

# DIFRACCIÓN DE RAYOS-X (DRX) Y CEMENTOS: DESDE LA INVESTIGACIÓN HASTA EL CONTROL DE CALIDAD

## X-RAY DIFFRACTION (XRD) AND CEMENTS: FROM RESEARCH TO CONTROL QUALITY

M. García-Maté<sup>a</sup>, A. G. De la Torre<sup>b</sup>, M. A. G. Aranda<sup>b,c</sup>

<sup>a</sup> **X-Ray Data Services S.L.**, Edificio de Institutos Universitarios, Oficina 11C, C/ Severo Ochoa 4, Parque Tecnológico de Andalucía, 29590 Málaga, España.

Teléfono: +34636176624 Email: [info@xdataser.com](mailto:info@xdataser.com)

<sup>b</sup> Departamento de Química Inorgánica, Universidad de Málaga, Campus Teatinos S/N. 29071, Málaga, España.

<sup>c</sup> ALBA Synchrotron, Carrer de la Llum 2-26. 08290 Cerdanyola del Vallès, Barcelona, España.

### RESUMEN

Los materiales de construcción, son componentes complejos de gran interés comercial. Por ello, el conocimiento cuantitativo de su mineralogía a través de la difracción de rayos X (DRX) es de crucial importancia para optimizar su proceso de fabricación, así como ayudar a predecir las prestaciones finales de dichos materiales.

Debido a la necesidad detectada, en dicho sector, para la caracterización de materiales mediante esta tecnología y con el propósito principal de aplicar y transferir el conocimiento adquirido en la Universidad al tejido empresarial surge X-Ray Data Services SL (XDS). Se trata de una empresa spin-off de la Universidad de Málaga (España). Este proyecto empresarial de base tecnológica ofrece servicios basados en la difracción de rayos-X, adaptados a las necesidades del cliente industrial.

### ABSTRACT

Building materials are very complex samples of commercial importance. Therefore, quantitative knowledge of their mineralogical composition through X-ray diffraction (XRD) is crucial to optimize the manufacturing process, as well as help to predict the final performances of these materials.

Due to the detected need, in this area, for the characterization of materials through this technology and with the main purpose to apply and transfer the knowledge acquired in the university to the industrial sector X-Ray Data Services (XDS) arise. They are a spin-off company from the University of Malaga (Spain). This technology-based business project provides different services based on X-ray diffraction, and adapted to the needs of industrial customers.

### X-RAY DATA SERVICES SL ([www.xdataser.com](http://www.xdataser.com))

X-Ray Data Services SL es una empresa spin-off de la Universidad de Málaga (España), que nace de un grupo de expertos en la caracterización de materiales [1,2], principalmente dentro del sector cementero, mediante difracción de rayos-X.

Esta spin-off está formada por la Dra. Marta García Maté con el apoyo y asesoramiento de la Dra. M<sup>a</sup> Ángeles Gómez de la Torre y del Dr. Miguel Ángel García Aranda.

XDS permite una fluida accesibilidad del cliente industrial a los últimos avances de esta técnica de caracterización de materiales con el objetivo de solucionar/evitar problemas y facilitar la innovación y generación de nuevos productos, procesos o servicios.

Para conseguir el objetivo deseado de dar accesibilidad a esta tecnología, así como transferir el conocimiento y facilitar la innovación, XDS proporciona los siguientes

servicios (figura 1): 1) Análisis de datos; 2) Formación/ayuda adaptada; 3) Consultoría I+D+i.

Nos gustaría destacar que XDS en la actualidad ha realizado 20 cursos de formación en diferentes empresas, centros de investigación y universidades, en los últimos 2 años. Estos cursos se han adaptado a las necesidades requeridas por el cliente. Podemos mencionar dentro de los últimos cursos realizados los siguientes:

-En cementera del Grupo Cementos Portland Valderrivas (GCPV) en Enfidha (Túnez), los días 3 y 4 de mayo de 2018, impartiendo un curso sobre DRX y el método Rietveld para el personal del departamento de

Calidad de dicha fábrica. Durante los 2 días de formación se enseñó cómo preparar la muestra para una correcta toma de datos y qué aplicaciones tiene la técnica en cementos.

-En Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, perteneciente al CSIC, impartiendo un curso sobre DRX y el método de Rietveld del 10 al 13 de abril de 2018. Esta formación de 4 días fue eminentemente práctica en el manejo de 3 programas de tratamiento de datos de DRX y el método de Rietveld: EVA®, TOPAS® y GSAS.

