo se

mantiene y se potencia hasta una rapidez de **1.20** ppm/h. Conducta que se asocia al incremento en la temperatura experimental.

Las líneas  $y_3$  y  $y_4$  muestran un comportamiento contrario entre sí. En  $y_3$  la concentración de níquel disminuye en el tiempo de 2 h, mientras que en  $y_4$  la velocidad de extracción asciende a **2.13** ppm/h, alcanzando una concentración de 11 ppm.

Un aspecto particular en esta gráfica es la existencia de 3 intersecciones entre las rectas  $y_2$ ,  $y_3$  y  $y_4$ , en una zona contigua. La cual comprende un rango de tiempo de 1.05 a 1.15 horas y un rango de concentración de 2.6 a 2.8 ppm.

El comportamiento de las rectas en la figura 30 se asocia con la última columna de la tabla 16, efecto del ácido sulfúrico en la lixiviación de níquel y en su gráfica correspondiente, en la figura 39. En esta columna, se destaca que la combinación de los 3 agentes experimentales, presenta un valor considerable,  $C \times T \times t = 0.53$ . Sin embargo el efecto que ejerció la combinación de la temperatura y el tiempo, fue mayor,  $T \times t = 1.23$ . Éste último, explica las conductas mostradas en la figura 30. En cuanto a que la diferencia en la rapidez de extracción entre pares de líneas con la misma concentración de ácido ( $y_1$  con  $y_2$  y  $y_3$  con  $y_4$ ) es mayor en contraste con la diferencia concentración de níquel obtenida entre pares de líneas con la misma temperatura, o sea  $y_1$  con  $y_3$  y  $y_2$  con  $y_4$ .

#### **d. Cromo.**

En la figura 31, se expone el efecto del ácido clorhídrico en la extracción del cromo. En ésta se aprecia que la tendencia para las líneas  $y_1$ ,  $y_3$  y  $y_4$ ; es que la extracción de cromo no es favorecida en el tiempo de 2 horas. Mientras que en la recta  $y_2$  se presentó una pendiente positiva, lo que

implica que a mayor tiempo de reacción, la concentración de cromo en la disolución también aumentará y esto sucede a razón de **1.4** ppm/h.

Además las concentraciones más altas de cromo se obtuvieron en la solución de ácido clorhídrico de concentración 0.1 N, siendo la más alta la de 10.9 ppm, mostrada en  $y_1$ .

En ésta gráfica se presenta un par de intersecciones entre rectas con la misma concentración del ácido. Se relaciona este comportamiento con lo mostrado en la figura 40, en la sección referente al ácido clorhídrico. Se destaca que todos los valores calculados son negativos excepto el promedio y el efecto conjugado de  $T \times t$ . Éste último asciende a  $T \times t = 0.58$ , valor que se considera el principal causante de las intersecciones. Considerando que en el tiempo máximo, la concentración de cromo disminuye en 3 casos, y que el cambio en la temperatura da como resultado un comportamiento heterogéneo, entre los pares de rectas con la misma concentración de ácido.

En la figura 32 se presenta el efecto del ácido nítrico en la extracción de cromo. En ésta se aprecia que la extracción de cromo se favorece con los niveles mínimos de concentración de ácido y tiempo. Como se presencia en el primer punto en las rectas  $y_1$  y  $y_2$ . Sin embargo esta tendencia se vuelve negativa, ya que la concentración de cobre desciende al tiempo de dos horas. Así mismo, se observa que la línea  $y_4$ , sigue la tendencia decreciente de concentración de cromo al tiempo máximo. Mientras que en el caso de la recta  $y_3$  la concentración aumenta a razón de **1.73** ppm/h. Además, se presenta una intersección entre  $y_3$  y  $y_4$  en el tiempo de 1.9 horas con una concentración en común de 2.4 ppm.

