

**CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE ARCILLAS DEL MUNICIPIO DE GUAPI A
UTILIZAR EN LA FORMULACIÓN DE PASTAS CERÁMICAS**

**JAVIER ANDRÉS MUÑOZ CHAVES
RODRIGO ARBEY MUÑOZ MENESES**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
POPAYÁN
2007**

**CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DE ARCILLAS DEL MUNICIPIO DE GUAPI A
UTILIZAR EN LA FORMULACIÓN DE PASTAS CERÁMICAS**

**JAVIER ANDRÉS MUÑOZ CHAVES
RODRIGO ARBEY MUÑOZ MENESES**

**Trabajo de grado presentado como requisito final para optar al título de
INGENIERO FÍSICO.**

**DIRECTOR
Dr. JORGE ENRIQUE RODRÍGUEZ PÁEZ**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
POPAYÁN
2007**

NOTA DE ACEPTACIÓN

JORGE ENRIQUE RODRIGUEZ PÁEZ, Dr.
Director

Dra. SONIA GAONA JURADO
Jurado

Msc. ISABEL BRAVO
Jurado

Fecha de sustentación: Popayán, 13 de junio de 2007

*Dedicado a:
Mis padres,
Dumer y Nubia,
mi hermano, John
mi novia, Cristina
y a todas las personas que
de uno u otra forma hicieron posible
la culminación de esta etapa
tan importante en vida.*

Javier Andrés Muñoz Chaves

*Dedicado a:
Mis padres,
hermanos y de manera muy
especial a la mujer que me brindó
la oportunidad de ser padre.*

Rodrigo Arbey Muñoz Meneses

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad del Cauca por permitirnos hacer uso de sus recursos de laboratorio, computacionales, bibliográficos y a su personal humano, conjunto indispensable para haber logrado el éxito de este trabajo de grado.

Dr. Jorge Enrique Rodríguez Páez, Director de la investigación y docente de la Universidad del Cauca, por sus valiosas orientaciones y apoyo.

A los jurados. Dra. Sonia Gaona Jurado, perteneciente al departamento de Física de la Universidad del Cauca, y la Msc. Isabel Bravo, perteneciente al departamento de Química de la Universidad del Cauca, por dedicarle su tiempo, sus conocimientos y puntos de vista, en el mejoramiento y adecuación de este trabajo.

Al Grupo de investigación CYTEMAC, por permitirnos el espacio y la disposición de equipos durante el transcurso de nuestro trabajo de grado.

A todos los profesores del Departamento de Física que contribuyeron a nuestro desarrollo científico y profesional durante la carrera.

A la Unidad de Microscopia de la Universidad del Cauca, quien hizo posible la realización de una de las etapas de este proyecto, en especial a la señorita Patricia Mosquera por su incondicional atención y valiosas enseñanzas.

A la **Ing. Jaqueline Espinosa** del laboratorio de suelos de la Escuela de Ingeniería de Antioquia por sus aportes, disposición de tiempo y equipos para la realización de los ensayos mecánicos y al **Msc. Medardo Pérez** de la unidad de microscopia de la UNALMED, por su colaboración en el desarrollo de una parte importante en este trabajo de grado.

Al **Ing. Paulino Mancilla** perteneciente a ASPROPACIFICO, por permitirnos ser parte del proyecto "Planta piloto de la industria ladrillera en la Costa Pacífica Caucana"

De manera general a todos nuestros **amigos y compañeros** que nos acompañaron en el transcurso de nuestra vida como Universitarios.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN Y SU JUSTIFICACIÓN	17
2. OBJETIVOS.	19
2.1. Objetivo general	19
2.2. Objetivos específicos.	19
3. MARCO TEÓRICO.	20
3.1. Materiales arcillosos.	21
3.1.1. Origen de las arcillas.	23
3.1.2. Impurezas de las arcillas.	24
3.1.3. Composición química de las arcillas.	25
3.1.4. Denominación de las arcillas y sus usos.	27
3.2. Comportamiento de la arcilla en el agua.	27
3.2.1. Plasticidad.	28
3.2.2. Mecanismo del comportamiento plástico.	29
3.2.3. Los limites de Atterberg.	30
3.2.3.1. El limite líquido y limite plástico.	30
3.2.3.2. El limite de retracción.	31
3.3. Los limites Atterberg como definidores de materia primas	31
3.4. Diagrama de Casagrande.	32
3.5. Procesamiento cerámico.	34
3.6. Propiedades mecánicas.	36
3.6.1. Ensayo de compresión	36
3.6.2. Ensayo de dureza.	37
3.6.3. Ensayo de flexión.	38
3.7. Bibliografía.	41

4.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	42
4.1.	Toma de muestras.	43
4.2.	Adecuación de las muestras	44
4.3.	Caracterización de la materia prima.	45
4.3.1.	Caracterización física de las muestras.	45
4.3.1.1.	Limites de Atterberg.	45
4.3.1.2.	Peso específico.	47
4.3.1.3.	Presión de expansión.	48
4.3.1.4.	Análisis granulométrico.	49
4.3.2.	Caracterización química y microestructural.	49
4.3.2.1.	Fluorescencia de rayos X (FRX).	49
4.3.2.2.	Difracción de rayos X (DRX).	50
4.3.2.3.	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).	50
4.3.2.4.	Análisis térmico diferencial y gravimétrico (ATD/TG).	51
4.3.2.5.	Microscopia electrónica de transmisión (MET).	52
4.4.	Procesamiento cerámico.	52
4.4.1.	Conformado de muestras.	53
4.4.1.1.	Ruta en seco.	53
4.4.1.2.	Ruta en húmedo.	54
4.4.2.	Secado de las piezas en “verde”.	55
4.4.3.	Sinterización de las muestras.	56
4.4.4.	Caracterización de las piezas sinterizadas.	57
4.4.4.1.	Caracterización microestructural.	57
4.4.4.1.1.	Microscopia Óptica.	57
4.4.4.1.2.	Microscopia electrónica de barrido (MEB).	59
4.4.4.2.	Caracterización Mecánica.	60
4.4.4.2.1.	Resistencia a la Flexión.	60
4.4.4.2.2.	Resistencia a la compresión.	61
4.4.4.2.3.	Dureza Mohs.	62
4.5.	Bibliografía.	64

5.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	66
5.1.	Materia Prima.	67
5.1.1	Caracterización Física.	67
5.1.1.1	Muestra ARGU-I.	67
5.1.1.2	Muestra ARGU-II	69
5.1.2	Caracterización Química y Microestructural.	70
5.1.2.1	Fluorescencia de rayos X (FRX).	71
5.1.2.2	Difracción de rayos X (DRX).	72
5.1.2.3	Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)	75
5.1.2.4	Análisis térmico diferencial y gravimétrico (ATD/TG).	77
5.1.2.5	Microscopia electrónica de transmisión (MET).	78
5.2	Procesamiento cerámico de piezas.	80
5.2.1	Pastas cerámicas.	80
5.2.1.1	Conformado de las piezas.	80
5.2.1.2	Comportamiento de las piezas durante el secado	82
5.2.1.3	Sinterabilidad de la pasta cerámica.	84
5.2.2.	Ruta en seco.	90
5.2.2.1.	Curvas de prensado.	90
5.2.2.2.	Secado de las piezas.	92
5.2.2.3.	Sinterización de los polvos cerámicos.	94
5.3.	Caracterización de las piezas sinterizadas.	97
5.3.1.	Microscopía óptica.	97
5.3.2.	Microscopía electrónica de barrido.	106
5.3.3.	Caracterización mecánica de las piezas.	113
5.4.	Bibliografía.	117
6	CONCLUSIONES	119
7	FUTUROS TRABAJOS	124
	ANEXOS	125

ÍNDICE DE TABLAS

CAPITULO 3

TABLA 3.1. <i>Clasificación de los minerales arcillosos más comunes.</i>	23
TABLA 3.2. <i>Composición química de algunas arcillas industriales</i>	26

CAPITULO 4

TABLA 4.1. <i>Valores típicos de pesos específicos de suelos</i>	48
TABLA 4.2. <i>Clasificación de suelos según valores del cambio potencial de volumen</i>	49
TABLA 4.3. <i>Escala de dureza de algunos minerales.</i>	62

