

2023, Volumen 8, Número 2: 153-163

---

Dossier

“5tas. Jornadas Nacionales de Investigación Cerámica”

Editores invitados: Diego Richard, María Guillermina Couso, María Florencia Serra & Nicolás M. Rendtorff

## Elaboración y caracterización tecnológica de agregados porosos a partir de lutitas de la provincia de Buenos Aires, Argentina

Cecilia Martinefsky<sup>1</sup>, Anabella Mocciaro<sup>2</sup>, Edgardo Fabián Irassar<sup>1</sup> & Alejandra Tironi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Facultad de Ingeniería, CIFICEN (CONICET, CICIPBA, UNCPBA), Argentina.

cmartinefsky@fio.unicen.edu.ar, atironi@fio.unicen.edu.ar, firassar@fio.unicen.edu.ar

<sup>2</sup>Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, CETMIC (CONICET-UNLP-CICIPBA), Argentina. anamocciaro@cetmic.unlp.edu.ar



## Elaboración y caracterización tecnológica de agregados porosos a partir de lutitas de la provincia de Buenos Aires, Argentina

Cecilia Martinefsky<sup>1</sup>, Anabella Mocciano<sup>2</sup>, Edgardo Fabián Irassar<sup>1</sup> & Alejandra Tironi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Facultad de Ingeniería, CIFICEN (CONICET, CICPBA, UNCPBA), Argentina. cmartinefsky@fio.unicen.edu.ar, atironi@fio.unicen.edu.ar, firassar@fio.unicen.edu.ar

<sup>2</sup>Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, CETMIC (CONICET-UNLP-CICPBA), Argentina. anamocciano@cetmic.unlp.edu.ar

**RESUMEN.** Los agregados porosos según sus características fisicoquímicas, densidad y resistencia pueden ser utilizados para aislamiento térmico y acústico, como agregado liviano en elementos estructurales prefabricados y hormigón, en aplicaciones geotécnicas, jardinería e hidroponía. En la región de Olavarría, centro de la provincia de Buenos Aires, se cuenta con un amplio stock de lutitas, obtenido del destape de las canteras de caliza utilizada para la elaboración del clinker Portland. Las lutitas son una materia prima potencialmente viable para elaborar agregados porosos, a la vez que se genera una alternativa con valor agregado para las lutitas de la región. El objetivo del trabajo es evaluar la composición mineralógica, las principales propiedades físicas, la estructura de poros y la resistencia mecánica de agregados porosos obtenidos a partir de dos lutitas (L1 y L2), con diferente composición química y mineralógica, utilizando distintos tratamientos térmicos: un calentamiento gradual (G) y uno directo (D) hasta temperaturas máximas de 1150 °C y 1200 °C. Las fases mineralógicas presentes en las lutitas contribuyeron a la formación de fases cristalinas y fase vítrea, necesaria para atrapar los gases y generar porosidad cuando se encuentra en estado líquido viscoso. Considerando las fases cristalinas, se identificó la formación de hematita en todos los agregados sinterizados; la formación de feldespato anortita en la lutita con mayor contenido de calcita (L1) y la formación de una espinela en la lutita con mayor contenido de Fe y Mg (L2). El tipo de tratamiento térmico realizado modifica la porosidad del agregado: cuanto mayor es la porosidad alcanzada, menor es la densidad, pero a su vez disminuye la resistencia a compresión. Para seleccionar el tratamiento adecuado se debe considerar qué propiedad es la determinante de acuerdo a la aplicación tecnológica que tendrá el agregado. Los valores de absorción obtenidos en todos los agregados sinterizados son inferiores al 0,1%. La sinterización y formación de fase vítrea en la superficie exterior explica la baja absorción de los agregados porosos obtenidos. Para aplicaciones en construcción, los agregados no presentarán entonces una variación en el contenido de humedad significativo que deba considerarse en la relación agua/cemento y trabajabilidad. Fue posible sinterizar en el laboratorio agregados porosos con propiedades tecnológicas comparables a los agregados livianos de calidad disponibles en el mercado: los agregados porosos obtenidos a 1200 °C y tratamiento directo (L1 D 1200 y L2 D 1200) presentan diámetro, densidad de partícula y resistencia a compresión similares a Liapor® 6,5 2/10.

**Palabras clave:** *Agregados livianos; Composición mineralógica; Propiedades físicas; Estructura de poros; Resistencia mecánica*

**ABSTRACT. Manufacturing and technological characterization of porous aggregates from lutites from Buenos Aires province (Argentina).** According to their physicochemical characteristics, density and resistance, porous aggregates can be used for thermal and acoustic insulation, as building blocks, lightweight aggregate

concrete, structural concrete and for geotechnical, gardening and hydroponics applications. In and around Olavarría in central Buenos Aires province, a large stock of lutites is extracted from the upper layers of limestone quarries used to produce Portland clinker. Lutites are a potentially viable raw material for manufacturing porous aggregates, while generating a value-added alternative for regional lutites. The aim of this work is to evaluate the mineralogical composition, main physical properties, pore structure and mechanical resistance of porous aggregates obtained from two lutites (L1 and L2) with different chemical and mineralogical compositions. Different thermal treatments were used: gradual heating (G) and direct heating (D) up to maximum temperatures of 1150 °C and 1200 °C. The mineralogical phases in the lutites contribute to the formation of crystalline and vitreous phases, necessary to trap gases and generate porosity when at viscous liquid state. Considering the crystalline phases, formation of hematite was identified in all sintered aggregates; formation of anorthite (feldspar) in the lutite with higher calcite content (L1) and formation of a spinel in the lutite with higher Fe and Mg content (L2). The type of heat treatment influenced the porosity of the aggregate: with increasing porosity, particle density decreased, as also did its compressive strength. Selection of the heat treatment will depend on the properties required according to the technological application intended for the aggregate. The absorption values in all sintered aggregates were less than 0.1%. The sintering and vitreous phase formation on the outer surface explain the low absorption of the porous aggregates obtained. Thus, for construction applications, the aggregates do not present significant variation in moisture content that should be considered in the water/cement ratio and workability. It was possible to sinter porous aggregates in the laboratory with technological properties comparable to quality lightweight aggregates available on the market: the diameter, particle density and compressive strength of porous aggregates obtained at 1200 °C and direct treatment (L1 D 1200 and L2 D 1200) were similar to those of Liapor® 6.5 2/10.