Se vinculan los resultados mostrados en la figura 40 y con la tercera columna de la tabla 17. En donde destacan los valores de  $C \times T = 1.58$  y  $C \times t = 0.98$ . Los cuales esclarecen el comportamiento presentado en la figura 32. En primer lugar, el efecto combinado de la concentración con

la temperatura genera una considerable diferencia entre la concentración de cromo obtenida, entre todas las rectas principalmente en el tiempo mínimo. En cuanto al efecto  $C \times t$ , se nota la influencia en el tiempo de 2 horas, donde la concentración de cromo decae.

En la figura 33, se presenta el efecto del ácido sulfúrico en la extracción del cromo. De esta gráfica se deduce que la concentración mínima de ácido sulfúrico es la que ha favorecido su extracción, puesto que las líneas  $y_1$  y  $y_2$ , presentan los valores más altos de concentración. En  $y_1$ , se puede apreciar que la temperatura ambiente ha favorecido la extracción con una rapidez de **4.33** ppm/h y se obtiene una concentración máxima de 16.80 ppm en dos horas. Es de notar la intersección entre estas dos rectas, que sucede al tiempo 1.10 horas, produciendo una concentración de 13 ppm. Por otro lado, se aprecia que la concentración máxima de ácido sulfúrico, no favorece la extracción de cromo, como se muestra en  $y_3$  y de  $y_4$ . En el caso de  $y_3$ , la pendiente de la recta es negativa, lo que implica un decrecimiento en la concentración de cromo respecto al tiempo.

Se relacionan estos resultados con la última columna de la tabla 17 o la sección correspondiente a éste ácido en la figura 40, que muestra el efecto del ácido sulfúrico en la lixiviación de cromo. De donde sobresale el efecto combinado de los 3 agentes experimentales,  $C \times T \times t = 2.00$ . Valor que conduce a asumir que la influencia de los factores fue significativa en la respuesta experimental. La influencia puede relacionarse con la elevada rapidez de extracción en  $y_1$ , y la rapidez positiva en  $y_3$  y  $y_4$ , así como la elevada concentración de cromo obtenida en los experimentos con 0.1 N del ácido comparada con la obtenida a concentración 1.0 N.

### e. Cobalto.

La concentración obtenida de cobalto en las soluciones de los tres ácidos se presentó en la tabla 12, en ésta se puede observar que en la mayoría de los experimentos, la concentración de cobalto fue de cero.

En la figura 34 se muestra el efecto de ácido clorhídrico en la extracción de cobalto, aquí se observa que la recta  $y_2$  es la única con comportamiento positivo donde la rapidez de extracción asciende a **0.13** ppm/h. Por otro lado, en  $y_3$  la concentración de cobalto se mantuvo constante en 0.40 ppm. Mientras que las líneas  $y_1$  y  $y_4$  muestran que la concentración de cobalto es cero bajo las condiciones que ambas representan. En la figura 41 se observa que en los experimentos con ácido clorhídrico, el primer factor significativo fue la concentración  $C=0.15$ .

De la tabla 12, se revela que el ácido nítrico fue el medio que presentó el mayor número de extracciones de cobalto.

La extracción de cobalto en solución de ácido nítrico que se muestra en la figura 35, se presencia que la línea  $y_4$  es la única que se comporta con una tendencia ascendente respecto al tiempo, la rapidez con la que esto ocurre se considera mínima ya que tiene un valor de **0.07** ppm/h. El caso de la recta  $y_3$  es idéntico al que sucede en la figura 34, donde la concentración de cobalto se mantuvo constante en 0.40 ppm.

Mientras que en  $y_1$ , se advierte una tendencia negativa, donde la concentración de cobalto, disminuye a razón de **0.13** ppm/h. Por último, en  $y_2$ , la extracción de cobalto en solución es cero en ambos puntos de la recta. De ésta experimentación se resume que la concentración del ácido es el factor de principal influencia, hecho que se corrobora con lo mostrado en la figura 41, donde el efecto de la concentración ascendió a  $C=0.38$ .

Finalmente, se analiza que la solución de ácido sulfúrico sólo presentó extracción en un experimento que se muestra en la figura 36, en este punto la concentración fue de 0.5 ppm, obtenida en un tiempo de media hora a temperatura mínima.