CAPITULO 5

TABLA 5.1. <i>Análisis granulométrico de la muestra ARGU-I</i>	68
TABLA 5.2. <i>Análisis granulométrico de la muestra ARGU-II</i>	70
TABLA 5.3. <i>Propiedades geotécnicas de las muestras estudiadas</i>	71
TABLA 5.4. <i>Resultados de fluorescencia de rayos x de las muestras de interés</i>	71
TABLA 5.5. <i>Principales fases cristalinas presentes en las muestras ARGU-I y ARGU-II de acuerdo a los difractogramas de la figura 6.1</i>	73
TABLA 5.6. <i>Bandas correspondientes a los espectros de las muestras ARGU-I Y ARGU-II</i>	76
TABLA 5.7. <i>Resultados obtenidos para el modulo de rotura de las diferentes probetas ensayadas y que fueron sinterizadas a 1150°C durante 1hora.</i>	113
TABLA 5.8. <i>Valores de resistencia a la compresión correspondientes a las diferentes probetas ensayadas y que fueron sinterizadas a 1150 °C durante 1 hora.</i>	114
TABLA 5.9. <i>Dureza de las muestras estudiadas, sinterizadas a 1150°C durante 1hora</i>	115
TABLA 5.10. <i>Aplicaciones de los materiales cerámicos de acuerdo a sus propiedades</i>	116

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPITULO 3

FIGURA 3.1. <i>Estructura química de la arcilla.</i>	22
FIGURA 3.2. <i>Distribución de las moléculas de agua.</i>	28
FIGURA 3.3. <i>Especies mineralógicas según los límites de Atterberg.</i>	32
FIGURA 3.4. <i>Diagrama de plasticidad de “Casagrande”.</i>	33
FIGURA 3.5. <i>Esquema del ensayo de compresión.</i>	37
FIGURA 3.6. <i>Esquema del ensayo de flexión.</i>	39

CAPITULO 4

FIGURA 4.1. <i>Adecuación de las muestras para caracterización: (a) caracterización física y (b) caracterización química y microestructural</i>	44
FIGURA 4.2. <i>Diagrama del procesamiento cerámico utilizado.</i>	53
FIGURA 4.3. <i>Esquema de troqueles utilizados para la conformación de probetas: (a) ruta en seco y (b) ruta en húmedo.</i>	54
FIGURA 4.4. <i>Cronograma de calentamiento utilizado para sinterizar una muestra de 1000°C, durante 1 hora.</i>	56
FIGURA 4.5. <i>Sistema de adquisición de imágenes de la unidad de microscopía de la Universidad del Cauca.</i>	58
FIGURA 4.6. <i>Montaje para ensayo de resistencia a la flexión.</i>	61
FIGURA 4.7. <i>Montaje para ensayo de resistencia a compresión.</i>	62

CAPITULO 5

FIGURA 5.1. <i>Relación carta de plasticidad para clasificación de suelos de partículas finas y las muestras ARGU- I y ARGU-II.</i>	68
FIGURA 5.2. <i>Designación técnica de las arcillas en función de la composición.</i>	72

FIGURA 5.3. <i>Difractogramas de rayos X correspondientes a:</i> <i>(a) ARGU- I y (b) ARGU-II.</i>	74
FIGURA 5.4. <i>Espectros IR correspondientes a las muestras:</i> <i>(a) ARGU-I y (b) ARGU-II tratadas a diferentes temperaturas.</i>	75
FIGURA 5.5. <i>Curvas de ATD/TG correspondientes a las muestras:</i> <i>(a) ARGU-I y (b) ARGU-II.</i>	78
FIGURA 5.6. <i>Fotografías de las muestras (a) ARGU-I (barra 500nm),</i> <i>(b) ARGU-II (barra 100nm) sin tratamiento térmico y</i> <i>(c) ARGU-I tratada a 800°C durante 1.5 horas (barra 200nm).</i>	79
FIGURA 5.7. <i>(a) Troquel utilizado para el conformado de las piezas</i> <i>(b) y (c) defectos producidos durante el conformado de piezas.</i>	81
FIGURA 5.8. <i>Curvas de compactación de las muestras arcillosas estudiadas.</i>	82
FIGURA 5.9. <i>Curvas de pérdida de peso de las muestras durante su secado.</i>	82
FIGURA 5.10. <i>Curvas de contracción lineal de las muestras durante su secado.</i>	83
FIGURA 5.11. <i>Cronograma de calentamiento utilizado para sinterizar una</i> <i>muestra de 1000 °C, durante 1 hora.</i>	84
FIGURA 5.12. <i>Curvas de perdida de peso de las muestras durante su secado.</i>	85
FIGURA 5.13. <i>Curvas de contracción lineal de las muestras sinterizadas.</i>	86
FIGURA 5.14. <i>Curvas de densificación de las muestras sinterizadas.</i>	87
FIGURA 5.15. <i>Curvas de absorción de agua en función de la</i> <i>temperatura muestras sinterizadas.</i>	88
FIGURA 5.16. <i>Curvas de gresificación de las muestras sinterizadas:</i> <i>(a) ARGU-I, (b) ARGU-II, (c) ARGU-50:50 y (d) ARGU-75:25.</i>	89
FIGURA 5.17. <i>Curvas de compactación de las muestras en polvo:</i> <i>(a) ARGU-I, (b) ARGU-II y (c) Mezclas 50:50 - 75:25.</i>	91
FIGURA 5.18. <i>Defectos destacados de las piezas conformadas:</i> <i>(a) Cara lateral y (b) Cara superior.</i>	92
FIGURA 5.19. <i>Curvas de pérdida de peso de las muestras durante</i> <i>el secado en la estufa a una temperatura de 110°C.</i>	93
FIGURA 5.20. <i>Curvas de contracción lineal de las muestras cerámicas</i> <i>durante su secado.</i>	93

FIGURA 5.21. <i>Curva de pérdida de peso de las piezas cerámicas durante la sinterización.</i>	94
FIGURA 5.22. <i>Curva de contracción de las piezas cerámicas sinterizadas</i>	95
FIGURA 5.23. <i>Curvas de densificación correspondientes a las muestras de interés</i>	96
FIGURA 5.24. <i>Curvas de absorción de agua, en función de la temperatura de sinterización, para las diferentes muestras estudiadas.</i>	97
FIGURA 5.25. <i>Variación de color frente a tratamiento térmico de las conformadas por vía en seco.</i>	98
FIGURA 5.26. <i>Defectos relevantes en caras superiores, (a) y (b), (c) y (d) superficie lateral de las piezas conformadas con las arcillas.</i>	98
FIGURA 5.27. <i>Defectos presentes en las piezas cerámicas conformadas a una presión de 800 Psi, (a) y (b) caras superiores (c) y (d) superficies laterales, de las muestras ARGU-I y ARGU-II respectivamente.</i>	99
FIGURA 5.28. <i>Defectos presentes en las piezas cerámicas conformadas a una presión de 1200 Psi, (a) y (b) caras superiores (c) y (d) superficies laterales, de las muestras ARGU-I y ARGU-II respectivamente.</i>	100
FIGURA 5.29. <i>Defectos presentes en las láminas extraídas de las muestras: (a) y (b) ARGU-I y (c) y (d) ARGU-II, observadas por el microscopio de polarización.</i>	101
FIGURA 5.30. <i>Registro fotográfico de la variación de color de las muestras estudiadas con la temperatura</i>	102
FIGURA 5.31. <i>Fotografías de la muestra ARGU-I tratada térmicamente a 900°C: (a) y (b) superficie, (c) y (d) fractura fresca.</i>	103
FIGURA 5.32. <i>Fotografías de la superficie de la muestra ARGU-I sinterizada a 950°C y que fue atacada químicamente con ácido nítrico durante: (a) 15 segundos y (b) 45 segundos.</i>	104
FIGURA 5.33. <i>Fotografías de la superficie de la muestra ARGU-I sinterizada a 950°C y atacada térmicamente a 900°C.</i>	104
FIGURA 5.34. <i>Fotografías de la muestra ARGU-II tratada térmicamente a 900°C: (a) y (b) superficie, (c) y (d) fractura fresca.</i>	105