**Keywords:** *Lightweight aggregates; Mineralogical composition; Physical properties; Pore structure; Mechanical strength*

**RESUMO. Preparação e caracterização tecnológica de agregados porosos a partir de lutitos da província de Buenos Aires, Argentina.** Os agregados porosos, de acordo com suas características físico-químicas, densidade e resistência, podem ser utilizados para isolamento térmico e acústico, como agregado leve em elementos estruturais pré-fabricados e concreto, em aplicações geotécnicas, jardinagem e hidroponia. Na região de Olavarría, no centro da província de Buenos Aires, existe um grande estoque de lutitos, obtido a partir da abertura de pedreiras de calcário utilizado para a produção de clínquer Portland. Os lutitos são uma matéria-prima potencialmente viável para a produção de agregados porosos, ao mesmo tempo que geram uma alternativa com valor agregado aos lutitos da região. O objetivo do trabalho é avaliar a composição mineralógica, as principais propriedades físicas, a estrutura dos poros e a resistência mecânica de agregados porosos obtidos de dois lutitos (L1 e L2), com diferentes composições químicas e mineralógicas, utilizando diferentes tratamentos térmicos: um aquecimento gradual (G) e um direto (D) até temperaturas máximas de 1150 °C e 1200 °C. As fases mineralógicas presentes nos lutitos contribuíram para a formação de fases cristalinas e fase vítrea, necessária para reter os gases e gerar porosidade quando em estado líquido viscoso. Considerando as fases cristalinas, foi identificada a formação de hematita em todos os agregados sinterizados; a formação de feldspato anortita no lutito com maior teor de calcita (L1) e a formação de espinélio no lutito com maior teor de Fe e Mg (L2). O tipo de tratamento térmico realizado modifica a porosidade do agregado: quanto maior a porosidade alcançada, menor é a densidade, mas ao mesmo tempo diminui a resistência à compressão. Para selecionar o tratamento adequado, deve-se considerar qual propriedade é determinante de acordo com a aplicação tecnológica que o agregado terá. Os valores de absorção obtidos em todos os agregados sinterizados são inferiores a 0,1%. A sinterização e formação de fase vítrea na superfície externa explica a baixa absorção dos agregados porosos obtidos. Para aplicações em construção, os agregados não apresentarão então uma variação significativa no teor de umidade que deva ser considerada na relação água/cimento e trabalhabilidade. Foi possível sinterizar em laboratório agregados porosos com propriedades tecnológicas comparáveis aos agregados leves de qualidade disponíveis no mercado: os agregados porosos obtidos a 1200 °C e tratamento direto (L1 D 1200 e L2 D 1200) possuem diâmetro, densidade de partícula e resistência à compressão semelhantes ao Liapor® 6,5 2/10.

**Palavras-chave:** *Agregados leves; Composição mineralógica; Propriedades físicas; Estrutura dos poros; Resistência mecânica*

## Introducción

El consumo de agregados livianos artificiales se ha mantenido estacionario durante algunas décadas, sin embargo, la creciente preocupación medioambiental y las importantes ventajas de los agregados porosos han impulsado su investigación y producción en los últimos años, por lo que se espera que su mercado crezca principalmente a medida que aumenta la demanda de hormigón liviano y térmicamente aislante (Moreno-Maroto *et al.*, 2020). La baja densidad, alta porosidad, el carácter inerte y resistencia mecánica razonable de los agregados porosos, hacen que también sus aplicaciones se extiendan en multitud de campos. Los agregados porosos según sus características fisicoquímicas, densidad y resistencia pueden ser utilizados para aislamiento térmico y acústico, como agregado liviano en elementos estructurales prefabricados y hormigón, en aplicaciones geotécnicas, jardinería e hidroponía. Su producción se realiza en muchos países con diferentes nombres, como Leca, Liapor, Argex y Keramzite (Rashad, 2018). Según las características mineralógicas de la materia prima disponible en cada región, debe evaluarse el tratamiento térmico adecuado y analizar las propiedades de los agregados porosos obtenidos.

Las materias primas que contienen minerales arcillosos son actualmente las más adecuadas para la producción de agregados porosos livianos, debido a su disponibilidad y sus características (Ayati *et al.*, 2018). En la región de Olavarría, centro de la provincia de Buenos Aires, se cuenta con un amplio stock de lutitas, obtenido del destape de las canteras de caliza utilizada para la elaboración del clinker Portland. Las lutitas de la región presentan una composición mineralógica predominante de cuarzo y minerales arcillosos: illita y clorita (Irassar *et al.*, 2019), resultando una materia prima potencialmente viable para elaborar agregados porosos, a la vez que se genera una alternativa con valor agregado para las lutitas de la región.

Las propiedades deseadas en los agregados porosos son baja densidad, baja absorción de agua y resistencia mecánica adecuada, las cuales están determinadas por la estructura de poros interna y las características de la superficie externa. Las variables que pueden influir son numerosas, siendo de importancia la composición de la materia prima y el tratamiento térmico para su obtención. En cuanto a la composición, para lograr una adecuada expansión de los agregados, la materia prima debe contener componentes que liberan gases cuando se descomponen. En simultáneo se debe alcanzar un estado pirolítico que, por la presión de dichos gases, produzca la expansión de los agregados (González-Corrochano, *et al.*, 2009; Latosinska *et al.*, 2021; Moreno-Maroto *et al.*, 2020; Korat *et al.*, 2013). La producción de agregados porosos a partir de materia prima que contiene minerales arcillosos e impurezas como óxido de hierro, materia orgánica y carbonatos, presenta diversas fuentes de generación de gas a altas temperaturas: la liberación de moléculas de agua entre láminas y la deshidroxilación de los minerales arcillosos, la disociación o reducción de óxidos férricos, la combustión de materia orgánica, y la descomposición térmica de carbonatos (Ayati *et al.*, 2018). Por otro lado, el desarrollo de la porosidad dentro de la estructura del material depende a su vez del tratamiento térmico aplicado en donde variables como la velocidad de calentamiento, tiempo de permanencia y temperatura influyen en la obtención simultánea de gases y fase viscosa que permiten la expansión del agregado (Ozguven & Gunduz, 2012).

