

**“CARACTERIZACIÓN Y PROCESAMIENTO DE ARCILLAS
CAOLÍNÍCAS DEL DEPARTAMENTO DEL CAUCA PARA LA
OBTENCIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS”**



CAROLJULIETH AGUILAR PAZ

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

POPAYÁN

2008

**“CARACTERIZACIÓN Y PROCESAMIENTO DE ARCILLAS
CAOLÍNÍCAS DEL DEPARTAMENTO DEL CAUCA PARA LA
OBTENCIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS”**



CAROLJULIETH AGUILAR PAZ

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
INGENIERA FISICA**

DIRECTOR

Dr. JORGE ENRIQUE RODRÍGUEZ PAÉZ

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

POPAYÁN

2008

NOTA DE ACEPTACIÓN

Dr. JORGE ENRIQUE RODRÍGUEZ PAÉZ
DIRECTOR

DR. CLAUDIA FERNANDA VILLAQUIRÁN
Jurado

Msc. OHN JAIRO RESTREPO
Jurado

Fecha de sustentación: Popayán, 25 de febrero 2008

A mis padres por su amor, a mi hermano y hermanas por su apoyo, a Fernelly Rojas por su ayuda incondicional, y gratitud a la persona que confió en mi trabajo, Dr. Jorge Enrique Rodriguez.

AGREDECIMIENTOS

Dr. Jorge Enrique Rodríguez Paez a quien agradezco su asesoría, dedicación y apoyo durante la ejecución de este proyecto.

A la Universidad del Cauca por permitirme hacer uso de sus recursos humanos, tecnológicos y administrativos que permitieron la culminación de este trabajo de grado.

Al grupo de investigación CYTEMAC, por permitir el espacio y los equipos de laboratorio necesarios para la ejecución de este trabajo.

Laboratorio de suelos de la facultad de Ingeniería Civil y a todos sus integrantes quienes asesoraron y permitieron la realización de los ensayos de caracterización física de las materias primas.

A la unidad de Microscopia de la Universidad del Cauca y todos sus integrantes quienes facilitaron la culminación de una de las etapas de este proyecto.

A la Ing Jaqueline Escobar, directora del Laboratorio de Suelos de la Escuela de Ingeniería de Antioquia por permitir la realización de los ensayos mecánicos de las piezas cerámicas.

Mcs. Medardo Perez, Director de la Unidad de Microscopia Electrónica de Barrido de la Universidad Nacional sede Medellín.

A mis amigos: Andrea, Daniel, Nelson y Jaime y compañeros de la universidad que en el transcurso de este trabajo me ofrecieron su ayuda y su apoyo de una manera incondicional.

TABLA DE CONTENIDO

CAPITULO 1: ASPECTOS GENERALES DEL PROYECTO

1.1.	INTRODUCCIÓN	18
1.2.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	19
1.3.	JUSTIFICACIÓN	21
1.4.	OBJETIVOS	23
1.4.1	Objetivo general	23
1.4.2	Objetivos específicos	23

CAPITULO 2: CARACTERISTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE LAS ARCILLAS

2.1.	INTRODUCCIÓN	25
2.2.	MINERALES ARCILLOSOS	26
2.3.	CAOLINES Y ARCILLAS CAOLINÍTICAS	28
2.4.	MICA-MOSCOVITA	30
2.5.	FELDESPATOS	31
2.6.	CUARZO	32
2.7.	PROPIEDADES DE LOS MINERALES ARCILLOSOS	33
2.7.1	Plasticidad	33
2.7.2	Capacidad Aglutinante	33
2.7.3	Capacidad de absorción	34
2.7.4	Contracción de la Arcilla	34
2.7.5	Comportamiento frente a la temperatura	35
2.8.	ASPECTOS RELEVANTES PARA CONSIDERAR	35
	BIBLIOGRAFIA	36

CAPITULO 3: CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

3.1.	INTRODUCCIÓN	37
3.2.	RECOLECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS	38
3.3.	CARACTERIZACIÓN FÍSICA	42
3.3.1	Adecuación de la materia prima para su caracterización física	43
3.3.2	Selección preliminar con base a tratamiento térmico	43
3.3.3	Limites de Atterberg	44
3.3.4	Granulometría	49
3.3.5	Peso específico	51
3.3.6	Contracción	54
3.3.7	Naturaleza ácida o básica de la arcilla	56
3.4.	CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y MICROESTRUCTURAL	56
3.4.1	Preparación de la muestra para análisis químico	57
3.4.2	Difracción de rayos X (DRX)	57
3.4.3	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)	62
3.4.4	Fluorescencia de rayos X (FRX)	66
3.4.5	Uso de los datos de drx y frx para el análisis mineralógico de arcillas y caolines (análisis racional)	68
3.4.6	Análisis térmico diferencial TG y ATD.	70
3.4.7	Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	73
3.5.	CONCLUSIONES PARCIALES	76
	BIBLIOGRAFÍA	78

CAPITULO 4: TÉCNICAS DE PROCESAMIENTO CERÁMICO

4.1.	INTRODUCCIÓN	80
4.2.	DOSIFICACIÓN DE LAS MEZCLAS DE MATERIAS PRIMAS	81
4.3.	CONFORMADO DE PIEZAS CERÁMICAS	84
4.3.1	Prensado uniaxial de pastas cerámicas	86
4.3.2	Método de colado	90

4.4	ETAPA DE SECADO DE LAS PIEZAS CERÁMICAS	98
4.4.1	Secado de las piezas cerámicas conformadas por prensado Uniaxial	99
4.4.2	Secado de las piezas cerámicas conformadas por el método de Coloidal	105
4.5	SINTERIZACIÓN DE LAS PIEZAS CERÁMICAS OBTENIDAS MEDIANTE EL PRENSADO UNIAxIAL Y EL COLADO EN MOLDE	110
4.5.1	Etapas de sinterización de las muestras obtenidas por prensado uniaxial	113
4.5.2	Etapas de sinterización para muestras obtenidas por "Slip Casting"	119
4.6.	CONCLUSIONES PARCIALES	125
	BIBLIOGRAFÍA	127

CAPITULO 5: CARACTERISTICAS MECANICAS Y MICROESTRUCTURALES DE LAS PIEZAS CERAMICAS OBTENIDAS

5.1.	INTRODUCCIÓN	128
5.2.	PROPIEDADES DE LAS PORCELANAS	129
5.2.1	Porcelana dura	129
5.2.2	Porcelana semivitrificada	130
5.2.3	Cerámica eléctrica	130
5.3.	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	131
5.3.1	Microscopía Óptica.	132
5.3.2	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	138
5.4.	CARACTERIZACIÓN MÉCANICA	149
5.4.1	Ensayo de compresión	149
5.4.2	Ensayo de flexión	152
5.4.3	Ensayo de absorción de agua	156
5.5	CONCLUSIONES	159

BIBLIOGRAFIA	161
CAPITULO 6: CARACTERIZACIÓN DEL SECTOR ARTESANAL DE LA REGIÓN	
6.1 INTRODUCCIÓN	162
6.2. LA CADENA PRODUCTIVA DE LA CERÀMICA	163
6.3 CARACTERIZACIÓN SOCIOECONÓMICA DEL SECTOR ARTESANAL CERÁMICO DE LA REGIÓN	165
6.3.1 Aspectos sociales	166
6.3.2 Aspectos económicos	166
6.4. IMPACTO	167
6.4.1 Impacto social	166
6.4.2 Impacto económico	168
6.5. CONTEXTUALIZACIÓN DEL PROYECTO	168
6.6. TRABAJOS A FUTURO	171
BIBLIOGRAFIA	172

NDICE DE TABLAS

Tabla		Página
Tabla 2.1.	Clasificación de los minerales arcillosos más comunes	26
Tabla 3.1.	Rótulos de los minerales arcillosos a analizar del Departamento del Cauca	42
Tabla 3.2.	Apariencia de las arcillas caoliníticas del departamento del cauca sinterizadas a 1100°C	44
Tabla 3.3.	Limites de Atterberg para muestras analizadas	48
Tabla 3.4.	Análisis granulométrico para Arcillas del departamento del Cauca	50
Tabla 3.5.	Análisis granulométrico para caolines de la zona Tetilla y Santander de Quilichao departamento del Cauca	51
Tabla 3.6.	Resultados obtenidos de las muestras del departamento del Cauca.	53
Tabla 3.7.	Clasificación de suelos por análisis de Peso específico	53
Tabla 3.8.	Cambio volumétrico de Arcillas y caolines del Departamento del Cauca.	54
Tabla 3.9.	Principales fases cristalinas presentes en las muestras analizadas.	59
Tabla 3.10.	Asignación de Bandas en Espectros de Infrarrojo	64
Tabla 3.11.	Análisis Químico de los minerales estudiados.	67
Tabla 3.12.	Composición en óxidos de las muestras del departamento del Cauca	68
Tabla 3.13.	Componentes mineralógicos de las arcillas caoliníticas analizadas	69

Tabla 4.1.	Principales composiciones de las mezclas cerámicas para la obtención de porcelanas triaxiales.	82
Tabla 4.2.	Mezclas definidas para ser utilizadas.	83
Tabla 4.3.	Esquema de clasificación de las técnicas de procesamiento cerámico considerando la etapa del moldeo de la pieza.	85
Tabla 4.4.	Limites de Atterberg para mezclas propuestas	86
Tabla 5.1.	Principales características mecánicas de la porcelana dura.	130
Tabla 5.2.	Principales características mecánicas de la porcelana semivitrificada.	130
Tabla 5.3.	Principales características mecánicas de la porcelana eléctrica.	131
Tabla 5.4	Resultados de resistencia a la comprensión, correspondientes a muestras obtenidas por presión uniaxial y sinterizadas a 1280°C, durante dos horas y media.	151
Tabla 5.5.	Resultados obtenidos de resistencia a la flexión correspondiente a conformadas por el método de prensado uniaxial y sinterizadas a 1280 °C durante dos horas y media.	155
Tabla 5.6.	Resultados obtenidos de la resistencia para flexión de las probetas conformadas por el método de conformado en molde ("slip casting") y sinterizadas a 1280°C durante dos horas y media.	155
Tabla 6.1.	Establecimiento y empleo. Número e índice de dedicación (2001)	165

INDICE DE FIGURAS

FIGURA		Página
FIGURA 2.1.	Estructura ideal de una lámina de caolinita.	29
FIGURA 2.2.	Estructura ideal de una lámina de moscovita.	31
FIGURA 2.3.	Arreglos cristalinos del cuarzo.	33
FIGURA 3.1.	Depósitos de arcillas, caolines y feldespatos ubicados en el departamento del Cauca	38
FIGURA 3.2.	Fuentes de caolin	40
FIGURA 3.3.	Fuentes de caolin	41
FIGURA 3.4.	Manipulación de la muestra a utilizar en la caracterización física.	43
FIGURA 3.5.	Clasificación de las arcillas según Atterberg	46
FIGURA 3.6.	Especies Mineralógicas Según los Límites de Atterberg	46
FIGURA 3.7.	Materias primas del Departamento del Cauca según carta de plasticidad.	49
FIGURA 3.8.	Contracción (Cambio volumétrico) de las arcillas y caolines analizados.	55
FIGURA 3.9.	Esquema de preparación de las materias primas para sus pruebas de caracterización química	57
FIGURA 3.10.	Difractogramas de rayos X correspondientes a las muestras: (a) ACJ1, (b) ACJ2, (c) ACJ4, (d) CCJ3BL y (e) CCJ4BE.	60
FIGURA 3.11.	Espectros IR correspondientes a las muestras (a) Arcilla y (b) caolines.	65
FIGURA 3.12.	Composición mineralógica de materiales arcillosos.	69
FIGURA 3.13.	Curva de (a) TG y (b) ATD correspondiente a la muestra arcillosa de La Tetilla CCJ3BL.	71

FIGURA 3.14.	Curva de (a) TG y (b) ATD correspondiente a la muestra arcillosa de Cajete Cauca y su derivada.	72
FIGURA 3.15.	Microscopía electrónica de Barrido de la muestra CCJ3BL.	74
FIGURA 3.16.	Diagrama triaxial de potenciales usos de las arcillas del Departamento del Cauca	75
FIGURA 4.1	Diagrama triaxial de potenciales usos de las arcillas del Departamento del Cauca	84
FIGURA 4.2.	Esquema del proceso de prensado uniaxial para cada una de las mezclas.	87
FIGURA 4.3.	Troquel utilizado para conformar las probetas (50mm, 10mm y 20mm) usando la técnica de prensado uniaxial.	88
FIGURA 4.4.	Curvas de compactación para las mezclas propuestas.	89
FIGURA 4.5.	Efecto presentes en las piezas cerámicas conformadas por prensado uniaxial.	90
FIGURA 4.6.	Curva de viscosidad obtenida para 500ml de una barbotina, con densidad teórica de 1.65 g/cm ³ .	92
FIGURA 4.7.	Curva de viscosidad obtenida para 400ml de una barbotina, constituida por una mezcla.	93
FIGURA 4.8.	Curva de viscosidad obtenida para 400ml de una barbotina, constituida por una mezcla.	94
FIGURA 4.9.	Método de colado, "Slip Casting", para porcelanas triaxiales.	95
FIGURA 4.10.	Esquema de formación de pared en el sistema barbotina - molde de yeso.	96
FIGURA 4.11.	Efectos de la viscosidad en la formación de pared de las piezas	97
FIGURA 4.12.	Curva de formación de pared durante el proceso de llenado de molde.	98
FIGURA 4.13.	Curvas de pérdida de peso de las muestras.	100
FIGURA 4.14.	Curvas de contracción de las mezclas utilizadas.	101

FIGURA 4.15.	Curvas de humedad en función de la contracción de las piezas para mezclas a utilizar.	103
FIGURA 4.16.	Curvas de densidad para cada una de las mezclas	104
FIGURA 4.17.	Curvas de pérdida de peso durante el secado de las muestras obtenidas por "Slip Casting"	107
FIGURA 4.18.	Curvas de contracción de las mezclas utilizadas.	107
FIGURA 4.19.	Curvas de humedad en función de la contracción de las piezas conformadas por el método coloidal.	109
FIGURA 4.20	Programa de calentamiento de las mezclas según análisis de ATD-TG	112
FIGURA 4.21.	Curva de pérdida de peso en función de la temperatura para piezas conformadas por prensado uniaxial.	114
FIGURA 4.22.	Curva de contracción en función de la temperatura.	115
FIGURA 4.23.	Curvas de densificación de las muestras sinterizadas.	116
FIGURA 4.24.	Curvas de densificación en función del tiempo de sinterizadas.	117
FIGURA 4.25.	Curvas de gresificación de las muestras obtenidas por prensado uniaxial.	118
FIGURA 4.26.	Curva de pérdida de peso en función de la temperatura para piezas conformadas por método coloidal.	120
FIGURA 4.27.	Curva de contracción de las piezas frente al tratamiento térmico.	121
FIGURA 4.28.	Curvas de densidad de las piezas, conformadas por colado en molde, en función de la temperatura.	122
FIGURA 4.29.	Curvas de densificación en función del tiempo para una temperatura de 1280°C para piezas obtenidas por el método coloidal.	123

FIGURA 4.30.	Curvas de gresificación correspondientes a muestras.	124
FIGURA 5.1.	Microscopio óptico Nikon SM 2T con una cámara CCD acoplada utilizado para observar las piezas conformadas en este trabajo.	132
FIGURA 5.2.	Defectos que presentan las piezas en “verde” conformadas por el método de prensado uniaxial, utilizando mezclas “dosificadas”.	133
FIGURA 5.3.	Defectos presentes en piezas sinterizadas conformadas por el método de prensado uniaxial, utilizando mezclas “dosificadas”.	134
FIGURA 5.4.	Grietas generadas en la suspensión de las piezas a causa de los sobre espesores ocasionados por una alta viscosidad.	135
FIGURA 5.5.	Fotografías utilizando microscopio y que corresponden a las mezclas “dosificadas”, sinterizadas a 1280°C.	136
FIGURA 5.6.	Fotografías obtenidas con microscopía óptica de la superficie fracturada de las piezas sinterizadas a 1280°C, conformadas a partir de mezclas “dosificadas”.	137
FIGURA 5.7.	Fotografías obtenidas con microscopía óptica de la superficie fracturada de las muestras tratadas térmicamente a 1280 ° C.	138
FIGURA 5.8.	Fotografía del «Sputtering» SCD005.	139
FIGURA 5.9.	Fotografía del equipo JEOL 5910LV SEM utilizado para la caracterización microestructural de las piezas.	140
FIGURA 5.10.	Fotografías obtenidas con MEB de la superficie fracturada, fresca, de piezas conformadas con el método de prensado uniaxial, tratadas térmicamente a 1280°C.	142
FIGURA 5.11.	Fotografías obtenidas con MEB de la superficie fracturada, fresca, de piezas conformadas con el método de conformado en molde. (1280°C)	143
FIGURA.5.12.	Análisis químico, mapeo elemental correspondiente a las muestras obtenidas por prensado uniaxial.	144

FIGURA.5.13.	Análisis químico (EDS), mapeo elemental de las muestras obtenidas por el método de colado.	145
FIGURA.5.14.	Análisis químico puntual realizado a muestras sinterizadas a 1280°C.	147
FIGURA.5.15.	Análisis químico puntual realizado a muestras conformadas por prensado uniaxial, sinterizadas a 1280°C.	148
FIGURA 5.16.	Esquema del ensayo de compresión.	150
FIGURA 5.17.	Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a compresión	151
FIGURA 5.18.	Ensayo de flexión utilizado para medir la resistencia de los cerámicos que son materiales frágiles.	153
FIGURA 5.19.	Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a la flexión.	154
FIGURA 5.20.	Curvas de absorción de agua en función de la temperatura para muestras conformadas por prensado uniaxial, sinterizadas a diferentes temperaturas	157
FIGURA 5.21.	Curvas de absorción de agua en función de la temperatura para muestras conformadas por el método de colado en molde.	158
FIGURA 6.1.	Estructura simplificada de la cadena productiva de la cerámica.	164
FIGURA 6.2.	Chircal de Pueblillo Cauca	169
FIGURA 6.3.	Miembros del Grupo CYTEMAC reunidos con alfareros del sector de Cajete y Pueblillo.	170

ANEXOS

Anexo	Pàgina
ANEXO 1.	175
ANEXO 2	182
ANEXO 3	183

RESUMEN DEL PROYECTO

La utilización de los minerales no-metálicas, específicamente las arcillas, como material para la industria cerámica presenta un alto grado de importancia tecnológica y a exigido un estudio más detallado de la composición y estructura molecular de las especies minerales integrantes de las rocas arcillosas. Históricamente, las arcillas han sido las materias primas de uso más extendido en la industria cerámica dada la gran cantidad de aluminosilicatos existentes en la corteza terrestre. Estos compuestos son materia prima importante para la fabricación de piezas que tienen diferentes usos tales como cerámica técnica, ladrillos, tejas y piezas decorativas, entre otras. En Colombia, el sector cerámico está altamente concentrado en algunas regiones del país. Más del 80% de la producción corresponde a cuatro empresas: Colcerámica S.A. (Grupo Corona), Cerámica Italia (10% del mercado de pisos en el país), Eurocerámica y Electroporcelana Gamma (Grupo Corona), las cuales cuentan con una infraestructura adecuada para producir productos cerámicos de buen calidad, gran parte de los cuales se exportan. En regiones como el Cauca, los pequeños productores no han alcanzado esta condición por lo que es necesario que la academia acompañe al sector alfarero en su interés de conocer la materia prima que utilizan y comenzar el proceso de diversificación de productos. Por lo tanto se debe propiciar el acercamiento del grupo de investigación CYTEMAC-Universidad del Cauca con el sector alfarero en procura de optimizar el aprovechamiento de los recursos con que ellos cuentan para contribuir a mejorar productos y por lo tanto las condiciones de vida de quienes se desempeñan en este sector.

Debido a que algunas de las dificultades para el uso industrial de las materias primas radican en el desconocimiento de la composición química de las mismas, que determina su potencial uso, el interés principal de este trabajo de grado estuvo relacionado con la caracterización de los minerales no metálicos: arcillas, arcillas caoliníticas y caolines, presentes en minas del departamento del cauca, concretamente en Cajete, Pueblillo y La tetilla (municipio de Popayán) y San Pedro en el Municipio de Santander de Quilichao. Para caracterizar la materia prima se utilizó Difracción de rayos-X, con el fin de determinarlas fases cristalinas presentes, espectroscopia infrarroja, para conocer los grupos funcionales que existen en el sólido, fluorescencia de rayos X, para determinar su composición química, análisis térmico TG/ATD, para definir el comportamiento las muestras ante tratamientos térmicos, y

microscopía electrónica para conocer el tamaño y morfología de las partículas. Además se realizarán los ensayos tradicionales de límite de Atterberg, granulometría y peso específico.

Con base en la composición mineralógica y características fisicoquímicas de estas materias primas, se determinaron las condiciones más adecuadas para la obtención de productos alternos a los que actualmente se producen la región, productos tales como crisoles, soportes refractarios y dieléctricos aislantes de bajo voltaje, utilizando para ello los métodos de conformado por prensado uniaxial y por colado en molde (slip casting).

Para el conformado de las piezas cerámicas se tomaron individualmente las materias primas y con base a su composición mineralógica, obtenida de la caracterización realizada a cada una de las muestras, se dosificaron mezclas utilizando el método de clasificación triaxial, obteniéndose composiciones que permitían una cierta funcionalidad de las mismas; concretamente se analizaron porcelana dura (PD), Semivitrificada (PS) y eléctrica (PE). Después de conformada la pieza, ya sea por el método de prensado o por el coloidal (Slip Casting), se determinaron las condiciones adecuadas de secado, temperatura óptima para alcanzar una alta densificación de la pieza, así como la duración del tratamiento térmico. Para ello se estudió la sinterabilidad de las mezclas de materia prima, dosificadas, empleando los estudios tradicionales de densificación. Por otro lado, como también se utilizó el conformado en molde, fue necesario determinar las condiciones óptimas para obtener una barbotina estable y con alto contenido en sólidos (~70%); para ello se realizaron estudios reológicos y utilizando estas condiciones se conformaron las piezas que posteriormente se sinterizaron. Además, dada la aplicación de las piezas, se realizaron ensayos mecánicos, resistencia a la flexión y resistencia a la compresión, ensayos para determinar sus propiedades eléctricas.

Los resultados de la investigación realizada que se presentan en este documento, dan continuidad al trabajo que ha venido realizando en el campo de los materiales cerámicos, el grupo CYTEMAC. Ellos contribuyen no solo al avance en el conocimiento de los yacimientos naturales de almino-silicatos en nuestra región sino que ademo estructurar nuevas empresas que se dediquen a la explotación racional y uso industrial de estas materias primas naturales.

CAPITULO 1

ASPECTOS GENERALES

DEL PROYECTO

1.1. INTRODUCCIÓN

Mediante el desarrollo de este proyecto se espera generar conocimientos y experiencias que benefician los procesos de formación de ingenieros Físicos, Químicos, Ingenieros de Minas, de producción industrial y tecnólogos químicos, principalmente de la Universidad del Cauca. Al abordar estos problemas reales de la región se busca establecer nexos de cooperación y trabajo entre el sector académico y el sector productivo para favorecer desarrollos que beneficien a la sociedad y donde se haga evidente la función de la Universidad como fuente de propuestas que beneficien un sector dado, en este caso el alfarero.

1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El trabajo realizado hasta la fecha en el campo de exploración de nuevas fuentes de materia prima que permita la obtención de materiales avanzados, o el mejoramiento de algunos productos industriales ya existentes, ha motivado a diferentes sectores, tanto desde el punto de vista científico como tecnológico, a la explotación y caracterización de minerales no-metálicos. La caolinita es una de las especies de minerales que forman parte del grupo de los caolines, pertenecientes al género de las arcillas, familia mineralógica que por su diversidad y el creciente incremento de sus aplicaciones industriales ocupa, actualmente, un lugar prominente en la industria extractiva y en la tecnología de los minerales no-metálicos [Cabrera, 1964]. A diferencia de algunos países industrializados, donde un amplio porcentaje de su comercio minero está relacionado con la explotación, producción y comercialización de caolín, en el departamento del Cauca, a pesar de la presencia de mineralizaciones de caolín en diferentes regiones, éste es extraído rudimentariamente y comercializado sin ningún proceso productivo que mejore su calidad y explore posibles beneficios económicos; esto ha limitado sus aplicaciones en los diferentes campos industriales [Inventario minero nacional por municipios departamento del cauca información primaria].

En el caso de la explotación de las minas de caolín hay que tener en cuenta por lo menos tres aspectos: primero, las propiedades fisicoquímicas y mecánicas que presentan las muestras de caolín en cada una de las regiones a estudiar, antes y después de procesarlas; segundo, las especificaciones para el posible uso de esta materia prima en la elaboración de cerámicos y en tercer lugar la visión del sector económico relacionado con las aplicaciones de este material.

Una de las dificultades para el uso industrial de las materias primas se encuentra en la falta de información general de los beneficios que ellas aportan a la industria y por ende a la economía. Por tal motivo, la problemática principal que se pretende abordar con el desarrollo de este trabajo de grado está relacionada con la caracterización del mineral no metálico: caolín, presente en tres minas del

departamento del Cauca, concretamente en Cajete, Pueblillo y La Tetilla, del municipio de Popayán; y San Pedro, en el Municipio de Santander de Quilichao, así como con la determinación de las condiciones más adecuadas para la elaboración de materiales cerámicos de alta calidad a partir de los caolines. En este sentido, los interrogantes a los que se les pretende dar respuesta son: *¿Cuáles son las características fisicoquímicas y mecánicas de los yacimientos de algunas arcillas caoliníticas del Departamento del Cauca?. Y en base en estas características ¿se podrían fabricar nuevos productos como probetas y crisoles utilizando estas materias primas?, ¿cuales serían las condiciones más adecuadas de las barbotinas para conformar materiales cerámicos utilizando esta materia prima?*

Se trata, por lo tanto, de estructurar una metodología que brinde la posibilidad de aprovechar los yacimientos de caolín existentes en el departamento del Cauca, reportados por Ingeominas, en los municipios de Popayán y Santander de Quilichao [2]. Desde luego se requiere optimizar los parámetros involucrados en la fabricación de cerámicos con propósitos especiales (crisoles y probetas principalmente).

1.3. JUSTIFICACIÓN

La diversificación de la explotación y producción minera nacional, ha permitido en las últimas décadas la difusión de informes técnicos y económicos relacionados con el uso industrial de minerales no metálicos, como el caolín. Por otro lado, el incremento de la producción de la minería puede lograrse en parte, mediante el desarrollo de métodos de caracterización científica de arcillas caoliníticas que puedan usarse en diversos sectores industriales. La intensificación de los procesos de tratamiento de la materia prima natural para la fabricación de productos de alta calidad es una alternativa para las diferentes industrias en nuestro país que utilizan el caolín para la obtención de diversos productos comerciales tales como: papel, caucho, pinturas, absorbentes, decolorantes, arenas de moldeo, productos químicos, farmacéuticos, agricultura y cerámicos. Sin embargo, a pesar de que el caolín es una materia prima presente en algunas regiones de nuestro país, como ya se ha comprobado, su explotación se ha realizado, por lo general hasta ahora, de manera espontánea y sin previa planeación del sector público y privado, a un ritmo lento que no es compatible con las condiciones que prevalecen actualmente en algunos países comercializadores de este producto.

El estudio de recursos minerales del departamento del Cauca ha reportado, desde el año 1993, la existencia de minas de caolín ubicadas en los municipios de Popayán y Santander de Quilichao, las cuales son explotadas esporádicamente y sin ningún propósito industrial dentro del departamento del Cauca. Debido a los inconvenientes anteriormente expuestos, se desea realizar un estudio sistemático y científico de algunas minas existentes en el departamento del Cauca, caracterizando muestras tomadas en Cajete, Pueblillo y La tetilla, del municipio de Popayán; y San Pedro, en el Municipio de Santander de Quilichao y determinando su potencial uso en la fabricación de materiales cerámicos. Los resultados esperados tendrán efecto sobre la visión actual de distintas asociaciones de alfareros dentro del Departamento del Cauca dedicados a la utilización de este tipo de materiales en sus productos, permitiendo además un sustento técnico para la

implementación de nuevas industrias dedicadas a la explotación y producción de caolín.

Se conocen reportes sobre caracterización física, mineralógica y reológica de caolines micáceos como el de Aguilera G.F. (2002), del instituto de minerales CIMEX, así como la preocupación del Ingeniero de Minas Nixon Hernández por encontrar un uso industrial a la materia prima que extrae de una Mina de su propiedad, ubicada en la vereda de Cajete-Popayán. A esto se une el interés de algunos alfareros de Pueblillo-Popayán por conocer la existencia de arcillas caoliníticas en sus minas y la diversificación de productos con base en ellas.

De esta manera, la propuesta de investigación que aquí se presenta es una continuidad del trabajo que se ha venido realizando en el campo de los materiales cerámicos por el grupo CYTEMAC, que no solo constituye una oportunidad para avanzar en el conocimiento científico y tecnológico de yacimientos naturales de materia prima, sino que además contribuye a la obtención de información técnica básica para la estructuración de empresas dedicadas a la explotación y uso industrial de estas materias primas naturales.

1.4. OBJETIVOS

1.4.1 Objetivo general

Determinar las condiciones más adecuadas para el conformado en molde y procesamiento de objetos cerámicos como crisoles y probetas a partir de las arcillas caoliníticas existentes en algunas minas del departamento del Cauca, concretamente en Cajete, Pueblillo y La tetilla, del municipio de Popayán; y San Pedro, en el Municipio de Santander de Quilichao, teniendo en cuenta sus características fisicoquímicas.

1.4.2 Objetivos específicos

- Recolectar y determinar las propiedades físico-químicas y mecánicas de las materias primas mediante ensayos de plasticidad, límites de Atterberg, factores de contracción, peso específico y granulometría.
- Determinar los grupos funcionales presentes en la materia prima, a través de estudios de espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), y su composición química haciendo uso del método de fluorescencia de rayos X (FRX).
- Caracterizar la morfología, tamaño de partícula y composición química de las arcillas caoliníticas utilizando microscopia electrónica de barrido (MEB) con microsonda EDS.
- Identificar las fases cristalinas presentes en las muestras de fuentes de arcillas caoliníticas, utilizando difracción de rayos X (DRX), y conocer el comportamiento de las mismas frente a tratamientos térmicos, empleando para ello análisis térmicos ATD/ATG

- Identificar parámetros de la factibilidad e impacto económico del método de caracterización y de conformado de las materias primas en la obtención de piezas cerámicas de interés industrial.

CAPITULO 2

CARACTERISTICAS

FÍSICO-QUÍMICAS DE LAS

ARCILLAS

2.1. INTRODUCCIÓN

La arcilla como mineral natural complejo está formado principalmente por una mezcla de aluminosilicatos, minerales de hierro, calcio, magnesio, titanio, etc..., acompañada generalmente por compuestos orgánicos y se constituye en una materia prima fundamental en la industria cerámica; por esta razón las investigaciones en el tema de la cerámica comenzaron por estudiar la naturaleza misma de estos minerales.

En este capítulo se indicarán algunos conceptos fisicoquímicos básicos que deberían poseer los ceramistas industriales para abordar el estudio estructural y químico de las materias primas que utilizan para obtener productos. Se hará evidente, también, que las propiedades de las arcillas son consecuencia de sus características estructurales, y por ello la importancia de conocer la estructura de los filosilicatos y otros minerales.

2.2. MINERALES ARCILLOSOS

Los minerales arcillosos constituyen gran parte de los suelos y sedimentos debido a que son, en su mayor parte, productos finales de la meteorización de los silicatos que, formados, a mayores presiones y temperaturas, en un medio exógeno se hidrolizan. Además de ser filosilicatos en su mayor parte, sus propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano, el cual es muy fino [1].

Los conceptos generales de la estructura de los minerales arcillosos establecen que estos están constituidos por láminas de tetraedros $[\text{SiO}_4]$ y octaedros $[\text{AlO}_6]$, en los cuales algunos Al^{3+} o Mg^{2+} pueden estar sustituidos por Fe^{2+} o Fe^{3+} y más raramente por Li, Cr, Mn, Ni, Cu o Zn y al combinarse originan su clasificación en diferentes familias. Tales combinaciones pueden ser así: 1) una tetraédrica y otra octaédrica (biformes o filosilicatos bilaminares; designados por 1:1), 2) dos tetraédricas y en medio de ellas una octaédrica (triforme o filosilicatos trilaminares; se designan 2:1) y 3) dos tetraédricas y en medio de ellas dos octaédricas (tetrafome o cloritas; designadas 2:2 ó 2:2:1) [2]. Tal como se muestra en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Clasificación de los minerales arcillosos más comunes [3].

	DIOCTAÉDRICOS		TRIOCTAÉDRICOS		CARGA
BILAMINARES T : O 1:1		Caolinita		Antigorita	
	CANDITAS	Nacrita	SERPENTINA	Crisotilo	
		Dickita		Lizardita	
		Halloisita		Bertierina	X = 0
TRILAMINARES T : O : T 2 : 1		Pirofilita		Talco	X = 0
		Montmorillonita		Saponita	X = 0,2-0,6
	ESMECTITAS	Beidellita	ESMECTITAS	Hectorita	
		Nontronita			
		Vermiculitas		Vermiculitas	X = 0,6-0,9
		Illitas			X = 0,9
	MICAS	Moscovita		Biotita	X = 1
	Paragonita	MICAS	Flogopita		
			Lepidolita		
T : O . T : O 2 : 1 : 1	CLORITAS				
FIBROSOS	Paligorskita		Sepiolita		

Las importantes aplicaciones industriales de este grupo de minerales radican en sus propiedades físico-químicas. Dichas propiedades derivan, principalmente, de:

- a) Su extremadamente pequeño tamaño de partícula (**en el orden los micrómetros**)
- b) Su morfología laminar (filosilicatos)
- c) Las sustituciones isomórficas, que dan lugar a la aparición de carga en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar.

Como consecuencia de estos factores, presentan, por una parte, un valor elevado del área superficial y, a la vez, la presencia de una gran cantidad de superficie activa, con enlaces no saturados. Por ello pueden interaccionar con muy diversas sustancias, en especial compuestos polares, por lo que tienen comportamiento plástico en mezclas arcilla-agua con elevada proporción sólido/líquido y son capaces en algunos casos de hinchar, con el desarrollo de propiedades reológicas en suspensiones acuosas.

Por otra parte, la existencia de carga en las láminas se compensa, como ya se ha citado, con la entrada en el espacio interlaminar de cationes débilmente ligados y con estado variable de hidratación, que pueden ser intercambiados fácilmente mediante la puesta en contacto de la arcilla con una solución saturada en otros cationes, a esta propiedad se la conoce como capacidad de intercambio catiónico y es también la base de multitud de aplicaciones industriales [2].

En general a las arcillas que se utilizan en construcción se las denomina **arcillas cerámicas, arcillas para la construcción o arcillas comunes**, son arcillas compuestas por dos o más minerales de la arcilla, generalmente illita y esmectita, con importantes cantidades de otros minerales que no son filosilicatos (carbonatos, cuarzo...). Se utilizan para la fabricación de materiales de construcción y agregados. A un segundo tipo se las denomina **arcillas especiales**, son arcillas constituidas fundamentalmente por un sólo tipo de mineral de la arcilla, y sus propiedades dependen esencialmente de las características de ese mineral. Estas, a pesar de ser mucho menos importantes en volumen, suponen más del 70 % del valor de las arcillas comerciales, y son objeto de comercio internacional [2].

Las arcillas especiales se pueden dividir en **caolines y arcillas caoliníticas** (filosilicatos bilamilar), y bentonitas, sepiolita y paligorskita. Además será importante estudiar la presencia de de la moscovita (familia de las micas en los filosilicatos trilaminares 2:1); Otros minerales contenidos en las arcillas son: feldespatos, sílice, carbonato de calcio, mineral de hierro, ilmenita, yeso, mineral en estado coloidal como el alofano y los óxidos hidratados.

2.3. CAOLINES Y ARCILLAS CAOLINÍTICAS

El caolín que es la arcilla de mayor pureza, debe su nombre a la conjunción de las voces chinas “kau” que significa alto y “ling” colina, o sea “Alta Colina” que es el nombre de una prominencia del terreno situada cerca de la localidad de Jauchau Fu, lugar donde se extrajo dicho material por primera vez hace muchos siglos. Por su color y aplicaciones el caolín ha sido también llamado “tierra blanca”, “arcilla blanca” o “tierra de porcelana” [3]. De la clase de los estratiformes, los caolines poseen una combinación de láminas 1:1; una familia mineralógica que por la diversidad, y creciente incremento de sus aplicaciones industriales, ocupa actualmente un lugar prominente en la industria extractiva y en la tecnología de los minerales no-metálicos. **El mineral caolinita es el principal componente de los caolines, en los cuales se suele encontrar varias** especies minerales de la misma composición química, silicato de alúmina hidratado ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$), pero con diferente estructura cristalina [2].

En forma esquemática puede decirse que la estructura de la caolinita consiste de una lámina de tetraedros de silicio principalmente, y otra lámina de octaedros, combinadas en tal forma que las puntas de los tetraedros están orientadas en una sola dirección y hacia el centro de la nueva unidad común compuesta por láminas de tetraedros y octaedros. En las capas comunes a los grupos octaédricos y tetraédricos, dos tercios de los átomos están compartidos por el silicio y el aluminio, y entonces los oxidrilos se convierten en oxígenos (Ver figura 2.1) [2]. Numerosas conclusiones, referentes a las propiedades de las diversas arcillas del grupo de los caolines, se han obtenido como resultado del estudio detallado de sus respectivas estructuras moleculares [2].

La presencia de hidroxilos en la superficie basal del paquete de caolinita crea condiciones para una buena humectación de dicha superficie. Las dimensiones reales de las placas de caolinita son, generalmente, de 0,1 a 3,0 micras; el espesor es de 0,5 a 2 micras. Los paquetes elementales están desplazados **entre** sí de tal modo, que cada lámina subsiguiente en la caolinita y sus análogos se encuentra desplazada en el plano de la lámina $1/3$ de la traslación inicial. Según Beyle, las láminas de caolinita pueden estar giradas (una si y otra no) 180° C [2].

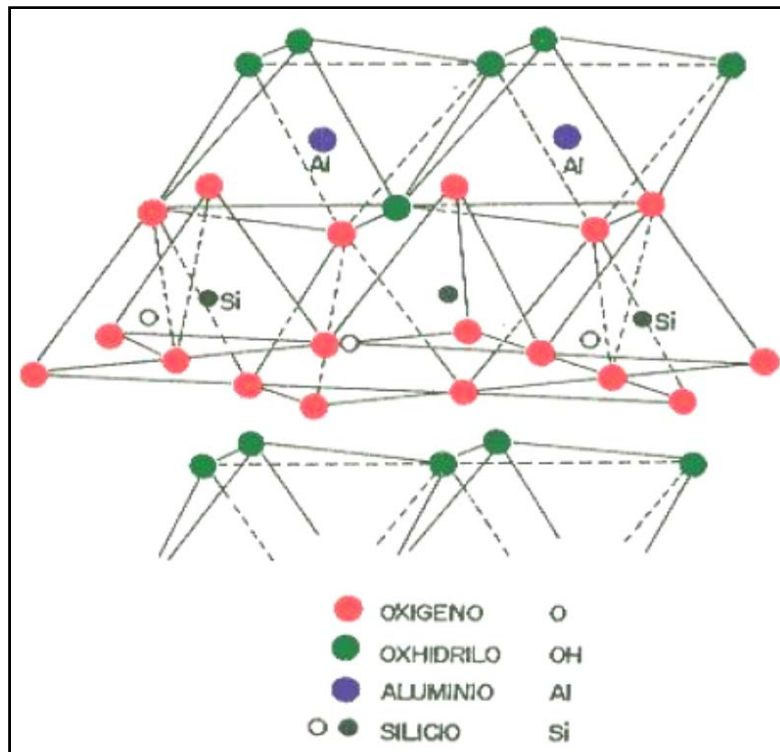


Figura 2.1. Estructura ideal de una lámina de caolinita [4].

Entre las arcillas que se emplean en la preparación de las pastas para la fabricación de productos cerámicos, la de mayor pureza es el caolín. Esta es la materia prima componente de las pastas que se utiliza en la elaboración de la porcelana que se distingue de los otros productos cerámicos por ser manufacturada con pasta cerámica dura, translúcida, difícilmente fusible, y que por la cocción se hacen impermeables y compactas. El caolín es por tanto el principal componente de todo género de cerámica industrial, utilizada principalmente por países industrializados como Estados Unidos,

China, Rusia, México y Brasil, constituyendo así la economía base de las regiones que presentan yacimientos de este mineral no metálico [5].

2.4. MICA-MOSCOVITA

La moscovita de la familia de las micas, esta formada por estructuras t-o-t con cationes entre las capas y escasa o nula agua intercambiable, cristaliza en el sistema monoclinico, pero con un ángulo β , próximo a 90° , por lo que la simetría monoclinica no es claramente visible. Los cristales son generalmente tabulares con planos basales bien desarrollados y tienen forma de rombo o hexagonal, con ángulos de unos 60° y 120° , por lo tanto aparecen en general como sistemas ortorrómbicos o hexagonales, todos ellos se caracterizan por una exfoliación basal definida. La Moscovita ($K_2 (AlSi_3O_{10})(OH)_2$) cristaliza en sistema monoclinico, también existen en forma tabular con base dominante, exfoliación de hojas grandes y pequeñas con apariencia de escamas. Presenta un color claro, por sus propiedades dieléctricas y resistencia al calor, por esta razón es utilizada en aparatos eléctricos [6].

Debido a que los enlaces van der Waals son débiles, el clivaje ocurre entre las láminas, nunca a través de las láminas. La presencia del agua lubrica las láminas y es lo que hace que los barros sean fáciles de trabajar para crear cerámica: el contacto con fuego calienta los minerales a tal punto que **hay deshidroxilación y sinterización en fase líquida, lo cual** produce una estructura rígida y durable. La moscovita es una mica dioctaédrica, en la que los octaedros están organizados por iones de aluminio (figura 2.2). Los paquetes se unen a través de iones de potasio. La utilización de este mineral en la industria cerámica es muy considerable, sobre todo en la producción de cerámicos para la construcción, limitando su uso en la composición de cerámica fina [2].

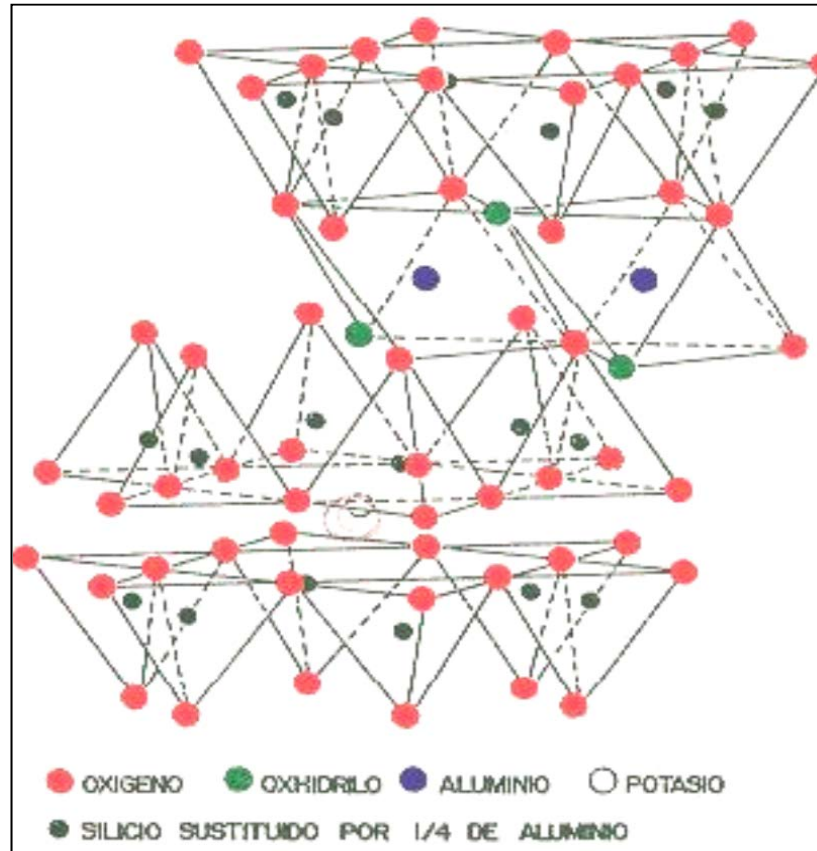


Figura 2.2. Estructura ideal de una lámina de moscovita [4].

2.5. FELDESPATOS

Los feldespatos. Son aluminosilicatos constituidos por redes tridimensionales de tetraedros de sílice en los cuales parte del silicio se encuentra sustituido por aluminio, lo que origina una deficiencia de carga que se ve compensada con iones potasio, sodio y calcio y ocasionalmente con bario o estroncio. Los feldespatos intervienen en el proceso tecnológico de la cerámica fina y en la elaboración de esmaltes y barnices en calidad de fundente universal [7].

En los feldespatos, uno o dos de cada cuatro iones Si^{4+} está reemplazado por un ión Al^{3+} , produciendo una carga desequilibrada que debe ser resuelta con la presencia de cationes adicionales K^+ , Na^+ y Ca^{2+} . Hay dos tipos de feldespatos que permiten la incorporación de

cationes en la estructura. Los feldespatos que contienen el catión K^+ llamado feldespatos K, o feldespatos álcali, mientras que aquellos que contienen Na^+ y Ca^{2+} son llamados feldespatos de plagioclase. Esta separación ocurre debido a que K^+ es un catión mucho mayor que Ca^{2+} o Na^+ y su presencia produce una estructura ligeramente expandida.

Los materiales feldespáticos usados en la producción de cerámicos incluyen feldespato, sienita nefelina, pegmatitas feldespáticas, "cornish stone", eurita, y materiales feldespáticos manufacturados tales como escorias de horno de calidades apropiadas. Tanto el feldespato sódico como el potásico son usados en cerámicas, sin embargo, los feldespatos potásicos son preferidos. Los feldespatos grado cerámico contienen, típicamente, 5-14% de K_2O . El contenido de hierro debería generalmente ser bajo, si bien materiales con alto contenido de hierro pueden ser usados donde el quemado blanco no es importante [4].

2.6. CUARZO

Los silicatos son minerales que componen el 75% de la capa terrestre, el mineral cuarzo (SiO_2) se desarrolla como granos de arena en las rocas sedimentarias, como cristales en rocas ígneas y metamórficas, y como venas que corren a través de todo tipo de rocas. Es tan común en la superficie terrestre que, hasta fines de los años 1700, se lo llamaba simplemente "cristal de roca." Hoy en día, el cuarzo está dentro de un grupo de minerales llamados silicatos. En ellos, todos los minerales contienen, en alguna proporción, elementos de silicio y oxígeno.

La estructura del cuarzo está compuesta por silicio tetraédrico y enlaces sencillos Si-O que requieren la mitad de los electrones del ión O^{2-} disponibles para el enlace, lo cual quiere decir que cada O^{2-} puede unirse a un segundo ión, incluido el otro ión Si^{4+} . El resultado de este potencial enlace es que el silicio tetraédrico puede causar polímeros, o formar unos compuestos parecidos a cadenas, al compartir un átomo de oxígeno con un silicio tetraédrico vecino. La subdivisión de los silicatos se basa en la forma y en el patrón de enlace de estos polímeros, ya que esa forma influye sobre la estructura externa del cristal, la dureza, clivaje del mineral, la temperatura de su derretimiento y la resistencia al desgaste. Dado que estas diferentes estructuras atómicas producen propiedades físicas reconocibles y consistentes, es útil entender las estructuras a nivel atómico para poder

identificar y clasificar los minerales silicatos. La sílice (figura 2.3) actúa en las estructuras de las masas síliceas fundidas como componente osteógeno y como principio ácido en las reacciones piroquímicas que se desarrollan en los compuestos cerámicos y barnices durante la cocción [8].

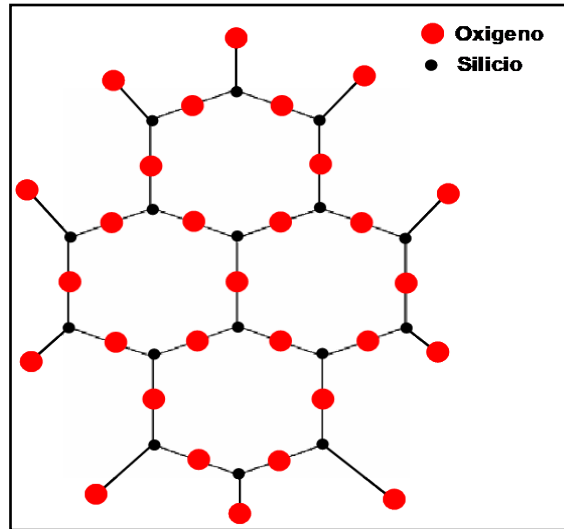


Figura 2.3. Arreglos cristalinos del cuarzo [2].

2.7 PROPIEDADES DE LOS MINERALES ARCILLOSOS

La bondad de una arcilla para ladrillos depende de diversas circunstancias determinadas por su plasticidad, capacidad de absorción y cesión de agua, capacidad aglutinante, contracción en el secado, cocido y comportamiento al calor.