- FIGURA 5.35.** *Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-I tratadas térmicamente a: (a) 950°C (500x), (b) 950°C (5000x), (c) 1150°C (500x) y (d) 1150°C (5000x)* 106
- FIGURA 5.36.** *Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-II tratadas térmicamente a: (a) 950°C (500x), (b) 950°C (5000x), (c) 1150°C (500x) y (d) 1150°C (5000x).* 108
- FIGURA 5.37.** *Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-50:50 tratadas térmicamente a: (a) 950°C (500x), (b) 950°C (5000x), (c) 1150°C (500x) y (d) 1150°C (5000x).* 109
- FIGURA 5.38.** *Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-75:25 tratadas térmicamente a: (a) 950°C (500x), (b) 950°C (5000x), (c) 1150°C (500x) y (d) 1150°C (5000x).* 110
- FIGURA 5.39.** *Análisis químico (EDS) de las muestras: (a) ARGU-I, (b) ARGU-II, (c) ARGU-50:50 y (d) ARGU-75:25* 111.
- FIGURA 5.40** *Análisis químico puntual (EDS) de la superficie de las muestras: (a) ARGU-50:50 (1000°C) y (b) ARGU-I (1150°C).* 112

TABLA DE CONVENCIONES

cm.	Centímetro
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mgr	Miligramos
MPa	Megapascales
Kg	Kilogramo
S	Segundo
t	Tiempo
T	Temperatura.
°C	Grados Celsius
CH	Arcilla de alta plasticidad
$\Delta\omega$	Variación de peso (peso final – peso inicial)
ΔL	Variación de longitud (longitud final – longitud inicial)
D	Densidad
(FRX)	Fluorescencia de rayos X,
(DRX)	Difracción de rayos X
(FTIR)	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier
(ATD/TG)	Análisis térmico diferencial y termogravimétrico
(MEB)	Microscopia electrónica de barrido
SL	Límite de retracción
LL	Límite líquido.
PL	Límite plástico.
MR	Módulo de rotura
Q	Carga aplicada
d	distancia
a	ancho de la probeta
h	altura de la probeta
F	Fuerza

A	Área
A_0	Área de la sección original
σ	Tensión nominal
W_{ma}	Peso del matraz lleno de agua; obtenido de la curva de calibración
W_{mas}	Peso del matraz, agua y suelo, lleno hasta la marca de enrase.
W_s	Peso del suelo secado a 120°C durante 24 horas.
K	Factor de corrección de temperatura, para referirse a 20°C.

RESUMEN

Las arcillas son la materia prima de una gran cantidad de materiales cerámicos que presentan múltiples aplicaciones tecnológicas debido a sus interesantes propiedades fisicoquímicas. Hoy en día las arcillas comerciales, aquellas que sirven como materia prima industrial, figuran entre los recursos mineros más importantes, tanto por el volumen explotado como por el valor de la producción; un 90 % de la producción se dedica, preferentemente, a la fabricación de materiales de construcción y agregados y sólo un 10 % se dedica a otras industrias (cerámica técnica, fabricación de papel, caucho, pinturas, absorbentes, decolorantes, arenas de moldeo, productos químicos y farmacéuticos, agricultura, etc.).

En este trabajo se realizó la caracterización de las arcillas de la vereda la Codicia municipio de Guapi-Cauca. Para ello se utilizó espectroscopia infrarroja (FTIR), difracción de rayos X (DRX), fluorescencia de rayos X (FRX), microscopia electrónica de transmisión (MET), microscopia electrónica de barrido (MEB) y análisis térmicos (ATD/TG) para identificar grupos los funcionales que existen en las muestras, fases cristalinas presentes, composición química, tamaño y morfología de partícula y con el fin de conocer el efecto de los tratamientos térmicos sobre la muestra. Además, a las arcillas se les realizaron ensayos de plasticidad, para determinar el límite líquido y límite plástico, clasificación granulométrica, peso específico y presión de expansión.

A las piezas conformadas con esta materia prima se les analizó la contracción, pérdida de peso, densidad en verde y después de sinterización, color en verde y sinterizada. Para ello se conformaron probetas que se sometieron a tratamientos térmicos a temperaturas entre 200° C y 1.300° C en horno eléctrico, a las que se les determinó el porcentaje de absorción de agua, la resistencia a la compresión y flexión y la dureza Mohs. A partir de los resultados se pudo establecer que a parte del uso convencional como materia prima para la elaboración de ladrillos, puede ser utilizada en la formulación de pastas cerámicas para conformar piezas cerámicas como ladrillos perforados, tejas y pisos, además que con un adecuado tratamiento servirá para la elaboración de piezas por medio de conformado coloidal.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN Y SU JUSTIFICACIÓN.

Lo que se designa técnicamente como arcilla es una mezcla de minerales, casi siempre con estructura laminar, entre los que se encuentran silicatos de aluminio, hidratados o no, y micas. En Colombia, la distribución de esta materia prima es abundante por lo que es ampliamente utilizada por la industria cerámica. Las arcillas son materiales cerámicos muy usados para la fabricación de ladrillos, baldosas, cerámica sanitaria, artículos cerámicos resistentes a la acción de productos químicos, losetas cerámicas para revestimientos, tubos para drenaje, tejas, porcelanas, además de otras alternativas de uso, como porcelana electrónica y refractarios, si se realizará un cuidadoso tratamiento de la materia prima y se optimizará el procesamiento de la misma.

En el departamento del Cauca se encuentran ubicadas aproximadamente 145 ladrilleras, de las cuales el 90% se hallan en operación fraudulenta (**Cámara y Comercio**, 2007); su producción anual asciende a 294.112 toneladas y en muchas ocasiones, desafortunadamente, la metodología empleada para el beneficio de estos materiales se limita solo a la extracción de materia prima de las minas y canteras sin llevar a cabo un estudio cuidadoso para conocer su naturaleza fisicoquímica y estructural y poder obtener de esta manera información sobre la potencialidad tecnológica de los recursos que se encuentran en esta zona del País.

Actualmente, en el municipio de Guapi la mayoría de las viviendas son construidas en madera debido al alto costo de los materiales de construcción, entre ellos los ladrillos. Esto ha motivado a varios sectores de la región, como a la asociación de productores del pacífico, ASPROPACÍFICO, a ubicar materia prima que permita la fabricación local de estos materiales, evitando así el transporte de los mismos desde el Departamento del Valle lo que ocasiona su alto costo.

Es importante dar inicio a trabajos sobre caracterización mineralógica, química y determinación de algunas propiedades físicas de los materiales arcillosos que explotan las industrias ladrilleras ubicadas en el departamento del Cauca, para fabricar ladrillos y tejas, y poder suplir la demanda de estos productos en esta zona.

Es por eso que en la Zona Sur Occidental del país, concretamente en la vereda la Codicia Municipio de Guapi-Cauca, se realizó el estudio del material arcilloso que allí existe y se determinó su potencial uso en la fabricación de ladrillos, tejas y baldosas

Una primera etapa del proyecto consistió en ubicar las fuentes de esta materia prima y caracterizar los diferentes tipos de arcillas encontradas. ¿Cuál era la composición de estas arcillas?, ¿Qué propiedades fisicoquímicas y mecánicas presentaban?, factores que definen el uso de la materia prima en la fabricación de un cierto tipo de piezas cerámicas. Por otro lado, había que determinar las condiciones óptimas para el procesamiento de esta materia prima con el fin de garantizar una buena calidad del producto. Estos fueron los aspectos estudiados durante el desarrollo del presente trabajo de Grado.

Este estudio tendrá efectos tecnológicos y económicos de gran impacto dado que, además de potenciar el uso de esta materia prima para desarrollar productos de interés tecnológico, permitirá disminuir el costo de algunos materiales de construcción facilitando la elaboración de viviendas más durables e higiénicas que a su vez mejoraría la calidad de vida de los habitantes de la región.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL.