A partir de los resultados de lixiviación se hacen las siguientes observaciones:

- En los tres ácidos el hierro fue el elemento de mayor concentración. Por la procedencia de las escorias, se tomará como un comportamiento esperado y será un resultado obviado.
  
- Para el ácido clorhídrico:
  - El cromo alcanzó la concentración máxima de 10.9 ppm en las condiciones del primer experimento.
  - La concentración del resto de los elementos, se mantuvo por debajo de las 3.0 ppm.
  
- Para el ácido nítrico:
  - El elemento de mayor concentración fue el níquel, con 11.0 ppm, en las condiciones del octavo experimento.
  - En segundo lugar, el cromo obtuvo 6.6 ppm, en las condiciones mínimas de tiempo, temperatura y concentración, como expresa el primer experimento.
  - El resto de los elementos obtuvo concentraciones por debajo de 4.0 ppm.
  
- Para el ácido sulfúrico:
  - El cromo fue el elemento de mayor extracción al alcanzar 16.8 ppm, dentro de los parámetros del experimento 5.

- Los demás elementos se lixiviaron con concentraciones menores a las 5 ppm.

Se puede considerar que la escoria es inerte cuando la concentración de cierto elemento no cambia con el tiempo, es decir, se mantiene constante. Sin embargo en muy pocos casos se presentó dicho comportamiento. Aunque en algunas ocasiones la concentración disminuía con el tiempo, la tendencia general, es que existe una rapidez de extracción positiva, que es afectada por las condiciones del medio. Con base en lo anterior, la escoria que se analizó no se considera inerte químicamente, frente a los 3 ácidos con los que se trabajó.

Aunado a ello, el margen en el que las escorias se pueden clasificar como residuos peligrosos al ambiente es establecido por la Normatividad Oficial Mexicana. Sin embargo, debe considerarse que el presente trabajo propuso una metodología para el estudio de la estabilidad química de las escorias y que éste es en gran medida, diferente al planteado en la NOM-053. Además de que en el listado de elementos potencialmente tóxicos al ambiente y a la salud (Véase tabla 2), expuesto en la NOM-052 no se anuncia a los elementos Fe, Cu y Co (o algunos otros que pudieran estar presentes en las escorias provenientes de otros aceros aleados, tales como Mn, Mo, V, B, Ce, Ti, W, Sn, Zr, etc.). Pero para los elementos níquel y cromo, la concentración en el extracto ha superado las 5 ppm (Véase tabla 2). Por lo que además de no ser un material inerte, también se considera un residuo tóxico al ambiente.

## Capítulo VI. Conclusiones

- Se estableció un nuevo método de experimentación química y tratamiento de resultados experimentales para determinar la estabilidad de las escorias.
- Las escorias procedentes de acería son materiales susceptibles a lixiviarse frente a ácidos comunes (clorhídrico, nítrico y sulfúrico), por lo que no se consideran materiales inertes al medio ambiente.
- A partir del método experimental propuesto, se determinó la concentración de 5 elementos contenidos en la escoria. Con base en la concentración obtenida de estos elementos, se asienta que las escorias procedentes de acería exceden los límites de concentración en elementos tóxicos al ambiente.

## **Bibliografía**

Boza, M. (2011). Utilización de las escorias como material de construcción. *Ciencia & Futuro*, Vol. 1(4), 31-40.

Enríquez, J., Tremps, E., de Elío, S., & Fernández, D. (2009). *Acería Eléctrica* (pp. 9-34). Madrid: Universidad Politécnica de Madrid.

Ferré, J. (2003) *Diseño Factorial Completo 2<sup>2</sup>*. Técnicas de Laboratorios, N°287. 984-988.

Ferré, J. (2004) *Diseño Factorial Completo 2<sup>k</sup>*. Técnicas de Laboratorios, N°292. 430-434.

*Generation of iron and steel slag: NIPPON SLAG ASSOCIATION*. (2016). *Slg.jp*. Revisado 6 abril 2016, en <http://www.slg.jp/e/slag/process.html>.