El objetivo del trabajo es evaluar la composición mineralógica, las principales propiedades físicas, la estructura de poros y resistencia mecánica de agregados porosos obtenidos a partir de dos lutitas de Olavarría (L1 y L2), con diferente composición química y mineralógica, utilizando distintos tratamientos térmicos.

## Materiales y Métodos

Se utilizaron dos lutitas (L1 y L2) de diferentes capas del mismo yacimiento procedentes de la región de Olavarría, provincia de Buenos Aires. Se determinó la composición química mediante fluorescencia de rayos X (XRF) y espectroscopia de emisión óptica en un equipo Axios FAST PANalytical. Se identificaron los minerales presentes mediante difracción de rayos X (DRX) en un equipo Bruker D2 phaser con radiación Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$ ) a 30 kV y 10 mA y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) utilizando un

espectrómetro Nicolet Magna 500. También, se realizó análisis termo-gravimétrico (TG) con un equipo Netzsch STA 409C, con una rampa de calentamiento de 10 °C/min hasta 1100 °C en atmósfera inerte, utilizando alúmina como material de referencia.

Se prepararon pastas de cada lutita molida hasta 100 % pasante por tamiz de 150  $\mu\text{m}$ , y agua: se agregó gradualmente agua destilada a la muestra, mezclando hasta formar una pasta moldeable. Se incorporó agua en un 23 % y 28 % p/p para L1 y L2 respectivamente. Las pastas permanecieron cubiertas con film, para evitar el contacto con el aire, durante un día (Ozguven & Gunduz, 2012). Finalizado este período, se moldearon manualmente esferas de  $\sim 1,0$  cm de diámetro, luego se secaron a temperatura ambiente durante 2 días y finalmente en estufa a 105 °C. Se realizaron dos tratamientos térmicos en una mufla ORL-II, con programador DH101 modelo 272: un calentamiento gradual (G) a 10 °C/min hasta 1150 °C y 1200 °C con un tiempo de permanencia a la máxima temperatura de 10 minutos, y un tratamiento directo (D) que consistió en introducir las esferas cuando la mufla se encontraba a la temperatura final y mantener durante 10 minutos para obtener los agregados porosos (Ozguven & Gunduz, 2012). Se analizó el cambio de fases producido en el agregado luego del tratamiento térmico mediante DRX y FTIR. Se determinó la absorción y la densidad aparente de los agregados mediante método de Arquímedes (IRAM 12510) y se registró la pérdida de peso de las esferas debido al tratamiento térmico. El índice de expansión (IE) se expresó como el cambio de diámetro siguiendo la ecuación  $IE = 100 \times (d_2 - d_1) / d_1$ , donde  $d_1$  y  $d_2$  son los diámetros promedio de las esferas antes y después del tratamiento térmico, respectivamente (Moreno-Maroto *et al.*, 2020; Fakhfakh *et al.*, 2007). Los diámetros  $d_1$  y  $d_2$  se determinaron como promedio aritmético del mayor y menor diámetro para cada esfera, utilizando un calibre con precisión 1/20mm. Se observó en lupa con cámara Leica DMC4500, un corte de los agregados por triplicado para obtener información de la estructura de poros y la distribución de tamaño de poros mediante cuantificación en el programa ImageJ. Se analizó la distribución de poros de secciones transversales de las esferas a partir del análisis de imágenes obtenidas: igual área de corte, mismas condiciones de potencia de luz, altura y ángulo en la toma de las imágenes e iguales parámetros de análisis para la cuantificación en el programa. Se calculó el porcentaje de área de poros en dicha área de corte mediante el conteo y medición de los poros con diámetro de Feret mayor a 0,05 mm. Se observó a su vez el corte en microscopio óptico Leica DM2700M, con ocular 10x y objetivo 10x, que al ser combinados proporcionan un aumento de 100x. Se midió la resistencia a la compresión uniaxial de 10 especímenes de cada agregado en una máquina de ensayos universal, INSTRON 5985, con una velocidad de desplazamiento de 0,5 mm/min. La resistencia a compresión fue calculada a partir de la ecuación 1 (Anaya *et al.*, 2022):

$$\sigma_C = \frac{L}{\pi R^2} \quad (\text{Ec. 1})$$

donde L es la carga aplicada, R el diámetro de la esfera y  $\sigma_C$  es la resistencia a compresión.

## Resultados y discusión

### Caracterización de la materia prima

La composición química de las lutitas L1 y L2 se muestra en la Tabla 1. Se observa un contenido similar de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para ambas lutitas. L1 posee un mayor contenido de  $\text{CaO}$  y una mayor pérdida por calcinación que L2, mientras que el contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  es levemente mayor en L2.

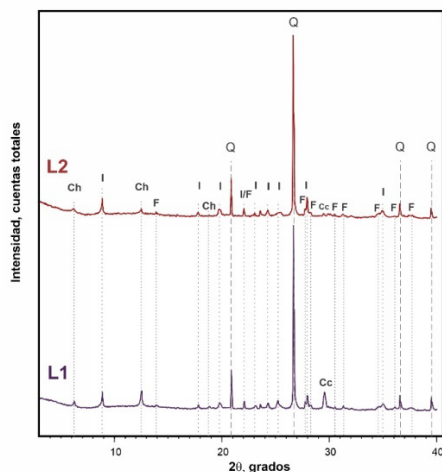
La composición química influye en el comportamiento de los agregados durante el tratamiento térmico, los gases liberados quedan atrapados por una fase viscosa que contiene aluminosilicatos y así los agregados comienzan a adquirir porosidad (González-Corrochano *et al.*, 2009). Un contenido adecuado de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  asegura la formación de una capa externa sinterizada, que aporta resistencia al agregado y reduce la absorción

de agua. En comparación con los elementos fundentes ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  y  $\text{MgO}$ ), el  $\text{SiO}_2$  y el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tienen un punto de fusión más alto. Por lo tanto, cuanto mayor es el contenido de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , mayor es la temperatura de sinterización.