Caracterizar física y químicamente materiales arcillosos provenientes de la vereda la Codicia Municipio de Guapi (Cauca), con el propósito de evaluar su uso en la producción de ladrillos y tejas, y sin desconocer otros posibles usos.

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Determinar la composición química de las arcillas utilizando fluorescencia de rayos X (FRX).
- Identificar las fases cristalinas presentes en las muestras de arcilla, utilizando difracción de rayos X (DRX), así como los grupos funcionales presentes en las mismas a través de estudios de espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).
- Determinar las propiedades físico-químicas y mecánicas de las arcillas utilizando principalmente análisis térmicos, ensayos de plasticidad, absorción y pérdida peso.
- Determinar la capacidad de densificación de los materiales arcillosos utilizando para ello estudios de contracción, densificación y porcentaje de absorción de agua.
- Realizar un estudio preliminar sobre la elaboración de pastas cerámicas utilizando las muestras de arcilla motivo del presente estudio.

3. MARCO TEORICO

3 MARCO TEÓRICO.

3.1. Materiales arcillosos.

El termino arcilla se usa generalmente en dos sentidos: para designar a las partículas minerales cuyo diámetro es menor de 2μ y para referirse a minerales con estructura laminar. Las arcillas como tal, hacen parte de la fracción activa del suelo ya que poseen una gran superficie específica, pequeño tamaño de partícula, que se ve reflejado en su alta reactividad. [1]

De acuerdo a la estructura de los silicatos los cuales están formados por tetraedros de Si y en ocasiones con Al ya que este puede formar tanto tetraedros como octaedros, existe una clasificación para estos de acuerdo a si se comparten o no los átomos de oxígeno de los tetraedros, de esta forma si: no se comparten oxígenos de los tetraedros se denominan *Nesosilicatos*, si dos tetraedros comparten un átomo de oxígeno *Sorosilicatos*, si se comparten dos oxígenos en cadenas cíclicas *Ciclosilicatos*, de igual forma si las cadenas no son cíclicas si no abiertas *Inosilicatos*, si recomparten tres oxígenos *Filosilicatos*, de estructura laminar. [1]

De igual forma los octaedros también pueden formar enlaces entre si para formar estructuras de tipo laminar y se pueden encontrar laminas *dioctaédricas* y *trioctaédricas*, ya sea tengan dos Al o tres Mg por cada tres tetraedros.

A partir de las láminas de tetraedros y octaedros se obtienen todas las estructuras del grupo de los filosilicatos, los filosilicatos naturales, micas y arcillas, están formados por la combinación de tetraedros de silicio y octaedros de aluminio, tal como lo indica la figura 3.1.

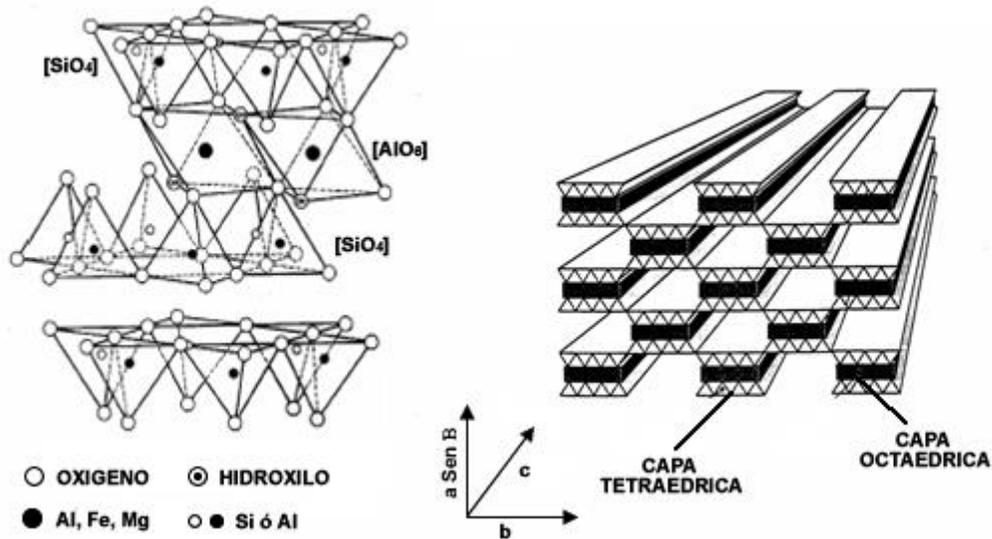


Figura 3.1. Estructura química de la arcilla [2].

Actualmente se conoce que los minerales arcillosos son numerosos y difieren entre sí por su forma, estructura, apilamiento de capas y por la simetría de la red que forman entre sí. De aquí que se pueden encontrar: arcillas de tipo 1:1 formados por láminas dobles de tetraedros y octaedros, característicos por presentar poca tendencia a la expansión y contracción durante periodos de humedad y sequía, arcillas tipo 2:1 donde se forman láminas triples de compuestas de tetraedros-octaedros-tetraedros, se destaca la montmorillonita. En las estructuras 1:1 y 2:1 se puede realizar una clasificación más detallada teniendo en cuenta la formación de láminas dioctaédricas o trioctaédricas. En la tabla 3.1 se puede observar un resumen de la clasificación de estos minerales.

Tabla 3.1. Clasificación de los minerales arcillosos más comunes [2].

TIPO	DIOCTAEDRICOS		TRIOCTAEDRICOS	
T : O 1:1 Bilaminares	KANDITAS MICAS	Caolinita Nacrita Dickita Halosita Illita Moscovita Paragonita Pirofilita	SERPENTINAS MICAS	Antigorita Crisolito Lizardita Berthierita Flogopita Biotita Lepidolita Talco
T : O : T 2:1 Trilaminares	ESMECTITAS (expandibles) ATAPULGITAS (fibroso)	Montmorillonita Beidelita Nontronita Vermiculita Paligorskita	ESMECTITAS ATAPULGITAS	Saponita Hectorita Sauconita Sepiolita
T : O : T : O 2:1:1	CLORITAS	Sudoitas	CLORITAS	Clinocloros Procloritas

T: Tetraedro

O: Octaedro

Dependiendo del área de estudio existen muchas formas de clasificar las arcillas. No existe una sola clasificación que involucre todas las características de las arcillas, se puede decir que se agrupan de acuerdo a su composición, génesis, utilización, etc. Según el esquema clasificatorio (GOST 0169-59), las arcillas se dividirían en cuatro grupos: caolines, pizarras, arcillas y arcillas esquistosas. Estos, a su vez, se dividirían en subgrupos considerando el contenido de alúmina después de la sinterización, su refractariedad, grado de plasticidad, etc [2].

3.1.1. Origen de las arcillas.

En la naturaleza, los minerales arcillosos se hallan en estado cristalino pero dicha condición no es estable debido a transformaciones en los minerales que componen el suelo y las arcillas. La red cristalina se modifica por efecto de la temperatura, presión y concentración de los componentes que existen en el suelo, factores biogénicos, efectos mecánicos tales como abrasión y agitación de las partículas arrastradas por el agua o por la acción del viento, los cuales aceleran las reacciones químicas que acompañan la

formación y destrucción de la red cristalina de los minerales.

Es también destacable la importancia de la concentración de ácidos, álcalis y bases en la formación de minerales arcillosos, puesto que los materiales que dan origen a la arcilla pueden formarse en un medio ácido, básico o durante la variación de la acidez de este. Al cambiar las condiciones, grado de acidez del medio y temperatura, los productos de las reacciones se complementan con nuevos minerales arcillosos, que como consecuencia pueden ser totalmente diferente a los anteriores [3].

La mutabilidad de los minerales contenidos en la arcilla puede ser utilizada para generar condiciones de producción mediante la aceleración de la hidrólisis e hidratación, separación de los agregados de partículas arcillosas con el consiguiente aumento de la superficie específica de la arcilla y el incremento del poder de absorción de la misma, factores que mejoran sustancialmente las propiedades técnicas de las arcillas.