2.7.1 Plasticidad

Se define como la capacidad para formar una masa plástica (pasta) con el agua. Esta masa puede ser moldeada fácilmente, pero conserva la suficiente rigidez para evitar la deformación, las arcillas secas no son plásticas, y es necesario agregar una cierta cantidad de agua para producir la plasticidad requerida. La función del agua es la de formar una capa alrededor de las partículas escamosas de arcilla, de tal modo que facilite su orientación paralela y el movimiento bajo presión. La cantidad de agua necesaria para hacer plástica la arcilla depende del tamaño y la forma de las partículas del material, sus características superficiales y presencia de electrólitos. Existe un contenido mínimo de

agua definido, por debajo del cual la arcilla deja de comportarse como un material plástico y se comporta como sustancia fiable o **desmesurable**, conocido como límite plástico de la arcillas. Sí se aumenta la proporción de agua la arcilla se vuelve más plástica hasta que se alcanza el punto en el cual empieza a fluir y se vuelve húmeda y pegajosa, conocida como límite líquido. La diferencia en el contenido de agua entre el límite líquido y plástico es el índice de plasticidad y representa el límite de plasticidad de la arcilla [9].

2.7.2 Capacidad Aglutinante

Posee la arcilla capacidad aglutinante cuando húmeda puede llegar a admitir entremezclada en su masa cierta cantidad de materias pulverulentas más o menos granulosas y dejando secar el material obtenido, llega a alcanzar en este estado cierta resistencia mecánica. Las arcillas grasas se caracterizan por poseer una fuerte plasticidad junto con una notable capacidad aglutinante [10].

2.7.3 Capacidad de absorción

La capacidad de absorción de agua está determinada por la mayor o menor facilidad de humectación, que produce esponjamiento de las partículas de arcilla, que detendrán el paso del agua en mayor cantidad cuando esta es magra [10].

2.7.4 Contracción de la Arcilla

Esta determinada por la disminución de volumen sufrida en el secado y cocción de las piezas moldeadas; en estos procesos se reducen los espacios porosos intermedios. Las arcillas grasas se contraen más que las magras [10].

2.7.5 Comportamiento frente a la temperatura

El comportamiento de la arcilla al calor depende de su contenido de fundentes (ácido silicio, **calcio**, óxido de hierro magnesio y álcalis). De la mayor o menor cantidad de estos componentes depende una mayor o menor cantidad de reblandecimiento de la arcilla, reblandecimiento que pasando por el estado vitrificado, puede llegar a la fusión. Las arcillas pobres en fundentes requieren más calor para la cocción que las ricas [10].

2.8 ASPECTOS RELEVANTES PARA CONSIDERAR

- El estudio estructural y químico de las materias primas permiten una mejor información acerca del posible comportamiento de las arcillas en la formulación de pastas y barbotinas en la obtención de ciertos productos.
- Las propiedades de las arcillas son consecuencia de sus características estructurales, por ello tan importante conocer la estructura de los filosilicatos, feldespatos y cuarzos que componen la pasta utilizada para la obtención de los cerámicos esperados.
- Las arcillas caoliníticas o arcillas especiales son un importante mineral de explotación ya que aunque solo el 10% es dedicado a la industria, son las arcillas comerciales por excelencia.
- Las arcillas caoliníticas junto con otros minerales contenidos en ellas como feldespatos y cuarzos, constituirán las pastas y barbotinas que se podrán utilizar para la fabricación de materiales cerámicos finos.

BIBLIOGRAFIA

- [1]. García Romero, E y Suárez Barrios, M. Las arcillas: Propiedades y usos. Disponible en <http://www.uclm.es/users/higuera/yymm/Arcillas.htm>.
- [2]. Avgustinik, A. I., Cerámica. Editorial Reverté, S.A. Argentina: Buenos Aires. 1983. pp 5-137.
- [3]. Cabrera, A. “Minerales no metálicos”, serie memorando N° 8, Ministerio de fomento y obras públicas, Perú, 1965, pp 3-10.
- [4]. Bernal, I., H. Cabezas, C. Espitia, J. Mojica & J. Quintero. Catálogo de propiedades físicas, químicas y mineralógicas de las arcillas para cerámica roja en los centros urbanos de Medellín, Ibagué y sabana de Bogotá. Ministerio de minas y energía Instituto Colombiano de geología y minería. 2003, pp 11-27.
- [5]. HATCH. F. Enciclopedia Británica. Vol. 5. 1942. Pág. 545-550.
- [6]. Cornelius K. Cornelius S. Hurbert Jr. Manual de mineralogía. Editorial reverté; 4ª ed. pp.495 - 616.
- [7]. Bernal, I., H. Cabezas, C. Espitia, J. Mojica & J. Quintero. Análisis próximo de arcillas para cerámica. Rev. Acad. Colomb. Cienc. 27 (105), 2003.
- [8]. Egger, A. “*Minerales III: Los Silicatos*”. Disponible en http://www.visionlearning.com/library/module_viewer.php?mid=140&l=s
- [9]. GIPPINI, Enrique. Pastas Cerámicas. Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979.
- [10]. M. VÁZQUEZ, J. JIMÉNEZ-MILLÁN, C. SÁNCHEZ-JIMÉNEZ, J. PARRAS, “*Composición y propiedades cerámicas de las pizarras de la Zona Centro Ibérica del Macizo Ibérico Meridional (Norte de Jaén, España)*”, Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidrio. 42 (4), 2003.

CAPITULO 3

CARACTERIZACIÓN DE

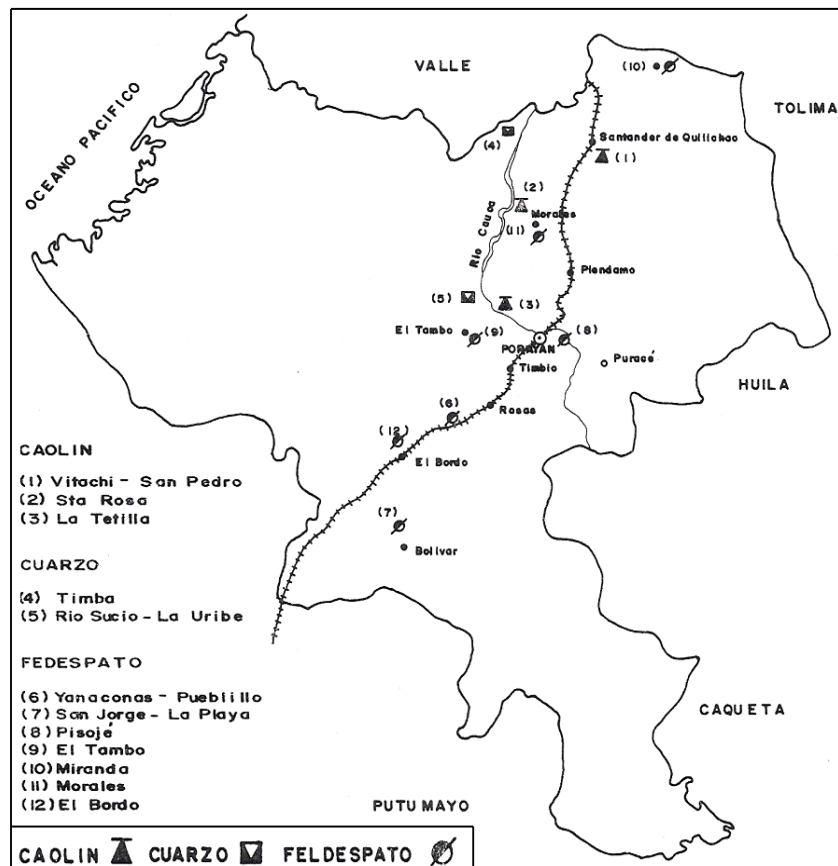
LAS MATERIAS PRIMAS

3.1 INTRODUCCIÓN

La importancia de una adecuada caracterización de materias primas naturales, en el presente caso los aluminosilicatos, tiene un impacto directo en la optimización de productos obtenidos de ellas y su potencial diversificación, de allí el gran interés por la caracterización de las arcillas caolínicas del Departamento del Cauca, concretamente las de las veredas Cajete, Pueblillo y Tetilla en el municipio de Popayán; y San Pedro, en Santander de Quilichao. Este proceso se inició realizando algunos ensayos convencionales como el de Contracción, granulometría e índice de plasticidad. Para complementar los resultados obtenidos se realizaron otros ensayos más específicos como: espectroscopia infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (DRX), fluorescencia de rayos X (FRX), análisis térmicos (ATD/TG) y microscopia electrónica de Barrido (MEB). Con base en los resultados de estos ensayos se realizó un análisis composicional mineralógico de las arcillas que facilitaron la determinación del potencial uso de las mismas en mezclas para conformar pastas cerámicas.

3.2 RECOLECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS

Los depósitos de caolín estudiados se encuentran ubicados en el departamento del Cauca, veredas de La Tetilla, Pueblillo y Cajete del municipio de Popayán y San Pedro en el municipio de Santander de Quilichao (ver figura 3.1). En todos los yacimientos, el muestreo se realizó en zig-zag empleando catas, que fueron ubicadas en zonas donde el caolín se apreciaba a simple vista; otros aspectos que se tuvieron en cuenta fueron las condiciones topográficas y el de la uniformidad en las características físicas (color y textura) de la zona a muestrear. El área de las zonas en donde se distribuyeron las catas, para la toma de muestra, era de aproximadamente 50 m². El procedimiento que se utilizó para recolectar las muestras involucró la excavación de un pozo de 0.55 m por 0.50 m de sección transversal y aproximadamente entre 0.60 a 0.80 m de profundidad.



[1: Modificado del Inventario Minero Nacional por municipios. Departamento del Cauca información primaria]

Figura 3.1. Depósitos de arcillas, caolines y feldespatos ubicados en el departamento del Cauca

La primera muestra de material arcilloso analizado en el presente trabajo fue la que se tomó en la **Tetilla**, lugar localizada a 15 Km. al NW de la ciudad de Popayán. La mina de caolín se encuentra ubicada a lo largo de la carretera y actualmente no se realiza explotación alguna de las mismas. Las muestras, como se enunció anteriormente, se seleccionaron por color y condiciones tipográficas. Se escogieron tres lugares de la mina con caolines de diferentes colores y se muestreo cada uno de los perfiles presentes. Para el primer lugar, situado en lo alto de la carretera, se encontraron tres perfiles: **Perfil 1A**, Coloración amarilla oscura y de allí se tomaron 6 submuestras en un área de 20m² (Figura 3.2(a)); **perfil 2A**, Coloración amarilla con betas naranjas, se tomaron 6 submuestras en un área de 20m² (Figura 3.2 (b)); **Perfil 3**, Coloración amarilla clara y se tomaron 3 submuestras en un área de 6m² (Figura 3.2(c)).

Para el segundo lugar, ubicado a tres metros de la primera zona, se recolectaron: **Perfil 1 RO**, Coloración rosada intensa de las que se tomaron 5 submuestras en un área de 20m² (Figura 3.2 (d)), **Perfil 2 RO**, Coloración rosada con betas negras, se tomaron 3 submuestras en un área de 8m² (Figura 3.2 (e)).

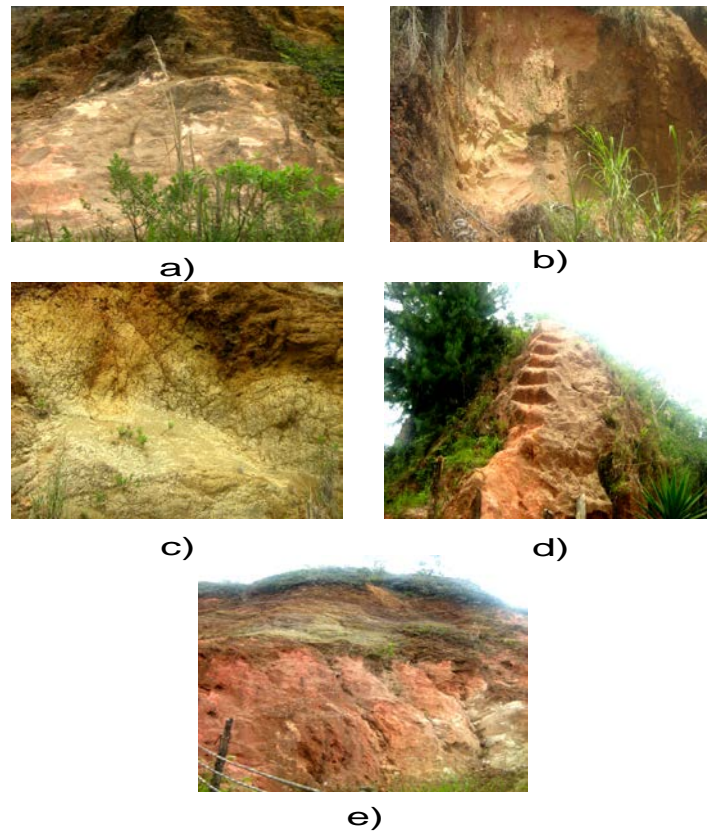


Figura 3.2 Fuentes de caolines Tetilla: (a) Perfil 1A: amarillo oscuro, (b) perfil 2A: amarillo con betas naranjas, (c) Perfil 3: amarillo claro, (d) Perfil 1 RO: rosada intensa, (e) Perfil 2 RO: rosado con betas negras.

El último yacimiento analizado de esta zona, se encuentra ubicado en una zona borrascosa, al lado de la carretera, a una profundidad de 10m y proporcionó dos perfiles: **Perfil 1BL**, Coloración blanca con betas amarillas de las que se tomaron tres submuestras en un área de 5m² a una altura de 5 m de la mina (Figura 3.3(a)). **Perfil 2HU**, Coloración hueso donde se tomaron 4 submuestras en un área de 10 m² (Figura 3.3 (b)).

La segunda fuente de la arcilla utilizada se ubicó en la vereda Cajete, localizada a 10 Km. del perímetro urbano de la ciudad de Popayán; la mina se encuentra ubicada en la propiedad del Ingeniero Nixón Hernández y tiene un área de 12m² y 7 m de alto. La mina tiene un solo **perfil CBE**: Se tomaron 10 submuestras las cuales se mezclaron para obtener una muestra representativa de color beige (Figura 3.3 (c)).

La tercera fuente de arcillas se encuentra ubicada en la vereda Pueblillo dentro de la zona urbana de la ciudad de Popayán. Se escogieron dos el primero denominado **perfil PBE**: un limo arcilloso color blanco hueso de la Mina de Propiedad del Señor Bernardo (Figura 3.3 (d)) y en la Ladrillera del Señor Hernando, se escogió un **Perfil G** de color gris a una profundidad de 1m, obteniéndose una sola muestra representativa (Figura 3.3 (e)).

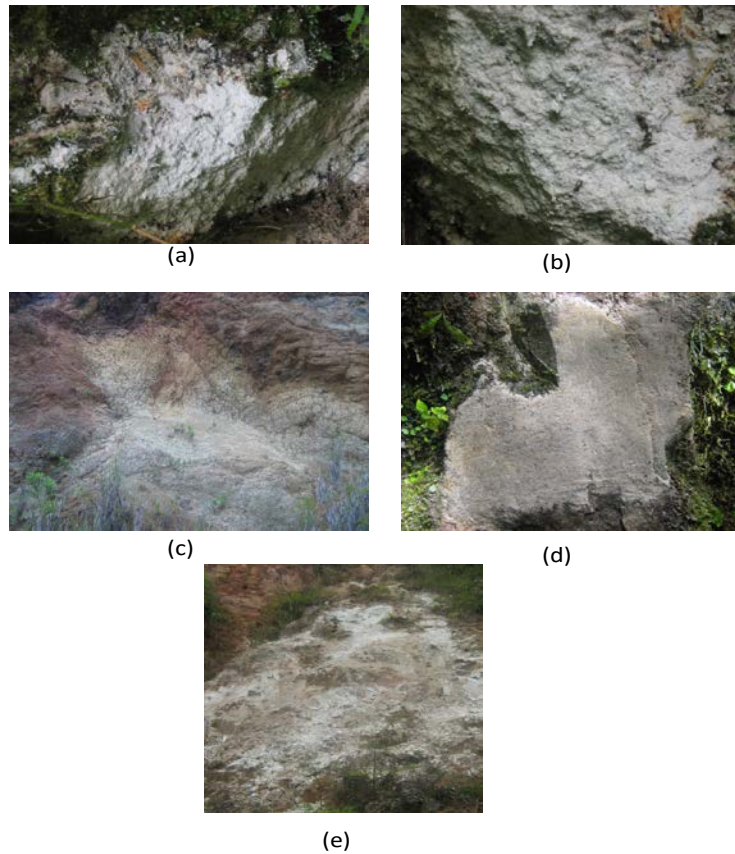


Figura 3.3 Fuentes de caolines Tetilla: (a) Perfil 1BL: blanco con betas amarillas, (b) perfil 2HU: coloración hueso, fuente de caolín Cajete (c) Perfil CBE: beige, fuentes de caolines de Pueblillo: (d) Perfil PBE: color beige, (e) Perfil G: Gris

Finalmente como una alternativa de posible explotación masiva por presentar una gran reserva de material caolinítico documentado en el inventario Minero nacional [1] se ubico una cuarta fuente al que se denomino PerfilSB de color Beige y ubicado en el área de Vilachí en el municipio de Santander de Quilichao.

Se obtuvieron aproximadamente entre 10-15 kilogramos de muestra por cata para los estudios de caracterización, los perfiles de cada una de las minas se mezclaron para su homogenización y finalmente se rotularon como lo muestra la Tabla 3.1. Su clasificación como arcilla o caolín se determinó **de acuerdo** a sus características físicas.

Tabla 3.1. Rótulos de los minerales arcillosos a analizar del Departamento del Cauca

	COLOR	LUGAR	ROTULO
ARCILLAS Y CAOLINES	BEIGE	CAJETE	ACJ1
	BEIGE	PUEBLILLO	ACJ2
	GRIS	PUEBLILLO	ACJ4
	AMARILLO	TETILLA	CCJ1A
	ROSADO	TETILLA	CCJ2R
	BLANCO	TETILLA	CCJ3BL
	BEIGE	SANTANDER	CCJ4BE

Para poder determinar si una arcilla o caolín puede ser empleada para fines cerámicos, se realizan una serie de ensayos a la materia prima para obtener información acerca de propiedades físicas y químicas de las muestras; el conocimiento obtenido a través de las pruebas de laboratorio fue útil en la formulación de las pastas y barbotinas cerámicas. Los resultados de las pruebas físicas permitieron determinar las más aptas para obtener las piezas cerámicas de interés para este trabajo y posteriormente las seleccionadas se caracterizaron utilizando técnicas avanzadas.

3.3 CARACTERIZACIÓN FÍSICA

Se llamará caracterización física a los ensayos preliminares hechos a los suelos para determinar sus propiedades geotécnicas generales. De estos resultados se obtendrá información relevante en la posterior formulación de pasta cerámica. La caracterización física que se efectuó a las arcillas y caolines del Departamento del Cauca seleccionadas anteriormente se realizó en el Laboratorio de Suelos del departamento de Ingeniería Civil de la Universidad del Cauca. Dentro de los ensayos que componen estas técnicas se encuentran los Límites de Atterberg para determinar el índice de plasticidad y los límites líquido y plástico; granulometría para analizar la distribución de los tamaños de las partículas; contracción y peso específico, siguiendo las normas técnicas que existen para

el desarrollo de los mismos. Por esta razón se realizaron a continuación las pruebas físicas que determinan las más aptas para obtener las piezas cerámicas propuestas en este trabajo y que posteriormente serán sometidas a ensayos más rigurosos.

3.3.1 Adecuación de la materia prima para su caracterización física

Luego del transporte de los lotes según los sectores de donde fueron extraídas las arcillas y caolines, se realizó una limpieza inicial para eliminar materiales orgánicos e inorgánicos ajenos a la estructura de cada uno de ellos. La tercera parte de este material fue destinado a los ensayos de caracterización física cuidando mantener la humedad natural de la muestra. El esquema de la manipulación de la muestra se puede observar en la figura 3.4.

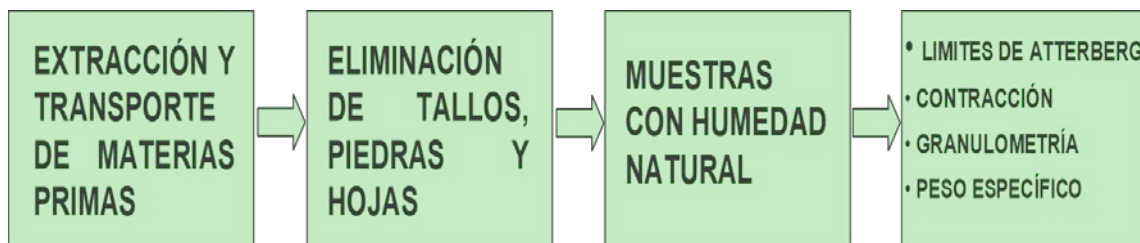


Figura 3.4. Manipulación de la muestra a utilizar en la caracterización física.

3.3.2 Selección preliminar con base a tratamiento térmico

Debido a que las condiciones geológicas en las que se forma la arcilla, estas presentan ciertas diferencias aparentes, como su apariencia exteriores y sus propiedades de moldeo. Adicional al contenido arcilloso, la mayoría de ellas poseen otros minerales los cuales pueden tener acción fundente que **afecta** la contracción y la fragilidad de la **arcilla**. En general, se puede apreciar la calidad de las materias primas por medio de los cambios en los colores y forma de las probetas conformadas y sometidas a la acción de diferentes temperaturas, lo que se puede utilizar como medio para seleccionar las materias primas cerámicas. Para ello se conformaron probetas de las diferentes materias primas a estudiar y se sometieron a un tratamiento a 1100°C durante 2 horas (**para ello se utilizó un horno de marca Carbolite**) y los resultados obtenidos se indican en la tabla 3.2.

Tabla 3.2. Apariencia de las arcillas caoliníticas del departamento del cauca sinterizadas a 1100°C

MUESTRA	COLOR	
	NO SINTERIZADA	SINTERIZADA (1100°C)
ACJ1	BEIGE	BEIGE CLARO
ACJ2	BEIGE	BEIGE CLARO
ACJ4	GRIS	BLANCA
CCJ1A	AMARILLO	ROJO GRISÁCEO
CCJ2R	ROSADO	GRIS
CCJ3BL	BEIGE-CLARO	BLANCO ROSÁCEO
CCJ4BE	BEIGE	BEIGE CLARO (crema)

Como se muestra en la tabla 3.2, las muestras CCJ1A de color amarillo obtuvieron un color rojo grisáceo después de sinterizarse, lo que demostró que las materias primas contiene un alto porcentaje de hierro. La arcilla CCJ2R, presentó un estado frágil y oscuro después de quemarse. Las dos primeras muestras además poseen baja plasticidad aparente lo que imposibilita su utilización en el procesamiento cerámico por prensado; debido a las razones anteriormente expuestas estas dos primeras muestras fueron descartadas para el estudio de conformado por prensado y coloidal. A diferencia de los caolines CCJ1A y CCJ2R, el caolín blanco y caolín beige de Santander de Quilichao, **a pesar de poseer una mediana plasticidad**, permiten conformar pastas de prueba y debido a su color blanco rosáceo y beige claro, respectivamente, pueden ser utilizados para todos los usos cerámicos tales como terracotas, materiales refractarios, lozas, porcelanas y gres. Las arcilla ACJ4 será utilizada para un aumento en la plasticidad de las pastas, mientras ACJ1 y ACJ2 por su buen color en quema, se espera permitan el conformado de pastas mediante los métodos propuestos.

3.3.3 Límites de Atterberg

La plasticidad puede definirse como la medida de la cantidad de agua que hay que añadir a una arcilla para que pueda modelarse. Algunas arcillas se hacen plásticas con poca proporción de humedad y con gran cantidad de agua inyectada, a las que comúnmente se denominan arcillas plásticas; otras, las arcillas magras requieren una cantidad

notablemente menor; no obstante, las primeras y las segundas sirven para el moldeo plástico. Sin embargo el concepto plasticidad también apunta a la capacidad del material para modificar su forma por la acción de fuerzas y conservarla posteriormente [2].

Existen numerosos procedimientos para estimar la plasticidad de los materiales arcillosos que se usan para escoger el método de moldeo adecuado, para control del proceso o para caracterizar las materias primas. El método directo consiste en añadir incrementos de agua a una muestra pesada, presecada al ambiente y que pasa tamiz de 80 mallas, hasta obtener una pasta moldeable que no se agrieta bajo las condiciones del ensayo. Los resultados se expresan como porcentaje en peso de agua de moldeo. El método indirecto o método de Atterberg, determina el intervalo de humedades en el que es moldeable la masa arcillosa. El proceso se describe en la norma ASTM D 4318. Está basado en trabajos realizados por Atterberg entre 1911 y 1922 y completados posteriormente por Arthur Casagrande. El conocido método de Atterberg permite determinar la plasticidad intrínseca de una arcilla, es decir la capacidad de la arcilla de convertirse en una pasta plástica al mezclarse con agua, la determinación de los límites puede usarse para el estudio del comportamiento de las mezclas de cualquier material de granulometría fina con agua.

Para establecer el método se consideró una pasta de arcilla y agua que se seca progresivamente pasando del estado líquido al plástico y finalmente al sólido. Se intuye que existen unos puntos en los que se pasa de un estado a otro, es decir, límites de cada estado; estos son los definidos por Atterberg como "*Limite líquido*" y "*limite plástico*". El *límite líquido* es el punto de paso del estado líquido al plástico, y se mide por la cantidad de agua que el material contiene en el momento en que se pierde la fluidez de un líquido denso. El *límite plástico* es el punto en el que se pasa del estado plástico al semisólido y se mide por la cantidad de agua que contiene un material en el momento en el que pierde la plasticidad y deja de ser moldeable [4]. Según Gippini (1979) y Atterberg se definió un tercer límite a partir del cual las nuevas pérdidas de agua no afectan dimensionalmente al material y le designó el nombre de "límite de retracción". Este, como los otros dos se miden por la cantidad de agua que contiene la pasta al alcanzar el estado semi-sólido, considerado este como el estado de transición en el que la pasta no es moldeable pero sufre cambios dimensionales al perder agua. Se determina según la Norma ASTM D-427.

Se asume que representa el agua requerida para llenar los vacíos **obtenidos por secado**. Puede usarse para evaluar la contracción potencial, o posibilidad de desarrollo de grietas en las arcillas que contienen estos materiales [2].

Según Atterberg [3], una arcilla es más plástica cuanto más separados están su límite plástico (tanto por ciento de agua requerida para moldear una pasta) y su límite líquido (tanto por ciento de agua en el que ya la masa no tiene la suficiente resistencia mecánica como para poderse considerar moldeable). Según estos valores estas pueden clasificarse en:

ML: Limo Baja Plasticidad
CL: Arcilla Baja Plasticidad
OL: S. Orgánico Baja Plasticidad
MH: Limo Alta Plasticidad
CH: Arcilla Alta Plasticidad
OH: S. Orgánico Alta Plasticidad

FIGURA 3.5. Clasificación de las arcillas según Atterberg

Determinaciones sistemáticas de los límites de Atterberg permitieron a Casagrande delimitar zonas correspondientes a varios tipos de muestras mineralógicas que están representados en la figura 3.6.

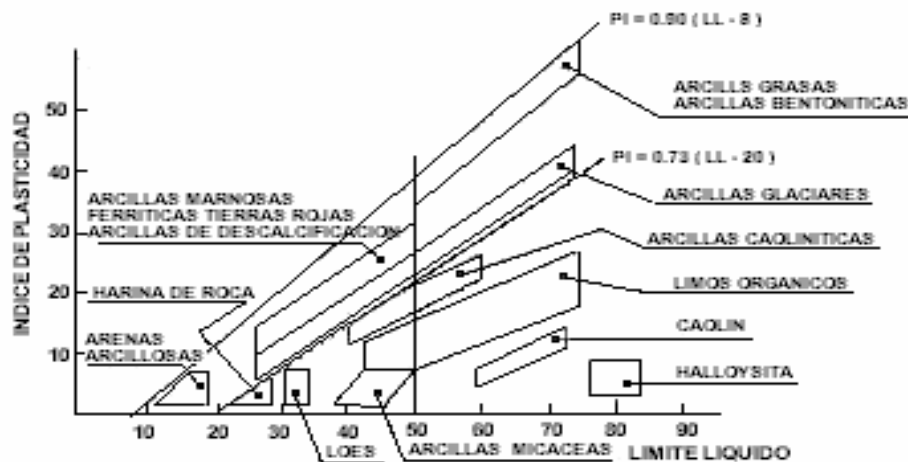


Figura 3.6. Especies Mineralógicas Según los Límites de Atterberg

Los límites de Atterberg, límite plástico (PL), y límite líquido (LL) se determinaron según

los procedimientos correspondientes a la norma ASTM D423. Para la obtención del **límite plástico** se determina el contenido en humedad de una pasta plástica moldeada en forma cilíndrica, cuando pierde la cohesión como consecuencia de un esfuerzo mecánico suave ejercido por la palma de la mano del tecnólogo, teniendo un diámetro aproximado especificado en la norma (3mm). Cuando el contenido de humedad de la pasta es muy superior al límite plástico, se consiguen cilindros de diámetro muy inferior al especificado, y bajo la acción de la palma de la mano del operador, la pasta se deforma plásticamente sin perder la cohesión. Se toman fragmentos cilíndricos y se determina su contenido en humedad, procediendo según norma. Sobre la marcha del ensayo del **límite líquido** debe realizarse los ensayos para números de golpes decrecientes, para determinación de tal límite se utiliza el instrumento ideado por Casagrande, hoy conocido como cuchara de Casagrande. Con el material granular (en nuestro caso material arcilloso en polvo) convenientemente impregnado de agua (según se establece en la norma), se cubre del modo adecuado el receptáculo del instrumento, y sobre la superficie de la pasta húmeda, se practica un surco, de sección normalizada utilizando un acanalador (normalizado). Se estima que la pérdida de resistencia a la cizalla de la pasta se consigue, cuando el surco practicado se cierra a lo largo de una longitud mínima normalizada (13 mm), como consecuencia de un número establecido (concretamente, 25) de golpes del receptáculo a su base bajo la acción de una manivela (accionada manualmente), en esas condiciones, se determina el contenido en humedad de la porción de pasta en torno al cierre del surco. Con humedad creciente de la pasta, disminuye el número de golpes preciso para ocasionar el cierre, y viceversa; el límite líquido correspondería al contenido en humedad, al producirse el cierre con 25 golpes, y según la norma se obtiene promediando (según establece la norma) valores obtenidos con porciones de pasta cerradas respectivamente entre 15 y 25 golpes, por una parte, y entre 25 y 35, por otra [4].

Los resultados obtenidos de acuerdo a las seis muestras analizadas relacionando la teoría indicada anteriormente con los análisis realizados en el Laboratorio de Suelos de la Facultad de Ingeniería Civil de la Universidad del Cauca están **indicados en la tabla 3.3**.

Tabla 3.3. Límites de Atterberg para muestras analizadas

LÍMITES DE ATTERBERG	ACJ1	ACJ2	ACJ4	CCJ1A	CCJ2R	CCJ3BL	CCJ4BE
L. Líquido	110.0	84.6	85.65	42.9	39.6	61.5	62
L. Plástico	45.09	39.5	24.15	22.45	24.4	29.1	28.2
Índice de Plasticidad	64.9	45.1	61.50	20.45	15.2	12.4	11.3
Humedad	81.8	72.6	27.3	24.6	32.6	26.4	25.8
Clasificación	MH	MH	CH	CL	CL	CAOLIN	CAOLIN

Debido a que la plasticidad da una idea del comportamiento plástico que tendrá el material para el proceso de moldeo, es importante resaltar los datos obtenidos del comportamiento poco plástico de las arcillas CCJ2 y CCJ1, con índices de plasticidad de 20,5 y 15,2 respectivamente, catalogadas como Arcilla Baja Plasticidad (CL) o arcillas que presentan cierta dificultad en la formulación de pastas. Las materias primas CCJ3BL y CCJ4BE (Ver Figura 3.7), con valores de índice de plasticidad de 12,4 y 11,3 respectivamente, serán utilizadas como material base para la obtención de materiales cerámicos tales como crisoles y sustratos, debido a su color en quema y su posible mezcla con otras arcillas de alta plasticidad, de acuerdo a su ubicación en la carta de plasticidad fueron clasificados como caolines; la muestra ACJ4C por clasificarse como una arcilla de alta plasticidad(CH) se utilizará para aumentar la plasticidad de algunas pastas y finalmente alguno de los limos arcillosos de alta plasticidad (ML), ACJ1 y ACJ2, se seleccionaron como posible materia prima que permitirá formulaciones de pastas de gres cerámico. Los resultados obtenidos permiten analizar la posible necesidad de mezclar las materias primas para obtener una pasta cerámica en el proceso de prensado, sin embargo muchas de estas mezclas no presentarán dificultad en el proceso de colado, ya que el índice de plasticidad será posteriormente modificado por la presencia del defloculante usado en los ensayos reológicos.

Estos resultados sistemáticos de los límites de Atterberg permitieron ubicar las cinco materias primas seleccionadas en zonas correspondientes a la figura 3.7. Este diagrama, permite además observar el campo de aplicación y utilidad de los resultados obtenidos

permitiendo prever el comportamiento plástico de las mezclas a utilizar en el procesamiento cerámico.

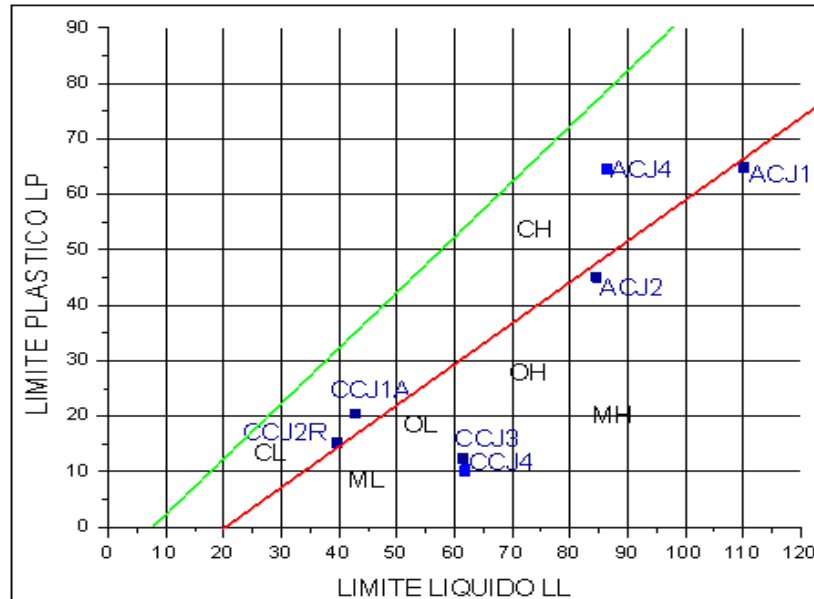


Figura 3.7. Materias primas del Departamento del Cauca según carta de plasticidad. En esta gráfica se puede observar la línea A (Color rojo), con gran importancia empírica pues separa las arcillas puras (por encima de ella) como es el caso de ACJ4, CCJ2R y CCJ1A, de las que contienen algún tipo de coloide orgánico que están representadas por puntos situados debajo de la línea; como los caolines CCJ3 y CCJ4.

3.3.4 Granulometría

Esta norma abarca la determinación de la distribución de los tamaños de las partículas que componen los agregados finos y gruesos, a través de un proceso de tamizado, siguiendo la norma ASTM C132-92. El análisis de los datos obtenidos se usa para determinar la correlación entre la distribución de los tamaños de las partículas, los requisitos específicos de aplicación y suministro de información necesaria para el control de la producción de los materiales. La realización de las medidas llevadas a cabo sobre materias primas arcillosas da como resultado la granulometría gruesa, por encima de 44 micras, y evidencia como lo observó Gippini [3] una concentración de partículas excesiva en los tamaños medios.

El tamizado se realizó luego de haber sometido la muestra a una temperatura de 115°C durante 48 horas; primeramente se realizó la disolución de la arcilla, y posteriormente se hace pasar la arcilla por los tamices alineados de forma descendente. Los tamices utilizados para la realización de este ensayo fueron: tamiz N° 200, 100, 40, 10, 4 y 3/8" con aberturas de 74µm 149µm, 420µm, 2.00mm, 4.76mm y 9.52mm, respectivamente.

De los resultados de las pruebas realizadas a las arcillas indicados en la tabla 3.4, se puede observar que las arcillas ACJ1 (Cajete-Beige), ACJ2 (Pueblillo-Beige) y ACJ4 (Pueblillo-Gris) con porcentajes pasantes del tamiz N° 200 de 76.1%, 62.16% y 99.21% respectivamente, indican que las primeras dos arcillas son de tipo arenosa con partículas **de cuarzo y consistencia granulada**; la arcilla ACJ2 de Pueblillo por poseer tamaños de partículas mayores presenta problemas en el moldeo aparente, lo cual coincide con su bajo índice de plasticidad, sin embargo la arcilla ACJ4 de color gris con un porcentaje pasante mayor, permite determinar que se trata de un suelo fino con un rango de tamaño de partícula más pequeño que podría facilitar su moldeo y posterior mezcla con otras arcillas.

Tabla 3.4. Análisis granulométrico para Arcillas del departamento del Cauca

MUESTRA	ACJ1		ACJ2		ACJ4	
	% Retenido	% Pasa	% Retenido	% Pasa	% Retenido	% Pasa
4	-----	-----	0,46	99,5	-----	100
10	-----	-----	0,76	98,8	0,37	99,62
20	-----	1000	-----	-----	0,18	99,45
40	4,9	95,1	3,75	95,0	0,11	99,34
80	11,5	83,6	12,41	82,6	0,08	99,26
100	2,4	81,2	-----	-----	0,04	99,22
200	4,3	76,1	20,16	62,5	0,01	99,21
-200	76,8	-----	62,45	-----	98,4	-----

Para los caolines de la zona tetilla CCJ1A, CCJ3BI y el caolín CCJ4BE de Santander de Quilichao se registran los resultados de las pruebas en la Tabla 3.5, observamos que poseen porcentajes pasantes por el tamiz N° 200 de 98.10%, 99.76% y 97.35 % respectivamente, resultados que permiten deducir su correspondencia con los suelos finos de tamaños de partículas inferiores a **64 micras** de acuerdo a la norma. La muestra CCJ2R a diferencia de los tres anteriores presenta un porcentaje pasante de 78.3 %

indicando la presencia de partículas grandes tipo cuarzos y areniscas, **con apariencia granulada**.

Tabla 3.5. Análisis granulométrico para caolines de la zona Tetilla y Santander de Quilichao del departamento del Cauca

MUESTRA	CCJ1A		CCJ2R		CCJ3BL		CCJ4BE	
	% Retenido	% Pasa	% Retenido	% Pasa	% Retenido	% Pasa	% Retenido	% Pasa
4	4,4	100	-----	100	-----	100	-----	100
10	6,1	99,44	2,4	97,6	0,7	99,29	0,82	99,18
20	7,8	99,22	7,9	89,7	0,43	99,57	0,37	98,81
40	4,4	99	6,1	83,6	0,15	99,84	0,18	98,63
80	14,9	9,94	1,8	81,8	0,05	99,95	0,08	98,55
100	746,3	98,10	3,5	78,3	0,24	99,76	0,20	97,35
200	4,4	0,39	78,2	-----	98,4	1,6	97,95	-----

Estos resultados ofrecen una buena posibilidad para la utilización de estas materias primas en alfarería fina, debido a que la elaboración de este tipo de cerámicos requiere que el material pase al menos a través de la malla 60 en caso de su utilización en cerámica común o a malla 80 en trabajos más técnicos. Los datos registrados en las tablas 3.4 y 3.5 muestran un gran porcentaje pasante en el tamiz N°200 para todos los materiales estudiados, indicador de preparación de pastas de texturas sumamente fina para escultura u otros, por lo tanto una granulometría precisa posibilita la utilización de materiales arcillosos en trabajos finos.

3.3.5 Peso específico

El conocimiento de las partículas presentes en los suelos o su densidad real junto con la densidad aparente es importante ya que permite calcular la porosidad del suelo; también permite evaluar la concentración de los sólidos en suspensión y determinar la velocidad de sedimentación de las partículas de líquido o gases; en la predicción de pérdida de suelo en análisis mecánicos, en erosión y conservación de suelos [5], igualmente en la formulación de barbotinas, herramienta usada actualmente para el cálculo de sólidos y líquidos dentro de una suspensión estable.

La densidad específica o gravedad específica depende de la constitución química,

mineralógica y del grado de hidratación de las partículas. Se define como la relación entre la masa total de los sólidos y el volumen total de las partículas sólidas del suelo, sin incluir el espacio poroso. La unidad de expresión es gramo por centímetro cúbico (gr/cm^3).

Existen muchos métodos para la determinación del peso específico de un material, uno de éstos prácticas es la conocida como método del picnómetro que consiste en determinar la masa y el volumen de los sólidos del suelo a través de un frasco de volumen conocido. Para obtener este parámetro se comienza pesando un picnómetro completamente seco (M_{pv}), luego se le agrega dos gramos de suelo seco a 105°C , el cual ha sido tamizado previamente (Tamiz N°100); se pesa el picnómetro más el suelo seco (M_{pss}), adicionando agua al picnómetro hasta completar $1/3$ de su volumen (el agua utilizada debe ser destilada y hervida para eliminar el aire que se encuentra en el suelo); se lleva el picnómetro destapado a la campana de vidrio y se aplica vacío durante dos horas para eliminar las burbujas de aire; se retira el picnómetro de la campana de vacío y se le adiciona agua hasta completar $2/3$ del volumen del picnómetro y se lo lleva nuevamente al vacío durante una hora. Se saca el picnómetro de la campana, lo afora hasta completar el total de su volumen y se pesa nuevamente incluyendo la tapa (M_{pssw}); se vacía su contenido, se lava y llena de agua destilada y hervida, se tapa y pesa nuevamente (M_{pw}). [5].

El peso específico del suelo fue calculado utilizando la siguiente relación:

$$S_s = \frac{(M_{ps} - M_{pv})D_w}{(M_{pw} - M_{pv}) - (M_{pssw} - M_{pss})}$$

Donde:

S_s : Densidad de las partículas o peso específico gr/cm^3 .

M_{pss} : Masa del picnómetro más suelo a 105°C en gramos.

M_{pv} : Es la masa del picnómetro vacío y seco en gramos.

M_{pw} : es la masa del picnómetro más agua en gramos.

M_{pssw} : Masa del picnómetro más agua, más suelo seco en gramos

D_w : Densidad del agua.

Los resultados para las arcillas y caolines del departamento del Cauca se muestran en la tabla 3.6. A cada una de las muestras se le realizaron dos ensayos como el anterior para disminuir el porcentaje de error en el cálculo del peso específico.

Tabla 3.6. Gravedad específica de las muestras del departamento del Cauca.

MUESTRA	S1 gr/cm ³ .	S2 gr/cm ³ .	ST gr/cm ³ .
CCJ1A	2.764	2.761	2.763
CCJ2R	2.682	2.683	2.683
CCJ3BL	2.7	2.7	2.7
CCJ4BE	2.65	2.654	2.65
ACJ1	2.669	2.697	2.683
ACJ2	2.688	2.659	2,674
ACJ4	2,765	2,712	2.738

Los valores obtenidos en la práctica registrados anteriormente se concertaron con algunos valores de peso específico dados en la literatura [6] para diferentes clases de suelo (tabla 3.7); permitiendo dar una clasificación a cada una de ellas.

Tabla 3.7. Clasificación de suelos por análisis de Peso específico (6)

TIPO DE SUELO	GS, γ_s , SS
Arena	2.65 – 2.67
Arena Limosa	2.67 – 2.70
Arcilla Inorgánica	2.70 – 2.80
Suelos con Micas o Hierros	2.75 – 3.00
Suelos Orgánicos	Puede ser inferior a 2.00

Este ensayo permitió clasificar las muestras de acuerdo a la tabla comparativa anterior de la siguiente manera: La muestra CCJ1 con peso específico de 2.7625 es una arcilla inorgánica y finalmente CCJ2, CCJ3, ACJ1 y ACJ2 son arenas limosas. Debido a que esta prueba no compromete directamente la clasificación de los aluminosilicatos hidratados, debido a las extensas manifestaciones de estos, se tomó como prueba no

definitiva para la caracterización de estos, sin embargo posteriormente se utilizará este valor para el cálculo de la concentración de sólidos dentro de una suspensión de arcilla y agua denominada barbotina; que permitirá la utilización de cada una de estas muestras en la fabricación de piezas cerámicas.

3.3.6 Contracción

Todos los objetos hechos de aluminosilicatos hidratados, tienden a contraerse al secarse. **Con la evaporación del agua se acercan las partículas entre si y la masa se encoge.** La contracción es evidente en las arcillas grasas y húmedas y mínima en arcillas límosas y caolines. Suele ir acompañada de curvatura y deformaciones en las partes de diferente grueso. El cambio volumétrico de probetas elaboradas de un material homogéneo es una herramienta útil en la formulación de pastas cerámicas debido a que depende de la composición y estructura de la arcilla, aunque algunas arcillas presentaron buena coincidencia entre la plasticidad y la merma de secado. Si la arcilla tuviera algunos materiales laminares arcillosos, la merma del secado sería grande (Zhang, 2003). Los resultados de la prueba de contracción se realizaron en el laboratorio de suelos de la Universidad del Cauca y se registran en la tabla 3.8.

Tabla 3.8. Cambio volumétrico de Arcillas y caolines del Departamento del Cauca.

MUESTRAS	CAMBIO VOLUMÉTRICO (CV) (cm ³)		
	PRUEBAS		PROMEDIO
	1	2	CV
CCJ1A	39,44	34.88	37.16
CCJ2R	21.33	19.98	20.65
CCJ3BL	12.26	15.16	13.71
CCJ4BE	11.79	13.25	12.52
ACJ1	53.7	52.87	53.28
ACJ2	54.09	50.71	52.40
ACJ4	58,65	60,15	59,4

Como se muestra en la tabla anterior, la muestra que presenta menor contracción es el caolín blanco CCJ3, ya que en mucho depende la estructura y composición de este aluminosilicato; debido a que los limos arcillosos de alta plasticidad ACJ1 y ACJ2 junto a la arcilla plástica ACJ4 necesitan mucho agua para formar una película de agua sobre la

superficie arcillosa, al secar la masa de la arcilla, el agua se evapora parcialmente al interior de la superficie de la pasta, causando una gran contracción durante el secado, lo que facilitará la deformación y la curvatura. En realidad, la contracción lineal de los alfareros es de alrededor de los 5 a 9 % (Hald, 1987), por eso es necesario que se piense en la aplicación de las mezclas de materias primas de acuerdo a sus propiedades. La figura 3.8, relaciona la contracción de las arcillas a una temperatura de 105°C durante 24 horas, está contracción está relacionada directamente a la humedad de de las arcillas y su capacidad de perdida de agua **durante la etapa de secado**. Debido a que la arcilla gris ACJ4 de Pueblillo es una arcilla plástica presenta la mayor contracción durante el secado, lo que implica cambios bruscos en la difusión del agua al interior de las piezas que podría ocasionar grietas o defectos en los materiales cerámicos, los limos arcillosos ACJ1 y ACJ2, aunque presentan un menor cambio volumétrico, alrededor del 50%, presentan las mismas dificultades de la arcilla plástica, por la rápida pérdida de agua; a diferencia de aquellos minerales arcillosos de alta plasticidad, los caolines presentan un menor cambio volumétrico que podría retardar la pérdida de agua en una posible mezcla de estos aluminosilicatos, mejorando las propiedades de los materiales fabricados con un uso específico.

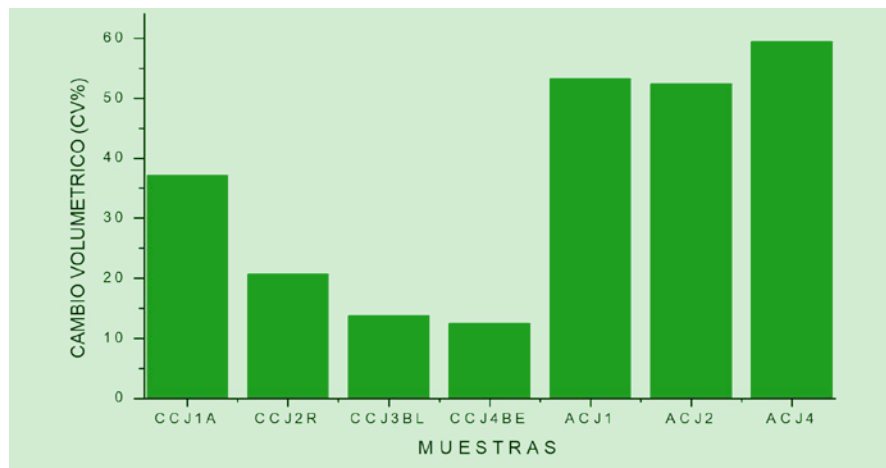


Figura 3.8. Contracción (Cambio volumétrico) de las arcillas y caolines analizados.

3.3.7 Naturaleza ácida o básica de la arcilla

Las determinaciones de pH se hicieron según los métodos utilizados en el laboratorio de suelos del Instituto Geográfico Agustín Codazzi, utilizando un el equipo PH-meter metrohm modelo 744.

Los valores obtenidos de PH para cada una de las muestras analizadas muestran que las arcillas Cajete (ACJ1) y Pueblillo (ACJ2), con valores de PH de 4.73 y 3.75, son suelos básicos que posiblemente presenten una ausencia de calcio, condición que reduce posibles expansiones y grietas en las piezas realizadas con estos materiales; la arcilla ACJ4 con PH de 8.1, por su naturaleza ácido indica su alta porcentaje de contenido de alúmina, estructura que confiere alta resistencia mecánica y dieléctrica a los cerámicos. Por otro lado los caolines CCJ3BL y CCJ4BE se pueden clasificar como suelos neutros, con posible presencia de carbonato ferroso (FeCO_3) y CO_2 debido a un alto contenido en la rocas asociadas [8].