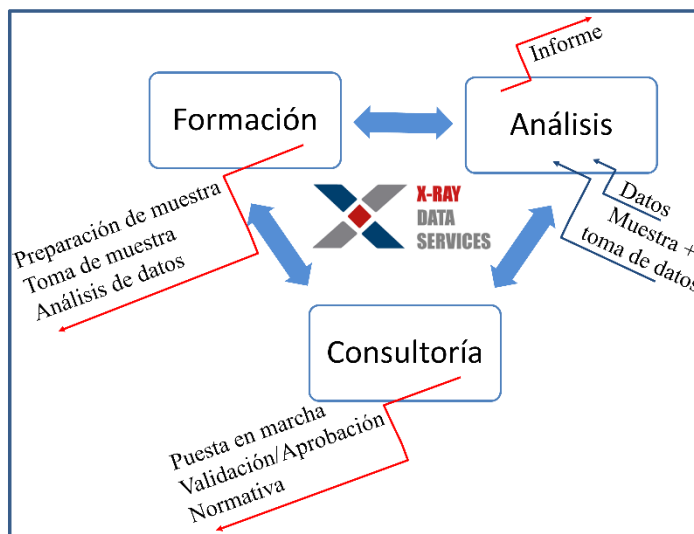


Figura 1. Esquema de los servicios ofertados por X-Ray Data Services SL

## BENEFICIOS DEL SECTOR CEMENTERO

### Optimizar la dosificación. Ahorro de costes en materia prima.

Gracias a el control de calidad de las materias primas por DRX, es posible conocer su mineralogía y llegar a una correcta dosificación de las mismas. Esto puede aportar un ahorro de material y por consiguiente un ahorro de costes.

Algunos de los análisis que se pueden llevar a cabo para el control de las materias primas son:

– Determinación de pureza de la piedra caliza: mediante la cuantificación de diferentes carbonatos (calcita, aragonita, dolomita, magnesita, ankerita, siderita, huntita, etc), y de la identificación y cuantificación de impurezas como la pirita.

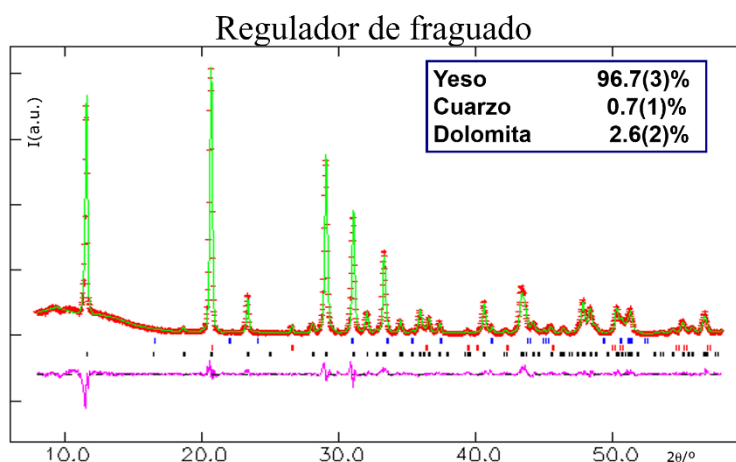


Figura 2. Difractograma de rayos-X de laboratorio de una muestra de yeso ajustado por el método Rietveld

– Determinación de la pureza de la fuente de sulfato: mediante la cuantificación de diferentes compuestos (yeso/anhidrita/basanita) que pueden afectar de manera diferente al fraguado, la identificación y cuantificación de otros sulfatos, por ejemplo, celestina, y la identificación y cuantificación de impurezas, por ejemplo, cuarzo, dolomita, feldespatos (figura 2).

### **Evitar y/o reducir los bloqueos en los ciclones (cyclon blockages). Menores pérdidas de clínker.**

Mediante el seguimiento por DRX de la composición mineralógica de la harina caliente se puede estudiar la formación de fases que causan obstrucciones/acumulaciones en los ciclones. Con ello se puede llegar a una proporción equilibrada de elementos en la harina caliente que reduzca el número de dichas acumulaciones. Esta reducción de bloqueos de ciclones permite por tanto reducir la pérdida de clínker asociada a los mismos.

### **Optimizar condiciones de operación del horno. Ahorro de energía.**

Con la ayuda del estudio por DRX de la composición mineralógica del clínker a la salida del horno, es posible hacer un seguimiento de la relación de las diferentes fases del clínker, así como de sus polimorfos. Con ello se pueden detectar posibles anomalías en el funcionamiento del mismo, optimizar la temperatura de la zona de cocción, obtener información sobre la velocidad de enfriamiento, determinar si las reacciones no se han completado, determinar la calidad del clínker, etc.