3.1.2. Impurezas de las arcillas.

Los minerales arcillosos normalmente están acompañados de minerales extraños. El cuarzo, por ejemplo, participa en forma de granos coloreados o incoloros, en porcentajes que van desde pocas unidades hasta varias decenas; en este último caso la arcilla se denomina arenosa [3].

Las impurezas más frecuentes en las arcillas, particularmente en las de baja calidad, son los carbonatos de calcio y magnesio. Cuando se encuentran disgregados en partículas finas se constituyen en fundentes energéticos. Así, durante la cocción de artículos elaborados con estas arcillas, a temperaturas por encima de 1000°C, se desarrolla una fase vítrea que puede provocar la deformación del material; a temperaturas menores, los carbonatos se manifiestan reduciendo la resistencia de la pieza [3].

El contenido de CaCO_3 en la materia prima para ladrillos puede alcanzar el 25%, pero es necesario que se encuentre distribuida en forma uniforme y en pequeños fragmentos, de lo contrario, después de la cocción de la arcilla y descomposición de los carbonatos, los óxidos de calcio y de magnesio absorben la humedad del aire formando hidróxidos que aumentan el volumen hasta la rotura del artículo; la cal dispersa reacciona con los minerales arcillosos durante la cocción y pierde la capacidad de hidratarse.

Con frecuencia, las arcillas contienen pequeñas cantidades de rutilo TiO_2 , alcanzando a veces hasta 2-3%. El rutilo, junto con el óxido de hierro, le imprime a la pieza después de la sinterización tonalidades pardo-amarillentas; la presencia de óxidos de calcio y

magnesio suele debilitar considerablemente la coloración. A menudo, se observan pequeñas cantidades de partículas de circón, turmalina, augita, leucocina, granate, hornblenda, clorita, distena, talco y otros que no afectan para nada la calidad de la arcilla [3].

Entre las impurezas nocivas se encuentran la pirita (FeS_2) y el yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) que son fundentes energéticos durante la cocción a elevadas temperaturas (1200°C - 1300°C). Otras impurezas nocivas en las arcillas son las sales solubles, sulfatos y cloruros. Los sulfatos de sodio, magnesio, hierro y calcio provocan la decoloración del material. Todos estos sulfatos forman sales solubles que se depositan sobre los artículos de arcilla secos desmejorando el aspecto de estos.

En la mayoría de las arcillas se encuentran sustancias orgánicas que les dan colores de distintas tonalidades, desde el gris hasta el negro; la cantidad de materia orgánica en algunas arcillas alcanza el 80%. Una parte de las sustancias orgánicas puede presentarse en forma de complejos arcilloso-orgánicos estables, preferentemente de montmorillonita [3].

Las sustancias arcillosas orgánicas ejercen su influencia sobre las propiedades técnicas de las arcillas, de tal forma que contribuyen al aumento de la capacidad higroscópica en la arcilla y al incremento de la plasticidad y cohesión, por otra parte la presencia de C (orgánico) en las arcillas, crea durante la cocción un medio reductor que favorece una más temprana sinterización de esta [3].

3.1.3. Composición química de las arcillas.

El análisis químico permite determinar la composición química y, con cierta tolerancia, la estructura mineralógica de la materia prima. Con base en él se puede hacer una estimación previa de algunas de las propiedades tecnológicas de las arcillas y realizar cálculos técnicos precisos para la elaboración de pastas, esmaltes o barnices.

Los cerámicos tradicionales están constituidos por tres componentes básicos: arcillas, sílice y feldespato. La arcilla está compuesta principalmente por silicatos de aluminio hidratados ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) con pequeñas cantidades de otros óxidos tales como TiO_2 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O y K_2O . En la tabla 3.2 se indica la composición química de algunas arcillas industriales.

Tabla 3.2. Composición química de algunas arcillas industriales [4].

Tipo de arcilla (% en peso)	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	H ₂ O
Caolín	37.4	45.5	1.68	1.30	0.004	0.03	0.011	0.005	13.9
Arcilla plástica (Ky)	30.9	54.0	0.74	1.50	0.14	0.20	0.45	0.72	...
Arcilla plástica (Ten)	32.0	51.7	0.90	1.52	0.21	0.19	0.38	0.89	...
Tierra Arcillosa (Moscú)	14-15	70-71	5 - 6	--	1.57	0.9	0.44	0.65	--
Para objetos tipo gres (Francés)	12.7-33.6	54.5-81.3	1.1-8.0	vestigios	1.53	1.12	--	--	--

Los elevados índices de sílice en las arcillas significan que éstas se hallan enarenadas o que su principal material arcilloso es la caolinita. El alto porcentaje de alúmina, que está muy próxima a la caolinita de composición teórica, hace prever la refractariedad del material [3].

El contenido de óxidos colorantes como Fe₂O₃ y TiO₂ permite la aplicación de estas arcillas en la elaboración de artículos de tonalidad blanca, como porcelanas y loza.

Las arcillas que contienen poca alúmina, y muchos óxidos alcalinos y alcalinotérreos, son de fácil fusión y se emplean en la elaboración de cerámicos para la construcción. Si el contenido de alúmina es alto se destaca la capacidad de la arcilla para sinterizarse sin perder su refractariedad y se pueden elaborar artículos refractarios y antiácidos de sinterización compacta.

El grupo de arcillas de baja fusión son utilizadas para la elaboración de tejas, cerámica de adorno y revestimiento, bloques y ladrillos para muro ya que su composición química es muy variada, el contenido de sílice suele elevarse en estas arcillas a 80% lo que indica enarenamiento. Las arcillas de menor (10-15%) o mayor (20-30%) contenido de partículas arcillosas, denominadas tierras arcillosas magras o grasas respectivamente, son adecuadas para la fabricación de ladrillos. La utilización de arcillas refractarias en la producción de cerámica fina se limita esencialmente a aquellas variedades que comunican a la masa plasticidad, facilitan su sinterización y pertenecen a la categoría de

arcillas que después de la cocción se vuelven blancas.

3.1.4. Denominación de las arcillas y sus usos.

La denominación de las arcillas está determinada por su composición [3]. Las arcillas, en particular, se utilizan para aumentar la moldeabilidad de la masa y su resistencia mecánica en estado seco.

Para la pasta utilizada en cerámica fina se necesita no menos del 35% de alúmina y el total de sustancias colorantes ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$) no debe exceder el 25%; la refractariedad no debe ser inferior a 1710°C y el retenido en el tamiz 0056 no más de 0.5% [3].

En la producción de sanitarios de porcelana y semiporcelana se utilizan arcillas caoliníticas y caolínito-hidromicáceas con las siguientes características: contenido de alúmina no menor al 16%, total de colorantes no mayor al 2.5% y residuo en el tamiz 0056 no más de 0.5%.

En la elaboración de losetas para revestimientos se utilizan tanto las arcillas refractarias blancas como las de alto y bajo punto de fusión de vivos colores, a ser posible que no contengan yeso, carbonatos ni pirita.

La elaboración de baldosas requiere la utilización de arcillas refractarias y de alto punto de fusión, el contenido de alúmina no debe ser menor al 16%, el de óxido de hierro no mayor al 12%. Se recomiendan las arcillas caolinítico-hidromicáceas y las hidromicáceo-caoliníticas como las más adecuadas.

Para la elaboración de tubos de canalización de aguas se emplean arcillas refractarias del tipo caolinítico-hidromicáceas exentas de montmorillonita, con buena aglomeración y una temperatura de sinterización no menor de 1500°C , que garantizan la estanquidad, estabilidad química y resistencia del objeto.