3.4 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y MICROESTRUCTURAL

En general, los materiales cerámicos contienen una o más fases cristalinas y una o más fases vítreas excepto los materiales vítreos (amorfos o no cristalinos) que están constituidos por una o más fases vítreas. La estructura de los materiales determina las propiedades, por tanto es muy importante conocer la estructura de los materiales cerámicos. El término estructura es mucho más amplio que la denominada estructura cristalina debido a que involucra aspectos del material tales como: la forma en que se encuentra, monocristalino o policristalino, los defectos cristalinos presentes, las impurezas presentes y la estructura de la superficie [9]. Las técnicas de caracterización química que se utilizan para una completa caracterización de materiales cerámicos seleccionados de las pruebas física ACJ1 de la vereda Cajete, ACJ2 y ACJ4 del sector Pueblillo y los caolines CCJ3BL de la vereda Tetilla y CCJ4BE del municipio Santander de Quilichao, pueden clasificarse en: Difracción de rayos-X (DRX), técnica que permite identificar las fases cristalinas presentes de las muestras en polvo, espectroscopia infrarroja (FTIR),

para determinar los grupos funcionales existentes en el sólido, permitiendo ratificar las fases encontradas en los DRX, Florescencia de rayos X (FRX), que da información acerca de la composición química, análisis térmico (TG/ATD), para definir el comportamiento las muestras ante tratamientos térmicos, y microscopia electrónica para conocer el tamaño y morfología de las partículas.

3.4.1 Preparación de la muestra para análisis químico

La preparación de la muestra para el análisis químico se realizó secando la muestra a temperatura ambiente con el fin de eliminar el agua natural de las arcillas y caolines, posteriormente para descartar el contenido de agua restante la muestra se seca al interior de un **secadero** a una temperatura de 105°C durante 24 horas. La muestra se tritura durante 48 horas en un molino de bolas y finalmente para romper los aglomerados formados se pulveriza en un mortero de ágata, obteniendo así el material en polvo que será utilizado en la realización de los diferentes ensayos de caracterización química: Fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y análisis térmicos diferencial y gravimetrítico (ATD/TG). El esquema de la manipulación de la muestra se puede observar en la figura 3.9.



Figura 3.9. Esquema de preparación de las materias primas para sus pruebas de caracterización química

3.4.2 Difracción de rayos X (DRX)

En la industria cerámica, la difracción de Rayos X se aplica tradicionalmente para los estudios de estructura e identificación de fases cristalinas presentes en los minerales que componen las materias primas. El fenómeno de la difracción de Rayos X consiste

básicamente en un proceso de interferencias constructivas de ondas de rayos X que dispersadas por un conjunto de átomos de un cristal, están completamente en fase. Estos estudios sirven para el control de calidad de las materias primas, control de procesos por análisis cuantitativo y estudio del cambio de fases cristalinas con la temperatura en materiales cerámicos especiales [11]. La única técnica de difracción que se puede aplicar para determinar la composición de elementos cristalinos en un material que no puede ser analizado a partir de un único cristal, es el difractómetro de polvo. La identificación de una fase cristalina por este método se basa en el hecho de que cada sustancia en estado cristalino tiene un diagrama de rayos X que le es característico. Estos diagramas están coleccionados en software, fichas, libros y bases de datos del *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)* y agrupados en índices de compuestos orgánicos, inorgánicos y minerales. Se trata, por lo tanto, de encontrar el mejor ajuste del difractograma problema con uno de los coleccionados [12].

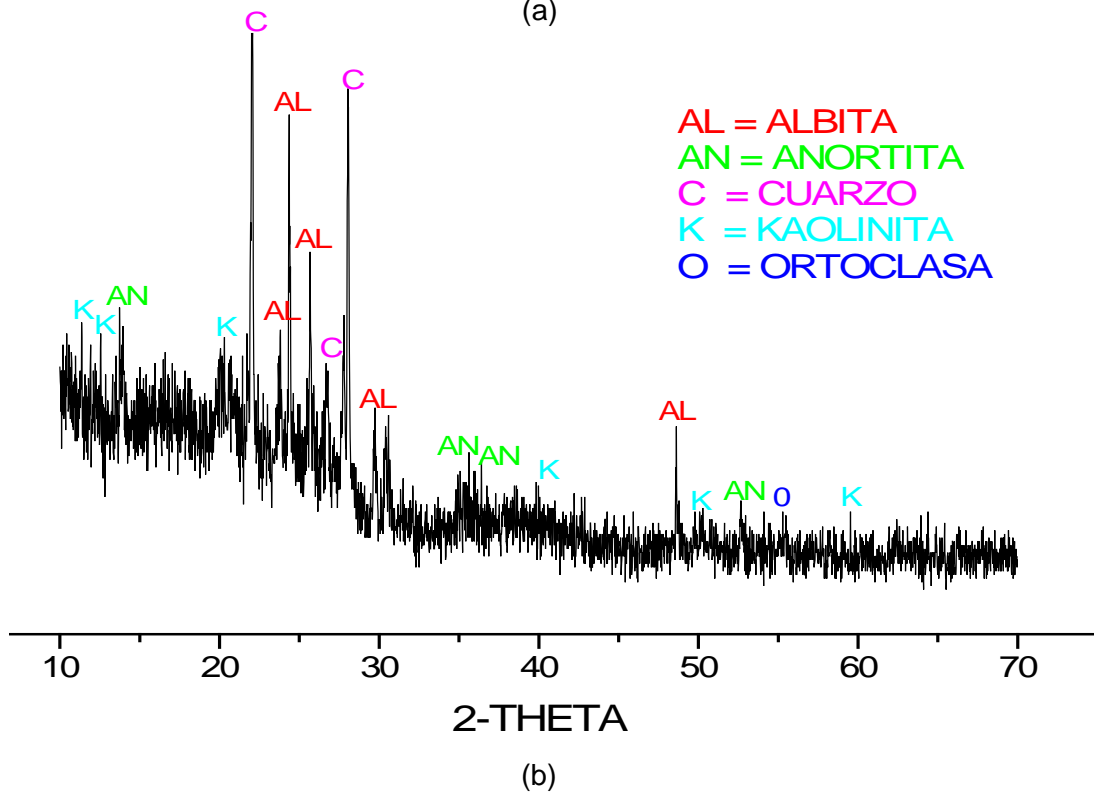
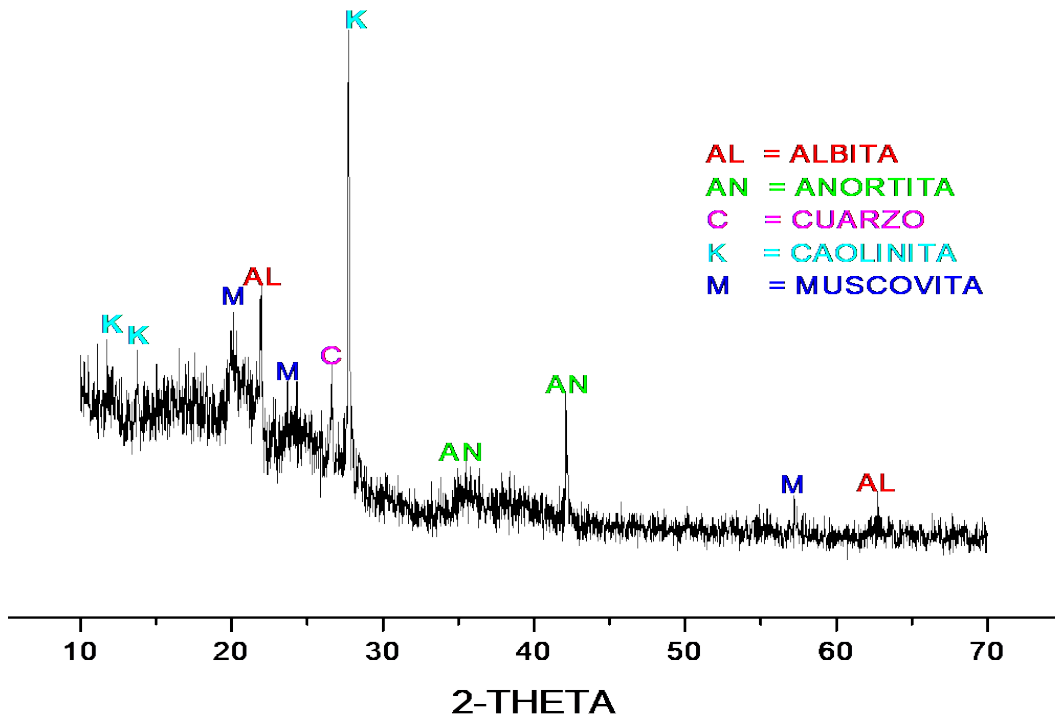
Está técnica fue utilizada para determinar las fases cristalinas presentes en las muestras de arcillas y caolines del departamento del Cauca, haciendo uso del equipo Siemens D-5000 utilizando la radiación de $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.54\text{\AA}$), en el rango entre 10° y 70° . El análisis de los espectros obtenidos se realizó utilizando el software PCPDFWIN Versión 2.1 JCPDS-ICDD (International Center for Diffraction Data). Los difractogramas obtenidos para las arcillas se muestran en la figura 3.10 ACJ1 de la vereda cajete, figura 3.11 (a) ACJ2 y (b) ACJ4 del sector Pueblillo; los caolines en la figura 3.12 a) CCJ3BI de la vereda Tetilla y (b) CCJ4BE del municipio de Santander de Quilichao. La información de cada una de las fases presentes en las muestras se pueden observar en la tabla 3.9, estos resultados serán posteriormente utilizados para el análisis mineralógico de cada una de las arcillas. Estas fases teóricas identificadas de los difractogramas hacen evidente la presencia de aluminosilicatos hidratados como la caolinita y otros minerales como el cuarzo y tres diferentes tipos de feldespatos, análisis que será complementado con el posterior análisis químico mediante FRX. No se realizaron ensayos para las muestras CCJ1A y CCJ2R, debido a que son muestras de arcillas de baja plasticidad que dificultan el conformado de piezas en prensado, además de provocar manchas negras en las piezas sinterizadas.

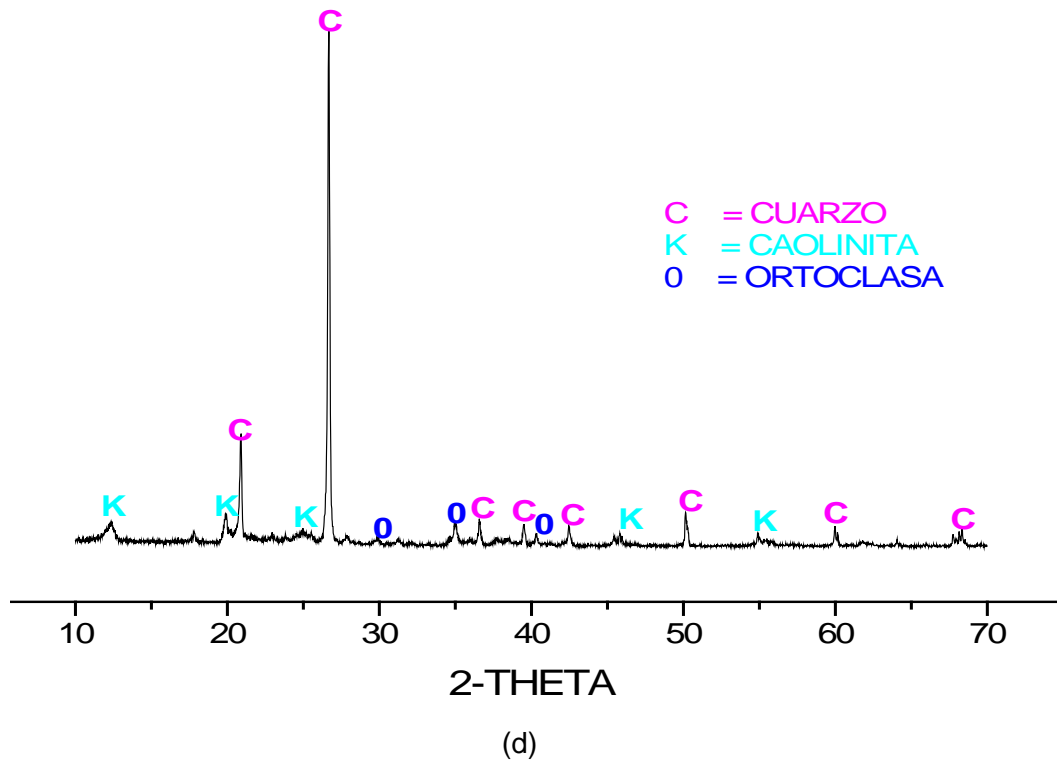
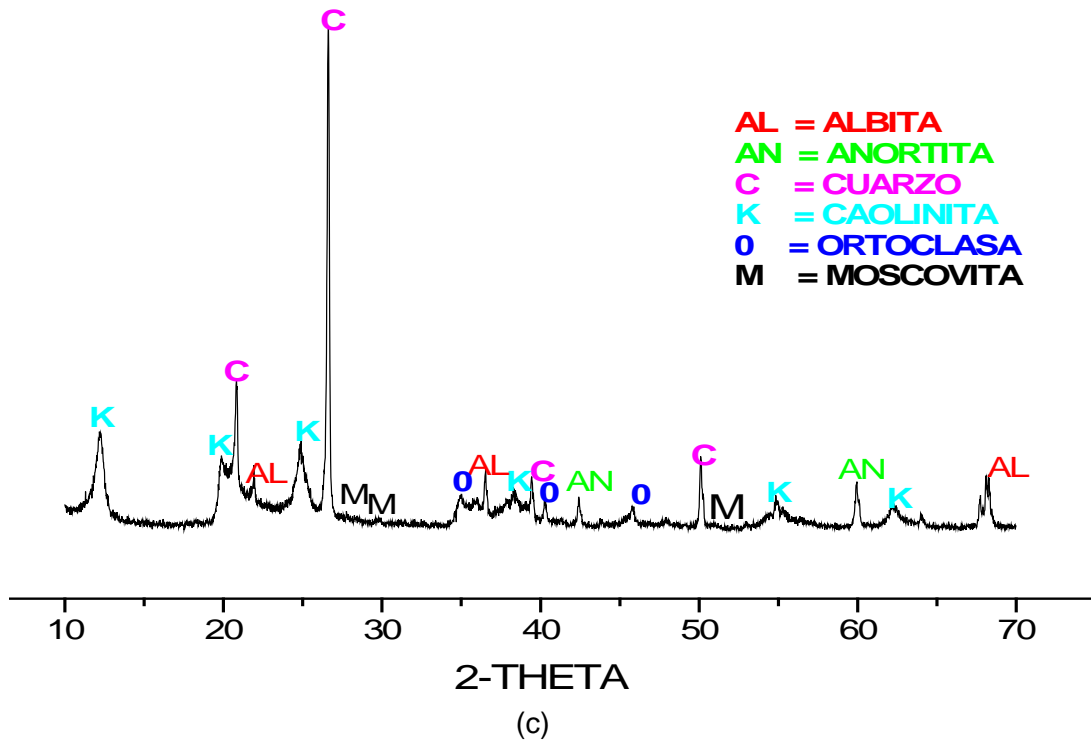
En las figuras 3.10, 3.11, y 3.12 se aprecian los picos representativos del cuarzo, algunos feldespatos sódicos: la albita, Anortita [14]. y potásicos como la ortoclasa; micas no

expansibles como la moscovita y la fase caolinita, la identificación de cada uno de estos picos será corroborado con otras técnicas, debido a que algunos minerales pueden poseer el mismo tipo de óxidos en estructuras diferentes, como en el caso de la diferenciación de los picos presenten en la moscovita y la ortoclasa problema frecuente en la identificación de estos minerales.

Tabla 3.9. Principales fases cristalinas presentes en las muestras analizadas.

NOMBRE QUÍMICO	FORMULA QUÍMICA	ACJ1	ACJ2	ACJ4	CCJ3	CCJ4
Cuarzo	SiO ₂					
Moscovita	K ₂ OAl ₂ O ₃ 6SiO ₂ 2H ₂ O					
Albita	Na ₂ OAl ₂ O ₃ 2SiO ₂					
Anortita	CaOAl ₂ O ₃ 2SiO ₂					
Caolinita	Al ₂ SiO ₅ 2H ₂ O					
Ortoclasa	K ₂ OAl ₂ O ₃ 6SiO ₂ O					





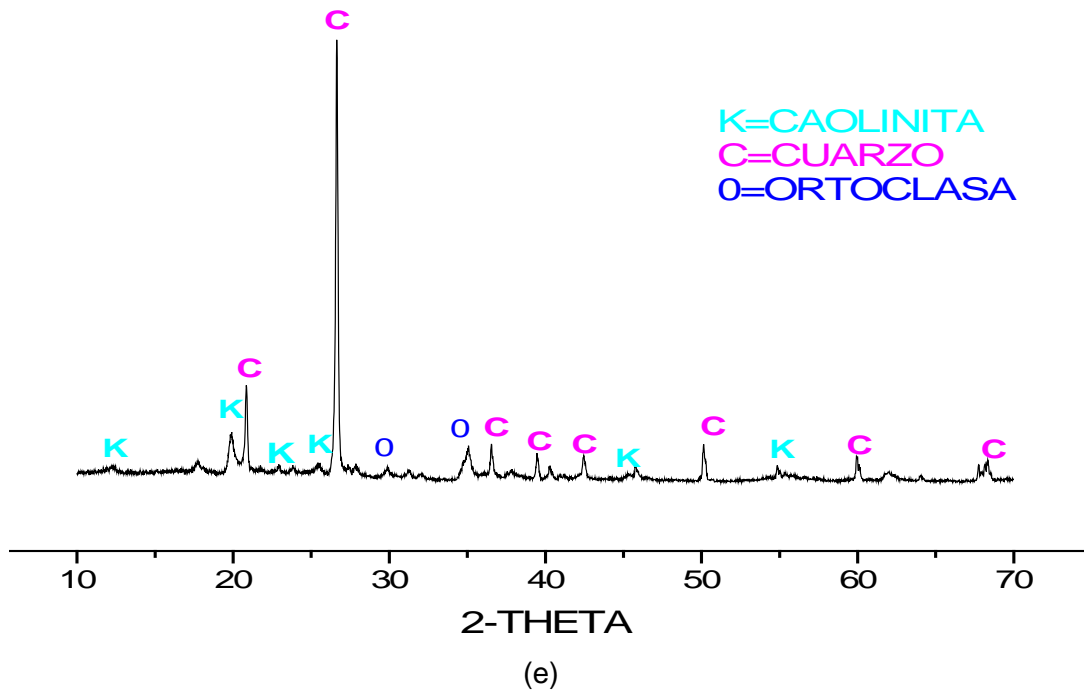


Figura 3.10. Difractogramas de rayos X correspondientes a las muestras: (a) ACJ1, (b) ACJ2, (c) ACJ4, (d) CCJ3BL y (e) CCJ4BE.

3.4.3 Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

Cada sustancia tiene un espectro de absorción característico que la diferencia de otras sustancias y que depende de su estructura. En la espectroscopia infrarroja (IR) se hace pasar la luz por un prisma que va cambiando de posición y en consecuencia varía su longitud de onda. Luego pasa por la muestra aplicando energía en la región de luz infrarroja, IR, a los enlaces, estos aumentan la amplitud de la vibración. Al regresar la molécula de su estado excitado al estado normal emite el exceso de energía en forma de calor que es registrado por el espectrómetro. Dependiendo de la estructura de la sustancia, se produce una absorción de luz, que se denomina absorbancia y equivale al logaritmo de la relación de intensidades entre el rayo de luz emitido y el rayo de luz incidente, si el proceso se efectúa a varias longitudes de onda se puede relacionar absorbancia con longitudes de onda y hallar el espectro de la sustancia que estará directamente relacionado con la constitución, composición química y estructura cristalina, además, estas son determinadas por las vibraciones de los grupos atómicos de la

estructura cristalina de los minerales [12]. Esta técnica fue utilizada para identificar las bandas correspondientes a los diferentes modos vibracionales de los enlaces en los grupos funcionales existentes en cada una de las muestras analizadas y que permitirán corroborar la presencia de algunos minerales identificados por medio de DRX; Las muestras ACJ1, ACJ2, ACJ4, CCJ3BL y CCJ4BE fueron caracterizadas con FTIR usando un espectrómetro Termo Nicolet IR 200, para determinar los grupos funcionales en ellas.

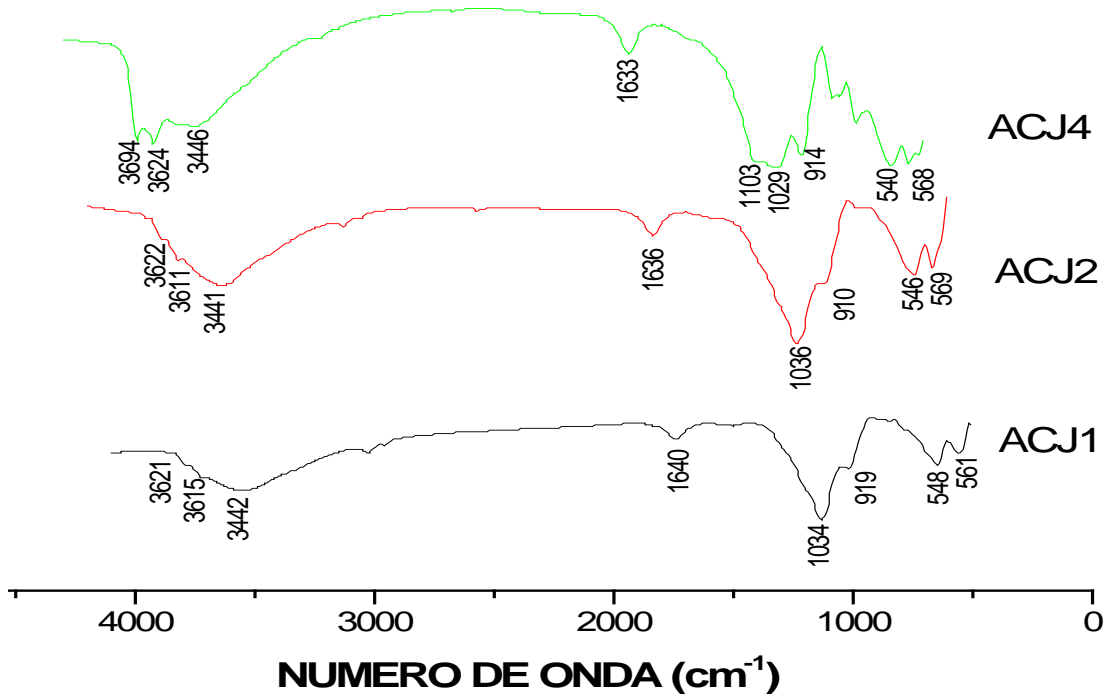
En la figura 3.13 (a) se puede observar el espectro FTIR para ACJ1, ACJ2 y ACJ4 muestras de las veredas Cajete y Pueblillo en el departamento del Cauca, respectivamente, en el cual, dada la forma de la banda entre $3700-2900\text{ cm}^{-1}$, en las dos primeras muestras, se podría suponer que se trata de arcillas tipo 2:1 pues este tipo de arcillas presentan bandas anchas en esta región a diferencia de los caolines que tienen bandas muy bien definidas en este mismo rango. Otra estructura presente en este tipo de arcillas podría ser la clorita que presenta un hombro a 3571 cm^{-1} y bandas anchas, no muy bien definidas, a 3571 y 3448 cm^{-1} [13]. Las bandas del espectro coinciden con las que presenta la estructura $\text{Mg}_{4.74}\text{Mn}_{0.06}\text{Fe}^{3+}_{0.07}\text{Al}_{1.16}(\text{Al}_{1.27}\text{Si}_{2.73})\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ [13]. En la figura 3.13 (b), se muestran los espectros para **CCJ3BL y CCJ4BE, los cuales, a diferencia** de los observados anteriormente muestran bandas definidas en el rango $3400-2900\text{ cm}^{-1}$, lo que indica que la banda de la arcilla ACJ4 presente en este rango posiblemente se deba a caolinita dentro de la estructura, **lo cual permitiría clasificarlas como** caolines, dadas sus características físicas de plástidad, peso específico y granulometría, sin embargo para los caolines CCJ3BL y CCJ4BE esta banda se hace un poco más estrecha haciendo evidente la presencia de este mineral dentro de una estructura diferente. Es importante resaltar que las arcillas ACJ4 aunque presenta los mismos grupos funcionales de las otras dos muestras puede tratarse de una arcilla y no un caolín debido a sus características físicas que la relacionan más con la familia de las arcillas.

En la tabla 3.10 se observa las bandas de absorción de hidroxilos para la caolinita a 3624 cm^{-1} para la muestras de caolín CCJ3BL, CCJ4BE y la arcilla ACJ4, en esta se observa la banda de absorción de la caolinita en el rango de 3593 a 3697 cm^{-1} en todas las muestras, lo que podría indicar la presencia de este mineral en menor proporción para las arcillas ACJ1 y ACJ2. Se atribuye a los enlaces silicio-oxígeno-silicio las bandas correspondientes a 1034 , 1036 , 1029 , 1030 y 1027 cm^{-1} en ACJ1, ACJ2, ACJ4, CCJ3 y

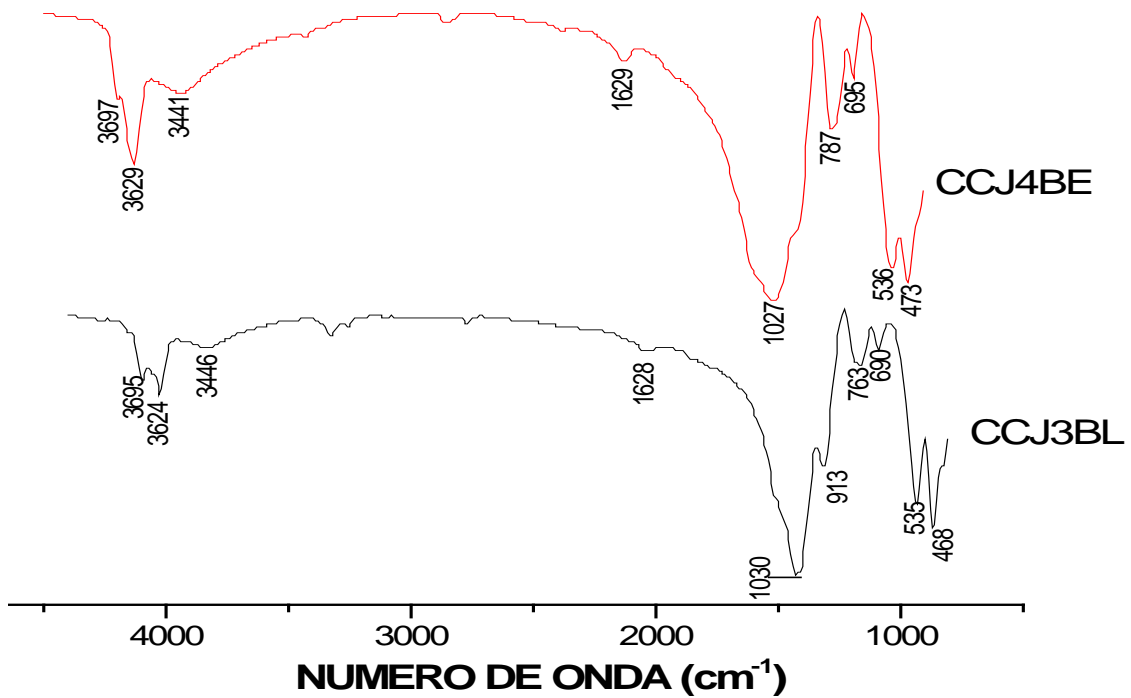
CCJ4 respectivamente. Los enlaces correspondientes a los hidroxilos se encuentran entre 1639, 1636, 1629.9, 1628 y 1629 cm^{-1} y las bandas asociadas a los hidrógenos en 3442, 3441, 3446, 3441 cm^{-1} para las arcillas y caolines [13].

Tabla 3.10. Asignación de Bandas en Espectros de Infrarrojo

G. FUNCIONAL	ACJ1	ACJ2	ACJ4C	CCJ3BL	CCJ4BE
$\text{Al}_2\text{SiO}_5\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ CAOLINITA	3693	3693	3694	3695	3697
H – O – H Para la caolinita	-----	-----	3624	3624	3629
O-O para la caolinita	3442	3441	3446	3446	3441
OH	3453.21	-----	3453.96	4446.35	3441.16
H – O – H	1639	1636	1629.97	1628	1629
Si – O – Si	1034	1036	1029	1030	1027
Al – OH – Si	906	910	906.7	914	906
Al – O Al – O – Si	759	-----	787	763	787
Al – O - Si	548.26	546	540.08	535	536.82
Si – O – Si	461.42	469.18	467.89	468.12	473.50



(a)



(b)

Figura 3.11. Espectros IR correspondientes a las muestras (a) Arcilla y (b) caolines.

3.4.4 Fluorescencia de rayos X (FRX)

Es una técnica analítica multielemental complementaria al análisis DRX, los espectros de rayos X característicos se excitan cuando se irradia una muestra con un haz de radiación X de longitud de onda suficientemente corta. Las intensidades de los rayos X fluorescentes resultantes son casi 1000 veces más bajas que la de un haz de rayos X obtenido por excitación directa con electrones. El método de fluorescencia requiere de tubos de rayos X de alta intensidad, de unos detectores muy sensibles y se sistemas ópticos de rayos X adecuados. Cuando se irradia con un haz de rayos X una muestra de composición desconocida, esta emitirá las radiaciones características de los elementos que la componen. Si podemos identificar la longitud de onda o energía de cada una de estas radiaciones características, podremos conocer los elementos que componen la muestra, y si podemos medir sus intensidades, podremos conocer sus respectivas concentraciones, es decir, al irradiar la muestra con radiación X, se provoca la expulsión de un electrón interno de los átomos presentes en la matriz, el electrón expulsado es sustituido por otro, de una capa superior y este proceso genera la emisión de fotones de rayos X característicos de cada elemento presente.

Para la realización de los análisis se utilizó un espectrómetro de fluorescencia de rayos X, MagixPro PW – 2440 Philips equipado con un tubo de Rodio, con una potencia máxima de 4 KW. Este equipo tiene una sensibilidad de 200ppm (partes por millón) o (0.02%) en la detección de elementos pesados metálicos; las muestras fueron homogenizadas por agitación y se prepararon en forma de perlas fundidas con relación Muestra: Fundente, de 1:10. Como fundente se utilizó una mezcla de Tetraborato de Litio y Metaborato de Litio; como antiadherente se añadió Yoduro de Litio. De este modo se obtuvieron discos de vidrio de 37 mm de diámetro que luego fueron medidos bajo la aplicación cuantitativa SEDI-AL2007. La composición química obtenida por FRX se indica en la tabla 3.11, en los datos registrados se puede observar que existe una mayor porcentaje de sílice en la muestra CCJ3BL con un valor de (71,44%) mientras que en la arcilla limosa de ACJ1 de la vereda de Cajete presenta un valor de (58.01%); este alto contenido de sílice pueden ser responsables de la disminución de la plasticidad de las muestras; la presencia de alúmina se hace evidente en un porcentaje mayor en las arcillas ACJ1 y ACJ4 en comparación a la muestra CCJ3BL; sin embargo la presencia de un porcentaje superior al

1% de Hematita (Fe_2O_3) en el caolín CCJ3BL y las arcilla ACJ2 y ACJ4, podría afectar el color de las piezas sinterizadas [1].

Tabla 3.11. Análisis Químico de los minerales estudiados.

COMPUESTO	ACJ1 (%)	ACJ2 (%)	ACJ4 (%)	CCJ3BL (%)	CCJ4BE
SiO_2	58,01	54,56	51.41	71,44	66.32
Al_2O_3	26,08	22.94	29.38	19,13	22.24
Fe_2O_3	0,70	1.07	2.43	1,18	0.84
TiO_2	0,58	0.61	2.75	0,05	1.39
CaO	1,35	1.55	0.16	0,03	0.06
MgO	0,19	0.28	0.34	0,25	0.40
K_2O	0,87	0.75	0.41	2,84	3.34
Na_2O	2,98	2.13	0.13	0,03	0.55
ZrO_2	0,04	-	-	-	-
P_2O_5	0,10	0.10	0.03	-	0.06
BaO	0,29	-	-	0,15	-

Los resultados del análisis químico permiten un estudio de la relación en la composición de óxidos presentes en las arcillas, los cálculos se han dado como indicadores de la relación de moles $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ y la suma de moles de los fundentes Fe_2O_3 , CaO , K_2O , Na_2O [14]. La tabla 3.12 registran los valores de composición en óxidos de las arcillas y caolines estudiados. Estos valores se obtuvieron calculando la relación entre los porcentajes de contenido de sílice y alúmina, así como la suma de los porcentajes de cada uno de los elementos de la tabla 3.11.

Tabla 3.12 Composición en óxidos de las muestras del departamento del Cauca

RELACIÓN	ACJ1 (%)	ACJ2 (%)	ACJ4 (%)	CCJ3BL (%)	CCJ4BE (%)
SiO ₂ / Al ₂ O ₃	0,2649	0,25	0,3367	0,1578	0,1976
Fe ₂ O ₃	0,0044	0,0067	0,0152	0,0074	0,0053
CaO	0,0241	0,0276	0,0028	0,0005	0,0011
MgO	0,0047	0,0069	0,0084	0,0062	0,0099
K ₂ O	0,0158	0,0136	0,157	0,0500	0,0606
Na ₂ O	0,0481	0,0343	0,0021	0,0005	0,0089
% Total en óxidos	0,097	0,0893	0,044	0,0661	0,0857

3.4.5 Uso de los datos de DRX y FRX para el análisis mineralógico de arcillas y caolines (análisis racional)

El análisis racional es un sistema propuesto que permite llegar a una composición cuantitativa mineralógica a la cual se da el nombre generalmente de “análisis próximo mineralógico”, este estudio se realiza a partir del análisis cualitativo de difractogramas de rayos-X y los resultados cuantitativos de análisis químicos, de manera que una composición mineralógica de diferentes tipos de arcillas y caolines es un porcentaje en peso de los minerales presentes en la estructura de que los compone. El método consiste inicialmente en atribuir, de modo adecuado, cada porcentaje de óxido encontrado en el análisis químico a las fases de minerales presentes en arcillas o caolines registrados en el análisis por difracción de rayos X. Por ejemplo, la presencia de K₂O puede ser atribuida tanto a feldespatos potásicos (ortoclasa) como a mica moscovita, por lo tanto es importante identificar correctamente las fases registradas en cada uno de los difractogramas. En cada cálculo se incluye el agua de cristalización, sumando los contenidos de agua de cristalización de cada una de las fases. Luego de identificar las fases presentes, su correspondiente porcentaje en óxido es igual a la suma de las contribuciones de cada mineral presente. Se establece un sistema de ecuaciones según el número de fases presentes y resolviendo este sistema, se encuentra los porcentajes de los minerales dentro de la arcilla en cantidades reales. La composición final de la arcilla se expresa como la suma de los diferentes tipos de minerales que componen los aluminosilicatos y otros minerales como el cuarzo y feldespatos [15].

Se realizó el cálculo de análisis mineralógico según el método propuesto para cada una de las muestras seleccionadas (Anexo1), los resultados del este análisis se encuentra registrado en la tabla 3.13; la representación de estos datos se encuentran en el diagrama de composición mineralógica de la figura 3.14, en él se hace evidente la similitud en la composición de los materiales seleccionados anteriormente, con alto porcentaje de material arcilloso, un adecuado porcentaje de cuarzo y una buena cantidad de fundente, composiciones que favorecieron la formulación de pastas cerámicas propuestas.

Tabla 3.13. Componentes mineralógicos de las arcillas caoliníticas analizadas

MUESTRA	ARCILLA	CUARZO	FELDESPATO
ACJ1	45.01	29.58	25.51
ACJ2	42.31	39.65	17.45
ACJ4	72.06	17.30	3.813
CCJ3BL	40.60	41.60	16.84
CCJ4BE	47.17	31.58	19.74

Desde el punto de vista de aplicación a porcelanas, la consideración de la composición química relativa a SiO₂, Al₂O₃ y Na₂O + K₂O, se pueden utilizar estas arcillas en la fabricación de cerámicas triaxiles, tema que se abordará en el siguiente capítulo.

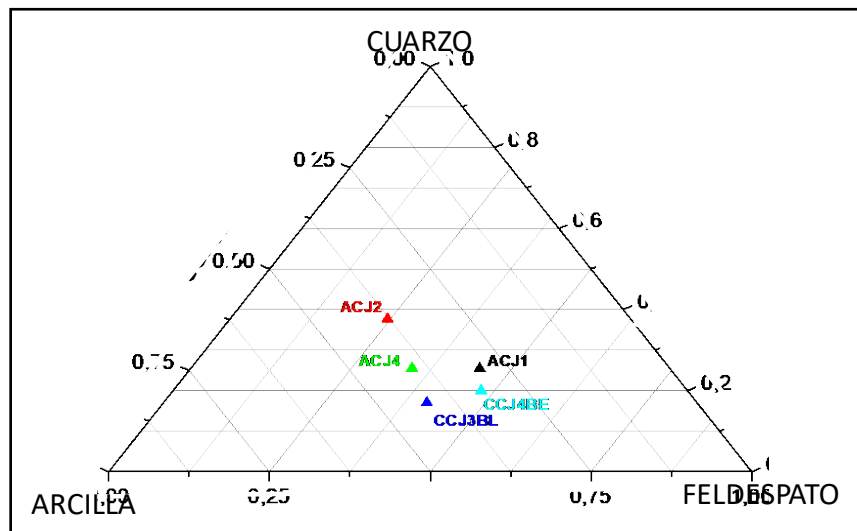


Figura 3.12. Composición mineralógica de materiales arcillosos.

3.4.6 *Análisis térmico diferencial TG y ATD.*

El *Análisis termogravimétrico (ATG)* registra el cambio de peso de una sustancia en función de la temperatura o el tiempo. Los resultados se presentan en un registro gráfico de la descomposición de un compuesto (fase) en una sola etapa. En condiciones de calentamiento dinámico la descomposición tiene lugar en un intervalo de temperaturas, de $T_{inicial}$ a T_{final} , produciéndose un cambio de peso desde $P_{inicial}$ a P_{final} . En ATG los pesos $P_{inicial}$ y P_{final} y la diferencia de estos son propiedades fundamentales de la muestra y pueden utilizarse para cálculos cuantitativos; sin embargo, las temperaturas $T_{inicial}$ y T_{final} dependen de variables tales como: Velocidad de calentamiento, naturaleza del sólido (tamaño de partícula), atmósfera en la que se encuentra la muestra (en el reactor) y se debe minimizar su efecto. Un método complementario es el *Análisis térmico diferencial (ATD)* es una técnica que compara la temperatura de una muestra con la de un material inerte de referencia durante un cambio programado de temperatura. Cuando se produce un evento térmico en la muestra se origina una diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia inerte [16]. El dispositivo utilizado consiste en colocar la muestra y la referencia próximas en un horno que calienta o enfría a velocidad constante, colocando termopares idénticos en ambas y conectándolos entre si. Al mismo tiempo un tercer termopar controla la temperatura del horno [17]. Los eventos que registran estas técnicas están relacionadas con fusión, descomposición, cristalización y Cambio de estructura cristalina (cambio polimórfico).

Con el fin de determinar el comportamiento térmico de las arcillas de Cajete y La tetilla, se realizó el estudio de análisis térmico diferencial utilizando el equipo RB 3000-20 a una velocidad de calentamiento de $10^{\circ} \text{C}/\text{min}$.

La figura 3.15 (a) y (b) muestra la curva de TG/ATD de la muestra de la tetilla Cauca, en ella se registran eventos térmicos significativos a 112°C , proceso endotérmico acompañado de una pequeña disminución de peso del 0.27% que se extiende hasta los 400°C ; en contraste un proceso endotérmico a 574°C , reacciones que están acompañadas de una brusca disminución de masa del 3.87%, y 971°C proceso

exotérmico. En pico a 112° C se puede asociar a la pérdida de agua adsorbida [18]. A 574° C se evidencia otro pico endotérmico, de pequeña intensidad, que corresponde muy posiblemente a la formación del metacaolín [12]. El último pico exotérmico, a 971 °C, se puede atribuir a la formación de espinela, o a la formación de la $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ la cual es un producto de los metacaolines; aunque la literatura reporta que el pico ocurre a 980° C, éste se ve afectado por las impurezas que existen en las arcillas.

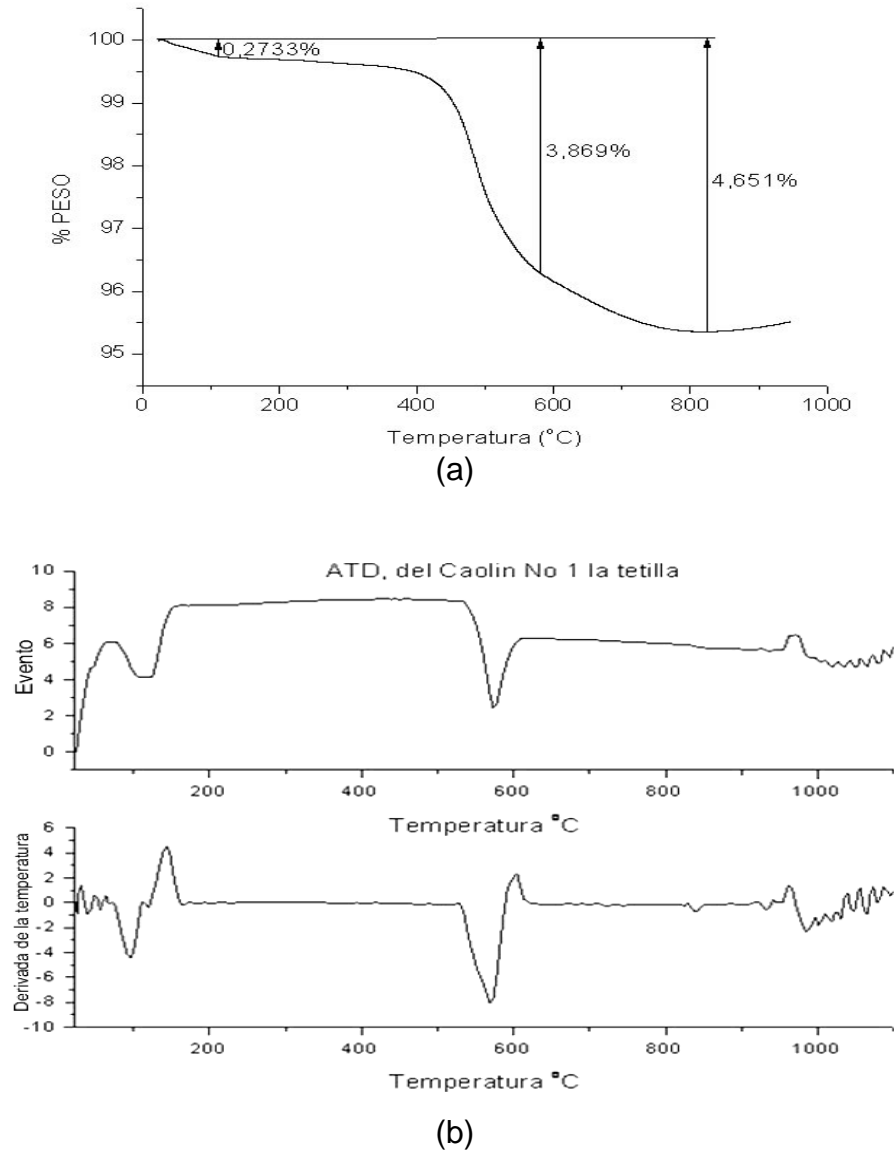
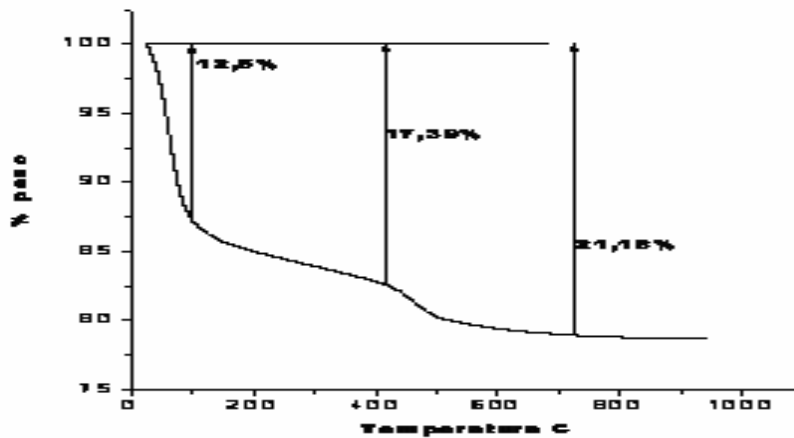
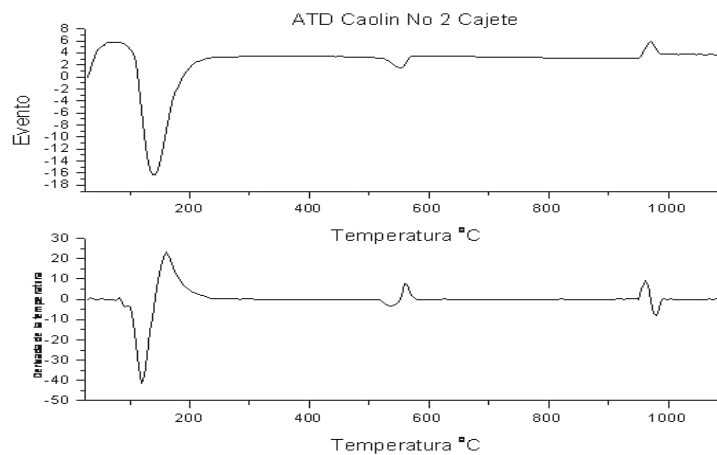


Figura 3.13. Curva de (a) TG y (b) ATD correspondiente a la muestra arcillosa de La Tetilla CCJ3BL (parte superior) y su derivada (parte inferior).

La figura 3.16. (a) y (b) muestra la curva de TG/ATD correspondiente al material arcilloso de cajete; los valores de los parámetros para la realización del ensayo de ATD fueron los mismos que para el ATD de la figura 3.15. Se Observa un comportamiento de la curva muy similar al de la figura 13, con pico endotérmico a 139° C **debido al desprendimiento del agua adsorbida por la muestra que ocasiona una pérdida de peso 12.5%**, a 554 °C **el pico endotérmico corresponde a la formación de metacaolin presente en la estructura aumentando la pérdida a un valor de 17.39%**. El pico exotérmico a 970 °C corresponde a la formación de la espinela y/o la $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, reacciones que se relacionan con una pérdidas de peso de 21.15%.



(a)



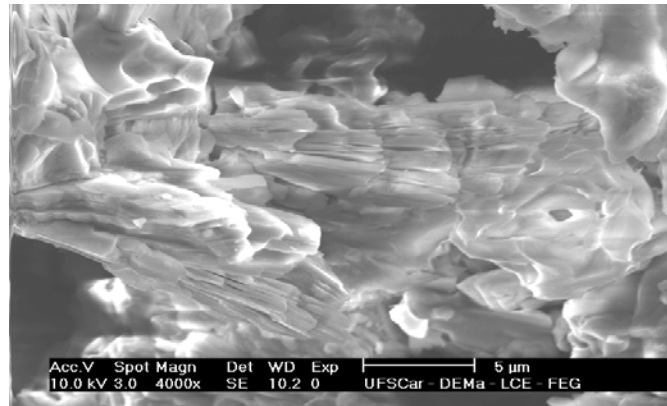
(b)

Figura 3.14. Curva de (a) TG y (b) ATD correspondiente a la muestra arcillosa de Cajete aca y su derivada (parte inferior del grafico).

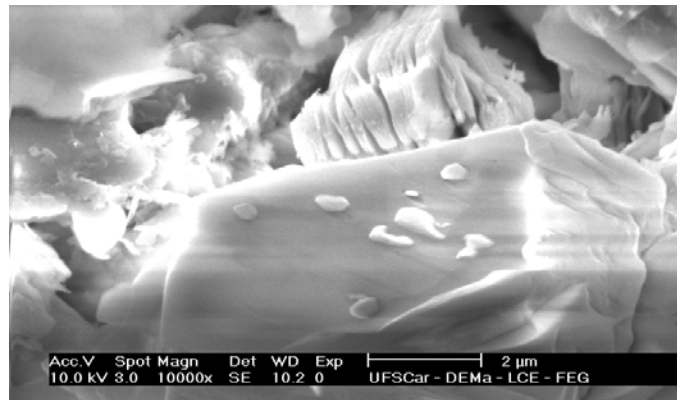
3.4.7 *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)*

Mediante esta técnica se estudia la morfología superficial de minerales, cambios morfológicos de materiales sometidos a tratamientos químicos, formas de cristalización de minerales, entre otras. En el microscopio electrónico de barrido se hace incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV (50 KeV), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas, es decir, cuando el haz de electrones choca contra la muestra, ocurren interacciones entre dichos electrones y los átomos que componen la muestra. De allí surgen señales tales como: electrones secundarios, electrones retrodifundidos, rayos x característicos, electrones Auger, cátodo luminiscencia. Todas estas señales se producen simultáneamente pero cada una de ellas es captada por detectores diferentes. En este trabajo se empleó MEB para determinar el tamaño de partícula de algunas muestras, las analizadas fueron la arcilla ACJ1 y el caolín blanco CCJ3BL. Se observó en las muestras que el tamaño de partículas presentes en ambas según el nivel de magnificación de la microfotografía electrónica presenta diferentes tamaños, lo que puede indicar que la distribución de tamaño de las partículas no es homogénea.