Ley *General para la prevención de y gestión integral de los residuos*. Diario Oficial de la Federación de los Estados Unidos Mexicanos. 8 de octubre de 2003.

Ministerio de agricultura, alimentación y medio ambiente centro de estudios y experimentación de obras pública. (2011). Ficha Técnica: *2.3 Escorias de acería de horno de arco eléctrico*.

Ministerio de agricultura, alimentación y medio ambiente centro de estudios y experimentación de obras pública. (2013). Ficha Técnica: *2.3 Escorias de acería de horno de arco eléctrico*.

Ortega, V. (2011). *Aprovechamiento de escorias blancas (LFS) y negras (EAFS) de acería eléctrica en la estabilización de suelos en capas de firmes en caminos rurales* (Doctorado). Escuela de Burgos, Escuela Politécnica Superior.

SEMARNAT-CANACERO. (2004). *Manejo de escorias*. CVSC-ITN 02-2003

SEMARNAT-CANACERO. (2006). *Metodología para establecer el plan de Manejo de Escoria Generadas en los Proceso de Fabricación de Hierro, Acero y Ferroaleación*. CVSC-ITN 02-2006

SEMARNAT. NOM-053-SEMARNAT-1993 *QUE ESTABLECE EL PROCEDIMIENTO PARA LLEVAR A CABO LA PRUEBA DE EXTRACCIÓN PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES QUE HACEN A UN RESIDUO PELIGROSO POR SU TOXICIDAD AL AMBIENTE*. México D.F., 2003. 24p.

SEMARNAT. *QUE ESTABLECE LAS CARACTERÍSTICAS, EL PROCEDIMIENTO DE IDENTIFICACIÓN, CLASIFICACIÓN Y LOS LISTADOS DE LOS RESIDUOS PELIGROSOS*. NOM-052-SEMARNAT-2005. México D.F., 2006. 40p.

Otegi, K. (2012). *Estudio del Impacto ambiental por lixiviación de acería en capas granulares no ligadas*. (Maestría). Barcelona, España. Universidad Politécnica de Cataluña, Departamento Ingeniería de la Construcción. (pp. 9-11).

Parra, L.M; Sánchez, D.P. (2010). *Análisis de la valorización de escorias negras como material agregado para concreto en el marco de la gestión ambiental de la siderúrgica DIACO. Municipio Tuta Boyacá*. Facultad de Ingeniería Universidad de la Salle. Bogotá D.C.

Peters, A.T. (1987). *Producción Siderúrgica*. México: Limusa.

van Oss, H. (2003). Slag- Iron & Steel. *U.S. Geological Survey Minerals Yearbook, Vol.1* (2003). Revisado en: [http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/iron\\_&\\_steel\\_slag/islagmyb03.pdf](http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/iron_&_steel_slag/islagmyb03.pdf)

## **ANEXO A. Especificación Experimental de lixiviación.**

A. El listado de materiales y reactivos empleados durante la experimentación de lixiviación es el siguiente:

- [1] Guantes de Nitrilo
- [2] Vidrio de reloj (8)
- [3] Espátula (1)
- [4] Probeta de 10 mL (1)
- [5] Parrilla eléctrica con agitación (2)
- [6] Agitador/ barra magnética (4)
- [7] Balanza analítica (Modelo: XA- Marca: RADWAG(R))
- [8] Papel Filtro (N° 50)
- [9] Embudos para filtración (2)
- [10] Soporte universal (2)
- [11] Soporte para embudos(2)
- [12] Probeta de 100 mL (1)
- [13] Termómetros de mercurio lectura hasta 180°C(2)
- [14] Toallas de papel
- [15] Matraz volumétrico aforado 400mL (2)
- [16] Vasos de precipitado 100 mL (10)
- [17] Vasos de precipitado 500 mL (2)
- [18] Envases plásticos PVC, 125mL (30)
- [19] Pipetas graduadas 5 y 10 mL
- [20] Campana de extracción
- [21] Ácido Nítrico 69% Wt
- [22] Ácido Clorhídrico 37.25% Wt
- [23] Ácido Sulfúrico 95% Wt
- [24] Agua destilada
- [25] Pizeta (1)
- [26] Frascos de PVC 125 mL (70)