3.2 Comportamiento de la arcilla en el agua

La arcilla, por ser un material higroscópico, absorbe la humedad del ambiente, se empapa en el agua y, copiosamente irrigada, tiene la propiedad de hincharse. Analizando la energía de interacción se ha determinado que a cada celda unitaria de caolinita le corresponde por el lado de la capa de oxígeno 6 moléculas de agua, en tanto por el lado de la capa de hidroxilo, 3 moléculas de agua [3]. La interpretación correspondiente de cómo se distribuyen las moléculas de agua se presentan en la figura 3.2

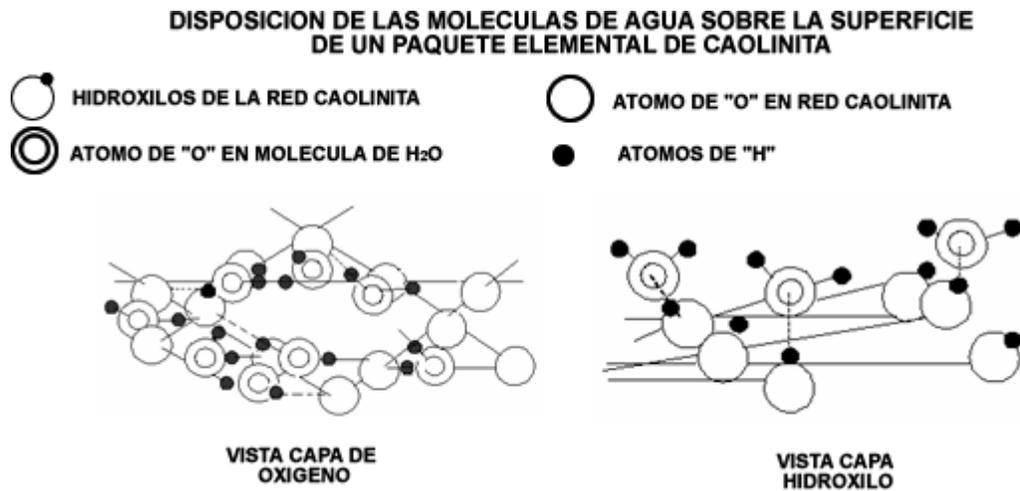


Figura 3.2. Distribución de las moléculas de agua [3].

La humedad adsorbida por la arcilla se denomina “agua afianzada”, en contraposición del “agua relajada” que se distribuye por los intersticios de las partículas en la arcilla con mayor holgura y movilidad, y es expulsada de la arcilla durante la compresión. El agua afianzada, que constituye el 0.8 - 1.0% de la humedad en el caolín, tiene 1.4 g/cm³ de densidad y 0.7-0.8 Kcal. g °C de capacidad calorífica. Esta agua se convierte de modo natural en agua relajada. El contenido de esta última aumenta según que el estado de la arcilla se aproxime a su condición de “acuosidad de servicio”, es decir, a la relación arcilla-agua en la que la masa arcillosa alcanza el máximo de plasticidad y capacidad de moldeo.

La acuosidad en servicio es diferente para los distintos caolines y arcillas. Sobre la magnitud de acuosidad de servicio influyen la composición mineralógica, el grado de dispersión y la naturaleza de los cationes de intercambio y aniones del complejo adsorbente de Hedroidz. Por ultimo, si se sigue aumentando el contenido de agua, la arcilla pierde la facultad de conservar la forma que se le ha dado y empieza a fluir como un líquido viscoso [3].

3.2.1 Plasticidad.

En realidad es necesario definir dos plasticidades llamadas por Astbury “plasticidad intrínseca” y “plasticidad extrínseca” [4]. La plasticidad intrínseca es la capacidad de obtener pastas plásticas al mezclar un material con agua; es una propiedad de las materias primas y corresponde al término “plástico” tradicional aplicado a una arcilla.

La plasticidad extrínseca hace referencia al comportamiento de las mezclas y generalmente no se mide, aunque se utiliza en el estudio del comportamiento para medir la plasticidad intrínseca. En la industria, normalmente, se ensayan distintas proporciones de agua hasta que con la aplicación de una energía determinada, que es un constante de la maquina utilizada, se consigue el efecto deseado sobre la pieza a través de la extrusión, el prensado, etc. El concepto de plasticidad está íntimamente unido al de “trabajabilidad”.

Una pasta presenta comportamiento plástico desde que pueda considerarse deformable, con el procedimiento mencionado anteriormente, hasta que presenta una resistencia a la compresión inferior a 0.03 KP/cm^2 , momento en el que adquiere las propiedades de un liquido viscoso. Esta resistencia a la compresión coincide con la que presentan las pastas elaboradas con la cantidad de agua correspondiente al límite líquido de Atterberg, al que más adelante se hará referencia.

3.2.2 Mecanismo del comportamiento plástico.

Se puede imaginar una pasta cerámica como compuesta por una serie de partículas separadas por delgadas capas de agua que las lubrican y facilitan el desplazamiento de una sobre otra. La diferencia entre una pasta y una suspensión coloidal (barbotina), en sentido estricto, radica solamente en el espesor de las capas de agua que separan las partículas; de aquí la costumbre de llamar pasta a las segundas.

La capacidad de obtener pastas plásticas no es exclusiva de las arcillas. Aunque no es muy frecuente, se encuentran materias primas cuyo contenido en minerales arcillosos no justifica el grado de plasticidad alcanzado en sus pastas. Muy frecuentemente este efecto está producido por la presencia de coloides orgánicos, o inorgánicos, como los de sílice. La conocida operación de “podrir” las arcillas, acción que aumenta su plasticidad, está basada en el aumento del contenido en materia orgánica coloidal que produce su almacenamiento en un lugar con las condiciones necesarias para la producción de fermentaciones. En general no se puede decir que una pasta deba sus propiedades a uno u otro efecto, sino a la suma de todos ellos, que da como resultado un conjunto moldeable.

En la cerámica clásica solamente se consideraba interesante la medida de la plasticidad en los procesos de fabricación que entrañaban la utilización de pastas en el sentido más estricto. Actualmente se sabe que la plasticidad está tan íntimamente ligada a la

estructura fisicoquímica de las mezclas arcillosas que su relación con otras propiedades, como las de colado y secado, pueden establecerse con relativa facilidad.

Esta estructura fisicoquímica puede definirse, aproximadamente, por las siguientes características:

- El tamaño original de las partículas.
- La capacidad de intercambio iónico de la arcilla.
- La naturaleza de los iones originalmente absorbidos.
- La naturaleza de los iones contenidos en el agua de amasado.
- El contenido en materia orgánica activa.

En principio, un aumento de plasticidad de una pasta genera:

- Una mayor ductilidad de los moldeados.
- Una retención de agua mayor que se traduce en una mayor contracción de secado y un aumento de la posibilidad de formación de grietas.

3.2.3 Los límites de Atterberg.

Según Atterberg, 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). Realmente Atterberg tradujo a números muy fielmente la opinión del alfarero sobre sus materia primas, [4].

3.2.3.1 El límite líquido y límite plástico.

La determinación de los límites puede usarse para el estudio del comportamiento de las mezclas de cualquier material de granulometría fina con agua. Se considera una pasta conformada con agua y arcilla 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 "*Límite líquido*" y "*límite 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].

3.2.3.2. El límite de retracción

Atterberg definió un tercer límite a partir del cual las nuevas pérdidas de agua no afectan dimensionalmente al sólido; es el “límite de retracción” que se mide por la cantidad de agua que contiene la pasta al alcanzar el estado en el que cesa la disminución de volumen que acompañan a la desecación.

Desde el punto de vista del estudio la plasticidad de pastas arcillosas son interesantes los dos primeros límites y el límite de retracción es útil para el estudio de secado de la pasta.

El límite de retracción puede calcularse, según Casagrande, por medio de una relación empírica a partir de los valores de los otros dos límites [4]:

$$SL = \frac{2.5LL + 45PL}{LL - PL + 45}$$

en donde:

SL = Limite de retracción

LL = Limite liquido.

PL = Limite plástico.

3.3 Los limites atterberg como definidores de materia primas

Los estudios de Casagrande sobre las determinaciones de plasticidad, según el procedimiento de los límites de Atterberg, llevaron a definir un tipo de diagrama en el que, según él, las distintas especies mineralógicas se representaban en zonas definidas tal como puede verse en la figura 3.3.