En la figura 3.15 se observa las fotografías obtenidas con MEB del material arcilloso de la tetilla-Cauca cuya coloración es hueso. La fotografía de la figura 3.15 (a) tiene una magnificación de 4000x y se puede observar que las partículas del material presentan laminas mayores de 5 μ m, las cuales forman capas de hojas muy delgadas; su morfología no está bien definida, lo que se puede observar en la fotografía de la figura 3.15 (b) que tiene una magnificación de 10000x que corresponde a la misma muestra, En la figura 3.15 (b) se observan partículas de diferente tamaño, lo que demuestra que la distribución de tamaño de las partículas no es homogénea.



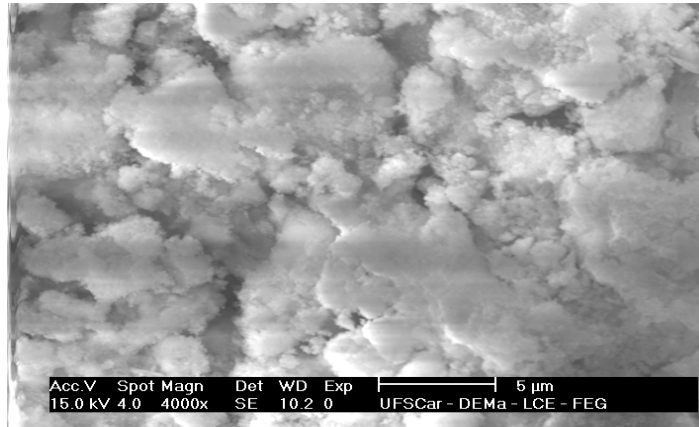
a)



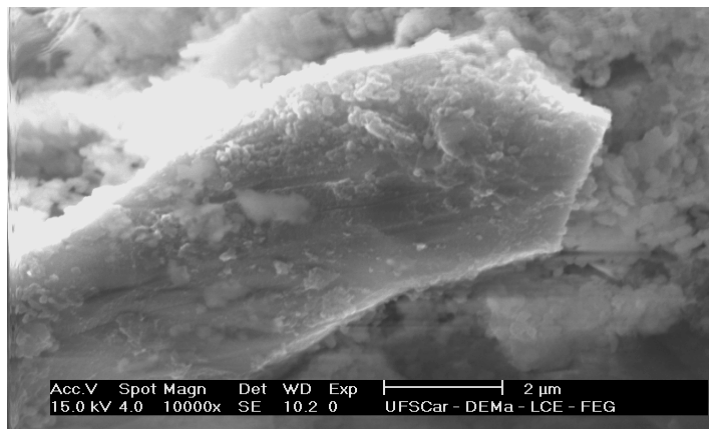
b)

Figura 3.15. Microscopía electrónica de Barrido de la muestra CCJ3BL (caolín tetilla). (a) Magnificación de 4000x, partículas mayores de 5 μ m. (b) Magnificación de 10000x, partículas de menor tamaño.

En la figura 3.16 se observan las fotografías obtenidas con MEB del caolín de Cajete-Cauca que presenta una coloración beige. En ellas se puede observa una distribución de tamaño de partícula no homogénea, con partículas que van desde tamaño nanométrico hasta partículas mayores de 5 μ m; en la figura 3.16 (b) la fotografía tiene una magnificación de 10000x y se observa una partícula de cuarzo, la cual presenta gran tamaño. Comparando las muestras de la Tetilla y Cajete, figura 3.15 y 3.16, se observa que la muestra de Cajete contiene partículas de tamaño nanométrico lo que le confiere una mayor área superficial, tal que a mayor área superficial mayor reactividad; dicha propiedad permitiría una mayor reactividad de esta muestra al proceso de síntesis o extracción de Alúmina.



a)



b)

Figura 3.16. Microscopía electrónica de Barrido de la arcillas ACJ1 (Cajete-Cauca). (a) Magnificación de 4000x, partículas mayores de 5 μm. (b) Magnificación de 10000x, se observan partículas de cuarzo.

3.5. CONCLUSIONES PARCIALES

Con base en los resultados obtenidos se puede concluir lo siguiente.

- El comportamiento plástico de las muestras estudiadas, permitieron clasificarlos como limos arcillosos de alta plasticidad (ML), ACJ1 y ACJ2, arcilla caolinítica (CH) y caolines CCJ3BL, CCJ4BE. Por otro lado el ensayo de peso específico reafirmó esta clasificación indicando que la muestra CCJ3BL con peso específico de 2.7 se puede clasificar como una arcilla inorgánica o un caolín (**Cabrera A, 1964**), aunque la arcilla ACJ4 presente las mismas propiedades que los caolines CCJ3BL y CCJ4BE, el análisis químico indicó la presencia de alto contenido de hierro en el rango de las arcillas caoliníticas y los resultados de difracción de rayos X y análisis mineralógico indicaron la presencia de moscovita en la muestra, mineral asociado a las arcillas caoliníticas plásticas. Las muestras ACJ1 y ACJ2 se calcificaron como arenas limosas.
- De los resultados de las pruebas de granulometría, se puede observar que las muestras ACJ1 y ACJ2 con porcentajes pasantes del tamiz N° 200 de 76.1%, 62.16% respectivamente, indican que estas dos arcillas son de tipo arenosa, mientras que las muestras ACJ4, CCJ3BL y CCJ4BE con porcentajes pasantes de 99.21%, 99.76% y 97.35 % respectivamente, corresponden con los suelos finos de tamaños de partículas inferiores a 64 micras. Estos resultados ofrecen una buena posibilidad para la utilización de estas materias primas en alfarería fina.
- Los ensayos químicos, FRX, indican un alto contenido de Si y Al con impurezas de Na, Ca y Fe, principalmente, en las muestras. Las principales fases cristalinas, según DRX, fueron cuarzo, caolinita, moscovita, ortoclasa, albita y anortita, dependiendo de la mina de origen. Con las fases identificadas se puede obtener un análisis mineralógico de las arcillas de interés, análisis que facilita el estudio del comportamiento de las muestras en el proceso cerámico y la determinación de sus posibles usos.

- Las principales reacciones que ocurre al someter las muestras a tratamiento térmico son las relacionadas con la pérdida de agua absorbida, formación de metacaolín y posteriormente espinela o $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ productos de los metacaolines; finalmente debería ocurrir la cristalización de la Mullita y de la Cristobalita. Estos resultados son de gran utilidad en el momento de sinterizar las piezas cerámicas conformadas con estas materias primas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. “Inventario minero Nacional por municipios del Departamento del Cauca: información primaria”. Tomo II. Santa Fé de Bogotá, Colombia. 1991, pp 58-63, 254-264, 280, 282.
- [2]. Bernal, I., H. Cabezas, C. Espitia, J. Mojica & J. Quintero. Catálogo de propiedades físicas, químicas y mineralógicas de las arcillas para cerámica roja en los centros urbanos de Medellín, Ibagué y sabana de Bogotá. Ministerio de minas y energía Instituto Colombiano de geología y minería. 2003, pp 11-27.
- [3]. GIPPINI, E. Pastas Cerámicas. Instituto Eduardo Torroja. Madrid. 1979. Pág 5-65.
- [4]. DIAS, L., TORECILLAS, R. Arcillas cerámicas: una revisión de sus distintos tipos, significados y aplicaciones. Bol. Soc. Esp. Cerám. Vid. Madrid. Vol 41 [5]. 1979., pp 459-470.
- [5]. Caracterización física-fisicoquímica de arcillas en general de uso industrial. Modulo II. Informe final de cerámica. Universidad Mayor de San Simón. Compañía Editorial Continental, S.A. México, España, Argentina, Chile. Decimosegunda impresión en Español. 1973.
- [6]. Ensayo para determinar la humedad y el peso específico. Disponible en: <http://suelos.eia.edu.co/laboratorio/humedad.htm>.
- [7]. Zang, H. Notas. Capacidad de Formación de las Arcillas útiles en cerámica de la Mixteca Oaxaqueña. Universidad Tecnológica de la Mixteca. México. 2003, pp 23-28.
- [8]. Castillo T., Chamery A., Caraballo K., Elizondo M. , Silva C., Quezada P., Ríos, G., Díaz, A., Barragán, F., Zimbrón, D. Arcillas y Alfarería en colima. Cuadernos de Investigación del “Fondo Dr. Ramón Álvarez Buylla”. Coordinación General de Investigación Científica. Universidad de Colima. 2003
- [9]. Callister W. *Ciencia e ingeniería de los materiales. Una introducción*. Vol. 2. University of Utah, Salt Lake City, E.E.U.U. Editorial Reverté. 1996.
- [10]. García-Guinea J., Pitalua F., Correcher V., López-Arce P. “Observación de deshidrataciones y contracciones de una arcilla por difracción de rayos x y microscopia electrónica a temperatura y humedad controladas”. Bol. Soc. Esp. Ceram. V., 43, 1, 27-30, (2004).
- [11]. Steve J. Chipera, David I. Bish. Baseline studies of the clay minerals society source clays: Powder x-ray diffraction analyses. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 49, No. 5, pag. 398 – 409, 2001.
- [12]. Farmer. V.C. (1974a) *The Infrared Spectra of Minerals*. Monograph. Mineralogical Society, London, 539 pp

- [13]. Madejova J., Komadel P. Baseline studies of the clay minerals society source clays: Infrared methods. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 49, No. 5, pag. 410–432, 2001.
- [14]. Avgustinik, A.I. *Cerámica*. Versión en español, 2da edición. Editorial Reverté. Barcelona. 1983. Pág 7-29.
- [15]. Morelli, M., *Introducción a los materiales Cerámicos-Experimental*. Memorias. Universidad Federal de Sao Carlos. Brasil, 2004.
- [16]. Mackenzie, R.C. *Differential Thermal Analysis, vol. 2. Applications*. Academic Press, London and New York. 1972.
- [17]. Khalfaoui A., Kacim S., Hajjaji M. Sintering mechanism and ceramic phases of an illitic–chloritic raw clay. *Journal of the European Ceramic Society* 26. 2006, pp 161–167.
- [18]. Muñoz J, Muñoz R, Mancilla P, Rodríguez, J. “Caracterización fisicoquímica de arcillas del municipio de Guapí a utilizar en la formulación de pastas cerámicas”. *Rev. Acad. Colom. Cien. Exac. Físic. Y Nat.* Vol. 21. N° 121, Medellín, 2007.
- [19]. Chen, C.Y, Lan G.S, Tuan, W.H., “Microestructural evolution of mullite during the sintering of kaolin powder compacts”. *Ceramics international* Vol. 26, 2000, pp 715-720.
- [20]. Cabrera, A. “Minerales no metálicos”, serie memorando N° 8, Ministerio de fomento y obras públicas, Perú, 1965, pp 3-10.
- [21]. Amorós J.L., Sánchez E., García-Ten J., Sanz V., Monzó M. “Manual para el control de la calidad de materias primas arcillosas”. Instituto de Tecnología Cerámica-AICE, pp 178. Castellón, 1998.

CAPITULO 4 TÉCNICAS DE PROCESAMIENTO CERÁMICO

4.1 INTRODUCCIÓN

El estudio de los factores que intervienen en las diferentes etapas del proceso cerámico permite obtener un control sobre las propiedades de los productos obtenidos; por otra parte, es este proceso, el que marca el inicio de la transformación de las materias primas en nuevos productos con mayor valor agregado. Dentro de las etapas involucradas en estos procesos se encuentra la formulación de la pasta cerámica, su preparación, moldeado y sinterización; dentro de las técnicas de procesamiento realizadas en el proyecto se realizó un estudio acerca de cada una de las etapas de los procesos de conformado del proceso por prensado uniaxial y el colado en molde.

4.2 DOSIFICACIÓN DE LAS MEZCLAS DE MATERIAS PRIMAS

La dosificación de las mezclas de materias primas es un proceso complejo y para poderlo llevar a cabo se debe tener en cuenta que los materiales cerámicos son compuestos inorgánicos, no metálicos, derivados en ocasiones de materiales terrosos. Este proceso de dosificación debe permitir la obtención productos cerámicos agrupados como: vidrios, cerámica tradicional y porcelanas, en estos productos la cantidad de fase vítrea es diferente en cada uno de ellos y es la que principalmente controla sus propiedades. Algunos materiales cerámicos producidos por el sector industrial dedicados a las porcelanas triaxiales están agrupados de acuerdo a las materias primas utilizadas, ya sean naturales como la caolinita o sintéticas como la mullita.

En la tabla 4.1, se observa la gran diversidad de productos que pueden obtenerse a partir de los materiales arcillosos. El interés de este proyecto se centró en la formulación de pastas cerámicas, de porcelanas blancas, que se pueden considerar como: porcelana blanca triaxial, esteatita o no feldespática, dependiendo de la composición y la cantidad de fase vítrea presente. Para la dosificación de las mezclas utilizadas en las pastas, se decidió utilizar el método de clasificación triaxial, con el fin de optimizar buenas propiedades de resistencia mecánica y resistencia dieléctrica, según el producto. Estas porcelanas triaxiales se obtuvieron mezclando feldespatos $[(K, Na)_2O - 3Al_2O_3 - 6SiO_2]$, arcillas, caolines $[Al_2O_3 - 2SiO_2 - 2H_2O]$ y cuarzo $[SiO_2]$, lo cual hace que estos productos sean de gran interés tanto para la investigación como para las técnicas de producción, concretamente en la diversificación de productos en la industrial alfarera Caucana. La función de las arcillas es mejorar la plasticidad, permitiendo la formación de las piezas en estado húmedo y proporcionando una buena resistencia mecánica en seco, la cual es requerida para el manejo de la producción. La presencia de caolinita favorece la estabilidad en el proceso de cocción y reducen la tendencia a la deformación y los feldespatos son formadores de vidrio durante el proceso de cocción aunque las arcillas y el cuarzo también participan en la vitrificación. El cuarzo se disuelve parcialmente durante el proceso de cocción, creándose un fuerte enlace entre los cristales remanentes de

cuarzo y la fase vítrea que le rodea. El enriquecimiento en Al_2O_3 de la fase vítrea durante la cocción, da origen a la generación de cristales aciculares de Mullita, mineral que refuerza el sistema dándole mayor resistencia mecánica y disminuyendo la probabilidad de deformación en las altas temperaturas [1], [2].

Como se observa en la tabla 4.1, las mezclas de mayor interés, como material para la formulación de porcelanas triaxiales, son las que contienen entre un 40% y un 60% de arcillas; entre 20% y 35% de feldespato y entre 20% y 30% de arena silícea. Cada uno de estos compuestos aporta diferentes características a la porcelana sinterizada. Entre las porcelanas triaxiales sobresale la **porcelana eléctrica** que es una cerámica blanca, no porosa, a la cual se le puede adicionar algún recubrimiento o **esmalte**; estas características se pueden lograr con una buena dosificación de la mezcla entre arcillas, cuarzos y feldespatos, además de un control adecuado en el secado y sinterización del proceso de elaboración del cerámico. La porcelana eléctrica es utilizada para fabricación de aisladores de media y alta tensión [2].

Tabla 4.1. Principales composiciones de las mezclas cerámicas para la obtención de porcelanas triaxiales. ([1], [2] y [3])

PRODUCTO	MINERALES ARCILLOSOS	MINERALES NO ARCILLOSOS	
	Arcilla Caolínica, Caolines y otras arcillas	Cuarzo	Feldespato
LOZAS	40-55	30-50	3-8
PORCELANA MESA	47-52	12-35	18-25
ELECTRICA GENÉRICA	40-50	22-40	20-28
ELEC. DE BAJA TENSIÓN	46-55	20-23	31-33
ELEC. DE ALTA TENSIÓN	45	25	25
PISO	33,7	10,8	55,5
PORCELANA DURA FRANCESA	54	20	25
GRES CERÁMICO FINO (SEMIVITRIFICADA)	40-50	30-45	5-30
SEMIPORCELANA	45-55	23-28	9-30
AZULEJO	65,1	26,5	8,4
PORCELANA DURA	40-54	20	25-30

En el tema de dosificaciones de pastas cerámicas, existen diferentes puntos de vista. Gippini (4) opina que normalmente en la industria cerámica se le debe prestar especial atención a los efectos de la temperatura, secaderos, maquinas de extrusión, moldes, e incluso los esmaltes sobre la funcionalidad del producto final, pero no se hacen esfuerzos para establecer un método de sistematización que se pueda utilizar para el cálculo de la dosificación de las pastas, independiente que sean para ladrillos, azulejos, pasta blanca, porcelana eléctrica o piezas obtenidas por colado. Sin embargo, Avgustinik [1] intentó sistematizar la composición cerámica utilizando el cálculo del “diagrama triangular”, que es la base del método de clasificación triaxial, método que fue complementado y ampliado por F. H. Norton [5], el cual propone varias formas de expresar la composición de las pastas de porcelana: por materias primas, minerales, análisis químico (considerando óxidos), o por la fórmula equivalente (fórmula Seger); en este trabajo se utilizó esta última metodología.

Para obtener las mezclas utilizadas, en el desarrollo del presente trabajo, se emplearon los resultados del análisis químico (FRX) y de difracción de rayos X (DRX) que permitieron realizar un el análisis mineralógico (Ver figura 2.10), empleado en la formulación de las pastas cerámicas requeridas para obtener diversos productos de interés comercial. Con base en este análisis mineralógico, y utilizando el método ponderado de análisis, se tomaron para estudio, las mezclas indicadas en la tabla 4.2. Los cálculos realizados que permitieron obtener los valores indicados en la tabla se enuncian en el anexo 1 del presente documento.

Tabla 4.2. Mezclas definidas para ser utilizadas en el presente trabajo.

MEZCLA	ARCILLA (%)	CUARZO (%)	FELDESPATO (%)
MEZCLA 1	44.13	31.98	23.86
MEZCLA 2	41.45	40.62	17.14
MEZCLA 3	50.85	27.52	22.62

Teniendo en cuenta las características de las arcillas y caolines seleccionados, y haciendo uso del diagrama de composición triaxial (figura 4.1), se ubicaron las mezclas definidas referenciadas en la tabla 4.2 y se potencializaron sus usos de acuerdo a la ubicación correspondiente de cada una en el triángulo (Moreli, 2004). Los resultados del

proceso de ubicación en el diagrama triaxial indicaron que se pueden obtener: cerámica eléctrica (mezcla 1): con 80% de material arcilloso de Cajete (ACJ1) y 20% del material caolínico de la Tetilla (CCJ3BL); porcelana blanca semivitrificada (mezcla 2), mezclando 50% de material arcilloso de Cajete y 50% del material caolínico de Pueblillo (ACJ2), y porcelana dura (mezcla 3) tomando 60% de arcilla cajete, 20% de material caolínico de Santander y 20% de arcilla plástica de Pueblillo (ACJ4). Estas mezclas se denominarán PE, PS y PD, respectivamente. Aunque los datos indicados anteriormente son una aproximación al cálculo de pastas cerámicas, para [verificar esto](#), las piezas finales serán caracterizadas adecuadamente considerando su funcionalidad.

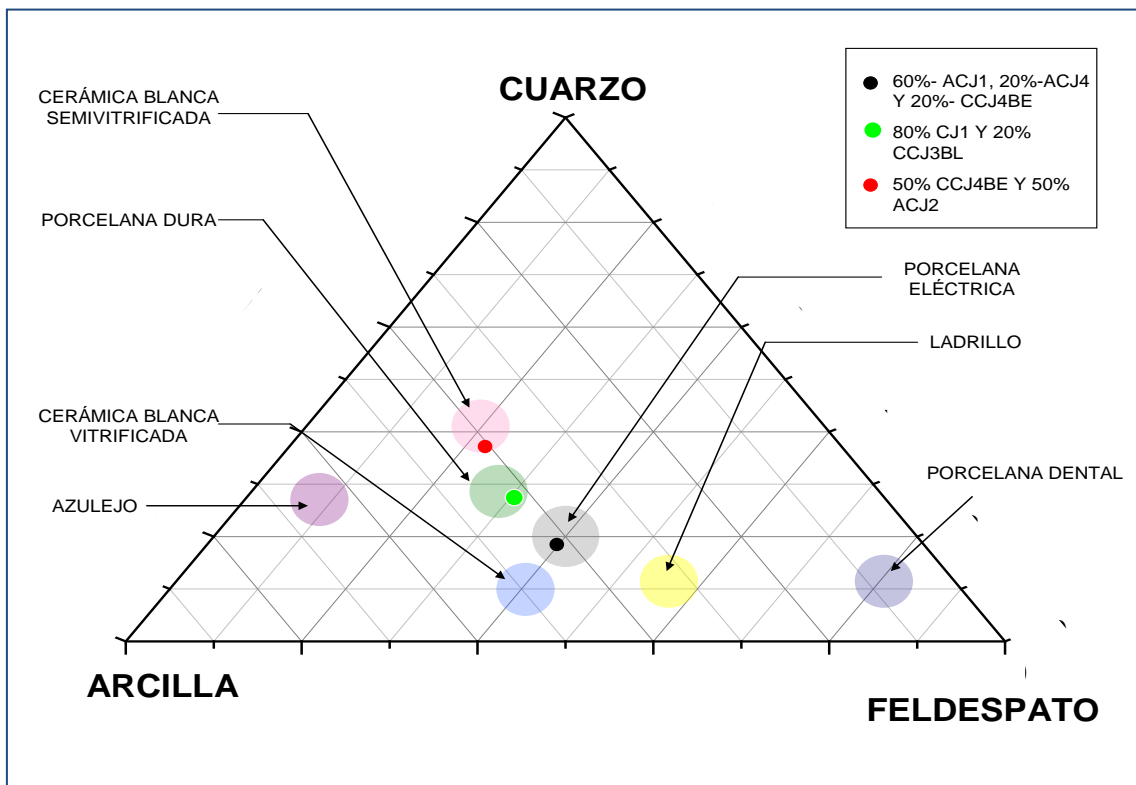


Figura 4.1 Diagrama triaxial de potenciales usos de las arcillas del Departamento del Cauca

4.3 CONFORMADO DE PIEZAS CERÁMICAS

La industria cerámica es una [de las](#) que presenta mayor grado de transformación de las materias primas y al mismo tiempo la que utiliza un proceso más complejo para efectuar esta transformación. Si se realiza una clasificación de los productos cerámicos en función

del momento en que se produce su moldeo, se obtendría un esquema como el que se indica en la tabla 4.3. Todos los productos cuyo moldeo se produce antes de la cocción, necesitan que las materias primas se incluyan en una mezcla moldeable, denominado “pasta”. En la industria cerámica el procedimiento normal para conseguir que las materias primas sean fácilmente moldeables es incluir en la mezcla uno o varios minerales que confieran a la mezcla un comportamiento “plástico”. Atendiendo a esta característica de moldeo pueden definirse dos tipos de procesos: (a) aquellos en los que las características de la pasta se alteran durante la toma de forma y (b) en los que no se registra ningún cambio sustancial en el contenido de agua. El colado de barbotina, “slip casting” pertenece al primer grupo; la succión del molde cambia radicalmente la proporción de agua para dar un cuerpo con una viscosidad mucho más elevada que la de la barbotina. El prensado y la extrusión, dentro de los límites normales, no alteran la proporción de agua en la pasta y pueden clasificarse dentro del segundo grupo [4].

Tabla 4.3 Esquema de clasificación de las técnicas de procesamiento cerámico considerando la etapa del moldeo de la pieza [4].

Moldeo	Tipo de moldeo	Particularidades	Productos típicos
Antes de la cocción	Manual	Torneado Moldeado	Cerámica Artística
	Extrusión	Únicamente	Ladrillos Bovedillas
		Prensado	Tejas
		Mecanizado	Cerámica de mesa Porcelana eléctrica
	Prensado	Normal	Gres Azulejos Refractarios
		Isostático	Piezas especiales
	Colado	De barbotina	Gres Vajilla Lozas en general Cerámicos

Se puede considerar una pasta cerámica como una mezcla compuesta por una serie de partículas separadas por delgadas capas de agua que las lubrican y facilitan el

desplazamiento de unas sobre otras. La diferencia entre una pasta en sentido estricto y una barbotina, solamente radica en el espesor de las capas de agua que separan las partículas, de aquí la costumbre de llamar pastas a las segundas [4]. Durante el desarrollo de este proyecto se realizó el conformado de las piezas mediante dos procesos: el prensado uniaxial de pasta y el colado de barbotina. Además el desarrollo del procesamiento se efectuó teniendo en cuenta **varias** etapas como: la dosificación, mezclado, conformado, secado y sinterización.

4.3.1 Prensado uniaxial de pastas cerámicas

El prensado uniaxial es un proceso de conformado que produce la rotura de unos enlaces, previamente establecidos, mediante la aplicación **de una presión** que origina un transporte de masa en contra de las fuerzas de rozamiento interno y de las fuerzas de rozamiento con las paredes del molde o de la boquilla; a través de este proceso se crean nuevos enlaces que se mantienen **al eliminar el esfuerzo**, reteniendo la forma adquirida [4]. Como se mencionó en el capítulo anterior, la plasticidad es una propiedad muy importante para el conformado de las piezas cerámicas; la tabla 4.4 indica que las mezclas de materias primas (**arcillas, cuarzos y feldespatos**), mejora el índice de plasticidad con respecto al presentado por las muestras individuales de caolines, que por su baja plasticidad **dificultan** el moldeo por este método. Los resultados muestran que un aumento en plasticidad genera numerosas ventajas tales como ductilidad de los productos moldeados y una mejor resistencia **mecánica** del producto en verde, características que influyen en el transporte y manipulación de las piezas. El sistema de formulación **para las porcelanas triaxiales no tiene** en cuenta esta característica, sin embargo las mezclas de las arcillas estudiadas mostraron un aumento en su plasticidad aparente, factor que influyó en el proceso de conformado.

Tabla 4.4. Límites de Atterberg para mezclas propuestas

LIMITES DE ATTERBERG	PD	PE	PS
L. Líquido	100.65	95.53	79.95
L. Plástico	43.20	38.24	29.30

Índice de Plasticidad	57.45	57.29	50.65
Humedad	74.23	63.20	52.60

El desarrollo del procesamiento cerámico de las muestras mediante el método de prensado **uniaxial** se realizó según el esquema de la figura 4.2. Dentro de la elaboración de **las piezas** se tuvo en cuenta la formulación de la pasta, su mezcla, secado y sinterización.

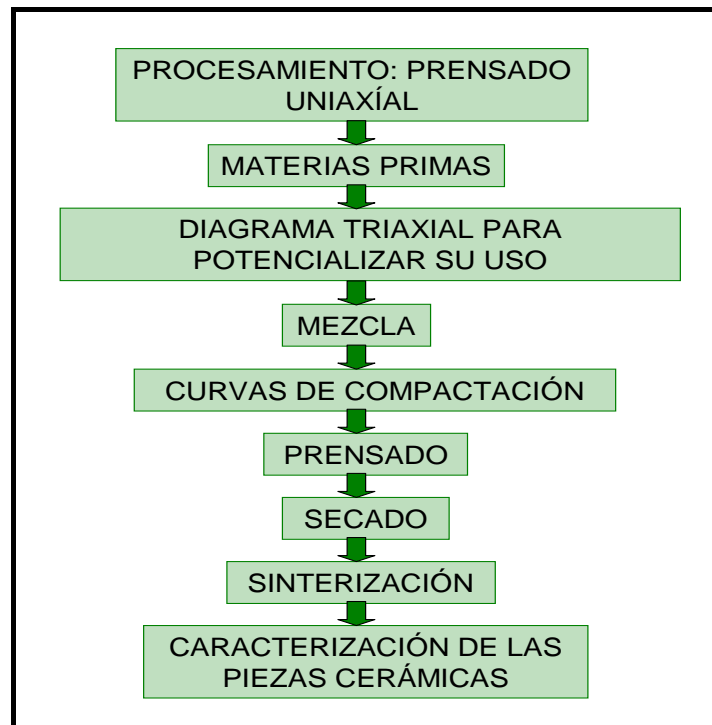


Figura 4.2. Esquema del proceso de prensado **uniaxial** para cada una de las mezclas.

Para la obtención de las piezas de prueba realizadas en el laboratorio se utilizó el método de prensado uniaxial con las diferentes composiciones anteriormente establecidas. Se realizó una mezcla de las arcillas, manteniendo su humedad natural, utilizando un molino manual. Posteriormente se introdujo la mezcla en el troquel que se muestra en la figura 4.3. Para determinar la presión óptima de conformado, se aplicaron diferentes presiones estableciéndose la presión óptima de compactación que se utilizó para conformar dieciocho (18) probetas rectangulares de dimensiones 50mm, 10mm y 20mm por cada composición cerámica. Para el estudio del efecto de las diferentes etapas del

procesamiento cerámico, sobre las características del producto, se realizaron medidas de masa y volúmen a cinco de las dieciocho piezas de prueba, de las tres mezclas propuestas en la sección 4.2, durante varios días. Dado que el proceso involucra etapas de secado y sinterización, se estudiaron cada una de estas etapas por separado.

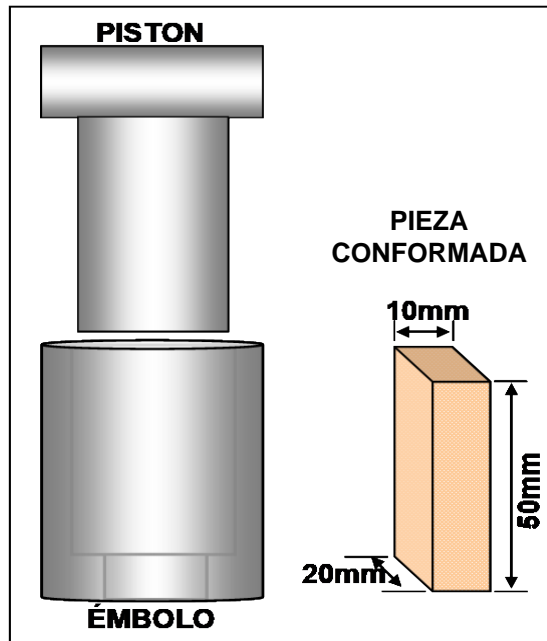


Figura 4.3. Troquel utilizado para conformar las probetas (50mm, 10mm y 20mm) usando la técnica de prensado uniaxial.

En general el método de prensado uniaxial necesita de una pasta constituida de partículas finas con un coeficiente de elasticidad suficientemente alta para mantener la forma del producto durante el modelado [6]. Debido a que un problema típico de este método es la formación de poros dentro la pasta, fue necesario conformar una serie de probetas que se sometieron a diferentes presiones para obtener una curva de compactación que permitió determinar las condiciones de presión más adecuadas para obtener una buena densificación en verde. Se utilizaron presiones de 2000 Psi (~13.78 MPa), 3400 Psi (~23.43 MPa), 4000 Psi (~27.56 MPa) y 4600 Psi (~31.69 MPa) obteniéndose las curvas de compactación, densidad en función de la presión, que se indican en la figura 4.4.

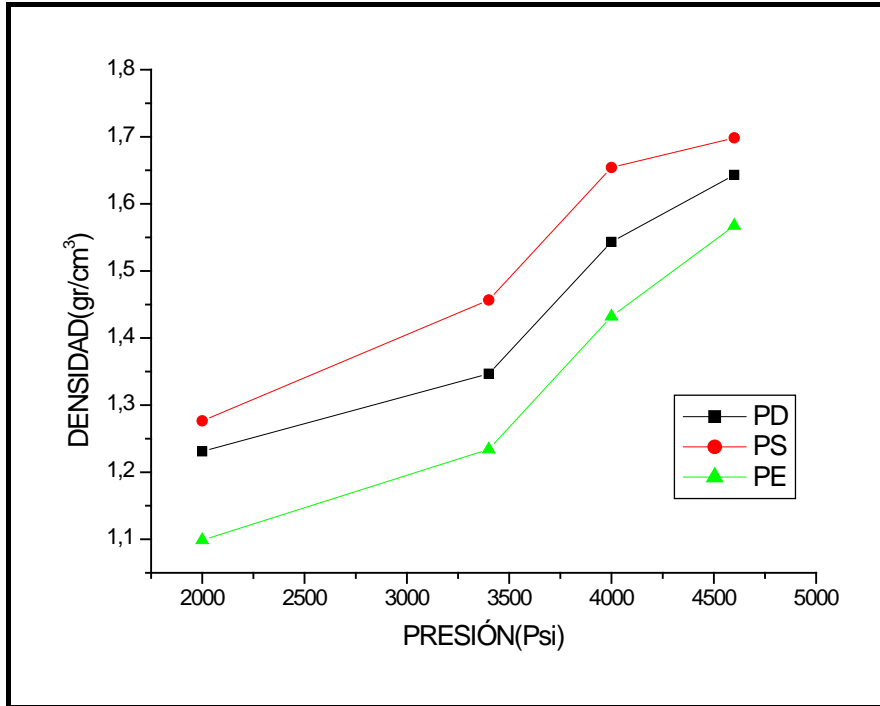


Figura 4.4. Curvas de compactación para las mezclas propuestas.

La densidad de la pieza en verde, como se observa en la figura 4.4, aumenta a medida que se incrementa la presión; la presión óptima de conformado se registró a partir de los 3600 Psi. Las mezclas presentaron un mejor conformado para presiones en el rango de 3600 a 3800 Psi. La mezcla para porcelana eléctrica presentó una mejor densificación para presiones de 3800 Psi, por encima de este valor las piezas obtenidas mostraron fisuras. Las mezclas de porcelana dura y vitrificada no presentaron defectos a presiones superiores a 3600 Psi; en ambas mezclas se observó que un aumento de la presión, por encima de este valor, ocasionó grietas visibles en las piezas de prueba. El defecto más común de los compactos producidos por prensado uniaxial es la laminación de su parte superior (end-capping) y ocurre durante la extracción de la pieza del troquel.

La obtención de piezas de alta densidad en verde se vió favorecida sometiendo las piezas a un mayor valor de presión en el cual no se presenta "end-capping", velocidades de carga lenta, volumen adecuado de material en el troquel, uso de lubricantes y relación baja entre altura/diámetro de la pieza. En la figura 4.5 se observa el comportamiento ante la presión aplicada para cada una de las mezclas desarrolladas.

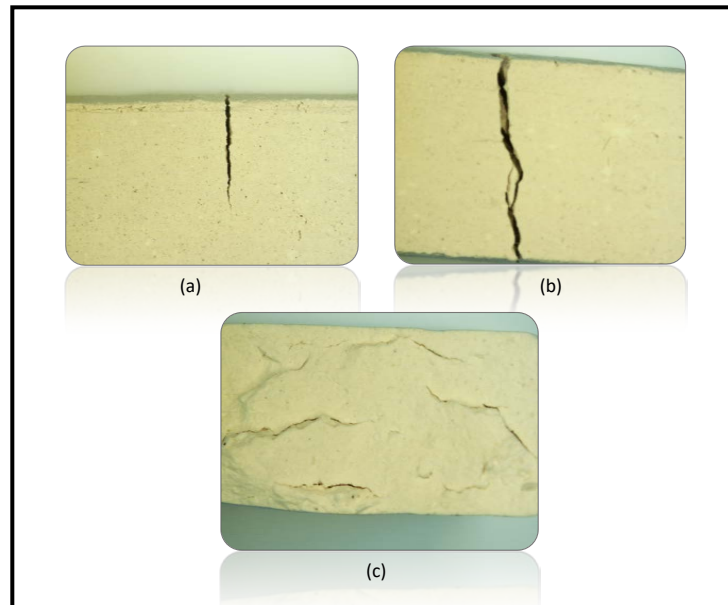


Figura 4.5. Efecto presente en las piezas cerámicas conformadas por prensado uniaxial a presiones superiores de (a) 3600 Psi para porcelana dura, (b) 3800 Psi para porcelana eléctrica y (c) 3600Psi para porcelana semivitrificada

4.3.2 Método de colado

El colado de barbotina utiliza suspensiones coloidales arcillosas constituidas por partículas con un tamaño comprendido entre 2 y 20 micras, estabilizadas en la suspensión por la presencia de un defloculante. La técnica de preparación de una barbotina consiste en modificar las características de la suspensión de modo que ésta sea estable. Las buenas propiedades de colado exigen, en cambio, otra serie de condiciones que consideran cierta inestabilidad en la suspensión. Es preciso encontrar un equilibrio en los añadidos que procure al mismo tiempo una barbotina lo suficientemente estable y que dé buenas propiedades de colado [4]. La estabilidad de una suspensión de partículas viene dada por la energía neta de interacción entre ellas, la cual presenta dos términos contrapuestos. Por una parte existe la energía potencial de atracción, debida a la tendencia de las partículas a unirse entre sí por fuerzas atractivas del tipo de Van Der Waals. Por otro lado, y en contraposición a la anterior, existe un término de repulsión que puede obedecer a dos mecanismos: repulsión electrostática entre la doble capa eléctrica que rodea a las partículas, e impedimento estérico cuando se usan polímeros (surfactantes) absorbidos sobre la superficie. La estabilidad de la suspensión se alcanza

cuando predomina la componente repulsiva sobre la atractiva, lo cual implica generalmente el uso de un defloculante [7].

Al considerar las diferentes variables del proceso se puede concluir que la máxima calidad de una barbotina no corresponde a la máxima estabilidad reológica de la misma. De otro modo, las barbotinas que producen mejores resultados en producción tienen un determinado grado de tixotropía. Los resultados de viscosidad, y por lo tanto la tixotropía, no sólo dependen de la cantidad total de defloculantes sino de la proporción relativa de cada uno; la tixotropía de una barbotina defloculada es menor cuanto mayor es la proporción defloculante empleado [4]. Bajo estas condiciones fue necesario realizar un estudio reológico de estas suspensiones puesto que las diversas variables como viscosidad y tiempo inciden en la calidad del cerámico elaborado por este método.

Debido a que la fase sólida que constituye una barbotina puede variar en tamaño de partícula desde $1\mu\text{m}$ a $20\mu\text{m}$, una granulometría gruesa puede causar porosidad y baja densificación en el sinterizado [4]. Para evitar estos efectos y partir de una barbotina que posea partículas pequeñas ($2\mu\text{m}$), las mezclas de las arcillas se secaron durante 24 horas hasta obtener el material en polvo, luego se sometieron a una molienda en un molino de bolas durante 48 horas.

Para la obtención de las piezas de prueba, mediante este método, se realizó el cálculo de proporción de agua y material sólido (Anexo 2), garantizando ciertas condiciones iniciales en la suspensión. Los resultados obtenidos con estos cálculos indicaron que para una densidad de 1.65 g/cm^3 (teórica-7) se deben realizar suspensiones de 61.00, 63.27 y 62.79% en sólidos correspondientes a las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, con aproximadamente 39, 37 y 38 % de agua, respectivamente.

Debido a que la defloculación de la barbotina se relaciona con la arcilla que la compone, se realizó la curva de defloculación siguiendo el comportamiento de su viscosidad con respecto a la adición de defloculante. Las curvas se realizaron con un viscosímetro Brookfield LVF, tomándose aproximadamente 415.80 g del material en polvo con un contenido de humedad de 0.5%. El material fue tamizado y suspendido en agua, posteriormente se le agregó el defloculante (silicato de sodio - Na_2SiO_3) en etapas de 0.05 ml (1 gota), agitando durante 3 minutos, efectuándose adiciones progresivas hasta que se

presente un nuevo aumento de viscosidad [8]. La estabilidad de la suspensión se realizó utilizando silicato de sodio, **defloculante inorgánico**, debido a que es el que industrialmente se utiliza y es de bajo costo. El ensayo se le realizó en las tres mezclas obteniendo sus respectivas curvas de viscosidad en función del **porcentaje de silicato de sodio** utilizado.

La figura 4.6 muestra la curva de evolución de la viscosidad de una barbotina conformada con materias primas de Santander (CCJ4BE), cajete (ACJ1) y pueblillo (ACJ4), mezcla que se utilizó para obtener la porcelana dura. La curva muestra una primera región, comprendida desde el inicio del ensayo hasta una adición de 1.3% de silicato, en donde existen condiciones de floculación debido a que no se ha logrado una buena estabilidad en la barbotina; el mínimo valor de viscosidad, 322 Cp, se logró al adicionarse 1.36% de silicato de sodio a la barbotina de 500 ml, en donde se hace evidente una máxima estabilidad que permitió el colado en molde.

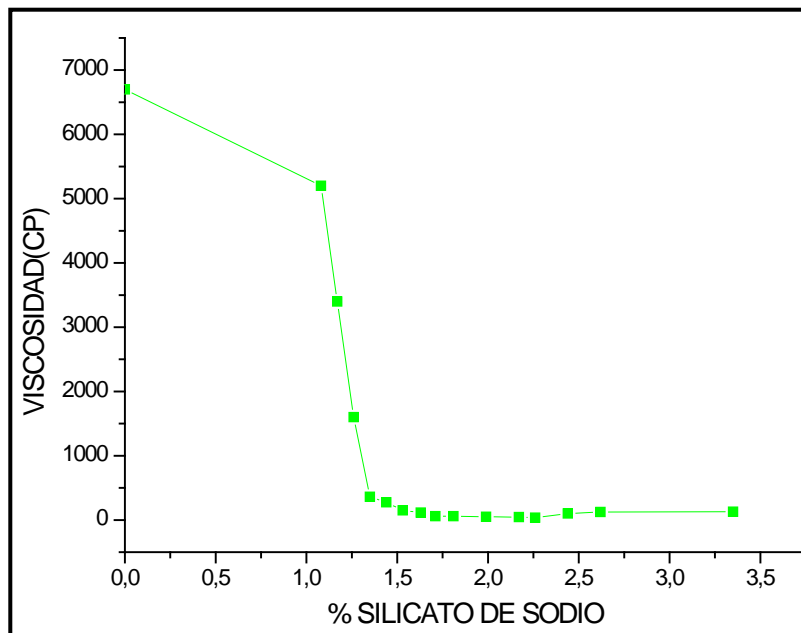


Figura 4.6. Curva de viscosidad obtenida para 500ml de una barbotina, con densidad teórica de 1.65 g/cm^3 , constituida por 60% material arcilloso de Cajete (ACJ1), 20% de material caolinítico de Santander (CCJ4BE) y 20% de Pueblillo (ACJ4).

La curva de viscosidad para la mezcla de porcelana eléctrica, mezcla de 80% de Material arcilloso de Cajete (ACJ1) y 20% en material caolinítico de la Tetilla (CCJ4BL), se ilustra en la figura 4.7, en ella se indica que con 0,81% de silicato de sodio es posible obtener

una barbotina estable con viscosidad de 377 cP. En la curva se puede observar que con adiciones superiores al 1.4% de silicato ocurre un elevado grado de floculación de la mezcla, que puede ocasionar un mal colado en las piezas.

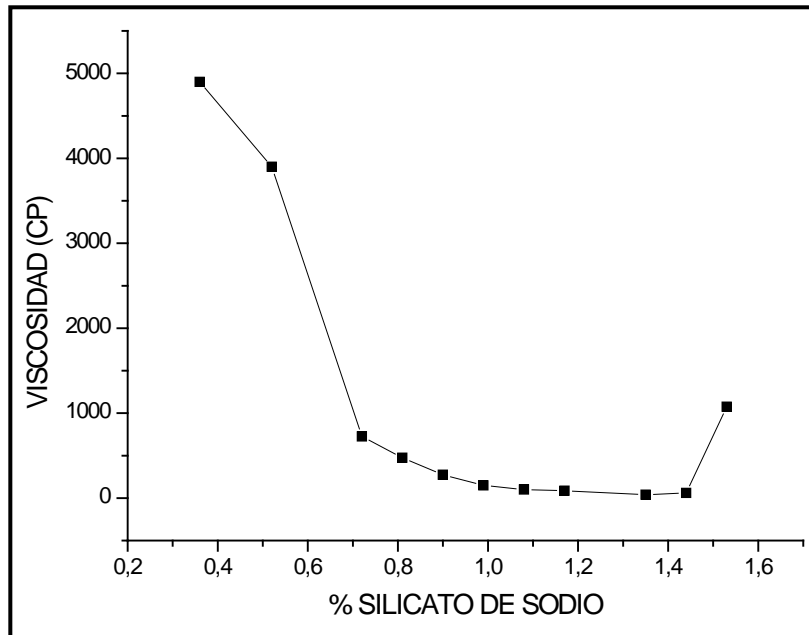


Figura 4.7. Curva de viscosidad obtenida para 400ml de una barbotina, constituida por una mezcla de 80% material arcilloso de Cajete (ACJ1), 20% de caolín de Tetilla (CCJ4BE).

El comportamiento de la curva de viscosidad de la barbotina, utilizada para la obtención de porcelana semivitrificada, con 50% de material de pueblillo (ACJ2) y 50% de caolín de Tetilla (CCJ3BL), se ilustra en la figura 4.8. En ella se observa la evolución de la viscosidad alcanzándose hasta un valor de 439.51 cP, para el cual la suspensión permanece estable, con un contenido aproximado de 1,79% de silicato de sodio y con un valor final de densidad de la solución arcillosa de 1.65 g/cm^3 . La curva indica que para adiciones superiores al 1,94% de defloculante, la barbotina presenta un aumento en su viscosidad debido al exceso de defloculante que provoca una descompensación de la interacción entre las partículas.

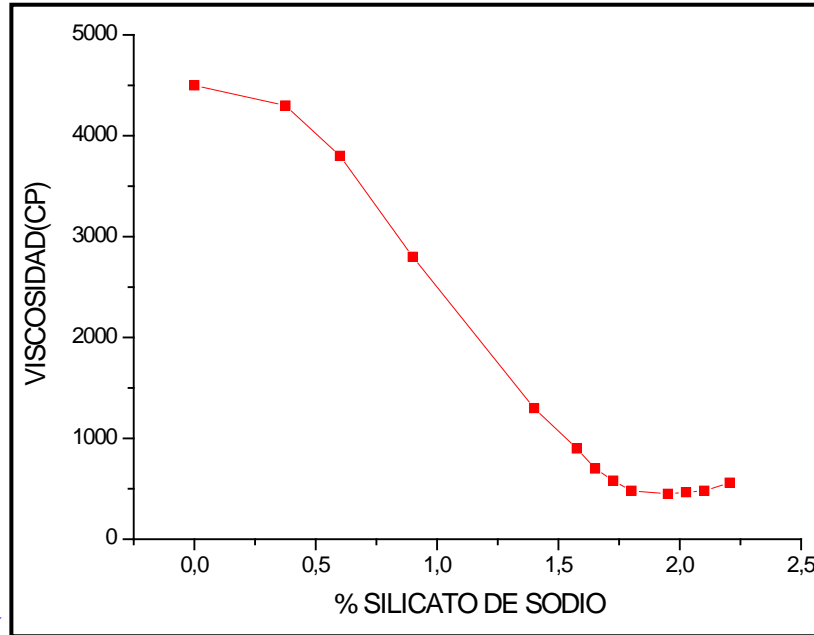


Figura 4.8. Curva de viscosidad obtenida para 400ml de una barbotina, constituida por una mezcla de 50 % de arcilla Cajete (ACJ1) y 50 % de arcilla Pueblillo (ACJ2).

Teniendo en cuenta que la acción del defloculante depende del tiempo que permanezca la barbotina en el molde, una vez obtenidos los valores óptimos de viscosidad y porcentaje de silicato a utilizar, se preparó la cantidad suficiente de barbotina para conformar piezas con un volumen aproximado de 19.6 cm³; determinada la mínima viscosidad para cada mezcla, esta se sometió a un proceso de dispersión durante 72 horas, utilizando un agitador digital IKA modelo RW-20DS1, favoreciendo la acción del defloculante, además de eliminar las burbujas presentes en la suspensión que pueden generar defectos estructurales en el cuerpo colado. Una vez terminado el proceso de dispersión, la barbotina se vació en el molde. Este molde se conformó considerando 75 gramos de agua para 100 gramos de yeso (consistencia 75), según las normas expuestas en el anexo 3. Vaciada la barbotina en el molde, se estudió el mecanismo de formación de pared y el tiempo de desmolde, la obtención de las piezas en verde descrita anteriormente se esquematiza en la figura 4.9.

Es importante resaltar que debido a la interacción entre la barbotina y la pared del molde, durante el proceso, al utilizar demasiado silicato de sodio se pudo formar silicato de calcio, razón por la cual fue necesario minimizar este efecto, para lo cual se utilizó la

cantidad de defloculante que corresponde al punto de mínima viscosidad en las curvas de las figuras 4.6, 4.7 y 4.8, evitando así el exceso de defloculante que reaccionaría con el molde (6).

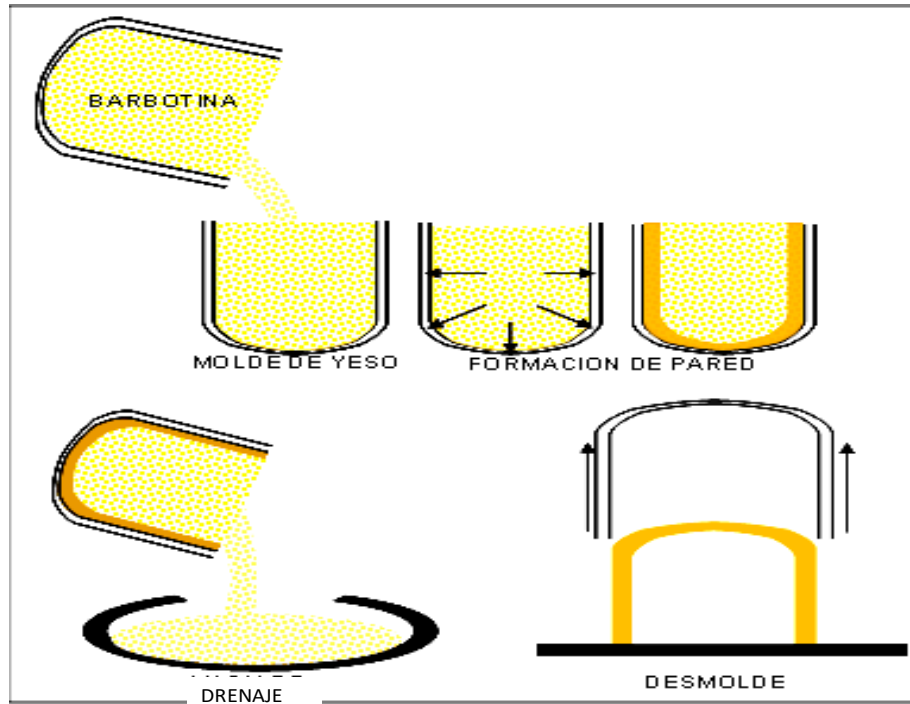


Figura 4.9. Método de colado, "Slip Casting", para porcelanas triaxiales.