La Figura 1 muestra los difractogramas de las lutitas. Se identificaron en L1 y L2 los minerales arcillosos illita (I,  $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , tarjeta COD 96-900-9666) y clorita (Ch,  $5\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , tarjeta COD 96-901-0165), cuarzo (Q,  $\text{SiO}_2$ , tarjeta COD 96-500-0036), calcita (Cc,  $\text{CaCO}_3$ , tarjeta COD 96-900-0966) y albita (F, feldespato sódico,  $6\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O}$ , tarjeta COD 96-900-1633). La intensidad de los picos asignados a las fases Cc y Ch es mayor en la muestra L1, indicando mayor porcentaje de estos minerales, mientras que la intensidad de los picos asignados a las fases I y F es mayor en la muestra L2. El mayor contenido de calcita en L1 se corresponde con el mayor contenido de  $\text{CaO}$  y pérdida de calcinación (Px), dada la descomposición de la calcita a temperaturas entre 750 y 900°C, el mayor contenido de I y F en L2 se corresponde con el mayor contenido de  $\text{K}_2\text{O}$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  respectivamente (Tabla 1).

**Tabla 1.** Composición química de las lutitas en porcentaje en masa.

	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{TiO}_2$	PxC
<b>L1</b>	59,40	15,19	5,98	4,42	3,33	2,09	1,41	0,75	6,67
<b>L2</b>	62,22	16,68	6,54	1,12	3,75	2,23	1,72	0,84	4,40



**Figura 1.** Difractograma de rayos X de L1 y L2 (I = illita, Ch = clorita, Q = cuarzo, Cc = calcita, F = feldespato (albita)).

Mediante el análisis FTIR se confirmó la presencia de estos minerales (Fig. 2): el doblete ancho entre 3300 y 3800  $\text{cm}^{-1}$  se asigna al estiramiento del grupo OH en illita y clorita; las bandas a 1428 (ancha) y 878  $\text{cm}^{-1}$  (aguda) a la vibración del grupo carbonato en la calcita; la banda fuerte a 667  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a la deformación de los OH del estrato 2:1 y de la capa hidróxido en la clorita; y el doblete a 825 y 750  $\text{cm}^{-1}$  a la vibración Si-O-Al en la illita (Wilson, 1987). Las cloritas están constituidas por estratos 2:1 formados por una capa octaédrica de aluminio entre dos capas tetraédricas de sílice, donde la carga negativa de los estratos es neutralizada por capas tipo brucita con carga positiva al sustituir un  $\text{Mg}^{2+}$  por un  $\text{Al}^{3+}$  (capa hidróxido).

El análisis termogravimétrico permite identificar los rangos de temperatura a los cuales se produce pérdida de masa debido a los gases liberados durante el tratamiento térmico. Para ambas lutitas (Fig. 3) se observa una primera pérdida de masa debido a la deshidratación de la illita y una segunda pérdida de masa en un amplio rango de temperaturas que se corresponde a la superposición de la deshidroxilación de la illita, la deshidroxilación de la clorita y la descarbonatación de la calcita (Wilson, 1987; Földvári, 2011). La mayor pérdida de masa debido a la deshidratación de la illita para la lutita L2 se corresponde con la mayor intensidad de los picos asignados a fase illita mediante DRX (Fig. 1) y al mayor contenido de  $\text{K}_2\text{O}$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  (Tabla 1), corroborando el mayor contenido de este mineral en la muestra. Para ambas lutitas, la deshidroxilación de la illita y clorita, así como la descarbonatación de la calcita confirman la generación de gases a altas temperaturas que contribuirían al desarrollo de la estructura porosa.



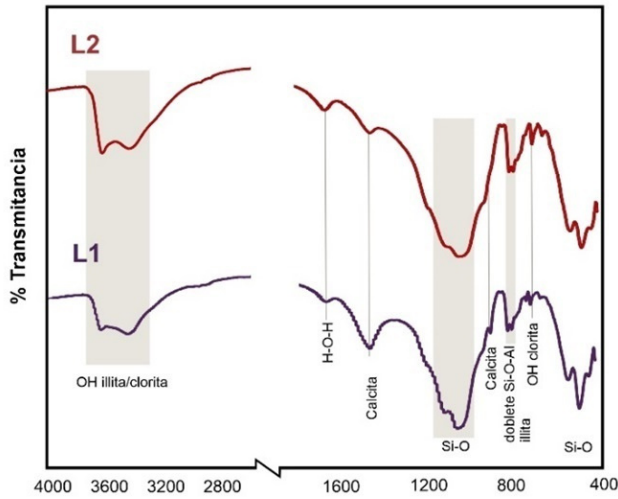


Figura 2. Espectro FTIR de L1 y L2.

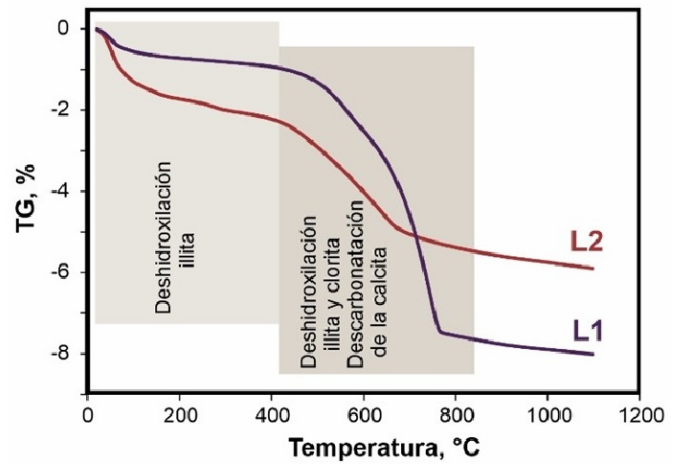


Figura 3. Análisis termo-gravimétrico de L1 y L2.