### **Controlar molienda del cemento (arranque en frío del molino).**

El proceso de molienda del cemento puede optimizarse mediante DRX haciendo un seguimiento de la evolución del contenido de yeso/basanita/anhidrita en el molino (figura 3).

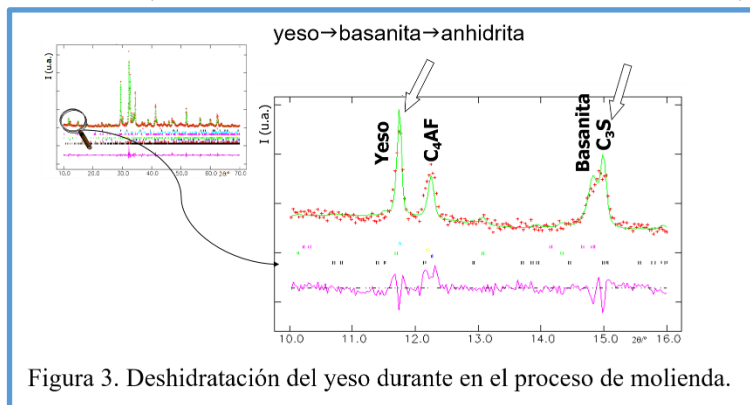
Por otra parte, se puede estudiar la influencia de los aditivos de molienda en el tamaño de partícula mediante DRX.

### **Control de calidad de finos y adiciones (caliza, escoria del alto horno, cenizas volantes, puzolanas naturales, etc.).**

A través de DRX es posible llevar a cabo, no solo la cuantificación de fases cristalinas, sino también de fase amorfa.

Esto es útil en la caracterización de adiciones tipo cenizas y escorias ya que son la principal fuente de reactividad química y por tanto de las mejoras en las prestaciones finales.

Dentro del control de calidad de finos es importante destacar el seguimiento o monitorización del polvo de sílice respirable.



### **Influencia de combustibles secundarios/alternativos en el proceso.**

El uso de combustibles alternativos puede incorporar nuevos elementos (P, Zn, etc.) que estabilicen diferentes polimorfos en el clínker. También puede dar lugar a la aparición

de nuevas fases minoritarias en el clínker. Por ello, el seguimiento de las fases mineralógicas del clínker puede ayudar a la correcta utilización de estos combustibles alternativos y ayudar a la obtención de clínkeres con propiedades reproducibles.

#### **Reutilizar materiales procedentes de los electrofiltros.**

Conocer la composición elemental y mineralógica del material que se recoge en los electrofiltros de la fábrica permite su correcta reincorporación al proceso de producción. En algunos países el uso de cualquier polvo utilizado como aditivo de cemento (<5% en peso) requiere un análisis detallado de la composición mineralógica.

#### **Predecir prestaciones finales (tiempo de fraguado, resistencias mecánicas, etc).**

Un seguimiento a diario de muestras mediante el uso de diferentes técnicas de caracterización, hace posible llevar a cabo una adecuada correlación entre composición y propiedades finales del material.

Por ejemplo, en el clínker nos podemos encontrar dos polimorfos del  $C_3S$ , M1 y M3. Estos polimorfos tienen diferentes propiedades hidráulicas y por tanto, esto afecta a las resistencias a la compresión a edades tempranas.

#### **Agradecimientos**

Agradecer al Vicerrectorado de Innovación Social y Emprendimiento de la Universidad de Málaga por el apoyo otorgado para la consolidación de XDS, así como el galardón de los premios Spin-Off durante la convocatoria de 2015 en la Categoría de Personal Docente Investigador/Grupos de Investigación. Agradecer también a la Dra. Gema Álvarez Pinazo su dedicación a tiempo completo hasta finales de 2017 a la empresa.

#### **Referencias:**

[1] Á. G. De la Torre, I. Santacruz, L. León-Reina, A. Cuesta, M. A.G. Aranda (2017). 1. Diffraction and crystallography applied to anhydrous cements. In Herbert Pöllmann (Editor), *Cementitious Materials: Composition, Properties, Application* (pp. 3–30). Berlin, Boston: De Gruyter.

<https://doi.org/10.1515/9783110473728-002>.

[2] M. A.G. Aranda, A. Cuesta, A. G. De la Torre, I. Santacruz, L. León-Reina (2017). 2. Diffraction and crystallography applied to hydrating cements. In Herbert Pöllmann (Editor), *Cementitious Materials: Composition, Properties, Application* (pp. 31–60). Berlin, Boston: De Gruyter.

<https://doi.org/10.1515/9783110473728-003>.