El estudio de formación de pared para las tres barbotinas preparadas: porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, se realizó midiendo la evolución del espesor en función del tiempo. En la figura 4.10 se muestra esquemáticamente una sección del molde poroso durante el proceso de colado, para ilustrar la estructura de la pared que se forma. El espesor de la pared formada, durante un tiempo prolongado depende de la tixotropía de la barbotina utilizada: si es baja, será consistente, dura, retraerá poco durante el secado y estará formada por partículas de orientación definida, en este caso el vaciado es fácil y la velocidad de formación de pared es baja. En caso contrario, se presentaran fisuras, lo que conduce a la fractura de la pieza, debido a "sobre-espesores" y distribución irregular de la barbotina [8].

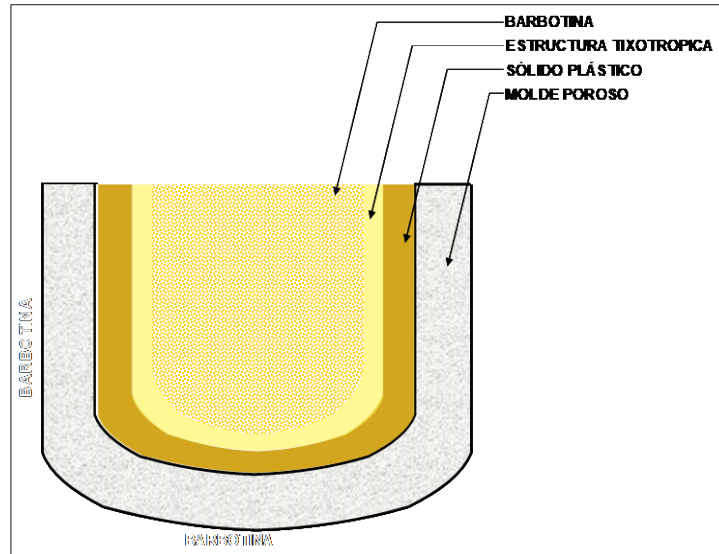


Figura 4.10. Esquema de formación de pared en el sistema barbotina - molde de yeso.

Las curvas de formación de pared se graficaron utilizando los espesores de la pared en función del tiempo de contacto de la barbotina con el molde. En estas curvas, figura 4.11, se muestra que durante el proceso el espesor de la pared, por unidad de tiempo, estaría relacionado de modo directo con la viscosidad de la barbotina. Si la barbotina presenta alta viscosidad, como se ilustra en la figura 4.11 (a), el espesor de pared se forma rápidamente ocasionando fisuras en la pieza. Para una barbotina con un menor valor de viscosidad se logra un mejor desmolde, figura 4.11 (b); en este caso, en cuanto se inicia el proceso de vaciado se observa una alta velocidad de formación de pared, durante algunos segundos, situación que se podría justificar considerando una alta velocidad de difusión del agua hacia el molde. En este proceso se observa que la primera capa (delgada), puede ser ocasionada por la floculación debida al CaSO_4 constituyente del yeso [4]. La segunda capa depende de la permeabilidad de la primera capa, es decir, con una velocidad de formación de pared menor que la primera, indicando que la rapidez de colado fue determinada por la permeabilidad de la pared previamente formada [8].

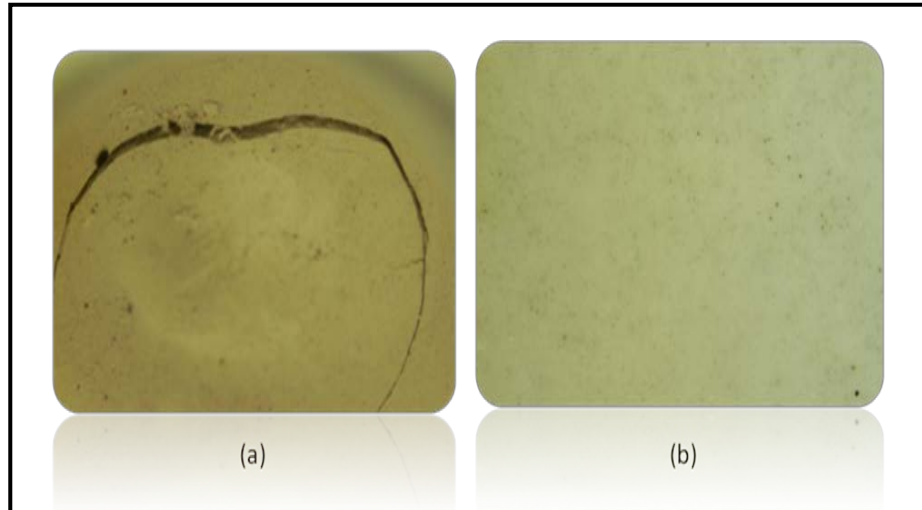


Figura 4.11. Efectos de la viscosidad en la formación de pared de las piezas. (a) Defectos generados por una alta viscosidad de la barbotina y (b) pared formada por una barbotina de baja viscosidad.

Considerando los valores de la figura 4.12, la dosificación de la barbotina de acuerdo a su posible uso y con el fin de evitar la formación de fisuras en las piezas, se conformó una barbotina con un valor de viscosidad 322 cP, para usarla en la conformación de piezas de porcelana dura, tal que para un tiempo de 30 minutos se logrará un espesor de pared constante de 3,56 mm. En el caso de la barbotina destinada [para la obtención de porcelana eléctrica](#), la viscosidad fue de 377 cP, tal que la pared adquirió un espesor de 6,86 mm en un tiempo de 40 min. Finalmente, para conformar las piezas de porcelana semivitrificada, se utilizó una suspensión con valor de viscosidad de 439.51 cP, obteniéndose un espesor de 4,84 mm en 35 minutos.

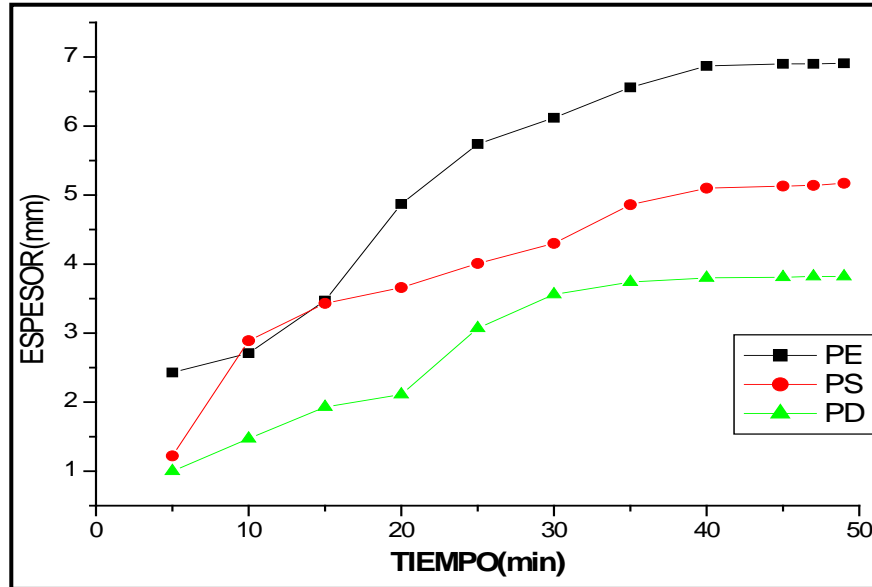


Figura 4.12. Curva de formación de pared durante el proceso de llenado de molde para cada una de las porcelanas propuestas.

Una vez establecido el tiempo de desmolde se obtuvieron dieciocho piezas a las cuales se les realizó un estudio en la etapa posterior en la cual la pieza experimenta pérdida de peso y cambio dimensional en el secado.

4.4 ETAPA DE SECADO DE LAS PIEZAS CERÁMICAS

Debido a que la etapa de secado involucra una eliminación de líquido en un material poroso a través del transporte y evaporación de agua, la etapa de secado se convierte en una operación importante antes de la sinterización, especialmente para cerámica producida por conformación plástica (pastas) y líquida (barbotina). Además, la pérdida de masa que presentan las piezas debido a la eliminación de agua, esta genera un acercamiento entre las partículas que ocasiona un retracción en las dimensiones de las probetas de prueba.

Durante el secado, la eliminación de agua en la parte interna del cuerpo se realiza a través de la difusión de moléculas de agua hasta la superficie donde ocurre la evaporación, proceso que se ve reflejado en un porcentaje de pérdida de masa [9]. La evaporación de los líquidos en el procesamiento requiere un control sobre esta etapa, fenómeno importante para obtener piezas de buena calidad ya que si la deshidratación no

es cuidadosamente controlada puede causar defectos en el producto debido a las tensiones generadas por la diferencia en la velocidad de eliminación de agua; si la velocidad de evaporación es mayor que la velocidad de difusión, la superficie se secará más rápidamente que el interior ocasionando una alta formación de defectos, tales como distorsión de la red y fisuras. La velocidad de evaporación puede ser controlada mediante temperatura, humedad y/o velocidad del flujo de aire [1].

Posterior a la conformación de las piezas, utilizando los métodos descritos anteriormente y que fueron utilizados en el desarrollo de este trabajo, se realizó el proceso de secado. Para el método de conformado por prensado uniaxial, se obtuvieron curvas de pérdida de masa $[\Delta w = (W_f - W_i) / W_i]$, contracción $[\Delta L = (l_f - l_i) / l_i]$ y densificación, $[d = m / v]$ en función del tiempo de secado. En el caso del método de conformado en molde, se realizaron las curvas de pérdida de masa $[\Delta w = (W_f - W_i) / W_i]$ y contracción $[\Delta L = (E_f - E_i) / E_i]$ en función del tiempo.

4.4.1 Secado de las piezas cerámicas conformadas por prensado uniaxial

Durante esta etapa el control de humedad es un factor importante debido a que las piezas prensadas presentan cambios drásticos en su masa, dimensiones y como consecuencia en su densidad. El cambio en sus dimensiones puede producir grietas debido a las diferencias en contracción, en las diferentes direcciones, ocasionadas por un proceso de secado no uniforme. Un desequilibrio entre la pérdida de peso y el volumen de la pieza puede generar una baja densificación del material, hecho que modificaría su estructura y por lo tanto las propiedades del cerámico.

Las piezas conformadas a una presión entre 3600 y 3800 Psi, (considerando que son mezclas que se van a utilizar para la porcelana dura, semivitrificada o porcelana eléctrica), presentaron una humedad natural del 15%. Estas probetas inicialmente se colocaron en un desecador, a humedad constante del 5%, hasta que no se observaron cambios importantes en el peso de las piezas. Posteriormente estas piezas se trasladaron a una estufa para completar su ciclo de reducción de humedad, sometiéndolas a una temperatura entre 100 y 120°C aproximadamente. Las probetas se colocaron tanto en el desecador como en el secadero, considerando la metodología propuesta en la literatura

[1] utilizada para determinar el rendimiento del “secadero”, expresado en piezas/volumen; en teoría solo el 79% de volumen del secadero debe ocuparse debido a que el aumento de densidad disminuye la **velocidad de evaporación** y retrasa el secado. Para probetas utilizadas en este proyecto, de volumen aproximado de 10 cm^3 , se dispusieron 18 de estas piezas a 10mm de separación considerando que el desecador tenía un volumen de 7965 cm^3 **y el secadero** un volumen de 6300 cm^3 , y que no existía flujo de aire.

En la figuras 4.13 se muestra la curva de **pérdida** de peso promedio (este se determinó utilizando cinco piezas) de las muestras en verde que se encontraban dentro del desecador; el valor inicial de la humedad dentro del desecador fue del **5% antes de colocar las piezas** y se alcanzó **valores de pérdida de masa de 65%** para porcelana eléctrica, 53% para porcelana semivitrificada y 60% para porcelana dura, durante el primer día de secado. La mayor pérdida de peso de las muestras se presentó durante los primeros días de permanencia de las probetas en el desecador, proceso que se equilibra entre el sexto y séptimo día, cuando la humedad disminuyó adquiriendo un valor del 5%.

Cuando las piezas adquirieron un peso constante en el desecador, se trasladaron a la estufa; las muestras alcanzaron peso constante entre los 3 y 4 días de tratamiento en la estufa a una **temperatura de $100 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$** y presentaron una disminución de su **humedad a niveles del 1,0%**.

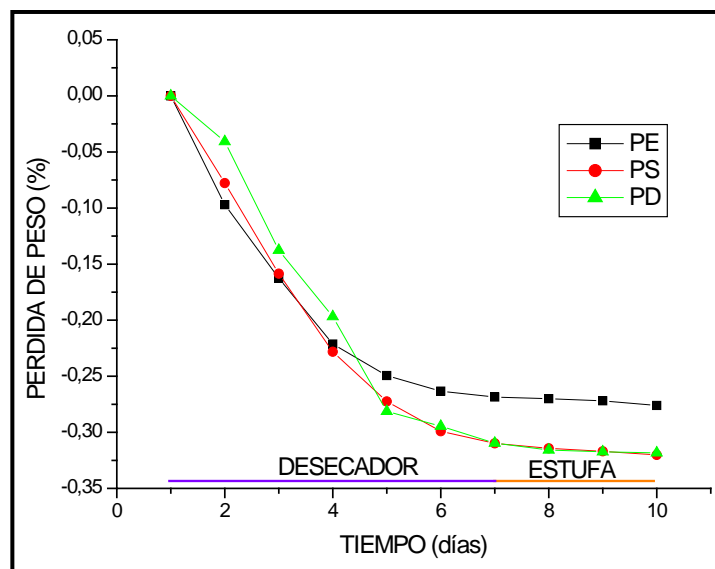


Figura 4.13. Curvas de pérdida de peso de las muestras durante la etapa de secado

La figura 4.13 indica la pérdida de peso promedio de las muestras estudiadas **en función del tiempo**. La zona marcada como “desecador” indica que las piezas permanecieron como mínimo siete días dentro del desecador, **a humedad controlada**. Durante estos días, como lo ilustra la figura 4.13, se presentó una mayor pérdida de peso de las piezas, alrededor de **30.84%**, en la mezcla para porcelana dura, **33.40%**, para porcelana eléctrica y **30.91%**, para porcelana semivitrificada. Esta pérdida de peso se debe, principalmente, a la eliminación de agua por procesos de difusión y evaporación. Cabe resaltar que la pérdida de peso de las piezas, entre el sexto y séptimo día, fue entre el **1.5 y 2.17%**, para un mínimo de humedad del 5% en el desecador. Debido a que la humedad dentro del secador no se podía reducir a un 0%, se procedió a colocar las piezas dentro de una estufa a una temperatura de 100 ± 0.5 °C. Esta etapa se indica en la figura 4.13 utilizando una banda naranja, completándose así el ciclo de **eliminación** de humedad en las piezas; durante el tiempo de la permanencia de las piezas en la estufa, se obtuvo una disminución en la pérdida de su peso de alrededor del 1.5 %.

Por otro lado, la contracción que presentan las probetas (figura 4.14) es consecuente con la pérdida de peso observada en la figura 4.13. Los diferentes comportamientos de las piezas conformadas, utilizando las mezclas para porcelana eléctrica, porcelana semivitrificada y porcelana dura, considerando su contracción se deben a la humedad natural que presenta cada una de las materias primas y que se evidenció en los porcentajes de cambio volumétrico que se ilustraron en la figura 2.6.

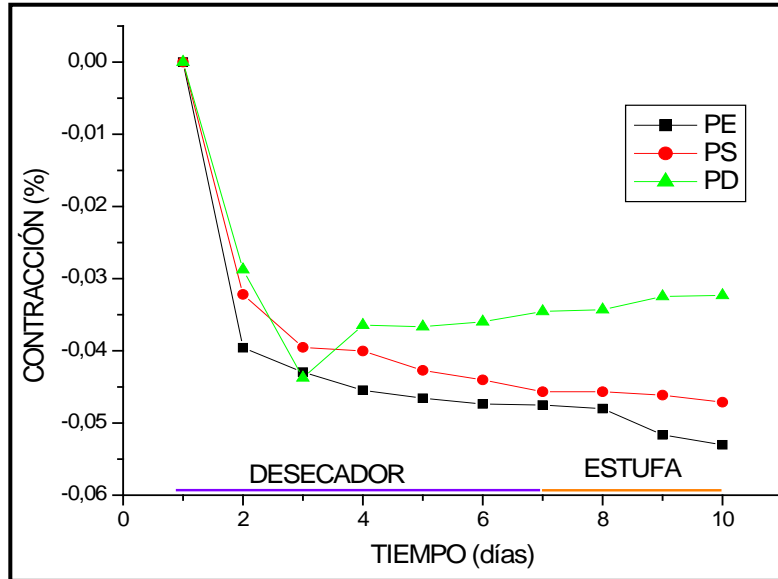


Figura 4.14. Curvas de contracción de las mezclas utilizadas [PE: Porcelana eléctrica, PS: Porcelana semivitrificada, PD: Porcelana dura].

La contracción es un fenómeno que involucra un cambio **dimensional de las piezas** y por lo tanto exige condiciones adecuadas para obtener un volumen predeterminado al final del ciclo del secado. En la figura 4.14 se observa una diferencia significativa entre los valores de contracción de las piezas para cada una de las mezclas. **La mezcla de porcelana dura presentó una contracción de ~4.78% durante los dos primeros días**; la alta contracción **que pueden presentar** las probetas fue controlada regulando la humedad dentro del desecador, lo que **evita** posibles fisuras en las piezas. Durante los siguientes cuatro días las probetas sufrieron una contracción que alcanzó el **5.50%** y, finalmente, durante su **permanencia en el secadero** alcanzó un valor de contracción constante del **6.00%**. La mezcla correspondiente a porcelana eléctrica (PE en la figura 4.14) presentó una contracción del 2.21% durante los dos primeros días. Sin embargo, durante los siguientes cinco días se estabilizó alcanzando un valor de 2,76%, lo que refleja el comportamiento individual de la arcilla ACJ1 y el caolín CCJ3BL, alta y baja contracción tal como se indica en la figura 2.6. Por otro lado, las piezas de porcelana semivitrificada alcanzaron una contracción del 4,53% en el desecador y en la estufa de 4,71%; las piezas que se conformaron con esta mezcla fueron las que presentaron menor contracción, hecho que se atribuye a las características individuales de plasticidad y contracción de las materias primas que las componen (**Ver figura 3.8**), es decir, la retracción por secado es mayor cuanto más plástica y dispersa es la constitución de la arcilla [1].

Una vez delimitadas las zonas donde se presentó la mayor **pérdida** de humedad y contracción, se procedió a obtener las curvas de **contracción en función de la humedad correspondiente** a la primera y segunda etapa del secado, las que permitieron determinar el “estado crítico del sistema”; el valor de humedad correspondiente a este estado crítico, permitió ajustar la velocidad de secado durante la primera etapa de manera tal que la humedad en el desecador se estableció en un punto intermedio de la humedad crítica de la pieza, reduciendo considerablemente los riesgos de generación de grietas [9]. Se debe tener en cuenta que el comportamiento de cada una de las piezas durante el secado fue diferente dependiendo de su composición; esto pone en evidencia la gran importancia de la caracterización de las materias primas que componen las mezclas.

Las curvas de contracción en función de la humedad, figuras 4.15, muestran valores de humedad de 9.46%, para piezas de porcelana dura, 13.68%, para piezas de porcelana eléctrica, y 7.59%, para piezas de porcelana semivitrificada. Los valores altos registrados de humedad de las piezas previenen alta contracción de las mismas. Una disminución en la humedad crítica generaría máxima contracción de la probeta, efecto que se evitó manteniendo constante la humedad inicial del desecador y conservando así la contracción en un rango del **3.70 al 4.65%**.

De acuerdo a los resultados anteriores, el proceso de secado de las piezas se dividió en dos etapas: en la primera, mientras se produce la retracción máxima, no se forzó el proceso de secado para evitar el riesgo de agrietamiento del producto (el proceso de secado debe realizarse de manera lenta). Durante la segunda etapa, lograda la máxima contracción, **el proceso de secado se aceleró**.

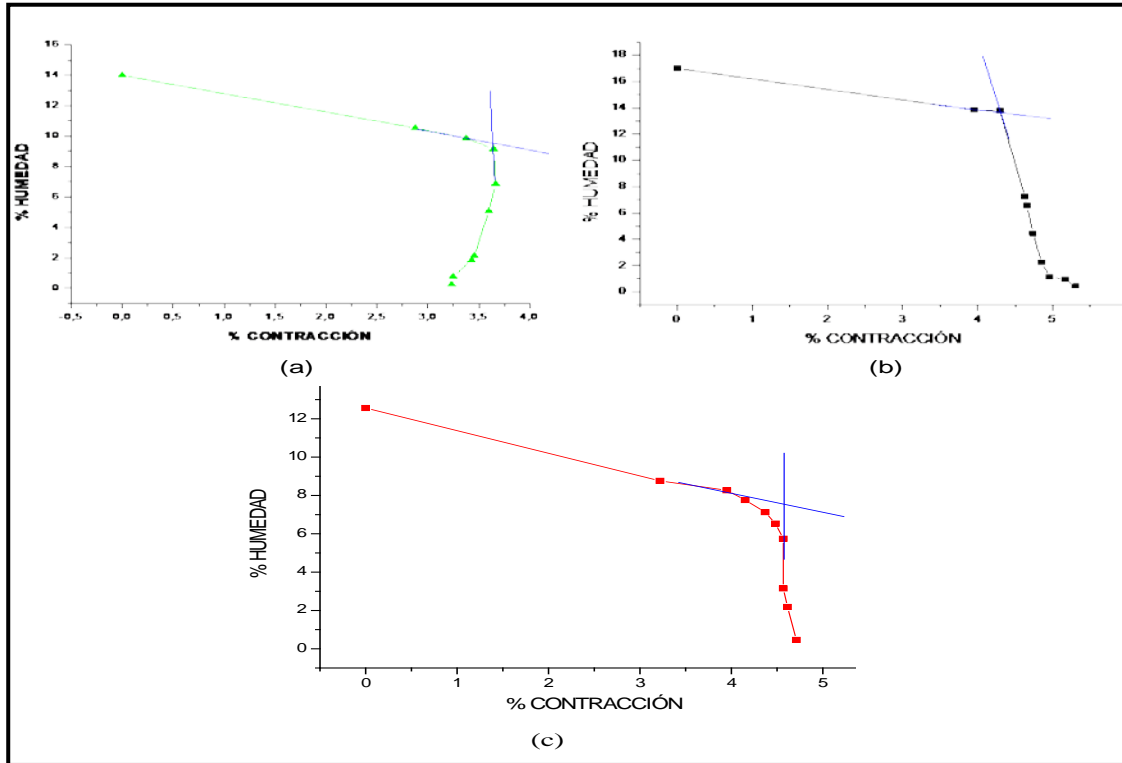


Figura 4.15. Curvas de contracción en función de la humedad de las piezas para mezclas a utilizar en: (a) Porcelana dura, (b) Porcelana eléctrica y (c) Porcelana semivitrificada.

Valores de densidad en verde de los productos conformados plásticamente se presentan en la figura 4.16, observándose disminución de este parámetro debido a la pérdida de agua y a la contracción de la pieza. Un valor alto de densidad en verde de la pieza es una garantía para alcanzar una alta densificación de la misma durante su sinterización. En el primer día de secado se observó un aumento en la densidad de las piezas para cada una de las mezclas realizadas, debido a una disminución considerable de las dimensiones de las probetas, contracción, frente a la reducción de peso de las mismas. En los siguientes días, como se ilustra en la figura 4.16, se presenta una disminución de la densidad del material alcanzándose un valor mínimo de densidad entre los 9 y 10 días; las densidades obtenidas para porcelana dura, eléctrica y semivitrificada fueron de 1.31, 1.13 y 1.29 gr/cm^3 , respectivamente. Una vez terminada la etapa de secado en la estufa, se observa que las piezas alcanzan un valor constante de la densidad para cada una de las mezclas, sugiriendo que la deshidratación inicial ha finalizado.

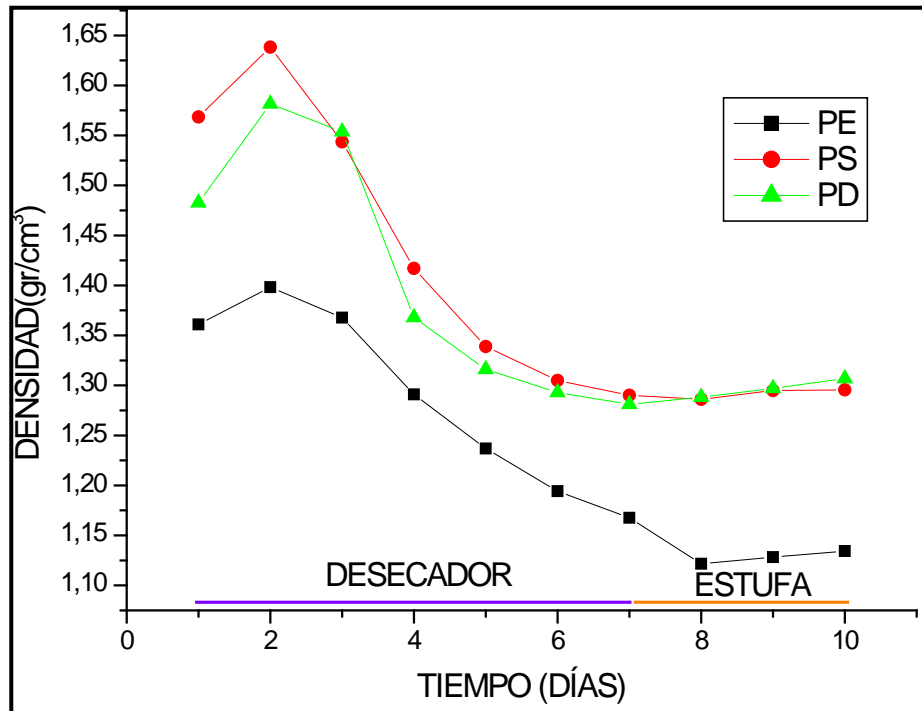


Figura 4.16. Curvas de densidad para cada una de las mezclas [PE: Porcelana eléctrica, PS: Porcelana semivitrificada, PD: Porcelana dura].

4.4.2 Secado de las piezas cerámicas conformadas por el método de coloidal

Durante la etapa del secado en la conformación coloidal, “slip casting”, el estado de floculación o defloculación de las partículas determinan la buena calidad de las piezas en verde (dimensiones y forma) y además **afecta el proceso de secado**; suspensiones floculadas pueden aprisionar agua en los aglomerados, disminuyendo la velocidad de secado y se presentaría, además, una eliminación considerable de agua en la suspensión una vez **está entra** en contacto con el molde. Este proceso, denominado formación de pared, que forma parte de la etapa de fabricación del producto influye en el desmolde y posterior secado de la pieza [9]. Los moldes de yeso en los que se forman las paredes de las piezas definen las características del secado de las mismas. En los periodos cortos de formación de pared, como el caso de la porcelana dura, la humedad en el ambiente tiene efectos insignificantes sobre el desmolde de las piezas [4]. Sin embargo, para secados lentos dentro del molde como en los casos de porcelana semivitrificada y eléctrica, el secado prolongado durante 35 y 40 minutos, respectivamente, se divide en dos fases: la primera corresponde al secado de las piezas en el molde de yeso, con un

aumento en la humedad del mismo hasta alcanzar un punto crítico, en el cual cesa la contracción de la pared y ocurre el desprendimiento de la misma. Durante la segunda etapa, las piezas son llevadas al desecador para controlar la eliminación del agua por medio de la evaporación. Otra variable a considerar es la forma de la pieza. En el caso de conformado en molde, las piezas pueden tener una geometría compleja con baja área superficial que influirá en la tasa de evaporación del agua superficial debido a la diferencia, punto a punto en la contracción de la pieza durante el secado. Para minimizar estos efectos, se puede reducir la contracción durante el secado utilizando la menor cantidad de agua posible en el conformado de la pieza o mejorando la permeabilidad de la pared mediante el uso adecuado del defloculante. Controlando la velocidad de evaporación del agua, la humedad del medio y el flujo de aire, es posible dar una uniformidad en el interior del cuerpo durante el secado.

Las piezas conformadas de porcelana dura, semivitrificada y eléctrica, obtenidas mediante el método de colado, se colocaron en un desecador de volumen aproximado de 7965 cm³. Debido a que el volumen de los crisoles era de aproximadamente 15 cm³, al colocar 18 piezas dentro del desecador incrementó la humedad en un 100%, durante las primeras seis horas de secado. Para minimizar este efecto, se colocaron 12 piezas dentro del desecador, separadas 10mm y se mantuvo el control de la humedad hasta que no se observaron cambios apreciables en el peso de las muestras. Posteriormente, las piezas conformadas se colocaron en una estufa donde se completó su ciclo de secado, utilizando para ello tres días.

En la figura 4.17 se ilustran las curvas de pérdida de peso con respecto al tiempo de secado. Las curvas se obtuvieron promediando los datos de peso tomados a cinco de las doce piezas. El control de la humedad en el desecador se realizó de la misma manera que en la etapa de secado cuando se utilizó el procesamiento por prensado uniaxial; el valor inicial de humedad en el desecador, durante el primer día, fue del 10%, alcanzándose valores de 55%, 58% y 53% para porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, respectivamente. Debido a la forma de los crisoles, se intentó mantener el valor mínimo de humedad en el mayor tiempo posible. En el desecador, las muestras presentaron la mayor pérdida de peso y contracción durante los primeros días, proceso que se equilibró entre el sexto y séptimo día, debido a la estadía de las piezas en el secadero donde la humedad alcanzó un valor del 1% con relación a la humedad del medio ambiente. Al

observar que las piezas adquirirían un peso constante, en el desecador, se ubicaron las probetas en la estufa; las muestras alcanzaron peso constante durante el octavo y noveno día de secado y disminuyeron su contenido de humedad, en la estufa, a un valor de alrededor del 1%.

La figura 4.17 muestra que las piezas de porcelana dura presentan una pérdida de peso del 22,55% durante su permanencia en el desecador, valor que aumentó a 24.7% en la estufa, manteniéndose constante durante la segunda etapa del secado. Las piezas que presentaron las menores variaciones de peso correspondieron a la mezcla de porcelana eléctrica, alcanzando valores 8,2% en los siete primeros días, y finalmente un valor constante de 21,6% dentro de la estufa. Las piezas de porcelana semivitrificada presentaron un comportamiento intermedio con relación a las otras dos mezclas; la pérdida de peso en el desecador fue aproximadamente de 19,9%, alcanzando finalmente un valor de 22.18%.

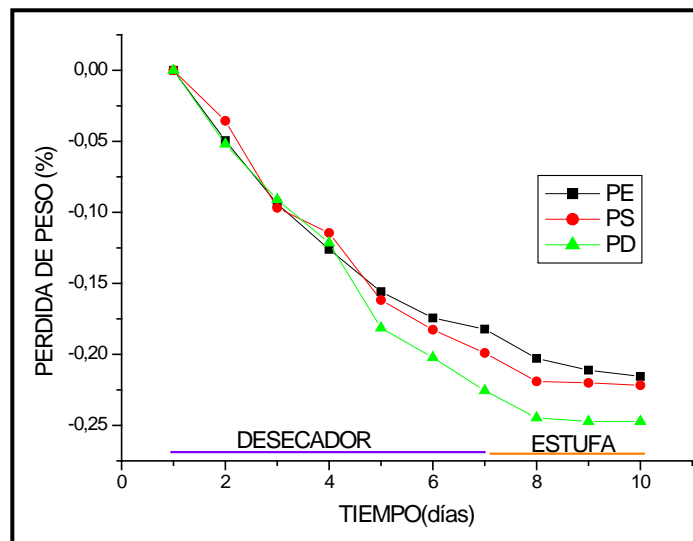


Figura 4.17. Curvas de pérdida de peso durante el secado de las muestras obtenidas por “Slip Casting”

Como se mencionó anteriormente, la reducción de humedad en la muestra va acompañada de variaciones en las dimensiones de la pieza, debido a esto se realizó, paralelamente, un estudio de contracción de la misma durante la etapa de secado; las curvas de contracción de las piezas para cada una de las mezclas propuestas se ilustran en la figura 4.18. En ellas se evidencia diferente comportamiento dependiendo de la naturaleza de la mezcla, diferencia que se atribuye a la composición de cada una de ellas.

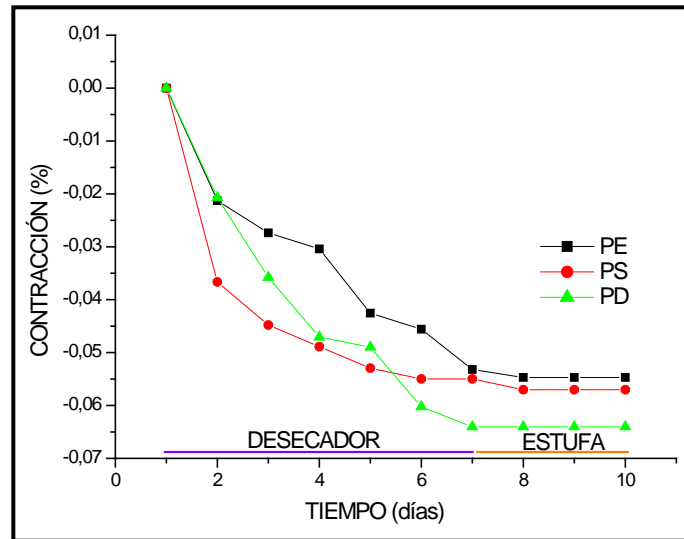


Figura 4.18. Curvas de contracción de las mezclas utilizadas.

Los valores de contracción que presentaron las piezas estarían correlacionados con los resultados obtenidos de pérdida de peso indicados en la figura 4.17. Durante la permanencia de los crisoles en el desecador, las muestras presentaron una contracción 6.4, 5.3 y 5.5%, para porcelana dura, eléctrica y semivitrificada respectivamente, en un tiempo de 6 a 7 días. La diferencia en contracción que presentan las piezas, se puede explicar considerando la relación del espesor de pared, el porcentaje de humedad de la pieza debida a la absorción del molde, la viscosidad de la barbotina utilizada y el tiempo de desmolde para cada una de las piezas [9]. A diferencia del comportamiento de las piezas por prensado uniaxial, las cuales presentaron contracciones en un rango del 3.70% al 4.65%, las piezas obtenidas por el procesamiento coloidal exhibieron una mayor contracción debido a la mayor cantidad de agua (superior al 37%) utilizada en la suspensión. En la segunda etapa del secado, las piezas contrajeron 6.4, 5.5 y 5.7% durante el primer día de estancia en la estufa, manteniendo estable esta condición durante los siguientes tres días.

En las curvas indicadas en las figuras 4.17 y 4.18 se observa una relación coherente entre los resultados de pérdida de peso y contracción en cada una de las piezas, estos resultados indican un control en la velocidad de eliminación de agua en los crisoles. Durante la primera etapa del secado este se realizó de manera lenta, favoreciéndose una mayor contracción de las piezas y evitando así cambios bruscos que pueden generar

defectos en las mismas. En la segunda etapa, una vez se alcanzaron valores constantes de pérdida de peso y contracción, se aceleró el proceso colocando los crisoles en una estufa, alcanzándose la mayor densidad en verde de las piezas.

Las curvas del porcentaje de contracción en función de la humedad, figura 4.19, permitieron determinar un valor de humedad crítica aproximado, parámetro importante para determinar las condiciones de equilibrio durante el secado de las diferentes piezas. Para las piezas de porcelana eléctrica, figura 4.19 (a), la humedad crítica durante el secado fue de 2.44 %, generando una contracción de 6.38%. Los valores registrados de humedad para las piezas de porcelana eléctrica y semivitrificada, figura 4.19 (b) y (c), fueron de 5.33 y 4.88%, correspondiendo a un aumento en la contracción de las piezas de 5.30 y 4.88%, respectivamente, durante los primeros días, indicando que durante los primeros días de secado las piezas alcanzan la mayor densidad en verde. El control de la humedad se realizó manteniendo constante este parámetro en el rango de valores dentro de la humedad crítica, disminuyendo así la velocidad de evaporación de agua en el secado. Durante la segunda etapa del secado, se observó una reducción en la contracción de las piezas, manteniendo un comportamiento constante hasta el final de esta etapa, la velocidad de evaporación del agua y la disminución de humedad, se favoreció por la estancia de las piezas, en la estufa, durante esta segunda etapa, reduciéndose así el riesgo de formación de grietas en las piezas.

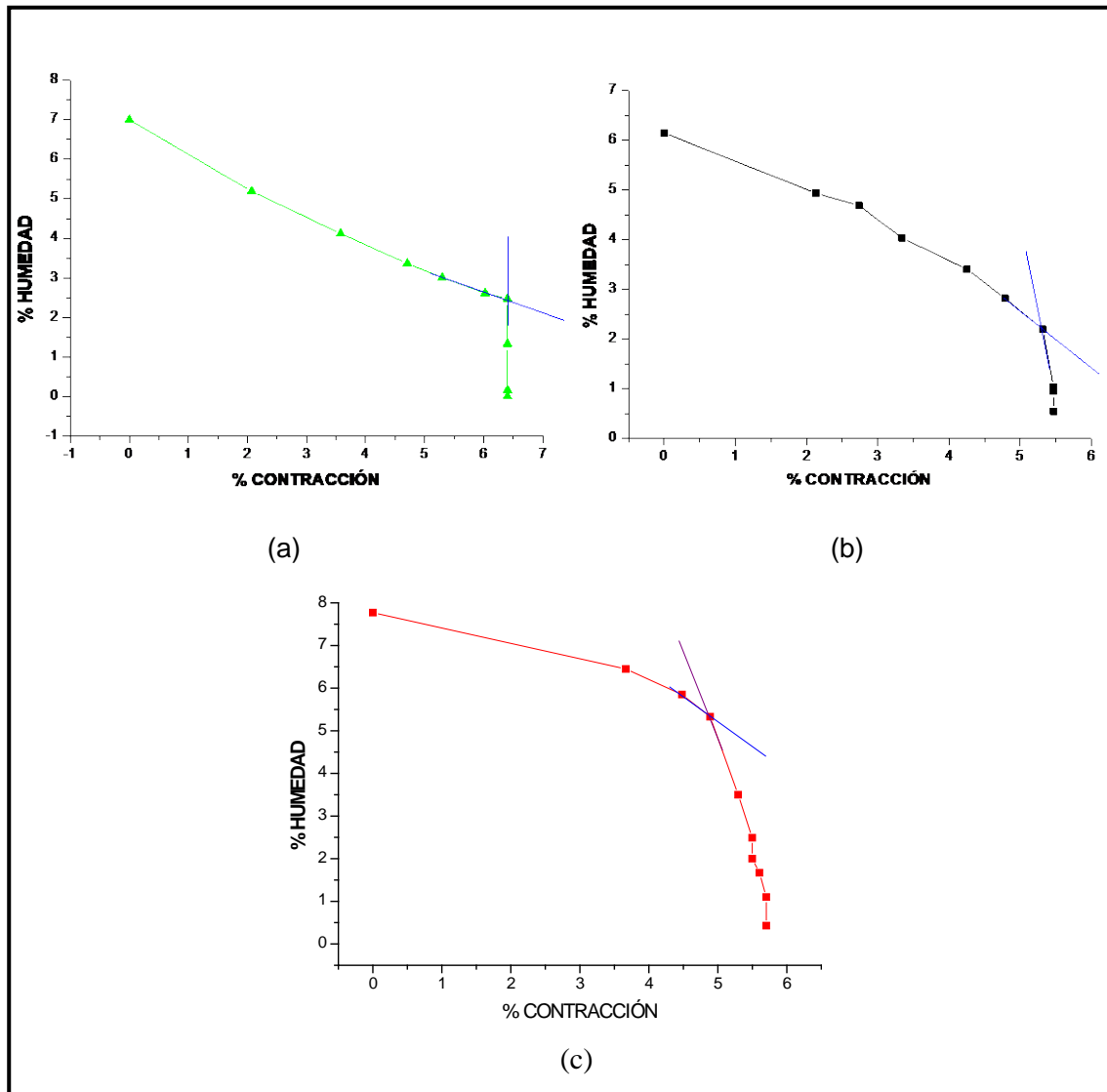


Figura 4.19. Curvas de contracción en función de la humedad de las piezas conformadas por el método coloidal: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

4.5 SINTERIZACIÓN DE LAS PIEZAS CERÁMICAS OBTENIDAS MEDIANTE EL PRENSADO UNIAXIAL Y EL COLADO EN MOLDE

Posteriormente al proceso de secado, los productos son tratados térmicamente en hornos para consolidar la microestructura de las piezas y de esta manera definir sus propiedades finales. Este proceso denominado comúnmente “quema”, y técnicamente sinterización, contempla tres períodos: (a) reacciones previas a la sinterización que incluyen eliminación de ligantes o productos volátiles de la descomposición de las materias primas; (b) la

sinterización propiamente dicha, etapa donde ocurre, principalmente, la densificación o consolidación del material y (c) el enfriamiento, etapa que favorece la estabilización de fases [10].

La sinterización ocasiona modificaciones significativas en los productos cerámicos tales como: reducción de superficie específica del material, reducción en el volumen aparente de poros (reducción de poros) y aumento en la resistencia mecánica lo que permite la conformación de un cuerpo denso. Además, es necesario considerar algunos factores que influyen en la sinterización de [piezas con adecuada densificación para mejorar las características mecánicas de las piezas](#), estos son: la formulación de la masa cerámica teniendo en cuenta la composición mineralógica, la preparación de [esta](#) masa, considerando la granulometría y la superficie específica y por último el modelado de la pieza; esta última etapa puede ser analizada y controlada a través de los valores de densidad, retracción y resistencia mecánica de los materiales en función del tiempo para una temperatura determinada [11].

Los cambios de temperatura que ocurren durante el proceso y la naturaleza de los componentes de la cerámica son factores que afectan el cronograma de sinterización, que se debe elegir de acuerdo a las reacciones que se desarrollan durante la obtención del producto con las propiedades requeridas. Las etapas que se programan durante la sinterización de las piezas cerámicas son: un primer periodo donde los objetos son sometidos, durante un tiempo determinado, a una temperatura entre 600 y 700°C donde ocurren algunos cambios importantes como la eliminación del material orgánico por combustión [1] y eliminación del carbono absorbido por las piezas. Otra reacción importante se produce por el cambio de α -cuarzo a β -cuarzo, a 570°C, ocasionando una variación de volumen en un 0.8% [1], razón por la cual el período de precalentamiento para la sinterización de estas piezas se prolonga durante una hora a una velocidad de 2 °C/min, esto con el fin de evitar la formación de grietas en las piezas. En esta etapa, los cristales de los minerales arcillosos pierden su agua de constitución dando lugar, en los casos normales, a la pérdida más importante de peso durante todo el proceso. La consecuencia principal de todas estas reacciones es [una baja](#) resistencia mecánica de la pieza.

La segunda etapa comienza al finalizar el precalentamiento, 700°C, llegando hasta una temperatura de 1000 °C, aproximadamente. En este periodo existen pocas reacciones químicas y entre ellas se destacan la descomposición de los sulfatos de hierro, la estabilización del peso y los cambios dimensionales. La existencia de carbono en proporciones de 0,5 y 2% debe eliminarse completamente a los 1000°C, de no ser así se puede producir protuberancias en las piezas [1]. En la tercera etapa, los cambios químicos están asociados a reacciones de alta temperatura. Las piezas sometidas a la sinterización son altamente estables y químicamente complejas, esta etapa se realiza entre 1000 y 1300°C, para la sinterización de porcelanas. En este periodo se produce la formación de la “fayalita”, que se evidencia por la presencia de manchas negras en la pieza, y otros compuestos de aluminosilicatos incoloros de óxido de hierro ferroso que ocasionan el blanqueamiento de la porcelana [1]. Por otro lado, a los 1050°C aparece la mullita primaria o cúbica, a partir de la transformación polimórfica de la γ -Alúmina originada a los 970°C Durante esta etapa, los iones de aluminio abandonan el metacaolín para dar lugar a la formación de la mullita secundaria, proceso que se manifiesta a partir de los 1150°C y alcanza su mayor importancia entre 1200 y 1250°C. Al mismo tiempo, una parte de la mullita aparece en una formación aislada que se deshidrata a 1150°C como proceso independiente. Por otra parte, el componente feldespático en la masa de la porcelana asegura el desarrollo de la fase vítrea durante la “cochura” (sinterización), manifestándose en doble condición, en primer lugar, disolviendo ingredientes de la masa, como el cuarzo y en segundo lugar creando un cuerpo plástico capaz de oponerse, en cierta medida, a los esfuerzos de deformación durante la sinterización, uniéndose simultáneamente las componentes de la cerámica en un todo [1]. Es importante resaltar que la ortoclasa se funde lentamente, descomponiéndose a 1170°C en leucita y vidrio viscoso rico en sílice, constituyéndose como uno de los mejores fundentes utilizados en la industria cerámica [1,4].

Para el estudio de la etapa de sinterización de las probetas de mezclas predeterminadas, se realizaron las curvas correspondientes a: pérdida de peso, contracción y densidad en función de la temperatura, diseñándose para ello un programa de calentamiento tomando como base los resultados de ATD-TG indicados en la sección 3.4.6. La rampa de calentamiento utilizada se muestra en la figura 4.20. El proceso consistió en someter las piezas a diferentes temperaturas registrando el peso y dimensiones de cada una de ellas, antes y después de ser sometidas a este tratamiento.

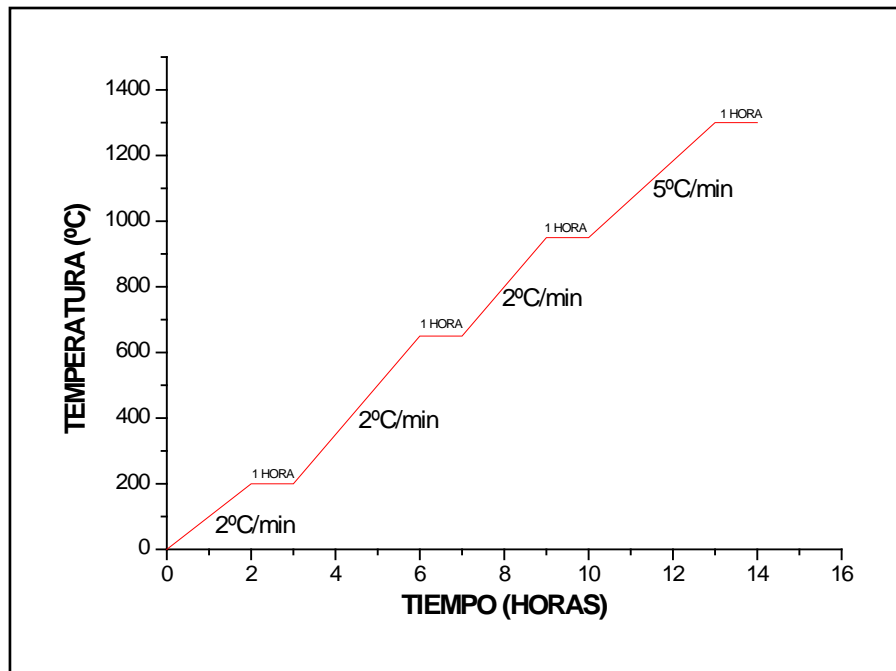


FIGURA 4.20. Programa de calentamiento de las mezclas según análisis de ATD-TG

La sinterización de las muestras se realizó en un horno Carbolite modelo RHF 1600. El estudio de sinterización de las piezas obtenidas, por los métodos de prensado **uniaxial** y colado en molde, se realizó sometiendo cada una de las mezclas a temperaturas de: 800, 900, 950, 1000, 1050, 1150, 1250 y 1350°C. Para las piezas tratadas térmicamente, tal como se indicó anteriormente, se registraron los datos dimensionales de las mismas así como su peso y volumen, antes y después del tratamiento. Los datos obtenidos para las probetas conformadas por prensado **uniaxial**, se utilizaron para obtener las curvas de variación de peso (figura 4.21), contracción longitudinal (figura 4.22) y densificación (figura 4.23), en función de la temperatura. Para las piezas de colado en molde se realizó un análisis similar.

Por otro lado, para tener información sobre la temperatura óptima de sinterización de las mezclas estudiadas se obtuvo la curva de densidad en función del tiempo a temperatura constante. Finalmente, se determinaron las temperaturas de gresificación utilizando los datos obtenidos en el ensayo de absorción de agua. El método consistió en tomar piezas sinterizadas a diferentes temperaturas (900, 1000, 1050, 1100, 1150, 1200, 1250, 1280 y 1350 °C), para cada una de las mezclas, posteriormente se sumergieron durante 24 horas en agua destilada, anotando los pesos y dimensiones antes y después de sumergirlas en

agua [13].