### Composición mineralógica de los agregados porosos

Los cambios mineralógicos identificados por DRX luego de los tratamientos térmicos se muestran en la Figura 4: los picos asignados a las fases clorita, illita y albita presentes en las materias primas (Fig. 1) no se encuentran presentes; la intensidad de los picos asignados al cuarzo disminuye aproximadamente a la mitad a 1150 °C y en mayor proporción a 1200 °C para ambos tratamientos térmicos; en L1 G y L1 D para ambas temperaturas de trabajo se identifican los picos asignados a la anortita (A, feldespato cálcico,  $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO}$ , tarjeta COD 96-900-0363), no identificado en L1; no se identifican los picos asignados a la calcita en L1 y L2; se identifica la formación de hematita (H,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , tarjeta COD 96-900-9783) en todas las esferas sinterizadas, con mayor intensidad en L2 G y L2 D a ambas temperaturas; se observa la formación de espinela de hierro y magnesio (S,  $\text{Fe}_{0,25}\text{Mg}_{0,75}\text{Al}_2\text{O}_4$ , tarjeta COD 96-900-6635) en L2 G y L2 D. Las fases identificadas mediante DRX luego de la sinterización pueden justificarse a partir de las diferencias en la composición química de ambas lutitas: el mayor contenido de CaO en L1 contribuyó a la formación de anortita en L1 G y L1 D; el mayor contenido  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y MgO en L2 favoreció la formación de espinela en L2 G y L2 D; el mayor contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  se corresponde con el mayor contenido de hematita en L2 G y L2 D. Las fases mineralógicas presentes en L1 y L2 y no identificadas en las esferas sinterizadas, contribuyen a la formación de las fases cristalinas mencionadas y fase amorfa.

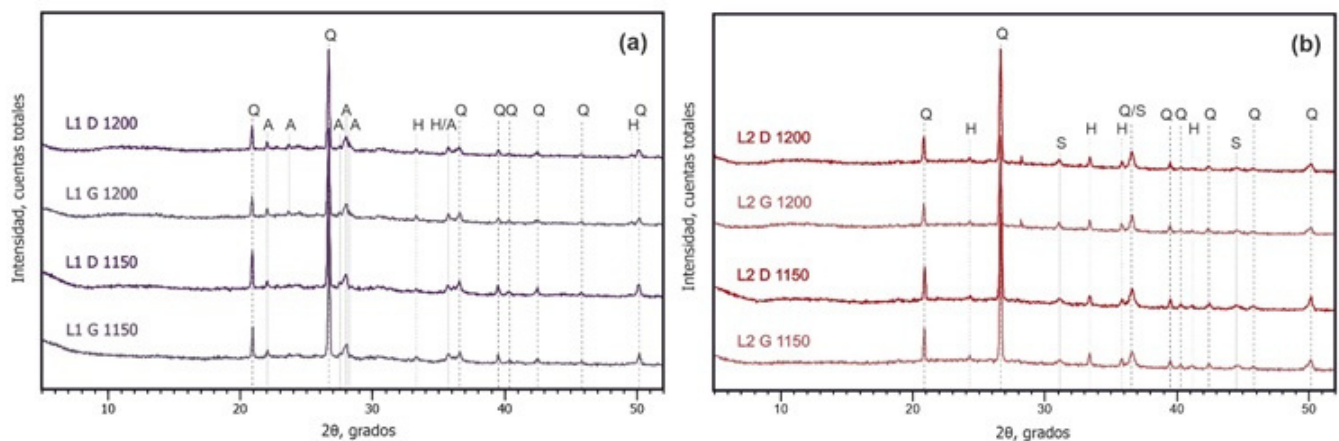


Figura 4. Difractogramas de rayos X de los agregados obtenidos con los diferentes tratamientos térmicos (a) de L1, (b) de L2 (Q = cuarzo, A = feldespato anortita, H = hematita, S = espinela de Fe y Mg).

En la Figura 5, los espectros FTIR de los agregados corroboran lo observado en los difractogramas: la ausencia del doblete ancho asignado al estiramiento del grupo OH en illita y clorita (Fig. 2) para todos los agregados sinterizados, debido a la deshidroxilación y formación de fase amorfa; el ensanchamiento de la banda a aproximadamente  $1000\text{ cm}^{-1}$  asignada a la vibración Si-O para los agregados sinterizados respecto a las lutitas, característico de la presencia de fase amorfa; y las bandas características de cuarzo que permanecen luego de los tratamientos térmicos, aunque no se identificaron en las lutitas (Fig. 2) por la superposición con las bandas de illita y clorita.

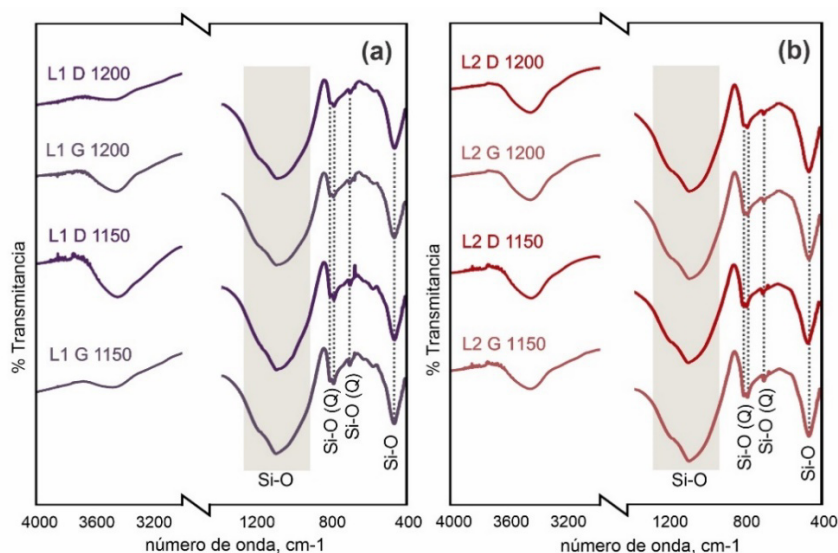


Figura 5. Espectros FTIR de los agregados obtenidos con los diferentes tratamientos térmicos (a) de L1, (b) de L2.

## Propiedades físicas

Las propiedades físicas medidas en los agregados sinterizados con los dos tipos de tratamientos y las dos temperaturas se resumen en la Tabla 2. La pérdida de peso luego del sinterizado es mayor para los agregados obtenidos a partir de L1, conforme al mayor contenido de calcita y mayor pérdida de masa determinada mediante análisis TG (Fig. 3).

Tabla 2. Propiedades de los agregados sinterizados a partir de L1 y L2.