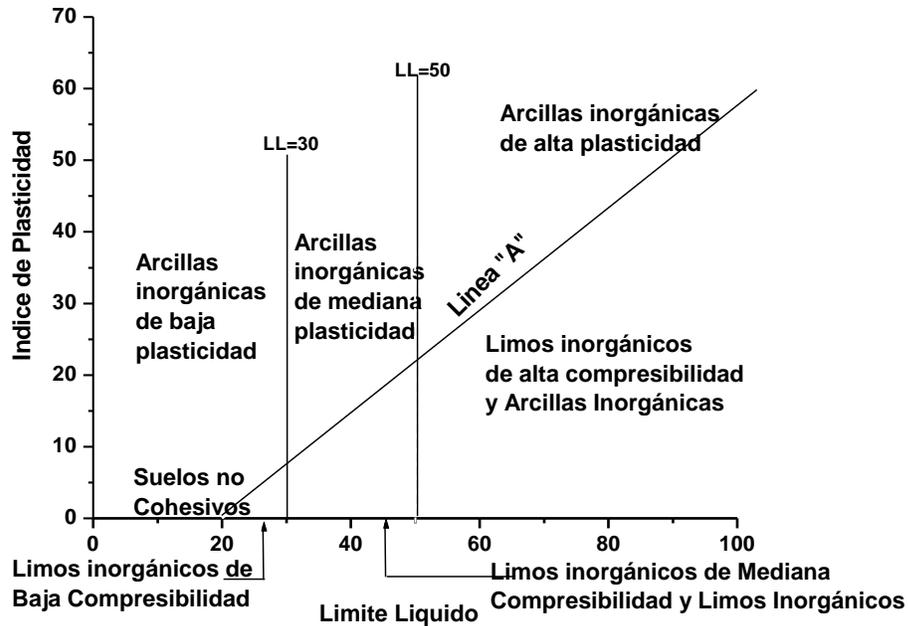


Figura 3.3. Especies mineralógicas según los límites de Atterberg [3].

Cuando se realizan los controles de calidad de los numerosos materiales “plásticos”, se constata que para materias primas procedentes del mismo yacimiento, o mezclas de materias primas procedentes de distintos yacimientos pero en una proporción constante, los puntos que representan a una materia prima en el diagrama de Casagrande están siempre alrededor de una recta con pendiente de 45° [4].

En la práctica, el límite plástico permanece constante o con muy leves cambios, en general inferiores a 0.5 unidades. Por otro lado se ve alterado el límite líquido por las distintas cantidades de electrolitos que pueden acompañar a las materias primas en función de su situación en el yacimiento (cambia, por ejemplo, el contenido en sulfatos) y la historia de la materia prima desde que es extraída hasta que entra en el proceso de fabricación.

3.4 Diagrama de Casagrande

Todos los conceptos anteriores son elementales y conocidos por cualquier ceramista. No ocurre lo mismo con el diagrama de Casagrande que aumenta el campo de aplicación y la utilidad de los resultados obtenidos hasta límites insospechados.

El gráfico base para el diagrama de Casagrande se ha representado en la figura 3.4 y contiene varios elementos con significado preciso:

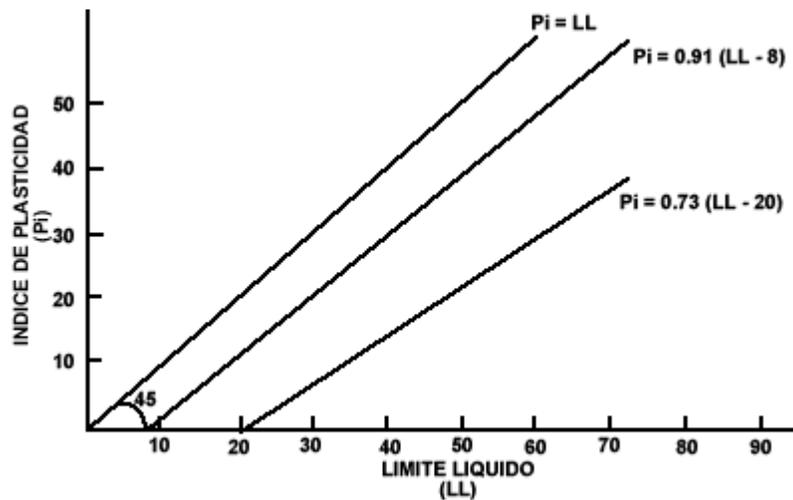


Figura 3.4. Diagrama de plasticidad de “Casagrande” [4]

- La recta a 45° es el límite entre los puntos que corresponden a materiales reales, por debajo, y los puntos que representan materias primas imaginarias, por encima. Este hecho es lógico ya que en los puntos situados por encima de la recta $P_i = LL$, el límite plástico sería negativo ya que $P_i = LL - PL$, lo que es absurdo.
- La recta de ecuación $P_i = 0.91 (LL - 8)$ es el límite superior experimental: hasta ahora no se ha estudiado ninguna materia prima cuya representación se encuentre por encima de esta línea.
- La tercera recta de ecuación $P_i = 0.73 (LL - 20)$, también llamada línea A, tiene una gran importancia empírica pues separa las arcillas puras (sobre ella) de las que contienen algún tipo de coloide orgánico que están representadas por puntos situados debajo; naturalmente ésta es una “frontera” teórica.
- La recta vertical que pasa por el punto $LL = 50$ es una línea convencional que separa las arcillas de alta plasticidad a la derecha, de las media y baja plasticidad, a la izquierda.

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 3.3.

Dada la gran cantidad de variables de las que depende el índice de plasticidad, su

determinación es muy útil para el control de calidad de las arcillas y equivale, considerado con suficiente amplitud de criterio, a la suma de los ensayos de granulometría fina, capacidad de intercambio iónico, contenido de sulfatos y materia orgánica activa, principalmente [4].

3.5 Procesamiento cerámico

El proceso utilizado para la elaboración de un producto cerámico involucra las siguientes etapas básicas: preparación de la pasta cerámica, conformado de la pieza, secado y cocción de la misma; en algunas ocasiones se incluyen otras etapas de acuerdo a las características que se busquen en el material acabado [5]. En general, al material arcilloso extraído de las minas se le adiciona agua, fundentes y defloculantes para modificar su composición y plasticidad. La mezcla de estos compuestos debe permitir la obtención de una pasta cerámica homogénea que se conforma normalmente por presión o extrusión para obtener la pieza “en verde”. Esta pieza se somete a una etapa de secado tal que las partículas de arcilla que están virtualmente rodeadas por una película muy fina de agua pierden la misma a medida que avanza el proceso, ocasionando que la distancia entre partículas disminuya, generando contracción del material [6]. Durante el secado, el control de la velocidad de eliminación de agua es crítico. El secado en la parte interna de un cuerpo se realiza a través de la difusión de moléculas de agua hasta la superficie donde ocurre la evaporación. Si la velocidad de evaporación es mayor que la velocidad de difusión, la superficie se secará más rápidamente que el interior ocasionando, con una alta probabilidad, la formación de defectos tales como distorsión de la red y fisuras. La velocidad de evaporación puede ser controlada mediante la temperatura, humedad y velocidad del flujo de aire. [5]

Si las piezas se dejan mucho tiempo fuera del secadero, estas volverán a absorber moléculas de agua del aire hasta que alcancen el equilibrio a la presión de vapor de la atmósfera que las rodea, esto debido a la capacidad higroscópica de las arcillas; este fenómeno resulta bastante antieconómico y crítico para la calidad de los productos obtenidos.

Después de secar la pieza ésta se somete a cocción, sinterización, a una temperatura que depende de la composición y de las propiedades de la pieza final; durante esta etapa ocurre la disminución de la porosidad del material, ocasionando que la densidad aumente y se mejore la resistencia mecánica del mismo. [7]

Durante la sinterización, los procesos de transporte de masa juegan un papel importante en la densificación de la pieza en verde. En la etapa inicial de la sinterización se forman cuellos entre las partículas que están en contacto debido principalmente, a mecanismos de difusión superficial y evaporación-condensación; en esta etapa no hay densificación [8]. Al aumentar la temperatura se genera un límite de grano dentro de cada cuello y cada cavidad intersticial entre partículas se convierte en un poro; en este instante de la sinterización hay un transporte de masa hacia la zona del cuello a través del volumen y el borde de grano; a medida que progresa la sinterización, los poros se hacen más pequeños y más esféricos [8]. La fuerza motriz para la sinterización es la reducción de la superficie específica de las partículas por lo que las nanopartículas son muy activas durante este proceso.