4.5.1. Etapa de sinterización de las muestras obtenidas por prensado uniaxial

En el proceso de sinterización de las piezas conformadas por prensado uniaxial la presión utilizada para obtener la pieza en verde es muy importante; la presión más adecuada fue de 3600 pSi, con la que se evitó la generación de defectos en las piezas, durante su sinterización y su fractura durante el proceso. Para rangos de temperatura entre los 200 y 800 °C, en las cuales la dilatación es menor en zonas menos densas, puede producirse acomodación de las partículas por la coacción de las zonas adyacentes, razón por la cual se realizó el tratamiento térmico a una velocidad de 2 °C/ min, tal como se indica en la **figura 4.20**. Por encima de este rango de temperatura, la contracción fue mayor cuanto mayor era la compactación, comportamiento que se puede justificar considerando las reacciones partícula-partícula durante la sinterización o a la formación de fase vítrea, con reducción de volumen, si la temperatura es suficientemente alta [4].

En la etapa de precalentamiento, para las piezas conformadas por prensado uniaxial se presentaron grandes pérdidas de peso debido a la deshidroxilación de la estructura de la mezcla (figura 4.21); los porcentajes de pérdida de peso para las tres mezclas utilizadas fueron de 6.78 %, para la porcelana dura, 13.63%, para la porcelana eléctrica y 5.92%, para la porcelana semivitrificada; estas pérdidas se deben, principalmente, **a las diferencias mineralógicas de las materias primas usadas en cada mezcla**.

En la segunda etapa de sinterización, entre 900° y 1000°C, el porcentaje de pérdida de peso de la mezcla de porcelana eléctrica no fue tan alta, 0,011%, mientras que las mezclas PD y PS presentaron una pérdida de peso de 0.5 y 0.6%, respectivamente, perdidas que se pueden justificar considerando la descomposición de los carbonatos de calcio que pueden existir en las muestras [1].

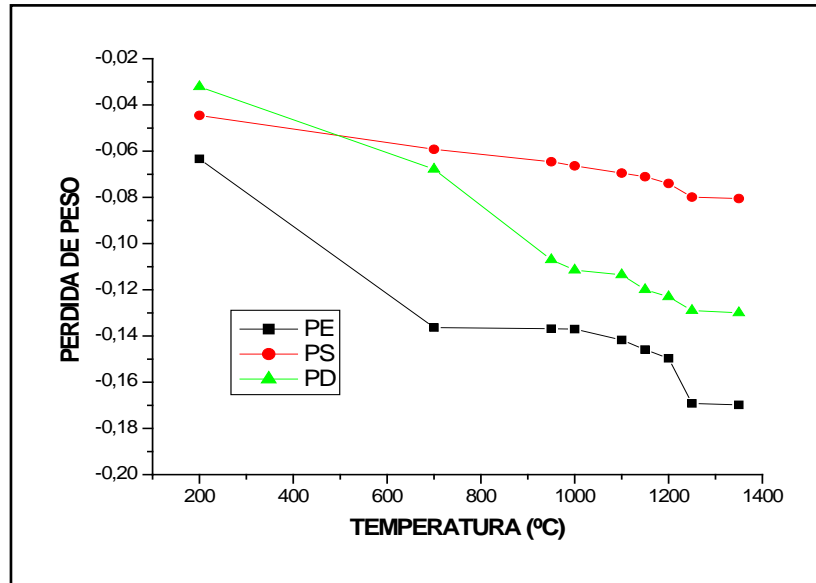


Figura 4.21. Curva de pérdida de peso en función de la temperatura para piezas conformadas por prensado uniaxial [PE: porcelana eléctrica, PS: porcelana semivitrificada y PD: porcelana dura]

Desde los 1000 hasta los 1100°C, las porcelanas PD y PS presentaron una **pérdida de masa** del 2.26 y 0.96 %, respectivamente, hecho que se puede asociar a la intensa combustión de compuestos de carbono y a la oxidación de los compuestos de hierro [1], reacciones no favorables para las características del producto; este efecto puede ser eliminado prolongando el periodo de permanencia de las piezas dentro del horno a estas altas temperaturas. A diferencia de las porcelanas dura y semivitrificada, **la porcelana eléctrica presentó una gran pérdida de peso debido, posiblemente, a las características mineralógicas de las mezclas, en este rango de temperatura [1]**. A temperaturas comprendidas entre los 1100°C a 1150 °C, ocurren pérdidas de peso de aproximadamente 1.5% en las tres mezclas; en la mezcla PD puede estar asociada a la deshidratación de una parte de la mullita [1]. Para temperaturas entre los 1150 y 1200 °C existe disminución en el peso de las tres muestras, este fenómeno puede ser una consecuencia de la reacción de desintegración de la ortoclasa, que finaliza completamente a los 1200 °C [1]; a partir de esta temperatura, se registran pérdidas de peso. A temperaturas superiores de 1250°C, se observa una estabilidad en el comportamiento de las curvas, sin embargo, a temperaturas superiores a los 1350 °C, las mezclas comienzan a presentar fisuras.

La temperatura también ocasiona cambios dimensionales en las piezas (figura 4.22; esta figura indica las variaciones dimensionales de las piezas conformadas por prensado uniaxial, para las tres mezclas. Este cambio, denominado **contracción**, se relaciona con **cambios mineralógicos y la reducción de la porosidad**, principalmente, dando como resultado la formación de un material más denso. Las curvas muestran valores de contracción, a una temperatura de 1000°C, de 1.2%, para la porcelana dura, 9.7%, para la porcelana eléctrica, y 0.14%, para porcelana semivitrificada; estos valores están relacionados con los procesos de deshidratación del material arcilloso que compone cada una de las mezclas y/o a la oxidación del carbono residual que puede ocurrir entre 700 y 800°C [1]. En el rango de temperaturas entre 1000 y 1200°C, en el cual ocurre una gran reducción de volumen, debido a la intensa retracción de masa, se puede presentar un efecto de tensión superficial debido a la presencia de fase líquida en el material, lo que permitiría el acercamiento de las partículas sólidas [1]. La mezcla PE presentó un máximo valor de contracción de 17.9%, mientras que para PD y PS las contracciones fueron de 10.1 y 8.75%, respectivamente. Para las muestras analizadas no se presentó una contracción apreciable en el rango de temperaturas entre 1250 y 1350°C.

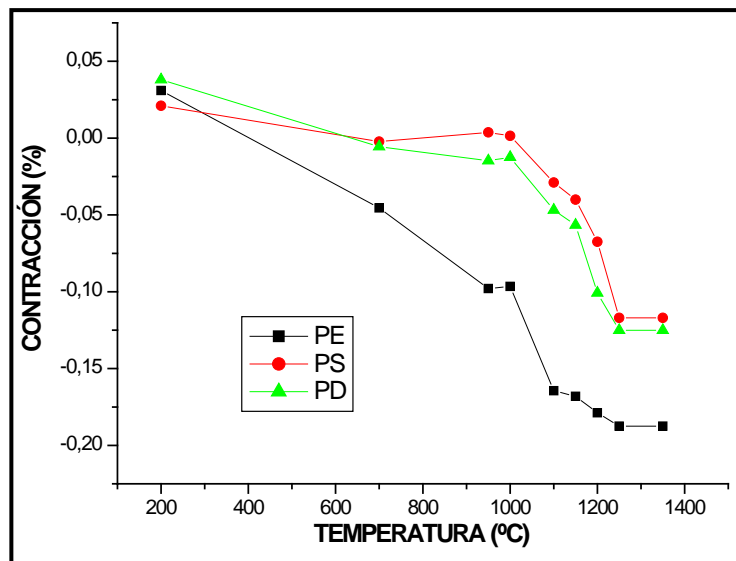


Figura 4.22. Curva de contracción en función de la temperatura [PE: porcelana eléctrica, PS: porcelana semivitrificada y PD: porcelana dura].

Debido a que en el proceso de sinterización ocurre la formación de una **fase líquida amorfa** que fluiría alrededor de las partículas no fundidas, llenando los poros debido a fuerzas de tensión superficial, al enfriar la pieza, esta fase fundida formaría una matriz vítrea que favorece la obtención de un cuerpo denso y resistente. La información

planteada con la pérdida de peso y contracción permiten determinar el grado de densificación y la disminución de la porosidad en las piezas. Para dar información sobre este comportamiento, la figura 4.23 muestra las curvas de densificación de las muestras en función de la temperatura.

En las curvas de densificación las mezclas PD y PS se observa que a temperaturas entre los 700 y 1000 °C, la densidad de las muestras es prácticamente constante considerando que durante este intervalo hay combustión del carbono. A una temperatura superior a 1150 °C ocurre un aumento de la densidad que se estabiliza entre los 1250 y 1350°C. La muestra PE, por su parte, presentó un aumento en la densidad hasta los 1200 °C, y un valor constante de este parámetro en el intervalo entre 1250 y 1350°C. El mayor valor de densidad alcanzada lo presentó la porcelana semivitrificada (~1.9 gr/cm³), valor que se puede justificar considerando el tamaño de grano (ver tablas 3.4 y 3.5) presente en la mezcla que debió favorecer el mecanismo de reacción. Las densidades presentadas por PE y PD fueron aproximadamente de 1.8 y 1.6 gr/cm³. Estas densidades reportadas son bajas y atípicas comparadas con los estándares alcanzados en industria de porcelana: 2.23 a 2.4 gr/cm³, debido a la cantidad de microfisuras y espacios vacíos al interior de la estructura de piezas obtenidas por un método de prensado no apropiado.

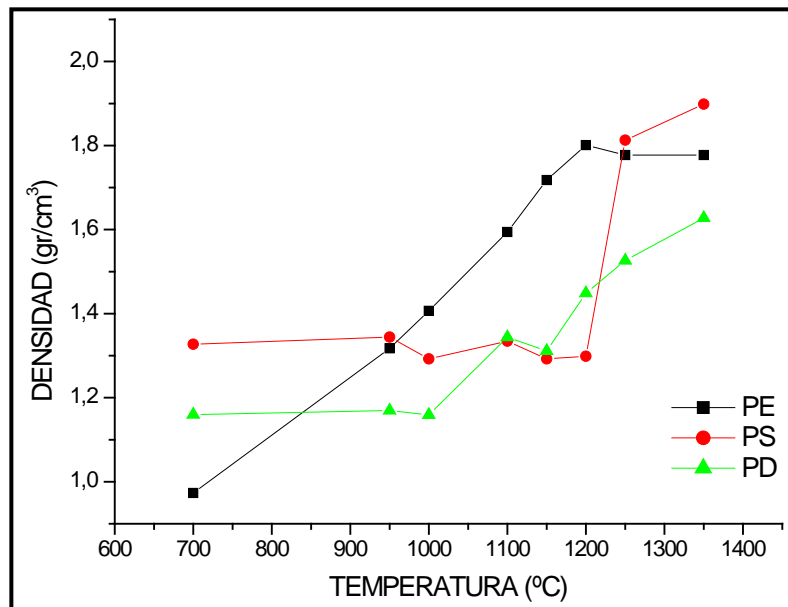


Figura 4.23. Curvas de densificación de las muestras sinterizadas

El ensayo de gresificación que se les realizó a las muestras sinterizadas, figura 4.24, permitió obtener información, de manera indirecta, de la evolución de la porosidad en las piezas; en la figura 4.25 se representa el % de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización, parámetro de gran interés para determinar el grado de densificación de la pieza.

Indudablemente la densificación de las muestras depende de la temperatura utilizada para tal fin, pero puede ser mejorada dejando más tiempo las muestras expuestas a la temperatura de sinterización (formación de vidrio y disminución de la porosidad). Determinada la temperatura óptima del proceso, se definió el tiempo más adecuado para la sinterización, teniendo cuidado de que el proceso sea realizable industrialmente [4].

Debido a que el comportamiento de las mezclas PD, PE y PS (figuras 4.21, 4.22 y 4.23) muestran que, entre 1250 y 1350 °C, se observa una estabilización en la pérdida de peso, contracción y densidad para las tres mezclas estudiadas, se eligió como temperatura óptima de sinterización, para las muestras prensadas uniaxialmente, 1280°C; se tomo este valor porque a 1300°C las muestras comenzaron a presentar algunas manchas negras visibles. En la figura 4.24 se indica el cambio de la densidad de la muestra respecto al tiempo de sinterización; el tiempo de sinterización adecuado, a 1280 °C, fue de 2.5 horas, obteniéndose aumento en la densidad de las porcelanas de 1.85, 1.97 y 2.07 gr/cm³, respectivamente.

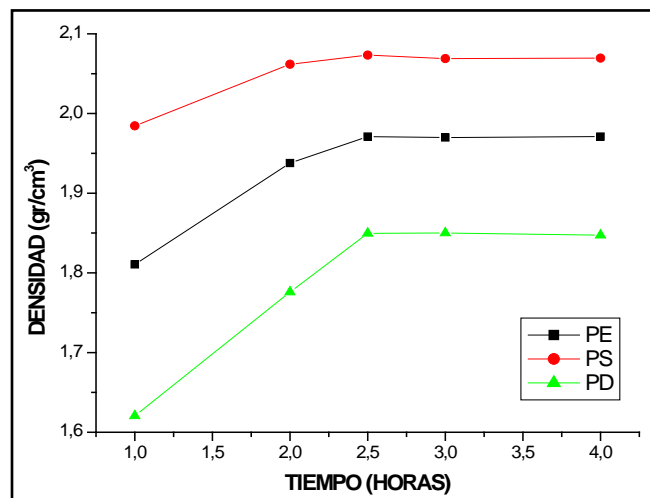


Figura 4.24. Curvas de densificación en función del tiempo de sinterizadas

Debido a que a través del procesamiento cerámico se busca una estructura tal que la posibilidad de absorción de agua sea baja, se determinó la temperatura denominada de gresificación; parámetro que define la condición para que la absorción de agua presenta un mínimo coincidente con un máximo de contracción. La figura 4.25 muestra los valores de temperatura de gresificación para cada una de las mezclas de porcelana estudiadas.

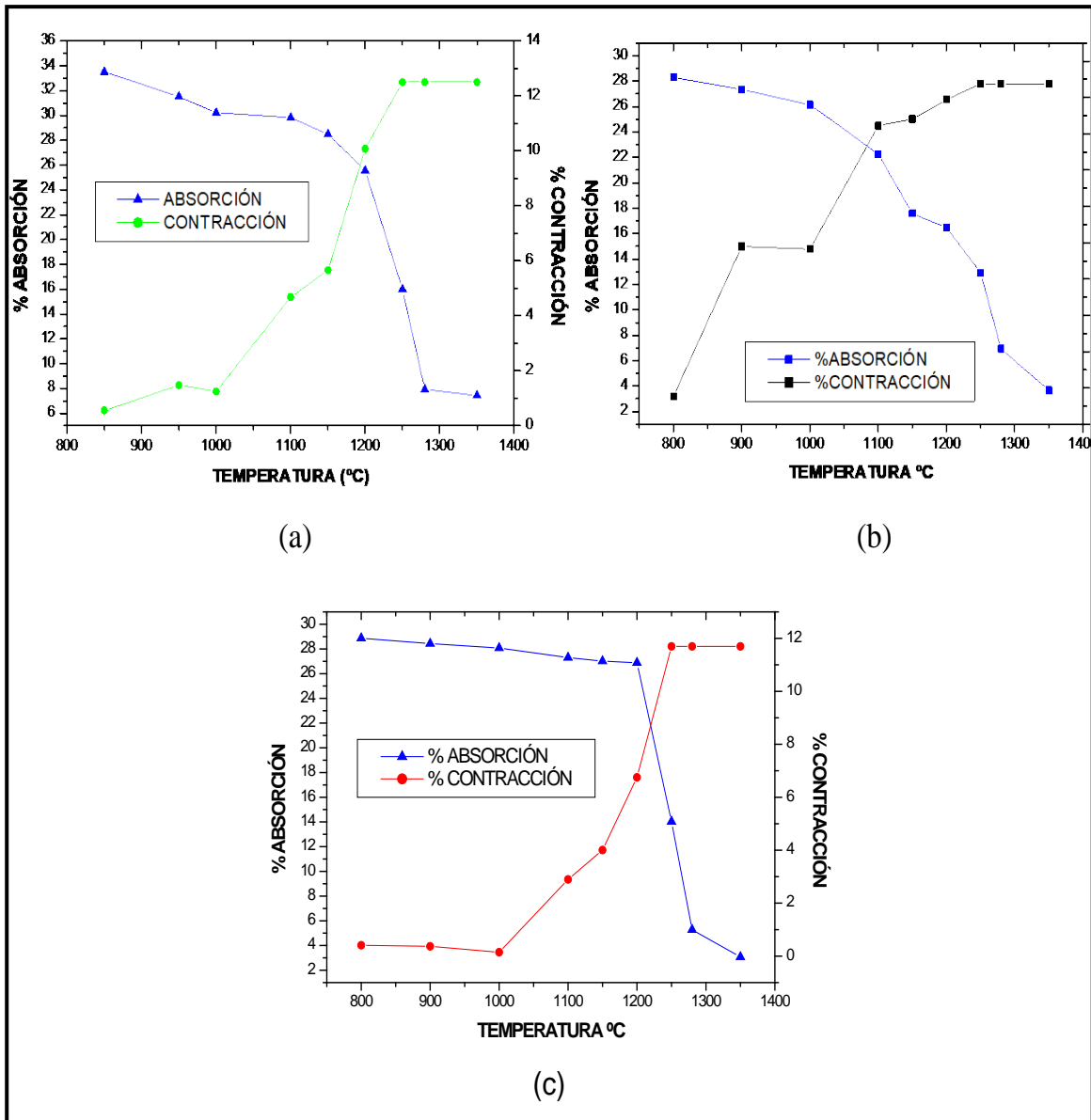


Figura 4.25. Curvas de gresificación de las muestras obtenidas por prensado uniaxial: (a) PD, (b) PE, (c) PS

De las curvas graficadas en la figura 4.25 se obtuvieron las temperaturas a las cuales inicia el proceso de gresificación, las cuales fueron de 1192, 1084, 1221 °C para la porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, respectivamente, que parece estar alrededor de los 1250°C. Los resultados indican que existe una influencia importante de la composición sobre las propiedades de la pieza, posiblemente debida a la proporción de sílice en las masas que origina la formación de la fase vítrea, proceso importante en la densificación de la pieza durante la sinterización.

4.5.2 Etapa de sinterización para muestras obtenidas por “Slip Casting”

Al finalizar la etapa de secado de las piezas en verde obtenidas por el método coloidal, se procedió a realizar el tratamiento **térmico descrito en la figura 4.20**, con velocidad de calentamiento controlado para lograr las propiedades mecánicas y microestructurales deseadas. En general, los tratamientos térmicos implican **disminución** de peso y dimensiones, ocasionando movimiento de los átomos, a través de procesos difusionales, reduciendo la porosidad y modificando las propiedades de las piezas cerámicas obtenidas. Debido a las reacciones que ocurren durante la sinterización de las piezas, cada una de ellas **experimentó** una pérdida de peso, en función de la temperatura, tal como se ilustra en la figura 4.26.

Durante la etapa de precalentamiento; entre 200 y 700°C, las curvas de la figura 4.26 muestran que las piezas de porcelana dura experimentaron una pérdida de peso de 7.2%, mayor a la que se observó para la misma mezcla obtenida por el método de prensado uniaxial. Las pérdidas de peso observadas en este intervalo de temperatura se debió posiblemente a fenómenos de deshidratación y deshidroxilación de la estructura [12].

En el intervalo comprendido entre los 1000 y 1200°C se observaron cambios significativos de pérdida de peso para PD, 21.8%, PE, 8.5% y PS, 6.9%. A diferencia de las piezas conformadas por prensado uniaxial, los valores finales de pérdida de peso que se obtuvieron fueron de 22.8% para porcelana dura, 11.6% para porcelana eléctrica y 7.1% para porcelana semivitrificada. En estos resultados se observó que la mezcla que experimentó mayor pérdida de peso fue la PD, comportamiento que se puede correlacionar con el espesor de pared (3.55mm), inferiores a los que presentaron las otras

dos mezclas; lo anterior evidencia el efecto que tiene el método de conformado sobre el comportamiento de cada una de las mezclas frente al tratamiento térmico.

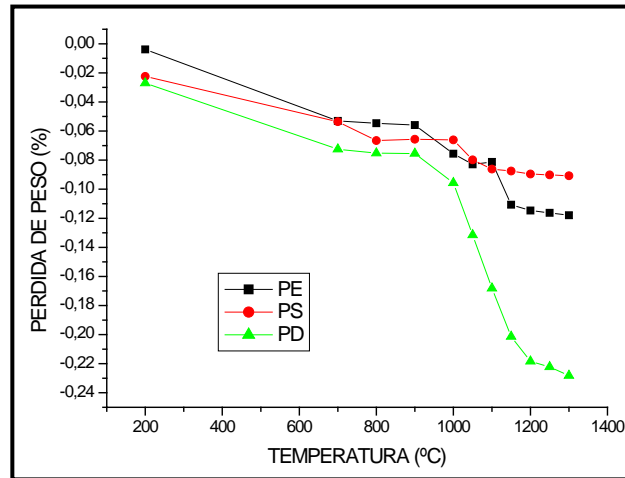


Figura 4.26. Curva de pérdida de peso en función de la temperatura para piezas conformadas por método coloidal.

Como se había mencionado en la [sección 4.5.1](#), las reacciones de eliminación (deshidratación, deshidroxilación y desprendimiento de carbono) que ocurren durante la etapa de sinterización, justificaría las contracciones que presentaron las piezas cerámicas. Los resultados del estudio de contracción de las mezclas de interés se ilustran en la figura 4.27.

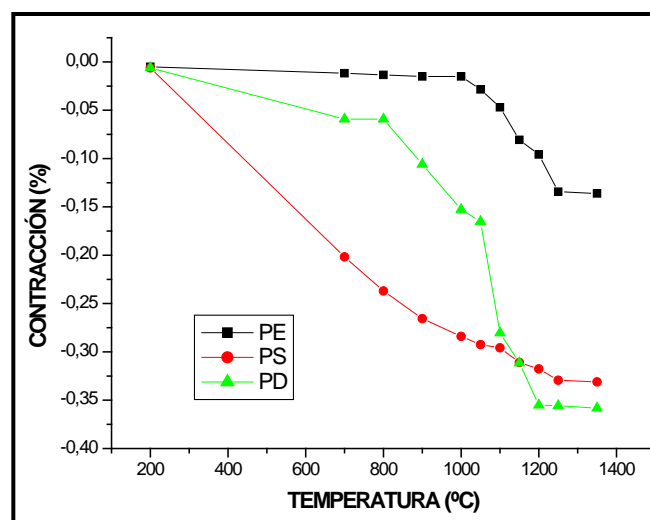


Figura 4.27. Curva de contracción de las piezas en función de la temperatura.

La figura 4.27 muestra que la contracción de las piezas aumentó para las tres mezclas de porcelana desde 200°C hasta 1200 °C, temperatura a la cual la retracción de las mezclas es mayor. El valor máximo de contracción lo presentó la mezcla PD, ~35.5% con respecto a su espesor inicial. En la figura 4.27 se observa que las mezclas PE y PS presentaron contracciones del 9.6 y 31.7%, condición favorecida por la formación de una fase vítrea en las muestras. Las piezas no presentaron contracción apreciable en el intervalo de temperatura entre 1200 a 1350°C.

Las figuras 4.26 y 4.27 indican que la máxima **contracción frente a los tratamientos térmicos, se correlacionan muy bien con la densificación de las piezas**. Tal como se indica en la figura 4.28 donde se muestran las curvas de cambio de densidad a diferentes temperaturas, parámetro importante que determina las propiedades y por lo tanto los posibles usos que se le pueda dar a las porcelanas.

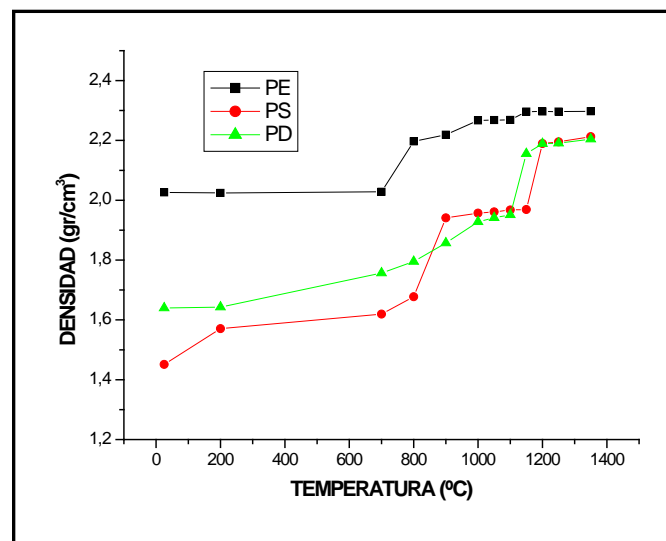


Figura 4.28. Curvas de densidad de las piezas, conformadas por colado en molde, en función de la temperatura.

En las curvas de densificación, figura 4.28, se muestra que la densidad permanece constante desde temperaturas ambiente hasta los 700°C, para las mezclas PD y PS, debido probablemente, a que la pérdida de peso y la contracción se compensan durante la deshidratación de los minerales presentes en las mezclas; a partir de esta temperatura se incrementó la densidad. La mezcla **PE presentó una mayor densificación, 2.29 gr/cm³**, respecto a las mezclas de PS y PD, con **densidades de 2.212 y 2.20 gr/cm³**,

respectivamente. Los resultados obtenidos de densificación de las piezas conformadas por el método de colado, figura 4.28, muestran un aumento significativo frente a la densificación de las piezas obtenidas por prensado uniaxial, figura 4.23, diferencia que pudo ser ocasionada por la mejor dispersión de las partículas de arcillas en la barbotina, sistema sólido-líquido, que en la mezcla sólida, favoreciéndose un mejor empaquetamiento de las mismas durante el procesamiento coloidal [1].

De la misma manera como se determinó la temperatura óptima de sinterización para las piezas conformadas por prensado uniaxial, se procedió para las conformadas en molde y para ello se obtuvieron las curvas de densificación en función del tiempo de sinterización ilustradas en la figura 4.29.

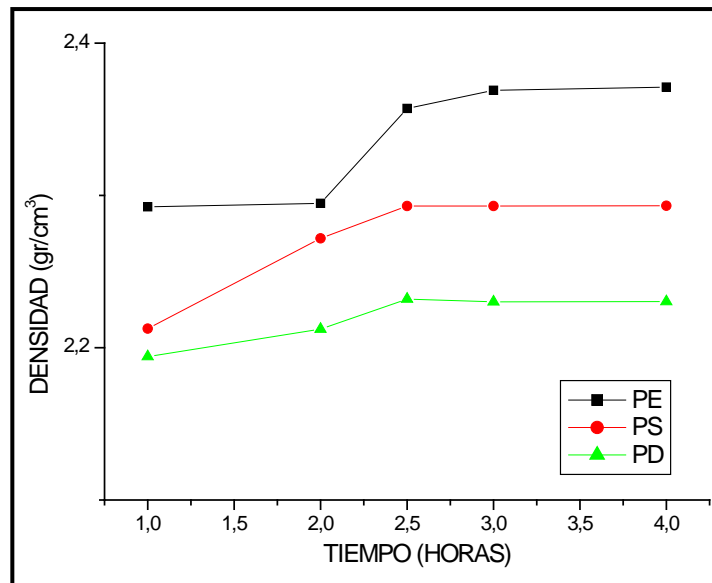


Figura 4.29. Curvas de densificación en función del tiempo para una temperatura de 1280°C a la que se sometieron piezas obtenidas por el método coloidal.

Los resultados del tiempo máximo de sinterización a 1280 °C obtenidos para las tres mezclas fue de 2.25 horas, alcanzando un aumento en la densidad de las porcelanas dura, eléctrica y semivitrificada de 2.37, 2.29 y 2.23 gr/cm³, respectivamente, densificación que favoreció las características del producto final.

Con el fin de determinar la porosidad presente en las muestras cuyo valor de densidad se indica en la figura 4.28, se realizó el ensayo de absorción de agua a cada una de las piezas sinterizadas a temperaturas comprendidas entre los 700 y 1350°C, cuyos resultados permitieron obtener la temperatura de gresificación de las piezas. La figura 4.30 presenta las curvas de porcentajes de absorción de agua y contracción en función de la temperatura de sinterización correspondientes a las mezclas PD, PE y PS.

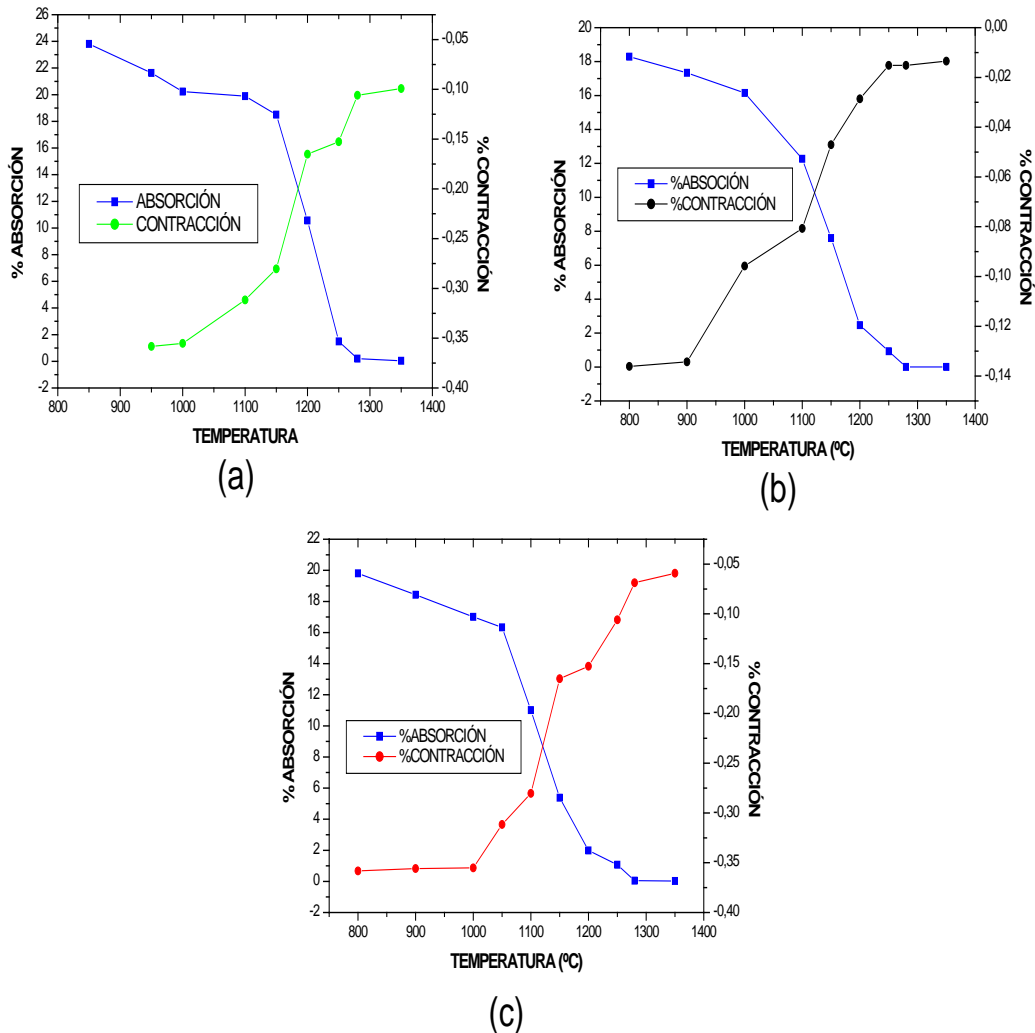


Figura 4.30. Curvas de gresificación correspondientes a muestras de: (a) Porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

De los resultados observados en la figura 4.30 se obtienen temperaturas a las cuales se inicia la gresificación de 1172 °C, para porcelana dura, 1110 °C, para porcelana eléctrica y 1100 °C, la cual tiene su mayor manifestación a los 1250°C en las tres mezclas

estudiadas, los resultados indican que existe una influencia importante de la composición de la materia prima sobre las propiedades de la pieza, posiblemente debida a la proporción de sílice presente en ella y que origina la formación de la fase vítrea, proceso importante para la densificación de la pieza durante la sinterización. Comparando los resultados de la figura 4.30, piezas obtenidas por el proceso coloidal, con los de la figura 4.25, piezas obtenidas por prensado uniaxial, se observa que la temperatura de gresificación en los dos métodos se encuentra a un valor de temperatura de 1250°C.

4.6. CONCLUSIONES PARCIALES

- Con base en los resultados del análisis mineralógico, y utilizando el método ponderado de análisis para clasificación triaxial de porcelanas, se establecieron posibles aplicaciones de las materia primas ACJ1, ACJ2, ACJ4, CCJ3BL y CCJ4BE caracterizadas en este proyecto. Los porcentajes de arcilla, cuarzo y feldespato de estas materias primas se encuentran entre los 40 y 50%, 27 y 40%, 17 y 23%, respectivamente. Mezclas de estas materias primas permitieron la obtención de porcelana dura (PD), porcelana eléctrica (PE) y porcelana semivitrificada (PS). Utilizando el procesamiento cerámico se obtuvieron piezas mediante prensado uniaxial y método coloidal.
- Para el conformado de las piezas por prensado uniaxial se determinó la presión de compactación, factor importante en la obtención de la máxima densificación de las piezas en verde, a través de las curvas de compactación. Estas curvas indicaron que la mezcla para porcelana eléctrica presenta su mayor densidad en verde para presiones de 3800 Psi. Para las mezclas de porcelana dura y semivitrificada la presión más adecuada para obtener una mayor densificación fue de 3600 Psi. En todas las mezclas se observó que presiones por encima de un valor óptimo de este parámetro generan grietas visibles en las piezas de prueba. Otros factores como velocidades de carga (lenta), volumen adecuado de material en el troquel, uso de lubricantes y relaciones bajas entre altura/diámetro generan las mismas fracturas en las piezas.
- A diferencia del método de prensado uniaxial, el método de colado utilizando barbotina requirió del control de varios parámetros como: el tamaño de partícula (2

y 20 micras), la relación en concentración sólidos-líquido, estabilidad de las suspensiones por la presencia de un defloculante (cantidad de defloculante), el tiempo de formación de pared y tiempo de desmoldeo. Las buenas propiedades de colado exigieron concentraciones de sólidos del 61.00, 63.27 y 62.79% en sólidos con aproximadamente 39, 37 y 38 % de agua, correspondientes a las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, respectivamente. Para determinar la estabilidad de las suspensiones se realizó un estudio reológico de las barbotinas, el cual indicó que para valores de viscosidad de 322, 377 y 440.51 Cp se logra la estabilidad para las suspensiones coloidales de las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, respectivamente; estos resultados tuvieron un gran efecto sobre la densificación de las piezas en verde.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Avgustinik, A.I. Cerámica. Versión en español, 2da edición. Editorial.
- [2]. Cano Hencker, A. Materiales Dieléctricos Y Aislantes. Primera Parte. Boletín Técnico Gamma. No 40, 2005.
- [3]. Buchanan, 2004.
- [4]. GIPPINI, Enrique. Pastas Cerámicas. Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979.
- [5]. Norton, F.H. "Cerámica fina, tecnología y aplicaciones" Ed. Omega, pp 500-550. Barcelona, 1988.
- [6]. Muñoz J, Muñoz R, Mancilla P, Rodríguez, J. "Estudio del procesamiento cerámico de las arcillas de la vereda La Codicia (Guapi-Colombia) para potencializar su uso en la elaboración de piezas cerámicas". Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia. N° 42, pp 68-78. Medellín, 2007.
- [7]. Moreno, R. Requena, J. "Introducción al colage de cinta". Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. N° 31, pp. 99-108. Madrid, 1992.
- [8]. Morelli, M. "Colado". Memorias Centro de ciencias exactas y de tecnología. Departamento de Ingeniería de Materiales. Universidad de Sao Carlos, pp 1-11. Brasil, 2005.
- [9]. Morelli, M. "Secado". Memorias Centro de ciencias exactas y de tecnología. Departamento de Ingeniería de Materiales. Universidad de Sao Carlos, pp 1-11. Brasil, 2005.
- [10]. E. Xavier. Ponencia "Introducción al comportamiento de las pastas cerámicas". Disponible en <http://www.cnplm.org/html/memorias.asp>. Consultado el 3 de octubre de 2006.
- [11]. Morelli, M. "Quema". Memorias Centro de ciencias exactas y de tecnología. Departamento de Ingeniería de Materiales. Universidad de Sao Carlos, pp 1-11. Brasil, 2005.
- [12]. E. Xavier. Ponencia "fabricación de los materiales cerámicos: Secado y Cocción". Disponible en <http://www.cnplm.org/html/memorias.asp>. Consultado el 3 de octubre de 2001.
- [13]. Khalfaoui A., Kacim S., Hajjaji M. Sintering mechanism and ceramic phases of an illitic-chloritic raw clay. Journal of the European Ceramic Society 26. 2006, pp 161–167.
- [14]. G. M. Randall, *Sintering theory and practice*. John Wiley & Sons, Inc. New York. 1996
- [15]. G. Sánchez, R. Askeland. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Editores (México). 3º Edición. 1998.

CAPITULO 5 CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS Y MICROESTRUCTURALES DE LAS PIEZAS CERÁMICAS OBTENIDAS

5.1 INTRODUCCIÓN

Las propiedades finales de un producto cerámico determinan su uso, procesamiento y comercialización. En el caso de la cerámica fina, las porcelanas requieren de ciertas características especiales que incluyen: porosidad mínima, alta resistencia mecánica, excelentes propiedades aislantes, baja reactividad química, elevado punto de fusión y alta estabilidad química. El comportamiento final de cada una de las piezas cerámicas conformadas dependerá, principalmente, de su composición, procesamiento realizado a [las piezas, secado y sinterización](#), razón por la cual es importante mantener el control del proceso durante todas las etapas de producción, tal como se trató de ilustrar en los capítulos anteriores. Finalmente, habiéndose establecido las condiciones óptimas de procesamiento se obtuvieron piezas cerámicas adecuadas, como probetas y crisoles, a las que se les realizaron ensayos para determinar su resistencia mecánica la cual se relaciona con sus características microestructurales..

5.2 PROPIEDADES DE LAS PORCELANAS

La porcelana es un material fabricado a partir de una mezcla de arcillas, caolines y feldespatos, con altas propiedades de trabajabilidad, transformadas al fuego en un composite, cuyo elemento principal es una fase vítrea, la cual embebe otras fases menores y cristalinas como son mullita, y cuarzo residual, y con cierto grado de porosidad cerrada. Las características más relevantes son: color blanco, ausencia de porosidad abierta (interconectada), resistencia mecánica, estabilidad térmica y química, características que están determinadas tanto por la composición de la materia prima como por el proceso tecnológico utilizado para su elaboración. Las variedades principales de porcelana incluyen a la porcelana dura, con alto contenido de fundente y sinterizadas a temperaturas entre 1200°C y 1300°C, la porcelana semivitrificada, sinterizada a temperaturas no menores de 1200°C, y la porcelana electrotécnica utilizada en la fabricación de aisladores de alta tensión como elemento aislante, usado para la protección de conductores, en aparatos electrotécnicos. Además de estas variedades básicas de porcelana, se conocen otras porcelanas especiales de uso técnico y común, productos con un mayor valor agregado frente a las cerámicas tradicionales, y que constituyen un buen potencial en cuanto al uso de materias primas naturales abundantes y de bajo costo [1].

5.2.1 Porcelana dura

La masa de la denominada porcelana dura debe estar constituida por cuarzo y feldespato en calidad de fundente, y una fracción arcillosa compuesta de caolín y arcilla plástica; ella es sinterizada en el rango de 1260 y 1320°C [2]. La fórmula molecular de composición racional de material arcilloso es de: ~55% de arcillas y caolines ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2\text{-}2\text{H}_2\text{O}$), ~22.5% de feldespato ($(\text{K}, \text{Na})_2\text{O-}3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}6\text{SiO}_2$) y ~22.5% de cuarzo (SiO_2). Las principales características mecánicas de este tipo de porcelanas se indican en la tabla 5.1. Las porcelanas de este tipo se destacan, además, por su color blanco y son utilizadas en la producción de materiales con resistencia a temperaturas directas de hasta 1200°C. Por otro lado, la alta estabilidad química de la porcelana dura frente a todos los ácidos (excepto el fluorhídrico y fosfórico) y a las soluciones alcalinas, determina su

amplia utilización en la industria química y en el laboratorio [1].

Tabla 5.1. Principales características mecánicas de la porcelana dura [1].

CARACTERÍSTICAS	SIN ESMALTAR	ESMALTADA
Absorción	0,5 %	0 %
Densidad g/cm ³	2,40 hasta 2,62	
Resistencia a la flexión (Kgf/cm ²)	600-800	800-1050
Resistencia a la compresión (Kgf/cm ²)	4000-5000	4000-6000

5.2.2. Porcelana semivitrificada

También llamada porcelana de baja temperatura o “vitries china”, se elabora con los mismos compuestos que la porcelana dura pero presenta una absorción de agua entre 0.5 y 5 %; la porcelana semivitrificada se sinteriza en un rango de temperatura entre 1230 y 1280 °C. Son utilizadas, principalmente, en productos de uso doméstico y su temperatura de uso se limita a **temperaturas inferiores** a 900°C; sus principales características se indican en la tabla 5.2.

Tabla 5.2. Principales características mecánicas de la porcelana semivitrificada [1].

CARACTERÍSTICAS	SIN ESMALTAR	ESMALTADA
Absorción	0,5 - 5 %	
Densidad g/cm ³	2,40 hasta 2,62	
Resistencia a la flexión (Kgf/cm ²)	600	600-700
Resistencia a la compresión (Kgf/cm ²)	1300-2500	

5.2.3. Cerámica eléctrica

Las formulaciones para la porcelana eléctrica contienen, típicamente, 20-35% de caolín, 15-30% de arcillas plásticas, 20-30% de sílice y 25-35% de fundentes, principalmente

feldespato. Las principales características de esta clase de porcelana se indican en la tabla 5.3. Dentro de estas características se **incluye una porosidad abierta nula, muy baja porosidad cerrada, alta resistencia mecánica, excelentes propiedades aislantes, químicamente inerte, elevado punto de fusión y alta estabilidad** [1].

El criterio principal que determina la selección de las materias primas y su formulación exacta son la resistencia eléctrica o conductividad y las propiedades dieléctricas. Los productos conformados con porcelana eléctrica incluyen: partes de tubos electrónicos al vacío, selladores de cerámica-metal, aislantes de bujías y aislantes de alto voltaje para líneas de transmisión, entre otros. La cerámica para porcelana eléctrica no debe combarse durante el quemado y debe ser completamente vítrea para resistir las altas temperaturas, hasta 1180°C. El feldespato es agregado como fuente de alúmina para incrementar la resistencia mecánica del cuerpo, elevar la resistencia dieléctrica y térmica, **incrementar la resistencia química y abrasiva**. Se utiliza el feldespato potásico de alta calidad ya que su alto contenido de álcalis asegura que el producto final sea muy vítreo. Asimismo, si el contenido de sodio es muy elevado, tiene un efecto negativo sobre las propiedades eléctricas de la porcelana

Tabla 5.3. Principales características mecánicas de la porcelana eléctrica [2].

CARACTERÍSTICAS	PORCELANA DE BAJA TENSIÓN	PORCELANA DE ALTA TENSIÓN
%Absorción	0.5-2.0	0.0
Densidad g/cm ³	2.2-2.4	2.3-2.5
Resistencia a la flexión (Kgf/cm ²)	600	700
Resistencia a la compresión (Kgf/cm ²)	4000	6500
Constante dieléctrica	5.5-7.0	6.0-7.0
Tan δ	0.005	0.003
Resistividad (Ω .cm)	10 ¹⁰	10 ¹³

5.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

La caracterización microestructural de las piezas sinterizadas se realizó mediante el uso de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB), técnicas que permitieron observar la microestructura que adquieren las piezas frente a variables como

presión de conformado, viscosidad de la barbotina y temperatura de sinterización. Datos importantes de esta información están relacionadas con la presencia de impurezas y defectos en las muestras de las diferentes mezclas, obtenidas por medio de los dos métodos de conformado.

5.3.1. Microscopía Óptica.

El microscopio óptico es un instrumento que permite estudiar objetos que por su tamaño pequeño no pueden ser observados a simple vista; la microscopía óptica es una técnica que puede ser utilizada para conocer detalles microestructurales de muestras que pueden ser biológicas o minerales [6].

En el presente trabajo se utilizó la microscopía óptica para determinar los principales defectos, y otras particularidades, de las muestras conformadas utilizando los dos [métodos de procesamiento](#) propuestos (prensado uniaxial y conformado en molde) para cada una de las mezclas. El estudio de microscopía óptica se realizó en la Unidad de Microscopía Electrónica de la Universidad del Cauca, empleando el microscopio óptico Nikon SM 2T, figura 5.1, con una cámara CCD marca JVC TKa 1380, acoplada a él; para la adquisición, almacenamiento y procesamiento de la imagen se realizó a través del software LEICA Modelo Q 500 IW.



Figura 5.1. Microscopio óptico Nikon SM 2T con una cámara CCD acoplada utilizado para observar las piezas conformadas en este trabajo, (Unidad de Microscopía Electrónica-

Universidad del Cauca).

Utilizando el microscopio óptico se pudo observar la presencia de impurezas y defectos en las superficies de las muestras estudiadas. Un primer estudio se realizó a las probetas en “verde”, prensadas más no sinterizadas, conformadas por el método de prensado uniaxial, el cual permitió tener un control previo de la calidad de los productos, al finalizar la sinterización, detectando la presencia de inclusiones y fisuras. En las piezas obtenidas utilizando la mezcla PD se observaron grietas ocasionadas por el troquel utilizado, figura 5.2(a), efecto que fue disminuido adicionándole un poco de agua a la pasta. En el caso de las mezclas para porcelana eléctrica, figura 5.2 (b), se observó un desplazamiento laminar de las piezas, debido a un mal desmolde de las mismas al ser extraídas del troquel utilizado para su conformación. En las piezas de la mezcla PS, por estar constituidas de arcillas con granulometría gruesa, se presentaron defectos de “desborde” el cual fue corregido **añadiendo la plasticidad de la mezcla**, figura 5.2 (c).

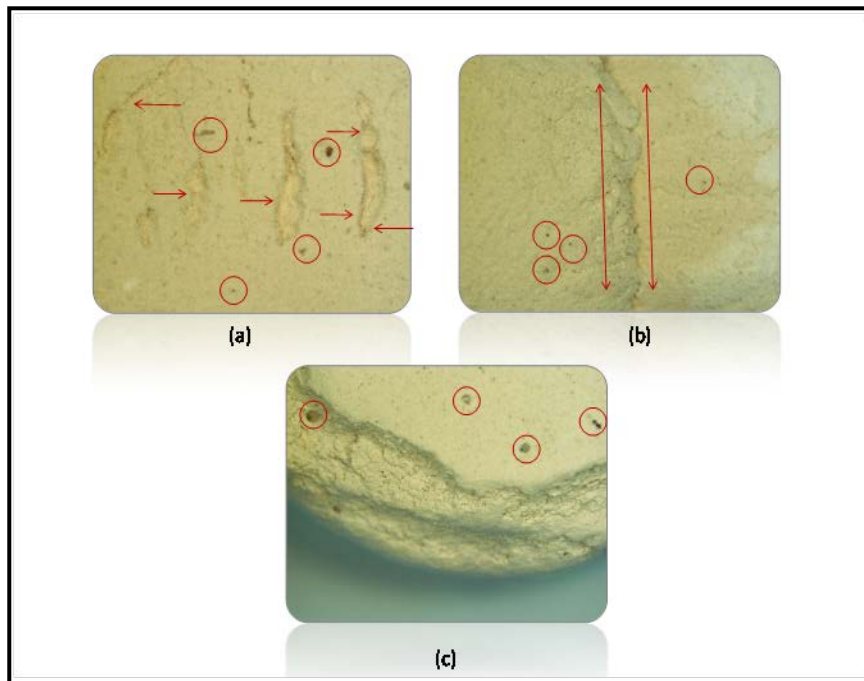


Figura 5.2. Defectos que presentan las piezas en “verde” conformadas por el método de prensado uniaxial, utilizando mezclas “dosificadas” para: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

Los defectos más observados en las fotografías tomadas para cada una de las piezas conformadas por el método de prensado, figura 5.2, fueron inclusiones, piedras, así como

los defectos originados por la presión utilizada durante el conformado de las piezas. Otro proceso que influyó en las características microestructurales del producto fue el mezclado de las arcillas, la cual originó el desborde de las pastas; estos efectos se corrigieron aumentando la plasticidad de las mezclas, la presión de conformado y un manejo adecuado de las muestras en el laboratorio.

Las fotografías de las piezas sinterizadas correspondientes a las muestras en verde anteriores (figura 5.3), muestran algunos defectos tales como manchas negras, ocasionados por la presencia de óxidos de hierro, para las tres composiciones: porcelana dura, figura 5.3(a), porcelana eléctrica, figura 5.3(b) y porcelana semivitrificada, figura 5.3(c).