Agregado sinterizado	Pérdida de peso (%)	Densidad aparente de partícula ( $\text{g/cm}^3$ )	Índice de expansión (%)	Absorción (%)
L1 G 1150	$6 \pm 1$	$2,23 \pm 0,06$	$-3,2 \pm 0,9$	$0,04 \pm 0,01$
L1 D 1150	$7,4 \pm 0,9$	$2,0 \pm 0,2$	$1,1 \pm 0,9$	$0,08 \pm 0,01$
L1 G 1200	$7,6 \pm 0,7$	$1,78 \pm 0,02$	$1,1 \pm 0,7$	$0,06 \pm 0,02$
L1 D 1200	$6,8 \pm 0,4$	$1,69 \pm 0,02$	$4 \pm 1$	$<0,01$
L2 G 1150	$5 \pm 1$	$2,0 \pm 0,2$	$-3,0 \pm 1,0$	$0,02 \pm 0,01$
L2 D 1150	$4,9 \pm 0,6$	$2,1 \pm 0,2$	$-0,4 \pm 0,8$	$0,03 \pm 0,01$
L2 G 1200	$5,6 \pm 0,5$	$1,33 \pm 0,03$	$11 \pm 1$	$<0,01$
L2 D 1200	$5,6 \pm 0,9$	$1,42 \pm 0,03$	$8 \pm 2$	$<0,01$

Las densidades de los agregados sinterizados a  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  mediante ambos tipos de tratamientos ( $1,33\text{-}1,78\text{ g/cm}^3$ ) son menores respecto a los agregados tratados a  $1150\text{ }^\circ\text{C}$  ( $2,0\text{-}2,23\text{ g/cm}^3$ ). A  $1200\text{ }^\circ\text{C}$ , los agregados elaborados con L2 para ambos tratamientos presentan menor densidad que los elaborados con L1. Los valores negativos del índice de expansión a  $1150\text{ }^\circ\text{C}$  indica una contracción de los agregados mientras que para los agregados sinterizados a  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  los valores son positivos. La norma EN 13055 aplica las restricciones de



densidad aparente suelta  $\leq 1200 \text{ kg/m}^3$  (peso de la muestra sin compactar por unidad de volumen del recipiente) y densidad aparente de partícula  $\leq 2000 \text{ kg/m}^3$  (peso por unidad de volumen de la partícula) para considerar un agregado como liviano (Thienel et al., 2020), por lo que sólo los agregados sinterizados a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  podrían denominarse agregados livianos. El menor valor de densidad alcanzado y el mayor índice de expansión corresponden a L2 G 1200 (Tabla 2).

La absorción de agua en todos los agregados sinterizados es inferior al 0,1 %. Los agregados no presentarán entonces una variación en el contenido de humedad significativo que deba considerarse en la relación agua/cemento y trabajabilidad del hormigón.

### Microestructura de poros

Las imágenes en lupa de un corte de los agregados (Fig. 6) permiten obtener información cualitativa de la presencia de fase vítrea y cuantitativa sobre el tamaño y distribución de los poros. La Figura 7 muestra las imágenes obtenidas para los agregados utilizando microscopio óptico. En ambas figuras se observa que la cantidad y tamaño de los poros es mayor a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  respecto a los agregados a  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  para ambas lutitas. A su vez, se observan poros más grandes y deformes en los agregados obtenidos a partir del tratamiento gradual a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  (L1 G 1200 y L2 G 1200) respecto a aquellos obtenidos por tratamiento directo (L1 D 1200 y L2 D 1200), lo que indicaría que se produjo la coalescencia de parte de los poros pequeños para formar poros grandes debido al mayor tiempo de permanencia en la mufla durante el tratamiento gradual. En las imágenes en lupa de los agregados sinterizados a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  se observa la presencia de fase vítrea en el interior de los poros, formada a partir de la producción de fase viscosa por la presencia de óxidos fundentes en la composición química de las lutitas, la cual permite atrapar los gases en la estructura y facilitar la expansión del agregado. Cuando se trabaja a  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ , la temperatura no es suficiente para la formación de fase viscosa y por lo tanto los gases liberados no son eficientemente retenidos en el agregado.

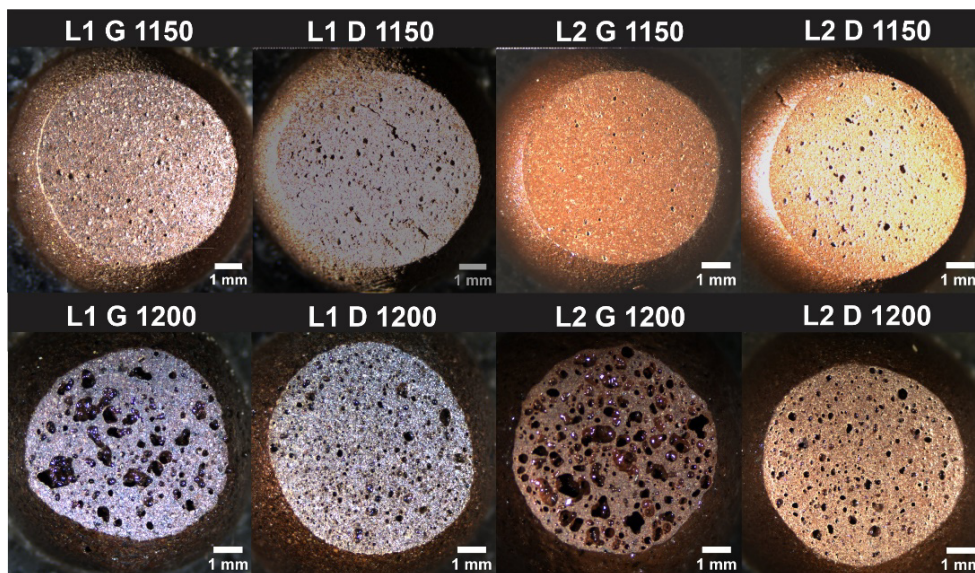


Figura 6. Imágenes en lupa de los agregados obtenidos con los diferentes tratamientos térmicos y temperaturas.