B. La preparación de las soluciones se realizó de la siguiente manera:

- Se determinó la Normalidad inicial de cada ácido, considerando su concentración en porcentaje en peso:

$$N = \frac{10 * D * \%p/p}{P_{eq}}$$

Donde

N: Normalidad

D: Densidad (g/mL)

%p/p: Porcentaje en peso

P<sub>eq</sub>: Peso equivalente

10: Constante

$$1. N_{\text{HCl}} = \frac{10 * 1.18 * 37.25\%}{36.5} = 12.04 \text{ N}$$

$$2. N_{\text{HNO}_3} = \frac{10 * 1.4 * 69\%}{63.01} = 15.33 \text{ N}$$

$$3. N_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{10 * 1.84 * 95\%}{49} = 35.67 \text{ N}$$

- Se calculó la cantidad requerida de cada ácido para preparar las soluciones con concentración 0.1 N y 1N, considerando el porcentaje en peso de cada ácido:

Se requerían 400 mL de cada solución, para ambas concentraciones.

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

$$V_2 = \frac{V_1 C_1}{C_2}$$

- $V_{\text{HCl } 1\text{N}} = \frac{400 \text{ mL} \cdot 1 \text{ N}}{12.04 \text{ N}} = 33.22 \text{ mL}$
- $V_{\text{HCl } 0.1\text{N}} = 3.32 \text{ mL}$
- $V_{\text{HNO}_3 \text{ } 1\text{N}} = \frac{400 \text{ mL} \cdot 1 \text{ N}}{15.33 \text{ N}} = 26.1 \text{ mL}$
- $V_{\text{HNO}_3 \text{ } 0.1\text{N}} = 2.61 \text{ mL}$
- $V_{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 1\text{N}} = \frac{400 \text{ mL} \cdot 1 \text{ N}}{35.67 \text{ N}} = 14.01 \text{ mL}$
- $V_{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 0.1\text{N}} = 1.40 \text{ mL}$

C. La cantidad de muestra de escoria en cada experimento fue la siguiente.

**Tabla 19. Peso de las muestras de escoria.**

N° de prueba	Experimento con HCl, peso (g)	Experimento con HNO <sub>3</sub> , peso (g)	Experimento con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , peso (g)
<b>1</b>	8.0080	8.0002	8.0010
<b>2</b>	8.0626	7.9902	8.0003
<b>3</b>	7.9717	7.9912	8.0013
<b>4</b>	8.0043	7.9929	8.0005
<b>5</b>	8.0285	8.0028	7.9992
<b>6</b>	7.9877	8.0012	8.0019
<b>7</b>	7.9713	8.0030	8.0012
<b>8</b>	8.0332	8.0010	8.0012

D. En este apartado se muestran las especificaciones para la lectura de los elementos por medio de absorción atómica.

**Tabla 20. Condiciones de calibración para del espectrómetro de Absorción atómica.**

<b>Elemento</b>	<b>Longitud de onda (nm)</b>	<b>Ancho de la banda espectral/ slide (nm)</b>
<b>Fe</b>	248.3	0.2
<b>Cu</b>	324.8	0.7
<b>Ni</b>	232.0	0.7
<b>Cr</b>	257.9	0.2
<b>Co</b>	240.7	0.2

**Tabla 21. Condiciones de calibración para del espectrómetro de Absorción atómica, estándar de comparación.**

<b>Elemento</b>	<b>Concentración del estándar (ppm).</b>
<b>Fe</b>	<b>10, 20, 40</b>
<b>Cu</b>	<b>8, 16, 25</b>
<b>Ni</b>	<b>7, 14, 21</b>
<b>Cr</b>	<b>4, 8, 16</b>
<b>Co</b>	<b>7, 14, 28</b>