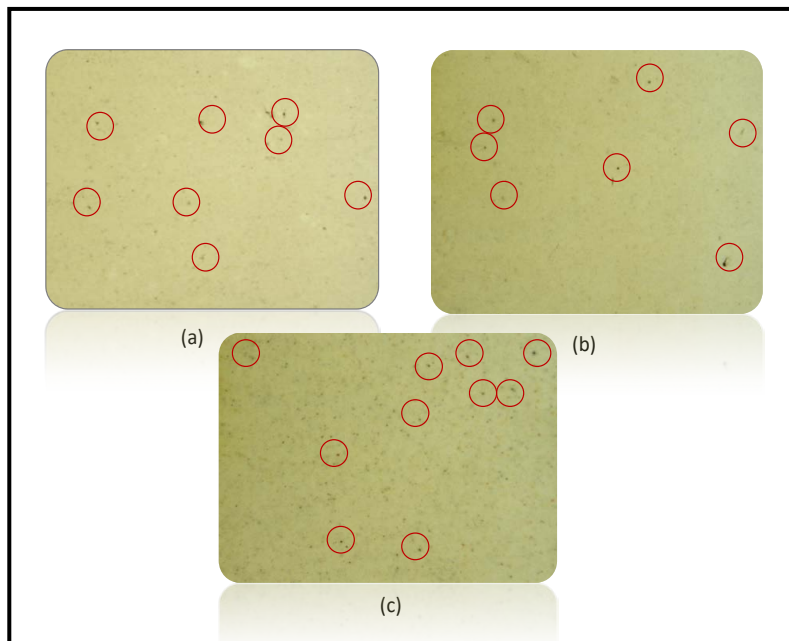


Figura 5.3. Defectos presentes en piezas sinterizadas conformadas por el método de prensado uniaxial, utilizando mezclas “dosificadas” para: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

En el caso de las piezas en “verde” conformadas por el método de colado en molde (“slip casting”), las fotografías permiten apreciar la influencia de la viscosidad en la formación de grietas y/o fisuras en las paredes de la pieza y que se formaron al estar en contacto con el molde de yeso (figura 5.4).

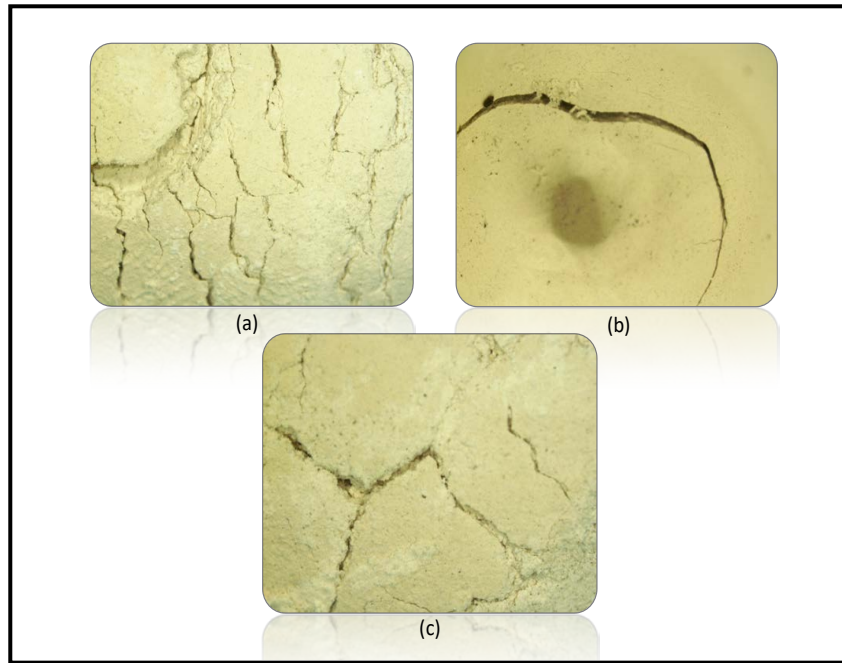


Figura 5.4. Grietas generadas en la suspensión de las piezas a causa de los espesores ocasionados por una alta viscosidad de la barbotina, durante el conformado en molde, utilizando mezclas “dosificadas” para: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

Además se utilizó el microscopio óptico para analizar la superficie de las piezas conformadas por colado en molde y sinterizadas a 1280°C. Las fotografías de las figuras 5.5(a), porcelana dura, y figura 5.5 (b), porcelana eléctrica, se observan superficies con textura lisa, destacándose la presencia de manchas negras que pueden ser ocasionadas por óxidos de hierro. La figura 5.5(c), porcelana semivitrificada, a diferencia de las otras muestras, no presentó defectos superficiales evidentes, sin embargo en esta muestras se encontraron pequeñas manchas rojas que se deben, posiblemente al óxido de hierro.

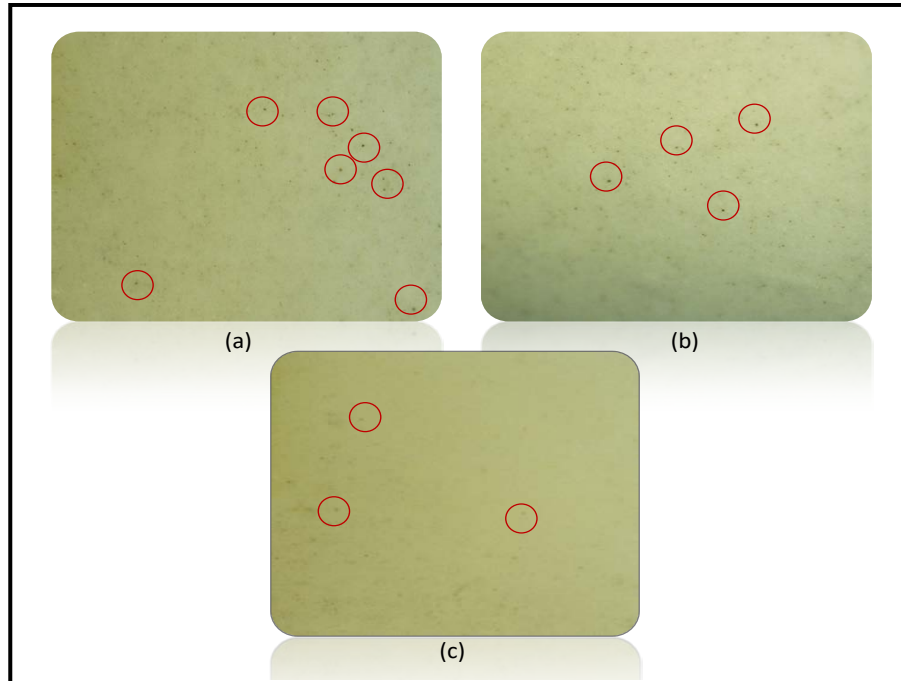


Figura 5.5. Fotografías obtenidas de la superficie de las muestras utilizando microscopía óptica y que corresponden a las mezclas “dosificadas”, sinterizadas a 1280°C, considerando su funcionalidad para: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

Por otra parte, se utilizó la microscopía óptica para determinar la presencia de defectos a nivel interno en las mezclas “dosificadas”, conformadas por el método de prensado uniaxial y sinterizadas a 1280°C. Para ello se tomaron fotografías tomadas a la superficie fracturada de las muestras, fractura “fresca” (figura 5.6). En ellas se observa la presencia de fisuras generadas, posiblemente, por la presión utilizada en el proceso de conformado. Se puede concluir de este estudio que la presión óptima utilizada para el prensado de la mezcla tiene un gran efecto sobre la microestructura, principalmente los defectos, que presentan las muestras sinterizadas.

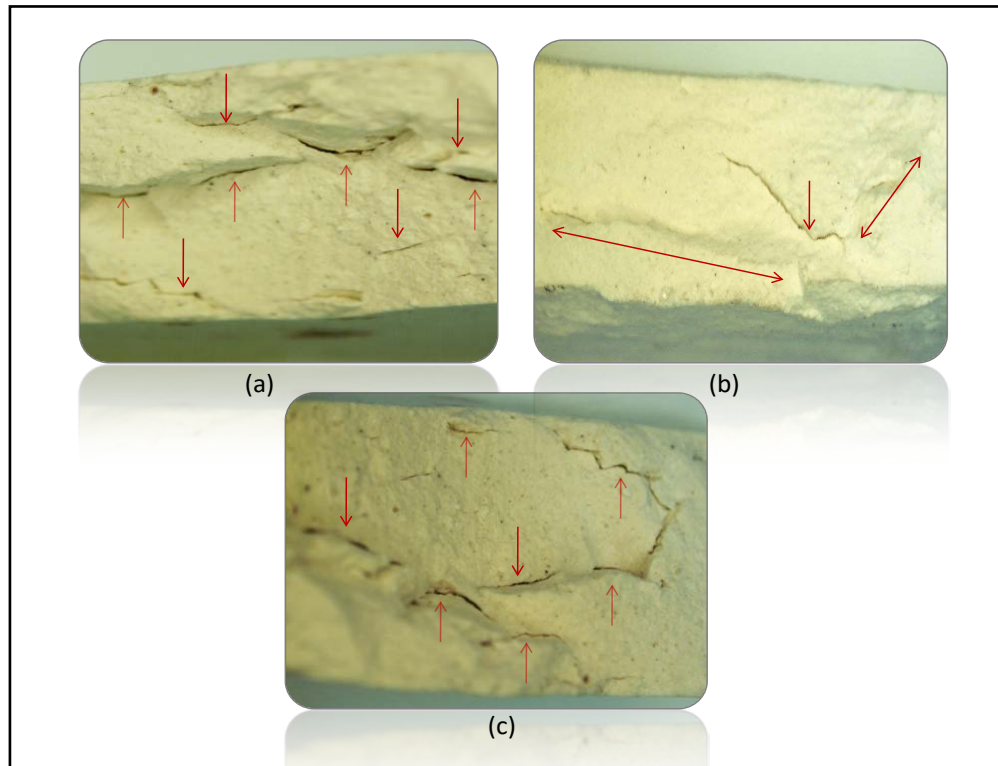


Figura 5.6. Fotografías obtenidas con microscopía óptica de la superficie fracturada de las piezas sinterizadas a 1280°C, conformadas a partir de mezclas “dosificadas” considerando su uso como: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

Un análisis similar se les realizó a muestras obtenidas utilizando el método de conformado en molde, figura 5.7. Las fotografías de la superficie fracturada, “fresca”, muestran pequeños defectos debido, posiblemente a la formación de pequeños cristales de hierro, sin embargo no se presentaron fisuras, lo que está de acuerdo con los altos valores de densificación obtenidos para estas piezas (capítulo 4).

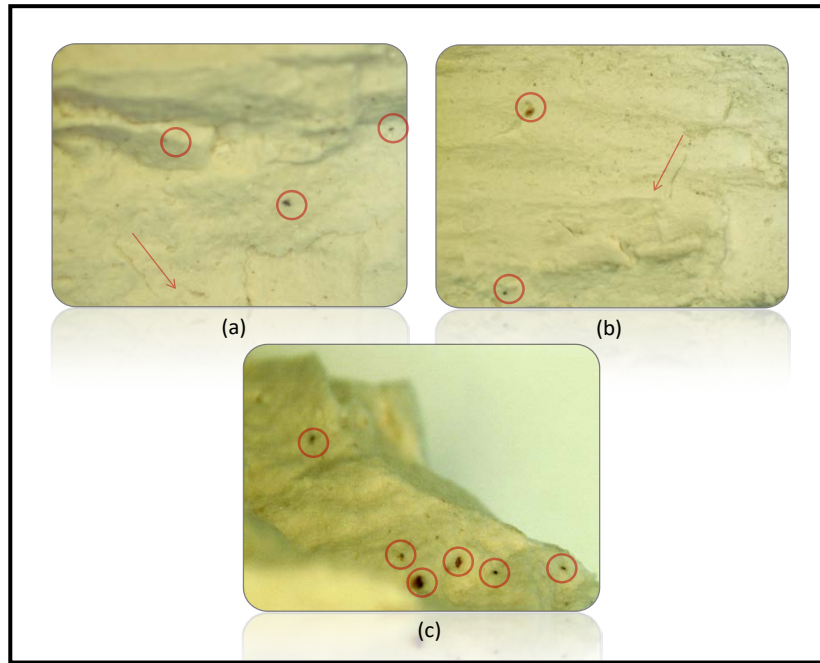


Figura 5.7. Fotografías obtenidas con microscopía óptica de la superficie fracturada de las muestras tratadas térmicamente a 1280 ° C y correspondientes a mezclas “dosificadas” considerando su uso como: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

5.3.2. Microscopia electrónica de barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido (SEM o *Scanning Electron Microscopy*) es un instrumento que permite la observación y caracterización “superficial” de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. Utilizando el haz de electrónico que se produce en el sistema se pueden obtener distintos tipos de señales que se generan por la interacción entre el haz y el sólido y que se utiliza para examinar las muestras. Se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales utilizando, además, los diferentes métodos del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas que actualmente existen.

En esta técnica, un haz de electrones es enfocado, utilizando lentes magnéticas, sobre la superficie de la muestra en estudio. El haz está compuesto de electrones primarios los cuales poseen una energía alta comparada con la energía de los electrones que se encuentran enlazados al núcleo de la muestra. Una disipación de energía de los

electrones primarios sobre la muestra, ocasiona que los electrones de los átomos se exciten generando electrones secundarios. Los electrones secundarios se recombinan con los iones de la superficie de la muestra liberando fotones que son la base para la formación de la imagen en el MEB. Esta técnica permite complementar el estudio realizado utilizando microscopía óptica y por lo tanto es muy usada para estudiar la textura, la topografía y los rasgos superficiales e internos de las muestras [7]. Un estudio adicional que se puede realizar utilizando este tipo de microscopios, es un análisis químico cuantitativo de los elementos presentes en la muestra. Este estudio se realiza utilizando la microsonda que se adapta a estos equipos [8]. Las principales utilidades del MEB son la alta resolución ($\sim 100 \text{ \AA}$), la gran profundidad de campo que le da apariencia tridimensional a las imágenes y la sencilla preparación de las muestras.

La caracterización microestructural que se le efectuó a las piezas conformadas por los dos métodos propuestos (prensado uniaxial y conformado en molde), utilizando MEB, permitió obtener una mayor información del efecto del procesamiento cerámico sobre las características microestructurales de la pieza final. Este estudio se realizó utilizando el microscopio de barrido del Laboratorio de microscopia electrónica de la Universidad Nacional sede Medellín-Antioquia. Para la preparación de la muestra, estas fueron electrodadas utilizando un sistema para obtener recubrimientos de oro por «Sputtering», SCD005, y un dispositivo de evaporación (figura 5.8).

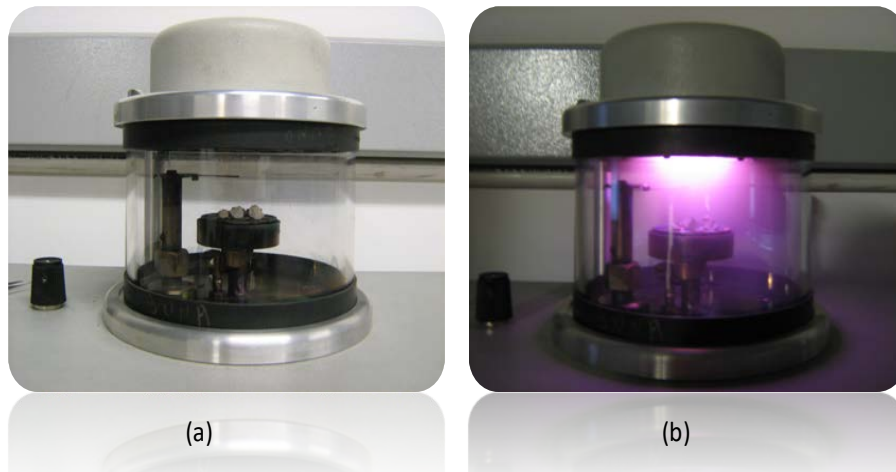


Figura 5.8. Fotografía del «Sputtering» SCD005, antes de electrodar la muestra (a) y durante la disposición del recubrimiento con oro (b).

El microscopio electrónica de barrido utilizado fue el JEOL 5910LV SEM, figura 5.9, que permitió observar la superficie fracturada “fresca” que se le practicó a las muestras, permitiendo determinar las características microestructurales de las mismas. Por otro lado, haciendo uso de la microsonda EDS, que **posee el equipo**, se realizó el análisis químico de la superficie, concretamente de algunas zonas de las muestras, para examinar la distribución de algunos elementos presentes en la composición de **estas**, tales **como** hierro, aluminio, silicio y potasio.



Figura 5.9. Fotografía del equipo JEOL 5910LV SEM utilizado para la caracterización microestructural de las piezas conformadas durante el desarrollo del trabajo

El uso de la técnica de microscopia electrónica de barrido permitió observar la superficie de la fractura fresca que se le **practicó** a las muestras obtenidas tanto por conformado uniaxial como por colado en molde. Las fotografías tomadas de la microestructura de las mismas, figura 5.10, permitieron, además, apreciar el grado de densificación de las piezas tratadas a la temperatura óptima de sinterización que fue determinada con base en las curvas de densificación de la sección 4.5.

En las figuras 5.10 (a) y (b) se observa la superficie fracturada, en fresco, de una muestra de mezcla “dosificada” a utilizar como porcelana dura, que fue conformada por el método de prensado uniaxial y sinterizada a una temperatura de 1280 °C, durante dos horas y media. **En ella** se observa una superficie no homogénea, con presencia de estructuras

laminares separadas por poros interconectados. En la fotografía de la figura 5.10 (b), magnificación 5000X, se observa una favorable densificación de la muestra PD, aunque son evidentes poros de gran tamaño. A diferencia de la anterior, en la fotografía de la muestra para porcelana eléctrica, figura 5.10 (d), se observa una mejor densificación. Finalmente, las figuras 5.10(e) y 5.10(f) muestran un aumento en la densificación de las piezas para la mezcla de porcelana semivitrificada. Los resultados de la caracterización microestructural, haciendo uso de la técnica de microscopía electrónica de barrido, permite justificar los resultados obtenidos de la resistencia a la compresión de las piezas, en los cuales el mayor valor de resistencia lo presentaron las piezas de la mezcla PS, con una alta densificación presentada por la muestra a la que corresponde la figura 5.10(f).

A diferencia de las piezas obtenidas por el método de prensado uniaxial, los crisoles conformados por el método de colado en molde presentaron una mayor densificación, como lo muestra la figura 5.11, lo que permitiría garantizar los requerimientos de porosidad mínima para las porcelanas. Las muestras caracterizadas fueron las que se sometieron a una temperatura de sinterización de 1280°C durante dos horas y media.

Las figuras 5.11(a) y 5.11(c), ponen en evidencia la densificación alcanzada por las muestra de porcelana dura y semivitrificada; en estas fotografía se observa una adecuada homogeneidad en la estructura, en las cuales existen zonas con mayor densificación, sin presencia de poros. Estos resultados eran de esperar dados los altos valores de densidad obtenidos para estas muestras, los cuales se referencian en la sección 4.5.

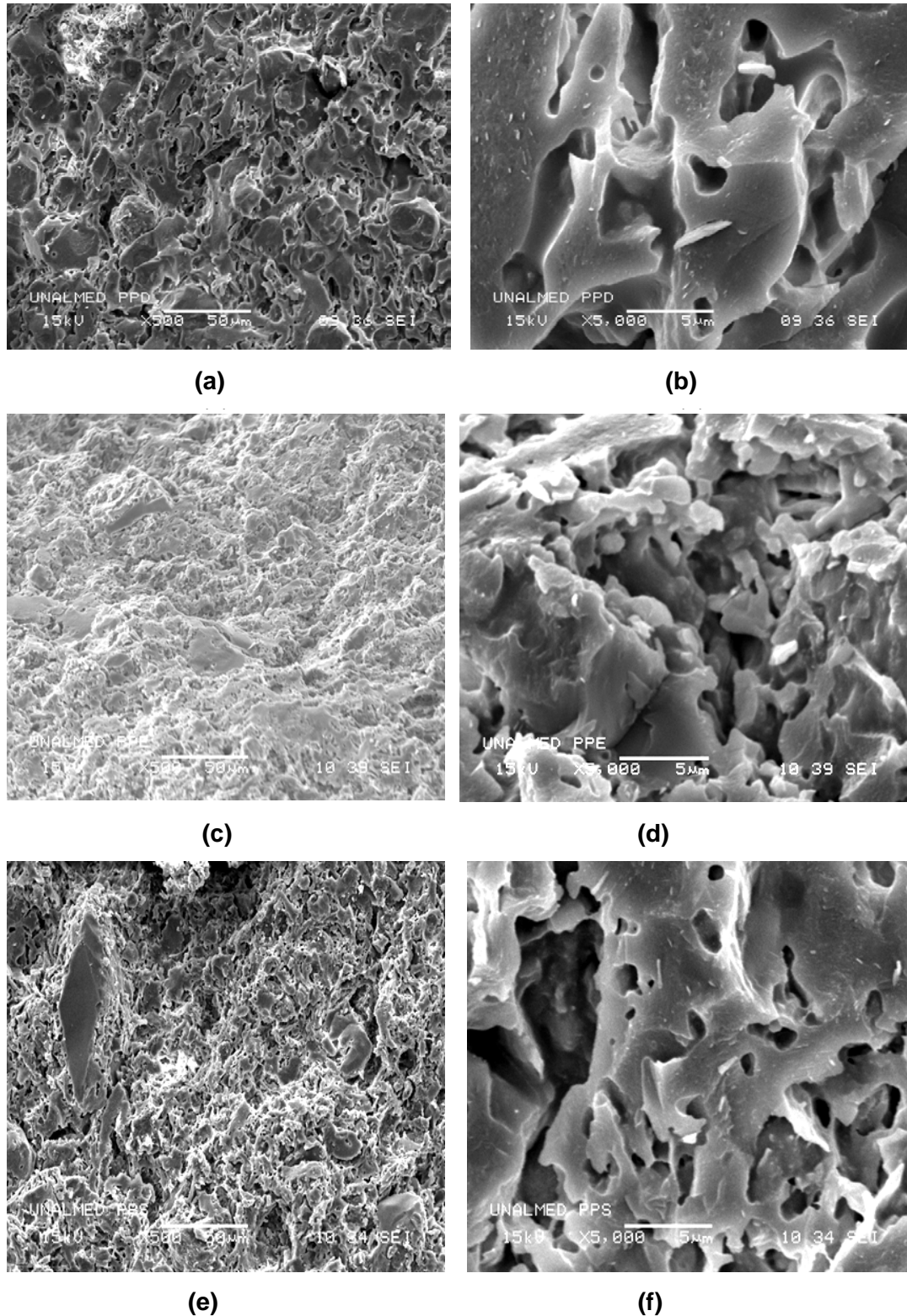


Figura 5.10. Fotografías obtenidas con MEB de la superficie fracturada, fresca, de piezas conformadas con el método de prensado uniaxial, tratadas térmicamente a 1280°C, correspondientes a: (a) mezcla de porcelana dura (PD)-500X, (b) PD-5000X, (c) porcelana eléctrica (PE)-500X, (d) PE- 5000X, (e) porcelana semivitrificada PS-500X y (f) PS-5000X

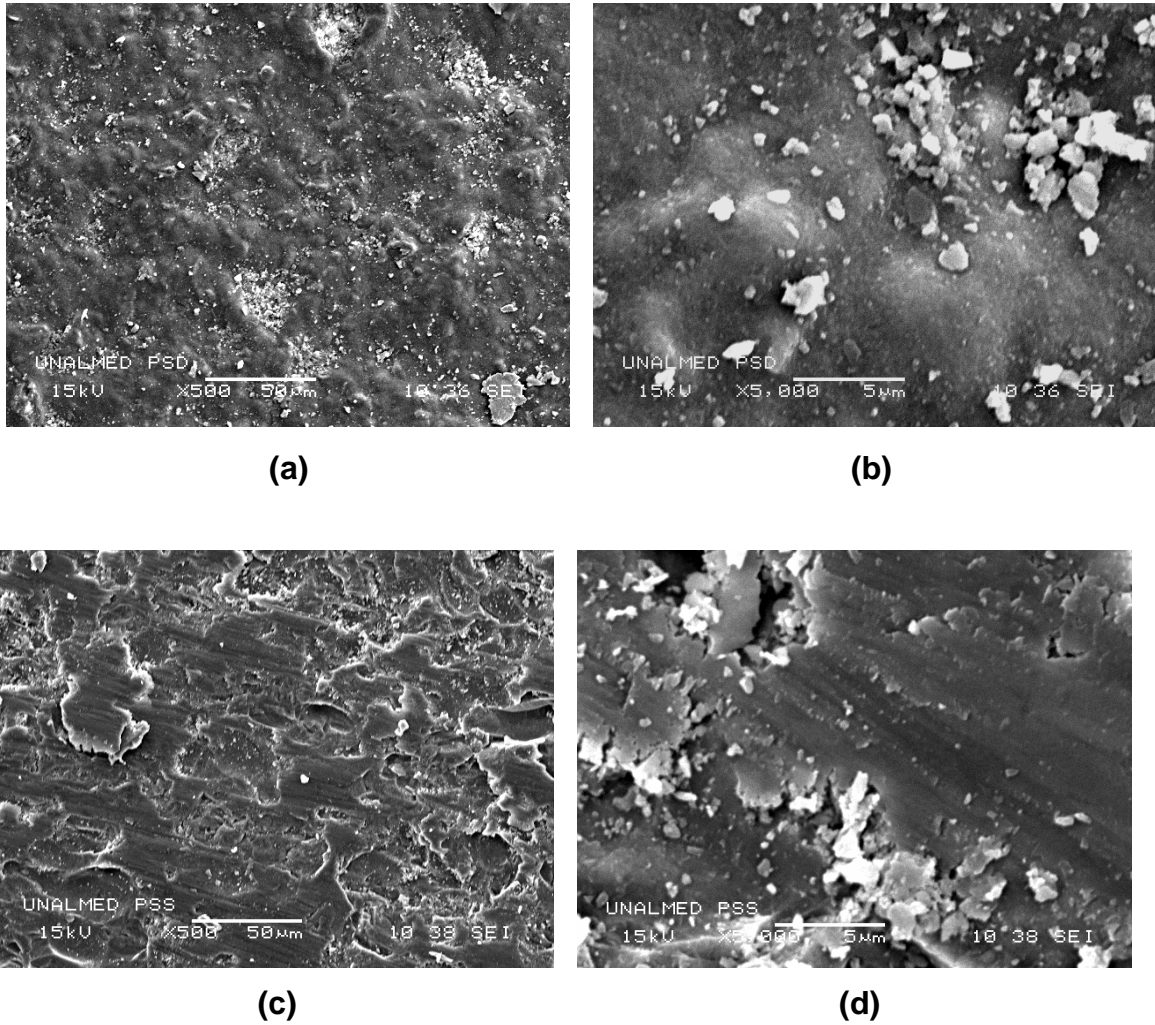


Figura 5.11. Fotografías obtenidas con MEB de la superficie fracturada, fresca, de piezas conformadas con el método de conformado en molde, tratadas térmicamente a 1280°C, y que corresponden a: (a) mezcla de porcelana dura (PD)-500X, (b) PD-5000X, (c) porcelana semivitrificada (PS)-500X y, (d) PS-5000X

Además de la observación de la microestructura de las piezas utilizando MEB, se realizó un análisis químico a cada una de las muestras obtenidas con los dos métodos de conformado utilizados en este trabajo. Este estudio dio información sobre la composición de las muestras, ya que permitió observar la distribución de los elementos principales que componen las mezclas después de sinterizar las piezas. Las fotografías del mapeo elemental, de las muestras estudiadas, se presentan en las figuras 5.12 y 5.13.

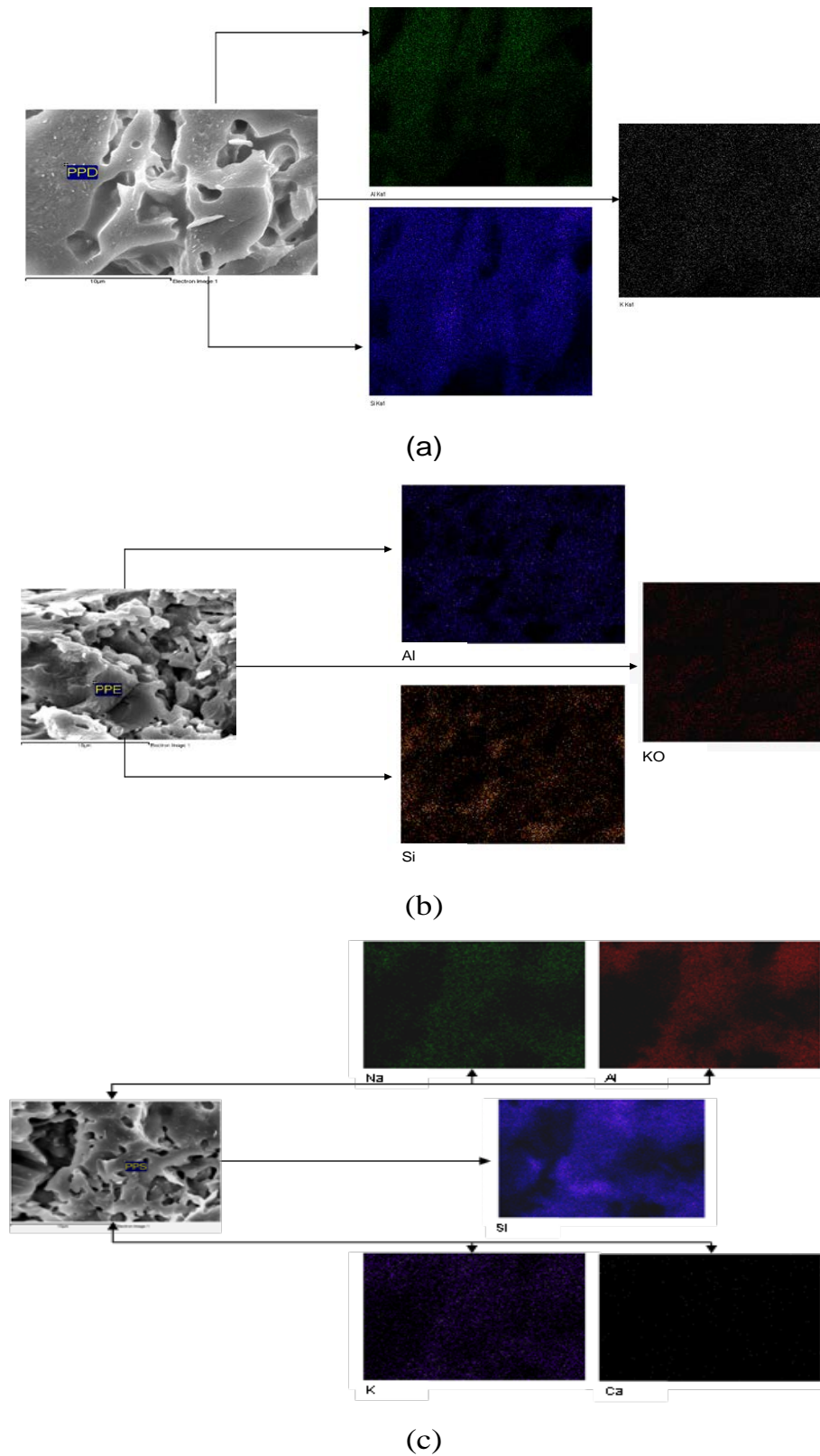


Fig.5.12. Análisis químico, mapeo elemental correspondiente a las muestras obtenidas por prensado uniaxial: (a) PD (b) PE y (c) PS. Se utilizó la técnica EDS y se puso atención a la distribución de Si, Al, Ca y K.

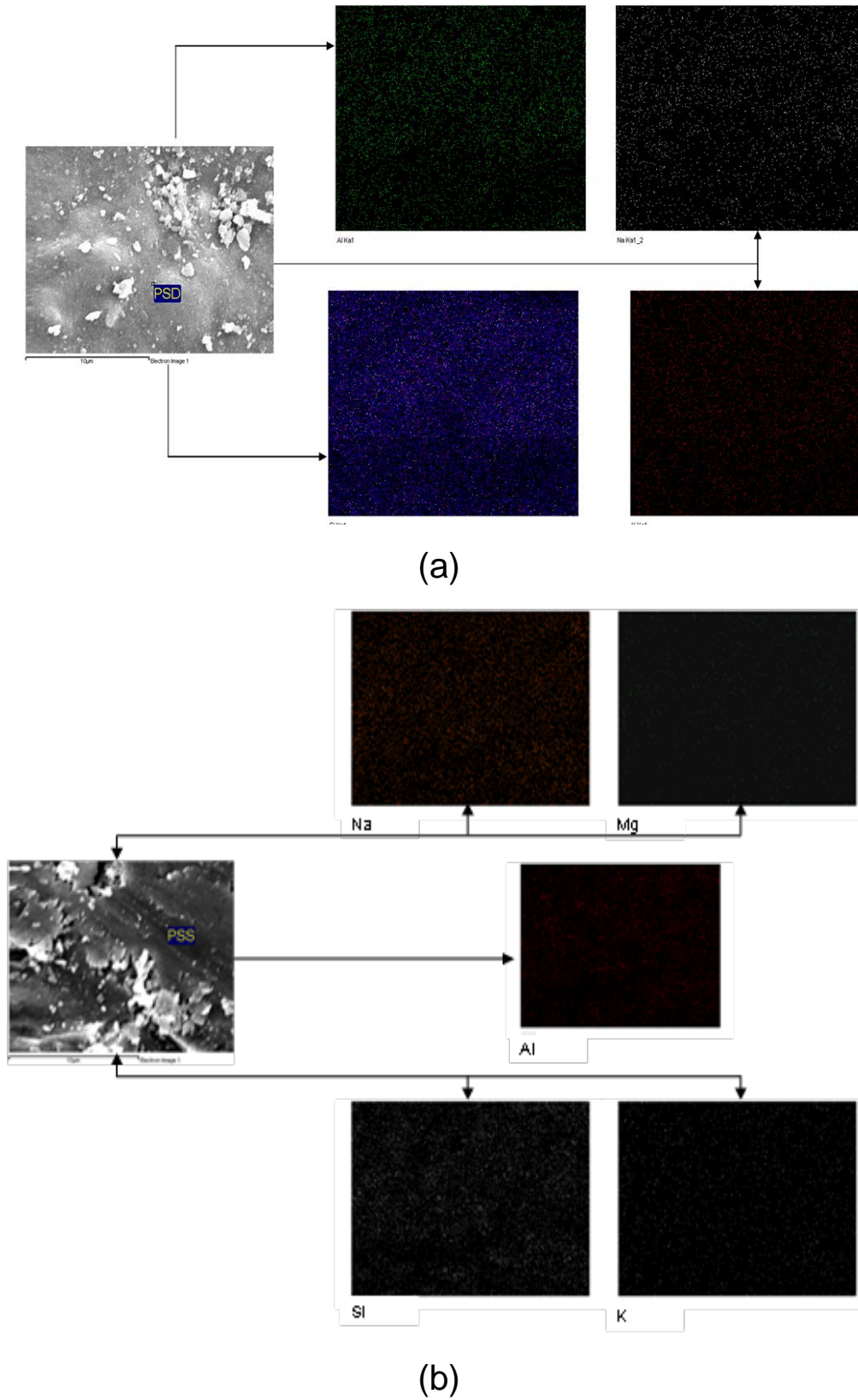
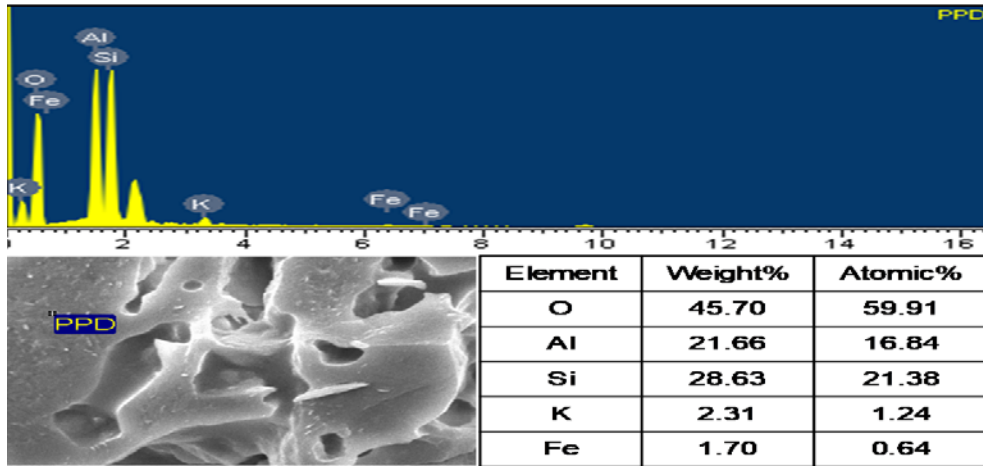


Fig.5.13. Análisis químico (EDS), mapeo elemental de las muestras obtenidas por el método de colado: (a) PD y (b) PS.

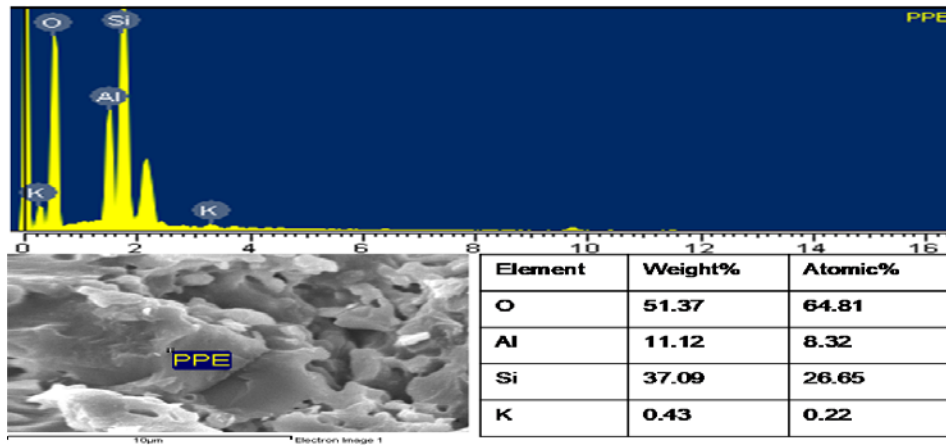
Para las muestras conformadas por el método de prensado uniaxial, el análisis químico realizado a las piezas, figura 5.12, indica la presencia de elementos como aluminio, silicio, potasio y sodio en algunas, lo que reafirma la composición mineralógica de cada una de las mezclas obtenidas utilizando FRX y DRX (sección 4.2). Las figuras 5.12 (a) y (b) muestran que para la mezcla a utilizar como porcelana dura y eléctrica, respectivamente, los elementos presentes fueron aluminio, silicio y potasio. En el caso de la porcelana semivitrificada, figura 5.12(c), se hizo evidente, además de los elementos anteriormente mencionados, la presencia de sodio y calcio, elementos que pudieron aportar para [mejorar](#) las propiedades [mecánicas y microestructurales](#) de los productos obtenidos.

Por otra parte, los elementos presentes en las muestras conformadas por el método de conformado en molde (“slip casting”), figuras 5.13 (a) y (b), presentaron una distribución homogénea de los elementos en toda la muestra, hecho que reafirma la buena densificación obtenida para las piezas conformadas por este método.

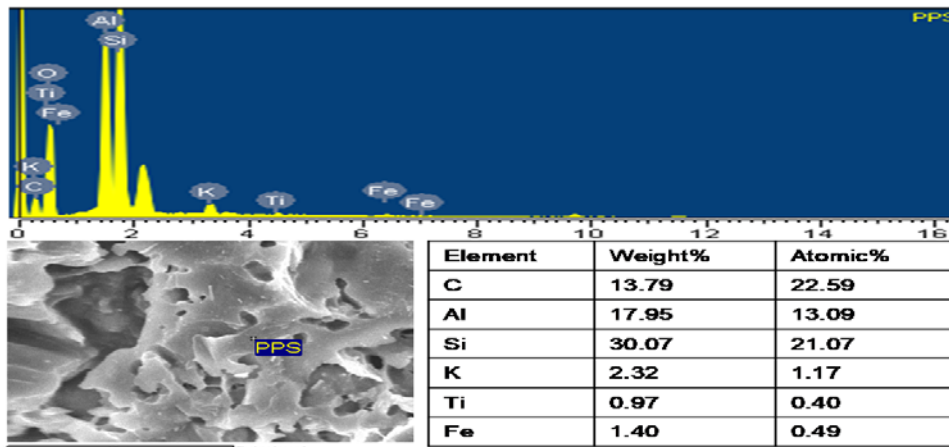
Por otro lado, se realizó un análisis químico puntual de la superficie de las muestras, estudio que dio información acerca de la composición “fina” de las muestras, en ciertas zonas específicas de las mismas. Las figuras 5.14 y 5.15, muestran los resultados de este análisis realizado a piezas conformadas por prensado uniaxial y conformado en molde.



(a)

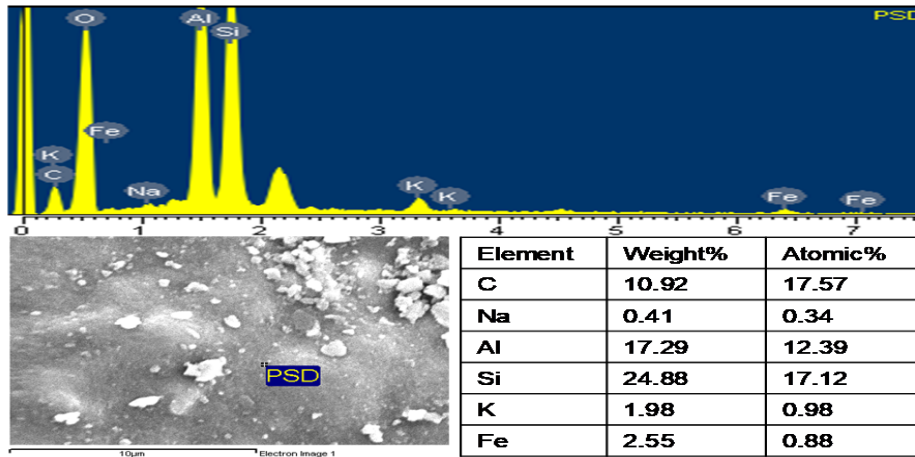


(b)

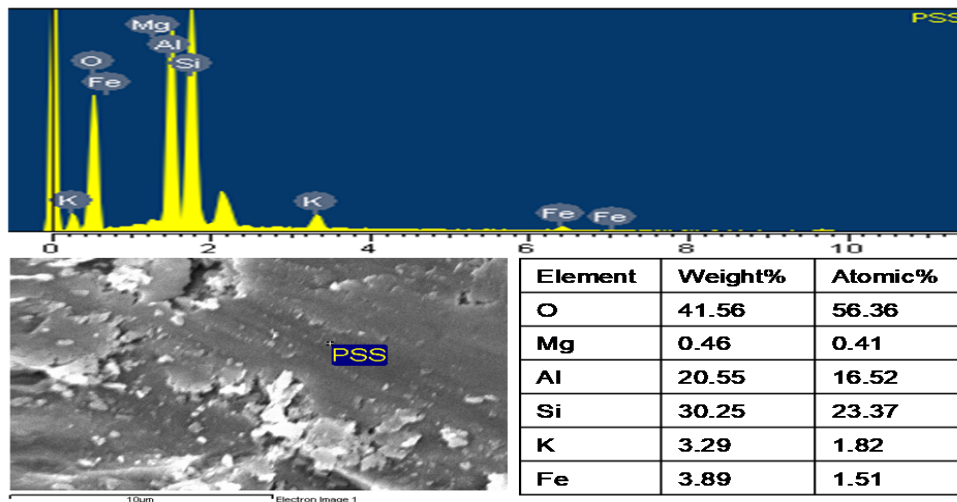


(c)

Fig.5.14. Análisis químico puntual realizado a muestras conformadas por prensado uniaxial, sinterizadas a 1280°C y cuya funcionalidad pre-determinada fue para: (a) PD, (b) PE y (c) PS.



(a)



(b)

Fig.5.15. Análisis químico puntual realizado a muestras; conformadas en molde, sinterizadas a 1280°C y cuya funcionalidad pre-determinada fue para:

(a) Porcelana dura (PD) y (b) porcelana semivitrificada (PS).

Las figuras 5.14 y 5.15 muestran altas concentraciones de silicio y aluminio presentes en las composiciones finales de las muestras, lo que podría asegurar adecuadas características mecánicas. La presencia de potasio, dentro de la composición, permite garantizar un comportamiento eléctrico de las piezas debido a su alto poder fundente que puede llevar a una alta densificación de las masas de porcelana. La presencia de hierro en el producto final es necesario controlarla dada la presencia de manchas negras en las piezas, efecto que puede ser controlado mediante la eliminación del hierro en un proceso de “lavado” de las materias primas mediante el beneficiado en húmedo o en seco.

5.4. CARACTERIZACIÓN MÉCANICA

Muchos materiales en sus aplicaciones reales están sujetos a fuerzas o cargas. En tales condiciones es necesario conocer las características mecánicas del material para diseñar el instrumento donde va a usarse de tal forma que los esfuerzos a los que vaya a estar sometido no sean excesivos y el material no se fracture. El comportamiento mecánico de un material considera la relación entre su respuesta, deformación, frente a la aplicación de una fuerza o carga aplicada. Por este motivo se estudió el comportamiento de las piezas obtenidas para cada una de las composiciones (porcelana dura, eléctrica y semivitrificada), resultados que permitieron definir los posibles usos que se les pueden dar a estos productos [3]. Los ensayos mecánicos se realizaron en el Laboratorio de Suelos de la Escuela de Ingeniería de Antioquia-Medellín/Colombia. Para ello se utilizaron cuatro probetas obtenidas por el método de conformado uniaxial y cuatro utilizando conformado en molde, para cada una de las composiciones estudiadas; las dimensiones de las probetas fueron de 40mm (largo) x 10mm (alto) x 20mm (ancho), aproximadamente, las cuales fueron sinterizadas a temperaturas entre los 1250 y 1300 °C utilizando los resultados más adecuados de los estudios de sinterización descritos en la sección 4.5 del anterior capítulo. Los resultados de los ensayos dieron información sobre la respuesta de las probetas a los esfuerzos mecánicos a que fueron sometidas.

5.4.1. Ensayo de compresión

La resistencia a la compresión se obtiene como respuesta a la acción de un esfuerzo a que está sometido un cuerpo por la aplicación de dos fuerzas opuestas que tienden a disminuir su volumen. Un ensayo de compresión se realiza de forma similar a un ensayo de tracción, es decir, se deforma la probeta aplicándole una carga de compresión que aumenta gradualmente y que se ejerce uniaxialmente a lo largo del eje de la probeta rectangular, tal como se indica en la figura 5.16.

Generalmente, la sección de la probeta es circular pero también se utilizan probetas de sección rectangular. Al aplicar la fuerza de compresión a la probeta, esta se contraerá a lo largo de la dirección de la fuerza y el esfuerzo de compresión se calcula mediante la ecuación 5.1 [3]:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad 5.1$$

Siendo σ la tensión nominal cuyas unidades son libras fuerza por pulgada cuadrada (lbf / pulg²) o bien megapascuales (MPa = 106 N /m²), F la carga instantánea aplicada perpendicularmente a la sección de la probeta, dada en unidades de newtons (N) o libras fuerza (lbf), y A_0 es el área de la sección original antes de aplicar la carga (m² o pulg²).

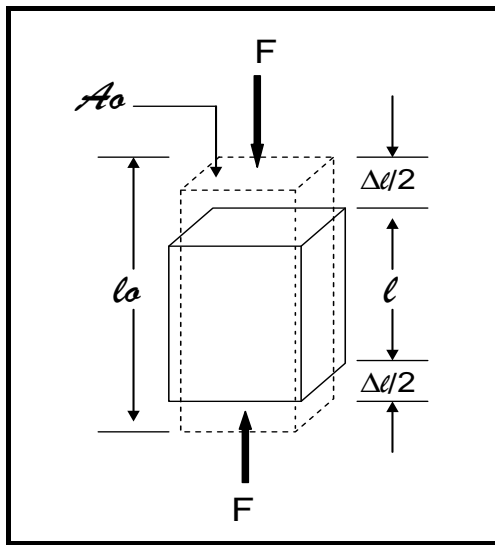


Figura 5.16. Esquema del ensayo de compresión.

El ensayo consistió en aplicarle a la probeta, colocada con su eje longitudinal paralelo a la fuerza aplicada, esfuerzos constantes y crecientes hasta llevar al aplastamiento e inminente rotura de la pieza. Para el desarrollo de este ensayo se utilizó una prensa hidráulica marca FORMEY, modelo FT-40-DR, con un desplazamiento de la carga de 1mm/min. La figura 5.17 muestra la disposición de la probeta para la realización de las pruebas. Se ensayaron cuatro (4) probetas de cada composición, conformadas por vía húmeda, con el fin de obtener un valor promedio de la resistencia a la compresión (RC), parámetro que se calculó utilizando la expresión 5.2 [4]:

$$RC = \frac{Q}{A} \quad 5.2$$

Donde:

Q: Carga Aplicada

A: Área de la probeta



Figura 5.17. Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a compresión

Los resultados obtenidos de este ensayo se [presentan](#) en la tabla 5.4. Estos valores de resistencia a la compresión corresponden a probetas obtenidas por presión de pastas que fueron sinterizadas a 1280 °C, durante dos horas y media.

Tabla 5.4 Resultados de resistencia a la compresión, correspondientes a muestras obtenidas por presión uniaxial y sinterizadas a 1280°C, durante dos horas y media.

MUESTRA	PE (Kgf/cm ²)	PS (Kgf/cm ²)	PD (Kgf/cm ²)
	6556,2	5383,6	4841
	3980,3	6513,4	3278,8
	6724,5	5679,4	4499,3
	5274,9	5361,2	3378,2
RC PROMEDIO (Kgf/cm²)	5634	5734,4	3999,3

Los ensayos de resistencia a la compresión se realizaron con piezas conformadas por prensado uniaxial debido a que la relación de esbeltez, entre la altura y su longitud, era aproximadamente dos, condición necesaria para realizar un ensayo confiable. Este ensayo no se le pudo realizar a las piezas conformadas por conformado en molde, “slip

casting”, debido a que la geometría de las piezas no cumplía con las tres consideraciones requeridas para obtener valores confiables: relación de esbeltez adecuada, y superficies de apoyo horizontal y paralela.