En la Tabla 3 se muestra el porcentaje de área de poros en una sección de corte de los agregados obtenidos. En los agregados sinterizados a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ , el porcentaje de área de poros es mayor (12,5-28,8 %) respecto a  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$  (0,9-5,2 %), consistente con los valores de densidad (Tabla 2): a mayor porcentaje de área de poros, menor densidad. A partir de los porcentajes de área de poros obtenidos, se corrobora que a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  se propicia la generación de poros y que el tratamiento gradual (G) a esta temperatura favorece la formación de mayor porosidad respecto al tratamiento directo (D). A esta temperatura, el porcentaje de área de poros de los agregados L2 es mayor que el de L1 para cada tratamiento, considerando que ambas lutitas están compuestas

por los minerales arcillosos illita y clorita, cuarzo, calcita y feldespato albita (Fig. 2), el mayor contenido de feldespato en L2 favorecería la sinterización en la superficie exterior y el desarrollo de porosidad.

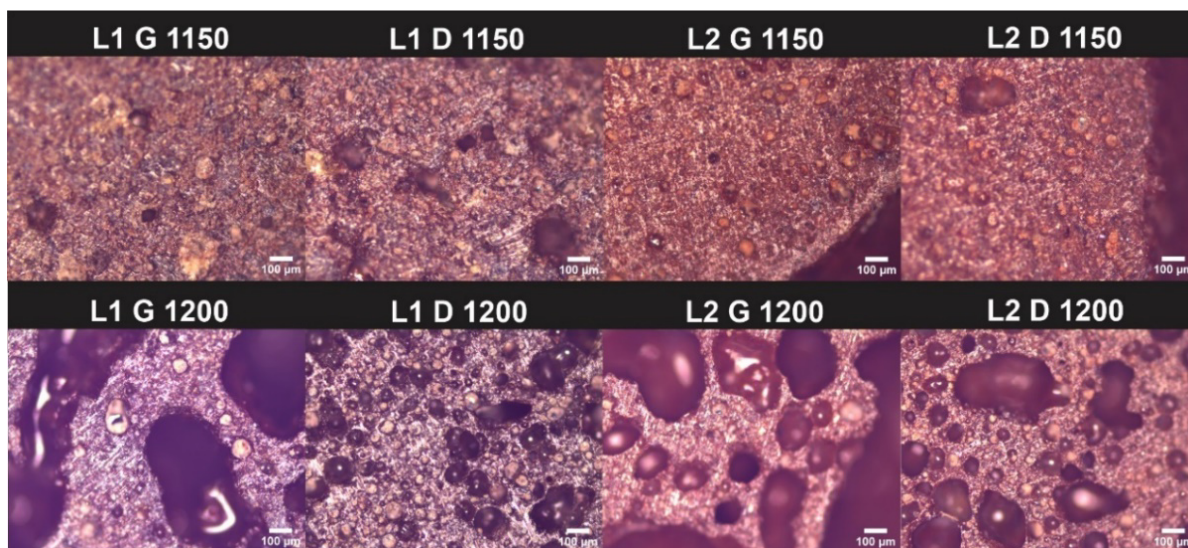


Figura 7. Imágenes en microscopio óptico de los agregados.

Tabla 3. Porcentaje de área de poros en sección de corte de los agregados sinterizados a partir de L1 y L2.

Agregado	L1 G 1150	L1 D 1150	L2 G 1150	L2 D 1150	L1 G 1200	L1 D 1200	L2 G 1200	L2 D 1200
% Área de poros	2,3	5,2	0,9	3,0	22,9	12,5	28,8	21,2

### Resistencia mecánica

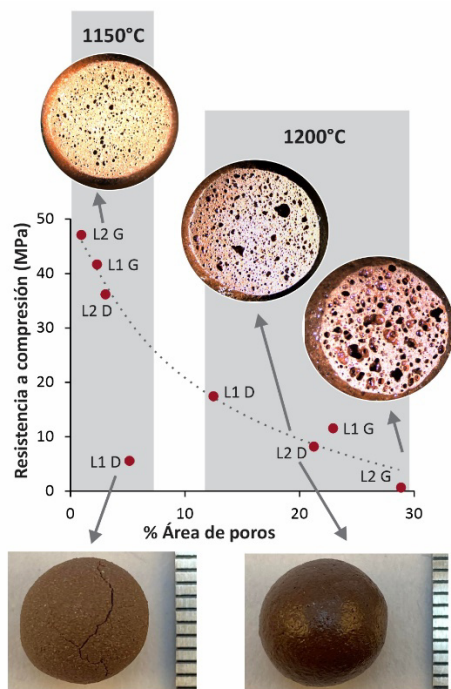
En la Tabla 4 se presentan los valores de resistencia a compresión de los agregados porosos. La relación entre resistencia a compresión y porcentaje de área de poros se presenta en la Figura 8. En general a mayor porcentaje de área de poros (menor densidad y mayor porosidad), menor resistencia a compresión. El agregado L1 D 1150 muestra un valor de resistencia menor al esperado, este comportamiento puede atribuirse a la aparición de grietas superficiales durante el proceso térmico (ver imagen inferior en la Figura 8), efecto no registrado para los otros agregados. Los tratamientos a menor temperatura (1150 °C) favorecen el desarrollo de resistencia a compresión, sin embargo, no se encuentran dentro del límite de densidad de partícula para clasificarse como agregado liviano ( $\leq 2000 \text{ kg/m}^3$ , EN 13055). Para un agregado liviano comercial (Liapor® 6,5 2/10) de diámetro y densidad de partícula similares a las obtenidas a 1200 °C, se informan valores de resistencia  $\geq 8,0 \text{ MPa}$ . Para los agregados L1 D, L1 G y L2 D sintetizados en el laboratorio se obtuvieron valores de densidad y resistencia similares, mientras que L2 G de menor densidad presenta una resistencia inferior.

Tabla 4. Resistencia a compresión de los agregados sinterizados a partir de L1 y L2.

Agregado	L1 G 1150	L1 D 1150	L2 G 1150	L2 D 1150	L1 G 1200	L1 D 1200	L2 G 1200	L2 D 1200
Resistencia a compresión (MPa)	$42 \pm 3$	$6 \pm 2$	$47 \pm 5$	$36 \pm 4$	$11,5 \pm 0,6$	$17 \pm 2$	$0,6 \pm 0,1$	$8,2 \pm 0,4$

Aunque la resistencia mecánica a compresión de los agregados está influenciada principalmente por la porosidad, como se puede ver en la Figura 8, las diferencias en la microestructura no son la única razón para la variación en los valores de resistencia a compresión: puede estar afectada por otros factores como grietas y

defectos internos debido a tensiones térmicas y cambios en la composición mineralógica (González-Corrochano *et al.*, 2010).



**Figura 8.** Relación entre resistencia a compresión y porcentaje de área de poros, imágenes general y de corte de los agregados porosos sinterizados a partir de L1 y L2.

## Conclusiones

Se concluye que las lutitas de Olavarría, compuestas principalmente por cuarzo, minerales arcillosos (illita y clorita) y calcita, pueden ser utilizadas para la elaboración de agregados porosos livianos con tratamiento térmico a 1200 °C, obteniendo la menor densidad y mayor expansión cuando se utiliza una lutita con mayor contenido de illita y feldespato albita como impureza (L2 G 1200).

Las fases mineralógicas presentes en las lutitas contribuyen a la formación de fases cristalinas y fase vítrea, necesaria para atrapar los gases y generar porosidad, en las esferas sinterizadas a 1200 °C. Considerando las fases cristalinas, se identificó la formación de hematita en todos los agregados sinterizados; la formación de feldespato anortita en la lutita con mayor contenido de calcita (L1) y la formación de una espinela en la lutita con mayor contenido de Fe y Mg (L2).

Los valores de absorción obtenidos en todos los agregados sinterizados son inferiores al 0,1 %, por lo que no presentarán una variación en el contenido de humedad significativa que deba considerarse en la relación agua/cemento y trabajabilidad del hormigón.

El tipo de tratamiento térmico realizado modifica la porosidad del agregado: cuanto mayor es la porosidad alcanzada, menor es la densidad, pero a su vez disminuye la resistencia a compresión. Para seleccionar el tratamiento adecuado se debe considerar qué propiedad es la determinante de acuerdo a la aplicación tecnológica que tendrá el agregado.

Fue posible sinterizar en el laboratorio agregados porosos con propiedades tecnológicas comparables a los agregados livianos de calidad disponibles en el mercado: los agregados porosos obtenidos a 1200 °C y tratamiento directo (L1 D 1200 y L2 D 1200) presentan diámetro, densidad de partícula y resistencia a compresión similares a Liapor® 6,5 2/10.

## Agradecimientos

Este trabajo fue posible gracias al apoyo recibido por el CONICET (PIP 2021-2023, 11220200102895CO). Los autores agradecen a la Ing. Beatriz Silverii (CPA, CONICET) por su colaboración en las medidas FTIR y las imágenes en lupa y microscopio óptico.

## Bibliografía

- Anaya, R., Martínez, J.M., Hernández, M.F., Herrea, M.S. & Rendtorff, N.M. (2022) 'Individual diametral compression behavior of a ceramic proppant', *Ceramics International*, 48, pp. 32357-32365.
- Ayati, B., Ferrándiz-Mas, V., Newport, D. & Cheeseman, C. (2018) 'Use of clay in the manufacture of lightweight aggregate', *Construction and Building Materials*, 162, pp. 124-131.
- Fakhfakh, E., Hajjaji, W., Medhioub, M., Rocha, F., López-Galindo, A., Setti, M., Kooli, F., Zargouni, F. & Jamoussi, F. (2007) 'Effects of sand addition on production of lightweight aggregates from Tunisian smectite-rich clayey rocks', *Applied Clay Science*, 35, pp. 228-237.
- Földvári, M. (2011) *Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice*. Geological Institute of Hungary (Magyar Állami Földtani Intézet), Budapest.
- González-Corrochano, B., Alonso-Azcárate, J. & Rodas, M. (2009) 'Production of lightweight aggregates from mining and industrial wastes', *Journal of Environmental Management*, 90, pp. 2801-2812.
- González-Corrochano, B., Alonso-Azcárate, J., Rodas, M., Luque, F.J. & Barrenechea, J.F. (2010) 'Microstructure and mineralogy of lightweight aggregates produced from washing aggregate sludge, fly ash and used motor oil', *Cement & Concrete Composites*, 32, pp. 694-707.
- IRAM 12510 (1973) *Materiales refractarios. Métodos de determinación de la porosidad total, porosidad aparente, porosidad cerrada, absorción de agua, densidad aparente en aire y densidad aparente en agua*. Instituto Argentino de Racionalización de Materiales.
- Irassar, E.F., Bonavetti, V.L., Castellano, C.C., Trezza, M.A., Rahhal, V.F., Cordoba, G. & Lemma, R. (2019) 'Calcined illite-chlorite shale as supplementary cementing material: Thermal treatment, grinding, color and pozzolanic activity', *Applied Clay Science*, 179, 105143.
- Korat, L., Ducman, V., Legat, A. & Mirtic, B. (2013) 'Characterisation of the pore-forming process in lightweight aggregate based on silica sludge by means of X-ray micro-tomography (micro-CT) and mercury intrusion porosimetry (MIP)', *Ceramics International*, 39, pp. 6997-7005.
- Latosinska, J., Zygadlo, M. & Czapik, P. (2021) 'The influence of sewage sludge content and sintering temperature on selected properties of lightweight expanded clay aggregate', *Materials*, 14, 3363.
- Moreno-Maroto, J.M., Uceda-Rodríguez, M., Cobo-Ceacero, C.V., Cotes-Palomino, T., Martínez-García, C. & Alonso-Azcárate, J. (2020) 'Studying the feasibility of a selection of Southern European ceramic clays for the production of lightweight aggregates', *Construction and Building Materials*, 237, 117583.
- Ozguven, A. & Gunduz, L. (2012) 'Examination of effective parameters for the production of expanded clay aggregate', *Cement & Concrete Composites*, 34, pp. 781-787.
- Rashad, A.M. (2018) 'Lightweight expanded clay aggregate as a building material - An overview', *Construction and Building Materials*, 170, pp. 757-775.
- Thienel, K.C., Haller, T. & Beuntner, N. (2020) 'Lightweight Concrete - From Basics to Innovations', *Materials*, 13, 1120.
- Wilson, M.J. (1987) *A Handbook of determinative methods in clay mineralogy*. Chapman and Hall Publ., USA.