Comparando los resultados de resistencia a la compresión, tabla 5.4, y los datos dados en las tablas 5.1, 5.2 y 5.3, se concluye que el comportamiento mecánico de las piezas se encuentra en el rango establecido para la funcionalidad predeterminada para las mezclas “dosificadas”; el mejor comportamiento de resistencia a la compresión lo presentaron las piezas conformadas para porcelana dura y eléctrica, como se observa en la tabla 5.4, con valores de 5734 y 5634 Kgf/cm²; el menor valor obtenido fue para la mezcla de porcelana semivitrificada, 3999 Kgf/cm². El comportamiento que presentaron las piezas conformadas con cada una de las mezclas “dosificadas”, frente a este ensayo de compresión, se puede justificar considerando la densificación que alcanzaron durante su sinterización y las cuales fueron de ~1.9 gr/cm³ (porcelana dura), 1.8 gr/cm³ (porcelana eléctrica) y 1.6 gr/cm³ para porcelana semivitrificada.

5.4.2. Ensayo de flexión

A muchos materiales frágiles no se les puede efectuar el ensayo de tensión debido a la presencia de defectos superficiales; a menudo con sólo colocar un material frágil en las mordazas de la máquina de tensión éste se rompe. Estos materiales se pueden caracterizar utilizando el ensayo de flexión (Figura 5.18), para lo que se requiere que el material no sobrepase nunca sus tensiones máximas de flexión. Al aplicar la carga en tres puntos del material, causando flexión, actúa una fuerza que provoca tensión sobre la superficie ocasionando que se produzca fractura en el punto medio de la probeta. La resistencia a la flexión, o módulo de ruptura, describe la resistencia del material y está dada por la siguiente expresión [4]:

$$\text{Resistencia a la flexión} = \frac{3FL}{2wh^2} \quad 5.3$$

Donde: F es la carga aplicada, L la distancia entre los dos puntos de apoyo, w el ancho de la probeta y h su altura.

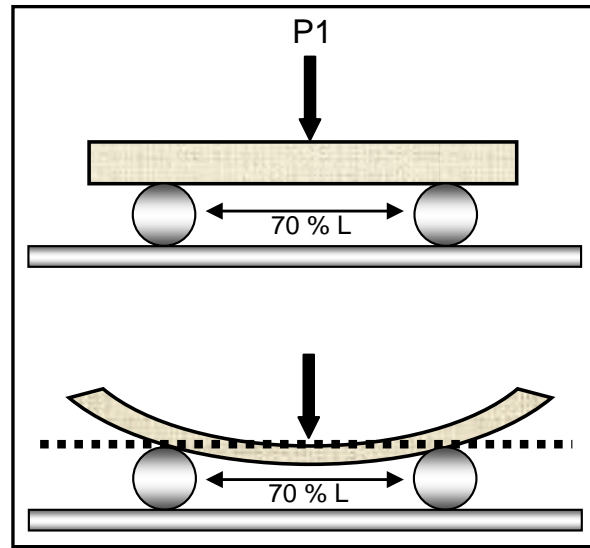


Figura 5.18. Ensayo de flexión utilizado para medir la resistencia de los cerámicos que son materiales frágiles.

El ensayo consiste en someter las probetas, apoyadas libremente sobre sus extremos o dos soportes “vigas” colocados a la misma distancia de los apoyos, a un esfuerzo aplicado en el centro del material; las vigas son las encargadas de soportar la carga aplicada perpendicular a su eje longitudinal. Para realizar el ensayo estas vigas se ubicaron a una distancia equivalente al 20% de la longitud de la probeta, considerando cada extremo; un tercer apoyo se ubicó en la parte superior justo en el centro de la muestra. A continuación se ejerció una fuerza perpendicular que se incrementó hasta producir la rotura de la probeta. Las probetas utilizadas para este ensayo pueden tener forma cilíndrica o rectangular, normalmente, aunque también puede realizarse sobre probetas cuadradas [5].

En este trabajo se sometieron al ensayo de flexión cuatro (4) probetas rectangulares de las mezclas dosificadas para porcelana dura (PD), porcelana eléctrica (PE) y porcelana semivitrificada (PS), obtenidas por los métodos de conformado uniaxial y colado en molde; para ello se utilizó una prensa SOILTEST INC. Modelo U560-A, con un anillo 21408 de 900 divisiones (figura 5.19), a una velocidad de desplazamiento de 1mm/min.



Figura 5.19. Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a la flexión.

El modulo de rotura (MR) para cada una de las piezas se calculó utilizando la siguiente relación [4]:

$$MR = \frac{3Q * d}{2a * (h)^2} \quad 5.4$$

Donde:

Q: Carga aplicada

d: distancia entre apoyos

a: ancho de la probeta

h: altura de la probeta

Debido a que la resistencia que presentan las porcelanas frente a la flexión, este es un parámetro importante para determinar la aplicación de un material, considerando cierta funcionalidad como [cerámica estructural](#), [porcelanas](#) o [cerámica aislante](#), se realizaron ensayos de flexión a muestras obtenidas por el método de prensado uniaxial y conformado en molde (“slip casting”), los resultados obtenidos para el modulo de rotura de las diferentes probetas ensayadas, y que fueron sinterizadas a 1280 °C durante 2:1/2 hora, se indican en las tablas 5.5 y 5.6.

Tabla 5.5. Resultados obtenidos de resistencia a la flexión correspondiente a probetas conformadas por el método de prensado uniaxial y sinterizadas a 1280 °C durante dos horas y media.

MUESTRA	PE	PS	PD
	181,38	271,2	150,64
	180,46	315,5	190,37
	190,30	222,65	132,17
	135,19	198,78	152,83
MR PROMEDIO (kgrf/cm ²)	171,83	252,03	156,59

De los resultados indicados en la tabla 5.5, se puede concluir que el mayor valor del modulo de ruptura (MR) lo presentaron las piezas conformadas con la mezcla para porcelana semivitrificada, 252.03 kgrF/cm²; los menores valores correspondieron a las muestras para porcelana eléctrica y dura: 171.83 y 156.59 kgrF/cm², respectivamente. Estos valores son bajos si comparan con los referentes indicados en las tablas 5.1 a 5.3.

Los datos obtenidos de este ensayo para las piezas conformadas por el método de “slip casting”, tabla 5.6, muestran un aumento en la resistencia mecánica de las piezas para cada una de las mezclas, resultado que se puede justificar debido a la alta densidad alcanzada por las piezas conformadas con mezclas dosificadas para porcelanas dura, eléctrica y semivitrificada, 1.98, 2.9 y 3.1 gr/cm³, respectivamente.

Tabla 5.6. Resultados obtenidos de la resistencia para flexión de las probetas conformadas por el método de conformado en molde (“slip casting”) y sinterizadas a 1280°C durante dos horas y media.

MUESTRA	PE	PS	PD
	753,97	481,21	616,75
	449,92	680,23	549,05
	577,86	360,96	568,89
	-----	566,05	413,34
MR PROMEDIO (kgrf/cm ²)	593,91	522,11	537,01

La tabla 5.6 indica que utilizando el método de slip casting se puede obtener un valor alto del MR (comparar estos datos con los de la tabla 5.5), tal que la mezcla para porcelana eléctrica presento el mayor valor y el menor valor fue para las muestras conformadas para

porcelana dura y semivitrificada con valores de 522.11 y 537.01Kgrf/cm³, respectivamente.

5.4.3. Ensayo de absorción de agua

Los poros pueden ser considerados como un tipo especial de defecto superficial y son considerados como el mayor enemigo de la porcelana; si la porcelana no es densa y homogénea, no es confiable ni eléctrica ni mecánicamente. En el material cerámico los poros pueden estar interconectados o bien cerrados. La porosidad aparente mide los poros interconectados y determina la permeabilidad, es decir, la facilidad con la cual pasan gases y otros fluidos a través del cerámico [7]. Para tener información sobre la evolución de la porosidad en las piezas conformadas durante el desarrollo de este trabajo, se realizó el ensayo de absorción de agua. Para ello las piezas, sinterizadas a diferentes temperaturas, se pesaron antes de ser sumergidas completamente en un recipiente con agua destilada durante 24 horas; finalmente se eliminó el agua secándolas con un paño y se pesaron nuevamente [6]. Con este ensayo se obtuvo información del peso de la muestra más el agua contenida en los poros; la diferencia entre el peso seco y el peso húmedo permite determinar el porcentaje de agua retenida en los poros. Los datos de este ensayo, además, permitieron obtener una grafica del % de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización, para cada una de las muestras obtenidas por las dos vías de conformado (ver figuras 5.20 y 5.21).

El ensayo de absorción permitió obtener información indirecta acerca de la porosidad de las piezas obtenidas por los dos métodos de conformado: prensado uniaxial y conformado en molde (“slip casting”); las figuras 5.20 y 5.21 muestran las gráficas correspondientes a la absorción de agua de las piezas conformadas por los dos métodos tanto para las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada.

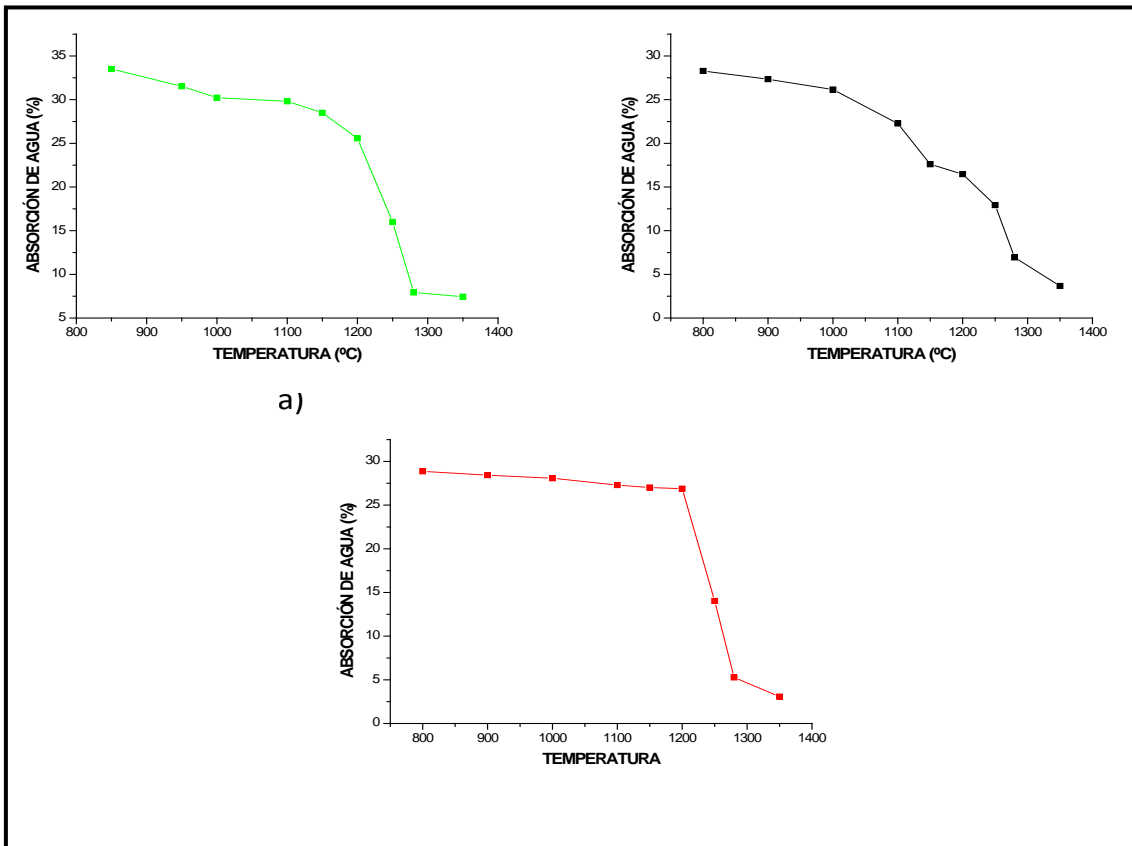


Figura 5.20. Curvas de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización para muestras conformadas por prensado uniaxial para: (a) porcelana dura, (b) porcelana eléctrica y (c) porcelana semivitrificada.

Las curvas de absorción de agua para las piezas conformadas por prensado uniaxial, figura 5.20, indican que para temperaturas inferiores a los 1200°C hay una alta absorción de agua de aproximadamente 35.5, 21.25 y 25,2% para las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, comportamiento que se corresponde con los valores mínimos de densificación que presentaron *cada una de las mezclas en este rango de temperatura*. El comportamiento de las curvas 5.20 *indica* que para temperaturas mayores a 1280°C, en general, la porosidad aparente de las muestras disminuye significativamente hasta alcanzar un valor mínimo de absorción de agua que se mantiene prácticamente constante hasta alcanzar una temperatura de 1350 °C, donde posiblemente los poros se cierran ocasionando una mínima absorción de agua; lo anterior indica que por encima de los 1280°C, aproximadamente, ocurre una buena densificación de las piezas y los porcentajes de absorción de agua obtenidos son compatibles con los requeridos para las

funcionalidades pre-determinadas (tabla 5.1 a 5.3).

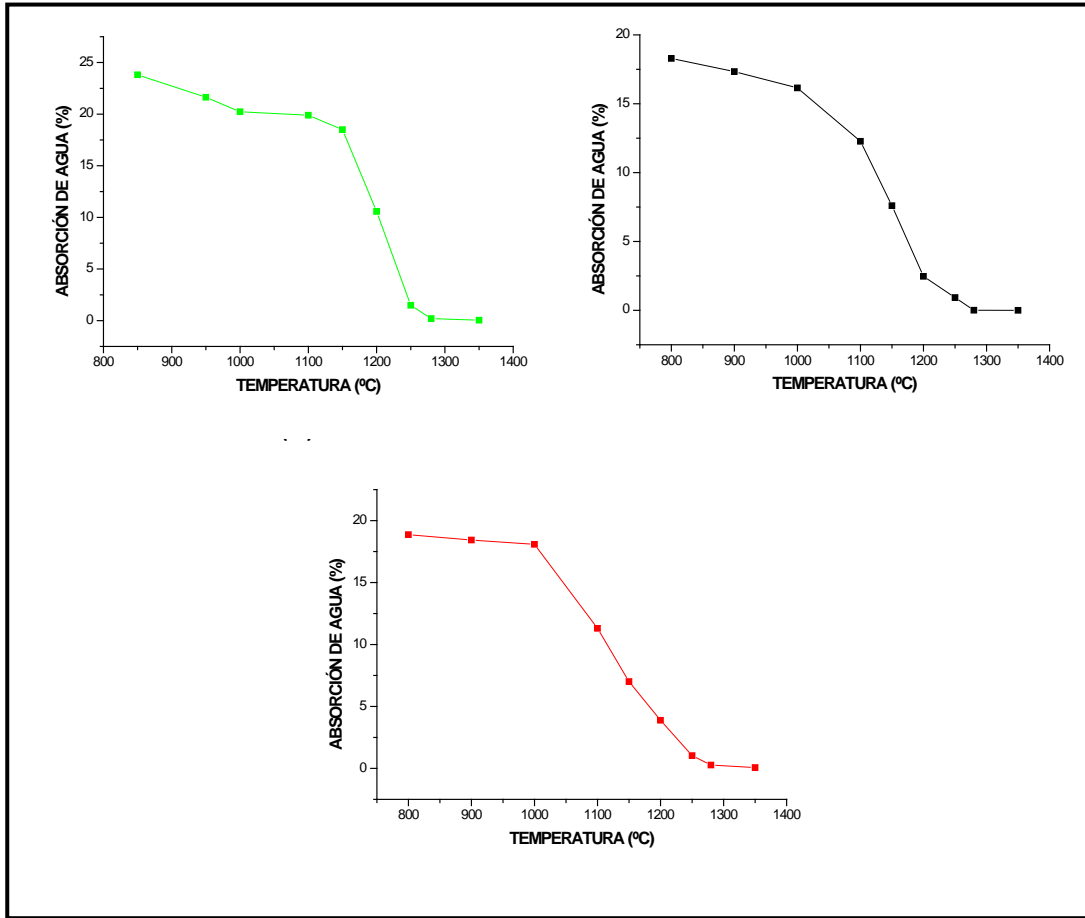


Figura 5.21. Curvas de absorción de agua en función de la temperatura para muestras conformadas por el método de colado en molde (“slip casting”), sinterizadas a diferentes temperaturas durante dos horas y media, para mezclas dosificadas para obtener porcelana: (a) dura, (b) eléctrica y (c) semivitrificada.

Las curvas de absorción de agua, en función de la temperatura de sinterización, para las piezas conformadas por el método de conformado en molde, **figura 5.21, muestran** que a temperaturas inferiores a los 1000°C existe un máximo de absorción de agua de aproximadamente 18, 11.5 y 17.5%, para las mezclas de porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, respectivamente. Estos valores disminuyen significativamente para temperaturas por encima de 1250°C coincidiendo con los valores de mayor densidad que presentaron cada una de las mezclas.

5.5 CONCLUSIONES

Los estudios realizados utilizando el microscopio electrónico de barrido (MEB) mostraron que el método de colado en molde permite una mejor densificación de las piezas, disminución de la porosidad y por lo tanto mejores características del producto final.

Las fotografías tomadas utilizando el microscopio óptico, a las piezas conformadas por los dos métodos, permitieron observar la presencia de manchas negras ocasionadas por la presencia de óxidos de hierro dentro de la composición de la muestra, resultado que fue ratificado con el estudio de análisis químico (EDS), realizado con la microsonda del microscopio electrónico de barrido, el cual indicó la presencia de hierro en todas las muestras.

Los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos (resistencia a la compresión y flexión) realizados a probetas conformadas por el método de prensado uniaxial, y sinterizadas a 1280°C durante dos horas y media, indicaron que la muestra con mejores propiedades mecánicas fue la mezcla “dosificada” para obtener una porcelana semivitrificada; su resistencia a la compresión fue de 5734 Kg/cm² y presentó modulo de rotura de 252Kgf/cm². Sin embargo estas propiedades son inferiores comparadas con las obtenidas mediante el método de conformado en molde para las cuales el modulo de rotura, para la misma mezcla, alcanzó un valor de 593,91 Kg/cm², resultado que evidencia una mejor densificación de estas últimas piezas.

El ensayo de absorción de agua, indicó de manera indirecta la presencia de poros en las piezas. En el caso de las piezas conformadas por el método de prensado uniaxial se observó que la porosidad comienza a disminuir a temperaturas superiores a los 1250 °C, sin embargo estas temperaturas no fueron suficientes para alcanzar una alta densificación de las piezas. Las muestras conformadas por el método de colado mostraron, en cambio, un mejor comportamiento frente a este ensayo debido a que alcanzaron mayores valores de densificación para temperaturas de 1280 °C, que hacen evidente los porcentajes obtenidos de absorción de agua menores al 1%.

Comparando los resultados obtenidos de la resistencia a la flexión, a la compresión y absorción de agua, de las mezclas dosificadas teniendo en cuenta las funcionalidades indicadas, con los valores requeridos para cumplir con los requerimientos exigidos para estas piezas en servicio, se puede concluir que las conformadas por el método de colado son las más adecuadas. Es necesario realizar ensayos específicos, de acuerdo a su funcionalidad, para garantizar su buen funcionamiento.

Como conclusión final de este capítulo, y un resumen de lo mencionado anteriormente, se puede decir que con base en los resultados obtenidos mediante estos ensayos, y comparándolos con los valores dados en las tablas de especificaciones de productos, las piezas sinterizadas utilizando las mezclas “dosificadas” propuestas en el capítulo anterior, para porcelana dura, eléctrica y semivitrificada, se deben conformar utilizando el método de colado en molde (slip casting“), el cual permite la obtención de piezas con alta densidad y buenas propiedades mecánicas.

.+

BIBLIOGRAFIA

- [1]. Avgustinik, A.I. *Cerámica*. Versión en español, 2da edición. Editorial.
- [2]. Cano Hencker, A. *Materiales Dieléctricos Y Aislantes*. Primera Parte. Boletín Técnico Gamma. No 40, 2005.
- [3]. W. Callister. *Ciencia e ingeniería de los materiales. Una introducción*. Vol. 2. University of Utah, Salt Lake City, E.E.U.U. Editorial Reverté. 1996
- [4]. Askeland, D. *Ciencia e ingeniería de los materiales. 3ra edición*. University of Missouri, Rolla, E.E.U.U. International Thompson Editores. 1998
- [5]. A. Khalfaoui, S. Kacim, M. Hajjaji. Sintering mechanism and ceramic phases of an illitic–chloritic raw clay. *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006) 161–167
- [6]. “Descripción del proceso cerámico”. Disponible en <http://www.acercar.org.co/industria/manuales/iceramica/02proceso.pdf>.
- [7]. Zegarra, M. Montesinos S. “APLICACIONES DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (SEM) Y ANALISIS DE FRACTURA DE UNA ALEACIÓN DE Cu – 10 Al”. Universidad del Valle. 2006.
- [8]. Información obtenida de la Unidad de Microscopía Electrónica, Universidad Nacional sede Medellín. Medellín-Colombia.

CAPITULO 6

CARACTERIZACIÓN DEL

SECTOR ARTESANAL DE

LA REGIÓN

6.1 INTRODUCCIÓN

El proyecto denominado “CARACTERIZACIÓN Y PROCESAMIENTO DE ARCILLAS CAOLÍNÍICAS PARA LA OBTENCIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS”, es una propuesta de investigación que abre una oportunidad para el aprovechamiento de los recursos minerales del departamentos del Cauca a favor de comunidades dedicadas al sector alfarero, como una alternativa para diversificar productos que permitan incrementar el valor agregado a estas materias primas y aumentar la posibilidad de empleo en este sector. Es necesario resaltar que de este sector se beneficia principalmente la asociación de alfareros del departamento del Cauca y concretamente la Asociación de Ladrilleros Artesanos de Pueblillo, quienes desde hace un siglo se dedican exclusivamente a la explotación y comercialización del Ladrillo artesanal.

6.2. LA CADENA PRODUCTIVA DE LA CERÀMICA

Las Artesanías de Colombia, con base en el “Estudio Ocupacional del sector artesanal”, estima que 260.000 personas están vinculadas directamente al sector artesanal en calidad de artesanos, y que 1.200.000 están relacionadas con el sector ya sea como artesanos de dedicación temporal o como agentes comerciales, de prestación de servicios de desarrollo y otros aspectos de la actividad artesanal [1]. La cadena productiva de la artesanía cerámica incluye los productos de barro, loza y porcelana, los cuales se caracterizarán en cuanto a la homogeneidad de sus producción, materias primar y usos finales. Sin embargo a diferencia de lo que sucede con el sector cerámico general en donde existe un mayor porcentaje de materias primas importadas [2], el sector artesanal de la cerámica se constituye de la producción manual, no tecnificada de productos menos elaborados, que encuentran en su elaboración artesanal un menor valor agregado que los elaborados por las firmas de producción en cadena.

Dado que el proceso de producción inicia en la explotación y extracción de las materias primas y el uso de insumos del sector minero, la combinación de las materias primas plástica, no plásticas y fundentes, su moldeo y posterior sinterización a temperaturas superiores a los 1200°C; siete eslabones componen la cadena de la cerámica [2]. La grafica 6.1, ilustra los eslabones de la cadena: arcillas plásticas y fundentes, cerámica de arcilla común cocida, porcelana sanitaria, lojería y otras cerámicas, baldosas y azulejos, y porcelana de uso industrial y uso eléctrico. El valor total de la producción en fabrica de la cadena durante 2001 fue multimillonario, 95% del cual estuvo concentrada en la producción de sólo tres eslabones: balosas y azulejos (67%), porcelana sanitaria (18%) y lojería (10%). (Fuente: Encuesta anual Manufacturera (2001)).

Según la encuesta anual manufacturera (2001), con el fin de analizar el nivel de dedicación de las firmas en la producción de los productos contenidos en los eslabones, se construyó el índice de dedicación por establecimiento y por empleo. Para cada eslabón, el índice de dedicación por establecimiento indica què tan especializada es la producción de la familia de productos que lo conforman.

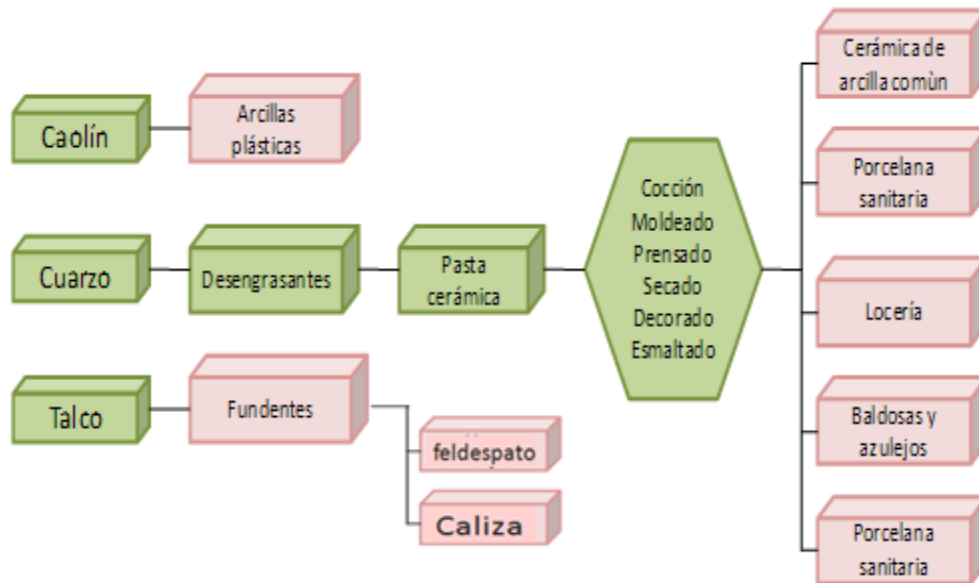


Figura 6.1. Estructura simplificada de la cadena productiva de la cerámica. (2)

Un índice cercano a uno, significa que la mayoría de firmas o establecimientos de la cadena producen los bienes agrupados en el eslabón. En el otro extremo, esto es, un indicador cercano a cero significa un bajo grado de dedicación en la producción del eslabón (pocos producen tal producto). El índice de dedicación por empleo tiene una lectura similar. Refleja qué tanto del empleo total de la cadena ocupa todo o parte de su tiempo en la producción de los bienes agrupados en cada eslabón. [2]

6.3. CARACTERIZACIÓN SOCIOECONÓMICA DEL SECTOR ARTESANAL CERÁMICO DE LA REGIÓN

En la distribución de la población artesana de la región se distinguen los sectores del **Tambo, Timbio, Tetilla y Pueblillo** del departamento del Cauca. Debido al poco reconocimiento que se le ha dado a la población artesana del departamento los registros de los estudios de la encuesta anual Manufacturera no registra la actividad alfarera significativa en tambo, timbio y Tetilla, sin embargo el sector Pueblillo dada su ubicación dentro del Municipio de Popayán, su tradición ladrillera y artesana de más de 100 años, sustentó la información del siguiente Diagnóstico del Sector Artesanal Caucaño, el cual a

pesar de las dificultades ha demostrado que cuenta con una gran riqueza artesanal y artística.

Tabla 6.1. Establecimiento y empleo. Número e índice de dedicación (2001)

Eslabón	Establecimiento		Empleo	
	Número	Índice de dedicación ^{1/}	Número	Índice de dedicación ^{1/}
Arcillas plásticas	4	0,007	118	0,02
Fundentes	n.d	-	n.d	-
Cerámica de arcilla común cocida	n.d	-	n.d	-
Porcelana sanitaria	3	0,05	1.723	0,25
Locería y otras cerámicas	8	0,14	1.424	0,21
Baldosas y azulejos	42	0,74	5.298	0,77
Porcelana de uso industrial y eléctrico	7	0,12	1.091	0,16
Total cadena	57	-	6.876	-

n.d. No disponible.

Fuente. Encuesta anual manufacturera (2001). Dane. Cálculos DNP-DDE

La tabla 6.1, muestra que en año 2001, los productos agrupados en el eslabón baldosas y azulejos fueron los de más frecuente producción, sin embargo el eslabón de cerámica de arcilla común cocida, no revela el número de entidades que operan en el mercado.

6.3.1 Aspectos sociales

La Vereda Pueblillo del Municipio de Popayán, ubicada en la comuna número 3 según el plan de ordenamiento territorial del 2001, cuenta con 237 familias y 1204 habitantes, dedicadas directa o indirectamente en la producción del ladrillo. Ubicado dentro de la zona residencial del municipio de Popayán, el sector pueblillo se ha caracterizado por ser un pueblo dedicado a la artesanía y la producción de ladrillos para construcción. El grado de analfabetismo en 2008 asciende a 10%, cifra inferior al total del país el cual es de 13%, por lo cual las implicaciones de esta información podría ser importante en el diseño y

ejecución de programas y proyectos de capacitación para el sector. La organización gremial de las 23 ladrilleras vigentes en el sector ha sido mínima pues solo hasta la fecha se estableció una asociación como tal, actualmente el modelo grupal más representativo corresponde a esta asociación, dado que no se registra otra asociación relacionada con el sector cerámico en todo el departamento. Además, esta se concentra en el área urbana, por lo que esta organización presenta la problemática de las ciudades causada por oleadas de drogadicción, inconformismo y desplazamiento que originan finalmente desempleo.

La falta de organización ha marginado a los artesanos de la región Caucana de participar de los proyectos de promoción tecnológica y de innovación, diseñados por el estado para el desarrollo Departamental y la financiación de proyectos de desarrollo, limitando así su capacidad de gestión, tecnificación y comercialización de sus productos.

6.3.2 Aspectos económicos

Según el Censo Económico Nacional del Sector Artesanal solo el 7.37% de los oficios artesanales lo constituye la cerámica y la alfarería tradicional, los cuales generalmente se realizan por asociación familiar a través de su descendencia. Según esta estadística, el 7% de la población recibe capacitación en las técnicas artesanales a través de cursos y talleres. [1]. En los municipios de gran influencia rural, se observa una tendencia a la producción especializada mientras los municipios de mayor tamaño presentan diversidad de oficios, razón por la cual la tecnificación e innovación de productos artesanales es casi nula en este sector.

La producción no es homogénea en cuanto a sus características: materias primas comunes, usos finales y tecnologías productivas, la inexistente división del trabajo y el alto índice de rotación de personal generan una gran tendencia a la informalidad y la alta inestabilidad laboral, es decir, promueve las tendencias hacia otras actividades económicas. El constante desabastecimiento de las materias primas obliga a los artesanos a practicar adecuaciones frecuentes a sus productos lo que genera pérdida de material y producción, condicionando el producto al precio y al volumen de compra y limitando la capacidad financiera del artesano. Los procesos tecnológicos se limitan al conocimiento transferido de generación a generación y al uso de herramientas simples,

situación generada por la baja inversión de capital, la falta de tecnificación de los productos, el bajo acceso a créditos, la poca relación con la investigación y el control de calidad. La aplicación del diseño a los productos es un recurso que utilizan pocos artesanos de esta Región. La mayor parte de los alfareros imitan modelos que se transfieren en las regiones por observación directa. la copia de diseños de revistas y solicitudes específicas de los clientes. No existe una distribución organización en la producción, sin embargo existen lugares con práctica artesanal específica que da lugar a la división local del trabajo, bajo estas condiciones todo iniciativa de promoción para organizar la oferta artesanal en el mercado exige el análisis de la posibilidades reales que tiene este sector frente a la producción a gran escala de un producto. En cuanto a la comercialización de los productos artesanales de estas regiones, casi un 80% se vende dentro del municipio origen, un 15% en veredas cercanas y 5 % en otros departamentos.

6.4. IMPACTO

6.4.1 IMPACTO SOCIAL

La caracterización de fuentes naturales de caolín, contribuyó al desarrollo de una línea de investigación en síntesis de materiales cerámicos. El impacto científico de este proyecto se sitúa en la estructuración de base de investigación y de ensayos fisicoquímicos de caracterización que permitiría la formulación de pastas cerámicas y barbotina, información relevante en el campo de los materiales cerámicos así como para las Instituciones regionales, asociaciones gremiales y sectores alfareros con miras a la innovación tecnológica y comercialización de sus productos.

La socialización de estos estudios benefició en gran parte a la asociación de Ladrilleros Artesanos de Pueblillo, generalmente campesinos de escasos recursos económicos y poco grado de escolarización. Su conocimiento en la explotación de minerales es limitado, y en general su trabajo, de forma empírica y con métodos y equipos simples, genera inestabilidad en el funcionamiento de su fuente de empleo. El desarrollo de este proyecto de investigación fue un primer paso modificar el contexto asociativo de la región, generando información y apoyo frente a las dificultades que enmarca la poca información

sobre los yacimientos, los insuficientes recursos económicos de inversión, la falta de organización productiva, administrativa y el escaso apoyo de personal científico que asista permanentemente en la planeación y realización de sus proyectos; generando así, la asociación de sus talleres y potencializando sus actividades productivas e industriales.

6.4.2 IMPACTO ECONÓMICO

Desde el punto de vista socioeconómico, el proyecto estudió la posibilidad de aprovechamiento de recursos minerales del departamento del Cauca para la fabricación de materiales cerámicos de importancia industrial. Adicionalmente al valor agregado a las materias primas, a futuro se considera la generación de fuentes de empleo tanto para los profesionales en la caracterización y fabricación de algunos productos cerámicos de propósitos especiales, tales como crisoles, como para los propietarios de estas minas. La implementación de técnicas de caracterización de fuentes naturales alternativas así como de su procesamiento, en el caso de las arcillas caoliníticas, permitiría suplir la demanda actual en las industrias manufactureras que utilizan este mineral.

6.5. CONTEXTUALIZACIÓN DEL PROYECTO

La posibilidad de aprovechar más adecuadamente las arcillas del departamento del Cauca, Colombia, condujo a la realización de un estudio sobre la actividad de los alfareros y artesanos, que para más de un centenar de familias se convierte en el sustento de su vida diaria. El sector alfarero de la región realiza un aprovechamiento del material de forma muy artesanal. Produce ladrillos, tejas, materas y jarras empleando técnicas que poco han cambiado a través de la historia. Desafortunadamente la poca inversión tecnológica en esta área y la poca investigación realizada han impedido el desarrollo de este sector. Además, existe un alto índice de analfabetismo, educación no especializada, ausencia de seguridad social en fin una calidad de vida muy lamentable en la mayoría de casos.



Figura 6.2. Chircal de Pueblillo Cauca

Por lo mencionado anteriormente, la problemática que se quiso abordar en esta parte del proyecto involucró no sólo propuestas de diversificación de productos derivados de este material arcilloso, que se pueden obtener aplicando la adecuada tecnología y resultados de la investigación, sino de igual manera, el impacto tecnológico frente a los procesos de producción de la comunidad artesana. En esta parte del trabajo se tratará de establecer una mejor relación entre las actividades para que la investigación, la innovación y la docencia coexistieran adecuadamente y de manera coherente con las necesidades reales de nuestras comunidades.

Para brindar desde la academia (Grupo CYTEMAC de la Universidad del Cauca, asesorado por Grupos de Brasil y Argentina con amplia experiencia en este campo) información sobre las características de estas arcillas, caolines y feldespatos y potenciales usos de los mismos, al sector alfarero del los Departamentos del Cauca, surgió esta propuesta de investigación. El grupo CYTEMAC ya ha realizado varios trabajos de Grado en estas temática [3, 4] y publicando resultados de los mismos en revistas nacionales indexadas en Colciencias [5, 6]. Es necesario destacar que, a través de esta propuesta, se busca el acercamiento al sector **productivo (figura 6.3)**.



Figura 6.3. (a) Miembros del Grupo CYTEMAC reunidos con alfareros del sector de Cajete y Pueblillo, durante uno de los seminarios realizados; (b) miembros del grupo de trabajo, alfareros e investigadores, visitando uno de las minas que existen en Pueblillo-Cauca (año 2007).

Durante la realización de las actividades de relación con el sector alfarero en el año 2007, se pudo vislumbrar el impacto social y económico que pueden tener los resultados obtenidos de este trabajo en el momento que se extrapolen a nivel industrial. Es de anotar que durante el desarrollo del proyecto se presentaron varias contradicciones. Una de ellas es conocer de primera mano la pobreza que existe en el entorno de las fábricas de ladrillos (chircales), actividad de la cual dependen más de 100 familias en Pueblillo. Por otro lado las investigaciones que se desarrollan en los laboratorios de la Universidad del Cauca, concretamente el del Grupo CYTEMAC, afectaron positivamente el entorno de nuestro centro Universitario, poniendo al servicio de la comunidad el conocimiento adquirido durante la etapa de formación a nivel profesional de nuestro auxiliares de investigación (estudiantes de Ingeniería Física y Química, principalmente).

Para el desarrollo de las investigaciones realizadas anteriormente, una de las estrategias utilizadas fue la implementación de seminarios permanentes en el tema de los materiales cerámicos y sus usos, donde hubo interacción entre los alfareros de Pueblillo, Cajete, el Grupo CYTEMAC y SEPA, en aras de crear un intercambio de ideas y conocimiento en Ciencia, Tecnología y Sociedad, en el ámbito de respeto a los saberes, y desarrollando un lenguaje común que permitiera establecer una comunicación fluida entre los diferentes actores del proyecto: investigadores, auxiliares de investigación y alfareros.

Considerando el interés que existe en el sector alfarero de diversificar los productos cerámicos, que se pueden obtener a partir de materiales arcillosos, la Qca. Janeth Cobo Quezada realizó una pasantía en el Departamento de Materiales (DEMA) de la Universidad Federal de Sao Carlos – Brasil, bajo la orientación del Dr. Marcio Morelli, investigador con alto conocimiento y experiencia en el procesamiento cerámico; bajo su orientación y dirección fue posible obtener piezas cerámicas como las ya referenciadas (Cerámica eléctrica, losa, crisoles refractarios, etc).

6.6. TRABAJOS A FUTURO

El desarrollo de este proyecto busca en un futuro, generar condiciones que puedan, por un lado, captar algunos recursos de entidades estatales y conformar la cadena productiva de la cerámica tradicional en el Cauca, así como la potencializarían tecnológica del sector productivo.

Implementar la metodología desarrollada en este trabajo de grado, a nivel de planta piloto, en la innovación de piezas cerámicas.

La realización de un proyecto industrial y asociativo a nivel macro que fomente el trabajo interdisciplinar. Teniendo en mente este interés, se han venido realizando seminarios donde se ha contado con la participación del CREPIC, Ingenieros ambientales, profesionales en artes plástica, así como los integrantes del grupo CYTEMAC (Físicos, Químicos, Ingenieros Físicos) y se pretende la integración de estudiantes de administración. El objetivo es aunar esfuerzos para estructurar acciones que permitan resolver problemáticas de nuestro entorno, concretamente en el sector alfarero.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Dane-Dian. Cálculos DNP-DDE
- [2]. Revista Dinero, Edición 194, abril de 2004
- [3]. MUÑOZ J, MUÑOZ R. “Caracterización fisicoquímica de arcillas del municipio de Guapí a utilizar en la formulación de pastas cerámicas”. Universidad del Cauca. 2007.
- [4]. CORDOBA P, SANCHEZ C. “Referentes para el control de calidad de materias primas de la Ladrillera Los Robles”. Universidad del Cauca. (En ejecución).
- [5]. J.A MUÑOZ, R.A. MUÑOZ, P. MANCILLA, J.E. RODRIGUEZ PAEZ. “Caracterización fisicoquímica de arcillas del municipio de Guapi-Costa Pacífica Caucana (Colombia)”. Revista Facultad de Ingeniería (enviado para publicación), 2007.
- [6]. J.A MUÑOZ, R.A. MUÑOZ, P. MANCILLA, J.E. RODRIGUEZ PAEZ. “Caracterización fisicoquímica de arcillas del municipio de Guapi-Costa Pacífica Caucana (Colombia)”. Revista Academia Colombiana de ciencias Exactas, Físicas y Naturales (enviado para publicación), 2007.

ANEXO 1.

ANÁLISIS MINERALÓGICO:

CCJ3:

❖ ORTOCLASA	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	W=556.7
❖ CAOLINITA	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$	W=258.14
❖ CUARZO	SiO_2	W=60.09

Ec 1

$$\% SiO_2 = \frac{2PwSiO_2}{1Pwcaolinita} \times \alpha + \frac{1PwSiO_2}{1PwCuarzo} \times \beta + \frac{6PwSiO_2}{1PwOrtoclasa} \times \gamma$$

Ec 2

$$\% Al_2O_3 = \frac{1PwAl_2O_3}{1Pwcaolinita} \times \alpha + \frac{1PwAl_2O_3}{1PwOrtoclasa} \times \gamma$$

Ec 3

$$\% K_2O = \frac{1PwK_2O}{1PwOrtoclasa} \times \gamma$$

De la ecuación 3 y con $\gamma = 2.84$

$$2.84 = \frac{94,2}{556.7} \times \gamma$$

$$\gamma = 16.7$$

Reemplazo en Ec 2.

$$\% 19.13 = \frac{101.961}{258.14} \times \alpha + \frac{101.961}{556.7} \times (16.7837)$$

$$\alpha = 40.6$$

Reemplazo en Ec 3.

$$71.44 = \frac{2(60.09)}{258.14} \times (40.65) + \frac{60.09}{60.09} \times \beta + \frac{6(60.09)}{556.7} \times (16.7837)$$

$$\beta = 41.6$$

El TiO_2 expresado como rutilo se calcula por la diferencia del titanio experimental y el titanio clorítico (0,03). Y Fe_2O_3 se calcula como Hierro experimental menos el hierro clorítico.

El Rutilo presente en la muestra es $\text{TiO}_2 = 0.05 - 0.03 = 0.02$
Hematita = $1.18 - 0.12 = 1.06$

En resumen la concentración de minerales que contiene la muestra es:

Arcilla = 16.7%
Cuarzo = 40.6%
Feldespato = 41.6%
Rutilo = 0.02%
Hematina = 1.06%

CCJ4

❖ ORTOCLASA $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	W=556.7
❖ CAOLINITA $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	W=258.14
❖ CUARZO SiO_2	W=60.09

Ec 1

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{2Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Cuarzo}} \times \beta + \frac{6Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

Ec 2

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

Ec 3

$$\% \text{K}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{K}_2\text{O}}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

De la ecuación 3 y con $\gamma = 3.34$

$$3.34 = \frac{94,2}{556.7} \times \gamma$$

$$\gamma = 19.7$$

Reemplazo en Ec 2.

$$\% 22.24 = \frac{101.961}{258.14} \times \alpha + \frac{101.961}{556.7} \times (19.74)$$

$$\alpha = 47.15\%$$

Reemplazo en Ec 3.

$$63.32 = \frac{2(60.09)}{258.14} \times (47.15) + \frac{60.09}{60.09} \times \beta + \frac{6(60.09)}{556.7} \times (19.74)$$

$$\beta = 31.6$$

El TiO_2 expresado como rutilo se calcula por la diferencia del titanio experimental y el titanio clorítico (0,03). Y Fe_2O_3 se calcula como Hierro experimental menos el hierro clorítico.

El Rutilo presente en la muestra es $\text{TiO}_2 = 1.39 - 0.03 = 1.36$
Hematita = $0.84 - 0.12 = 0.72$

En resumen la concentración de minerales que contiene la muestra es:

Arcilla = 47.15%
Cuarzo = 31.58%
Feldespato = 19.74%
Rutilo = 0.02%
Hematina = 1.06%

ACJ1

❖	ALBITA	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	$W = 284.108$
❖	ANORTITA	$\text{Ca}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	$W = 278.208$
❖	ORTOCLASA	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	$W = 556.7$
❖	CAOLINITA	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$W = 258.14$
❖	CUARZO	SiO_2	$W = 60.09$

Ec 1.

$$\% \text{K}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{K}_2\text{O}}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

Ec 2.

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{Na}_2\text{O}}{1Pw\text{albita}} \times \delta$$

Ec 3.

$$\% \text{Ca}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{Ca}_2\text{O}}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

Ec 4.

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{albita}} \times \delta + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{2Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Cuarzo}} \times \beta + \frac{6Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

De la ecuación 1 y con $\text{K}_2\text{O} = 0.87$

$$0.87 = \frac{94,2}{556.7} \times \gamma \quad \gamma = 5.1415$$

$$2.98 = \frac{61.979}{284.14} \times \delta \quad \delta = 13.669$$

$$1.35 = \frac{56.079}{278.22} \times \lambda \quad \lambda = 6.6976$$

Reemplazando en ecuación 4 y despejando α

$$\alpha = 45.01$$

Y finalmente en la ecuación 5 se obtiene:

$$\beta = 29.5761$$

ACJ2

❖ ALBITA	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	W = 284.108
❖ ANORTITA	$\text{Ca}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	W = 278.208
❖ MUSCOVITA	$\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	W = 792.623
❖ CAOLINITA	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	W = 258.14
❖ CUARZO	SiO_2	W = 60.09

Ec 1.

$$\% \text{K}_2\text{O} = \frac{1PwK_2O}{1Pw_{\text{mus cov ita}}} \times \gamma$$

Ec 2.

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{1PwNa_2O}{1Pw_{\text{albita}}} \times \delta$$

Ec 3.

$$\% \text{Ca}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{Ca}_2\text{O}}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

Ec 4.

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{albita}} \times \delta + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{2Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Cuarzo}} \times \beta + \frac{6Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Ortoclasa}} \times \gamma$$

De la ecuación 1 y con $\text{K}_2\text{O} = 0.87$

$$0.75 = \frac{94.2}{792.63} \times M \quad \gamma = 6.31$$

$$2.13 = \frac{61.979}{284.14} \times \delta \quad \delta = 7.689$$

$$1.55 = \frac{56.079}{278.22} \times \lambda \quad \lambda = 9.765$$

Reemplazando en ecuación 4 y despejando α

$$\alpha = 33$$

Y finalmente en la ecuación 5 se obtiene:

$$\beta = 42.16$$

ACJ4

❖ ALBITA	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	W = 284.108
❖ ANORTITA	$\text{Ca}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	W = 278.208
❖ ORTOCLASA	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	W = 556.7
❖ MUSCOVITA	$\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	W = 792.623

❖ CAOLINITA	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$W = 258.14$
❖ CUARZO	SiO_2	$W = 60.09$

Ec 1

$$\% \text{K}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{K}_2\text{O}}{1Pw\text{muscovita}} \times \chi$$

Ec 2.

$$\% \text{K}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{K}_2\text{O}}{1Pw\text{Ortoclase}} \times \gamma$$

Ec 3.

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{Na}_2\text{O}}{1Pw\text{albita}} \times \delta$$

Ec 4.

$$\% \text{Ca}_2\text{O} = \frac{1Pw\text{Ca}_2\text{O}}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

Ec 5.

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{Ortoclase}} \times \gamma + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{albita}} \times \delta + \frac{1Pw\text{Al}_2\text{O}_3}{1Pw\text{anortita}} \times \lambda$$

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{2Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{caolinita}} \times \alpha + \frac{1Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Cuarzo}} \times \beta + \frac{6Pw\text{SiO}_2}{1Pw\text{Ortoclase}} \times \gamma$$

De la ecuación 1 y con $\text{K}_2\text{O} = 0.41$

$$0.41 = \frac{94.2}{792.63} \times M \quad M = 3.5$$

$$0.41 = \frac{94.2}{556.7} \times \gamma \quad \gamma = 2.42$$

$$0.13 = \frac{61.979}{284.14} \times \delta \quad \delta = 0.596$$

$$0.16 = \frac{56.079}{278.22} \times \lambda \quad \lambda = 0.794$$

Reemplazando en ecuación 4 y despejando α

$$\alpha = 68.51$$

Y finalmente en la ecuación 5 se obtiene:

$$\beta = 17.30$$

ANEXO 2

Los cálculos para la realización de una barbotina estable, requieren los valores de los pesos específicos de las mezclas establecidas en el capítulo 4.

Para una suspensión estable, el valor teórico de la densidad de una barbotina será de 1.65 gr/cm³

$$\frac{1}{1.65} = \frac{[H_2O]}{\text{densidad teórica del Agua}} + \frac{[Mezcla de arcillas y caolín]}{\text{densidad de la mezcla}} \quad (1)$$

Teniendo en cuenta la ecuación (1), el cálculo de la concentración de la barbotina de material arcilloso del Cauca para mezcla de porcelana eléctrica será

$$0,6060 = \frac{[H_2O]}{1 \text{ gr/cm}^3} + \frac{[Mezcla de arcillas y caolín]}{1,98 \text{ gr/cm}^3}$$

$$0,6060 = 1 - [Mezcla de arcillas y caolín] + 0,5039[Mezcla de arcillas y caolín]$$

$$0,6060 = 1 - 0,4961[Mezcla de arcillas y caolín]$$

$$[Mezcla de arcillas y caolín] = \frac{1 - 0,6060}{0,4961}$$

$$[Mezcla de arcillas y caolín] = 79\%$$

Dado que por definición de densidad $D = \frac{m}{v}$

Para la preparación de 500 ml de barbotina, con una densidad de 1.65 gr/cm³, se requieren 651.75 gr de la mezcla en 173 ml de H₂O.

ANEXO 3

Calculo de volumen de yeso para realización de un molde.

Consistencia	Densidad de la Suspensión	Factor para agua	Factor para yeso
70	1,5	0,62	0,88
75	1,48	0,63	0,84
80	1,46	0,64	0,81

Ejemplo:

Para prepara un molde con consistencia 75.

- ❖ Supongo un molde de 600 ml de volumen.
- ❖ Cantidad de agua = $600 \times 0,63 = 378$ gr de agua
- ❖ Cantidad de Yeso = $600 \times 0,84 = 504$ gr de yeso