En los materiales cerámicos todos estos procesos se ven acelerados por la formación de una fase amorfa, líquida y/o viscosa, que fluye hacia los poros y en parte llena su volumen [9]. El grado de vitrificación de la pieza depende de la temperatura de cocción y del tiempo, así como de la composición del cuerpo; la temperatura a la cual se forma la fase líquida disminuye al adicionar fundentes, tales como los feldespatos. Esta fase fundida fluiría alrededor de las partículas no fundidas y llenaría los poros debido a fuerzas de tensión superficial (o acción capilar); la contracción de la pieza acompaña este proceso. Al enfriar, esta fase fundida forma una matriz vítrea que favorece la formación de un cuerpo resistente y denso [6,7]. Durante la sinterización, en las piezas ocurre un conjunto de reacciones y transformaciones después de las cuales ellas pierden irreversiblemente su plasticidad y se forma el cuerpo cerámico con su estructura y sus características definitivas.

La velocidad de sinterización se eleva a medida que aumenta la temperatura de tratamiento pero después de la aparición de la fase líquida, en la arcilla cocida, la velocidad disminuye momentáneamente a causa de la pérdida de difusión del oxígeno proveniente del aire; el valor máximo de la velocidad ocurre aproximadamente a los 800° C. [5]

Otro proceso importante que tiene lugar durante la sinterización de la pieza cerámica está relacionada con el incremento del tamaño de los poros grandes mientras el número total de poros decrece, todo esto debido a que existe en el material gradientes de concentración originados por la diferencia en solubilidades que se presenta en la fase líquida: mayor solubilidad en los poros pequeños que en los grandes [8]. Es por esto que

se da un crecimiento de los poros grandes a expensas de los poros pequeños, ocasionando que la densidad decrezca al someterla a prolongados tiempos de sinterización; este proceso es conocido como "Ostwald ripening". [8]

3.6 Propiedades mecánicas

La selección de los materiales se hace en función de las exigencias que se plantean para un determinado uso; materiales muy aptos para una cierta aplicación pueden ser completamente inútiles para otra. Por tanto, antes de seleccionar un material es preciso plantear qué se espera de él para su utilización. [10]

Dependiendo del tipo de aplicación, presentarán más importancia unas propiedades que otras, ya sea las mecánicas, químicas, térmicas, eléctricas y/u ópticas.

Los ensayos mecánicos se pueden clasificar como ensayos estáticos, en los cuales la fuerza que actúa sobre la pieza en estudio es constante, destacándose los ensayos de dureza, tracción, fluencia, torsión, compresión, flexión y pandeo. Los ensayos dinámicos son aquellos en los cuales la fuerza que actúa sobre la pieza no es constante y por tanto es debida a choques o golpes. [10]

3.6.1. Ensayo de compresión

La compresión se define como la acción que ejerce el esfuerzo a que está sometido un cuerpo por la acción 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 una probeta con una carga de compresión que aumenta gradualmente y que es aplicada uniaxialmente a lo largo del eje de la probeta, tal como se indica en la figura 3.5.

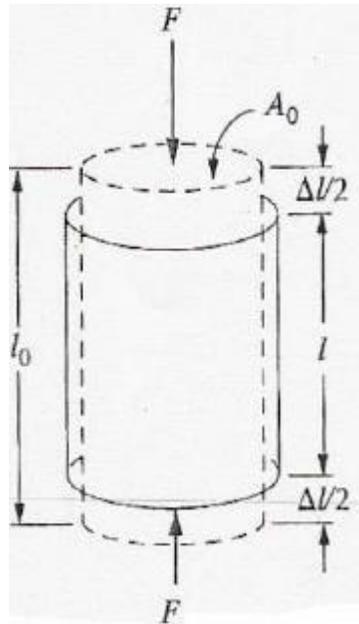


Figura 3.5. Esquema del ensayo de compresión.

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. El esfuerzo de compresión se calculará mediante la siguiente relación [7]:

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

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, en unidades de libras fuerza (lbf) o de newtons (N), y A_0 es el área de la sección original antes de aplicar la carga (pulg² o m²).

3.6.2. Ensayo de dureza

La dureza se puede definir como una medida de la resistencia de un material a la deformación plástica permanente, y se mide forzando con un penetrador su superficie.

Este elemento penetrador, que es generalmente una esfera, una pirámide o un cono, se fabrica de un material mucho más duro que el material que está siendo ensayado.

Este ensayo físico mide la resistencia a la penetración a través de la superficie de un material efectuado por un objeto duro [10].

La primera clasificación de los materiales se hizo en función de su dureza y fue la *escala de dureza mineralógica* o resistencia que oponen los cuerpos a ser rayados; el primer aparato que se utilizó para ensayar la dureza de los cuerpos fue el *esclerómetro de Martens*. El procedimiento más simple y más extendido para apreciar la dureza de los metales fue el ensayo denominado de *la lima*, donde se comparaba el esfuerzo necesario para el rayado o la profundidad de la huella; considerando estos efectos se pueden clasificar con cierta aproximación la dureza de distintos materiales [10].

Existen muchos métodos con mayor precisión para medir la dureza de los materiales, destacándose entre ellos los de *Brinell, Rockwell, Vickers y Shore*.

3.6.3 Ensayo de flexión

La flexión es usada para comprobar las deformaciones de los materiales en deformación simple. La condición es que el material no sobrepase nunca sus tensiones máximas de flexión.

El ensayo de resistencia a la flexión es complementario al de tracción para algunos materiales, ya que sólo se realiza en piezas que van a ser sometidas a esfuerzos de flexión. Las probetas son cilíndricas o rectangulares, normalmente, aunque también puede realizarse sobre probetas cuadradas. [10]

Los miembros estructurales que soportan cargas perpendiculares a sus ejes longitudinales se denominan vigas. Debido a las cargas aplicadas, las vigas desarrollan un momento de flexión que varía punto a punto a lo largo del eje de la viga. El ensayo consiste en someter las probetas, apoyadas libremente por los extremos, a un esfuerzo aplicado en el centro o dos iguales aplicados a la misma distancia de los apoyos. Normalmente, el ensayo se realiza colocando dos rodillos separados una distancia $L=20d$, siendo d el diámetro de la probeta. En la figura 3.6 se indica un pequeño esquema de este ensayo.

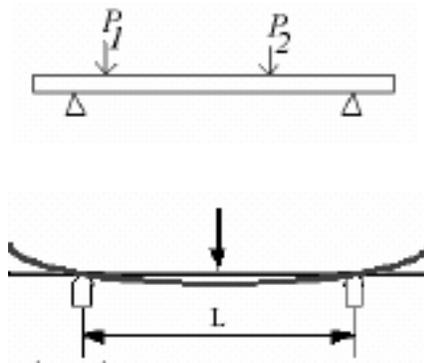


Figura 3.6. Esquema del ensayo de flexión [10].

Como convenio se toma el signo del momento flexionante positivo si este genera compresión en las fibras superiores de la viga.

La expresión utilizada para calcular el esfuerzo normal de la flexión es la siguiente [7]:

$$\sigma = \frac{Mc}{I}$$

Donde σ es el esfuerzo normal, M es el momento interno resultante, I es el momento de inercia y c distancia perpendicular desde el eje neutro (es el eje de la barra que no experimenta un cambio de longitud) al punto donde estamos calculando el esfuerzo.

Para una probeta rectangular se tiene que la tensión máxima soportada por la probeta es:

$$\sigma_{\max} = \frac{Mc}{I_x} \quad \text{siendo} \quad I_x = \frac{BH^3}{12}$$

De aquí se tiene que:

$$\sigma_{\max} = \frac{\frac{Qd}{12} \frac{2}{h}}{\frac{a^3 h^3}{12}} = \frac{Q^* d}{a^3 h^2} \quad \text{finalmente} \quad \sigma_{\max} = \frac{3^* Q^* d}{2^* a^* h^2}$$

donde:

Q: Carga aplicada

d: distancia entre apoyos

a: ancho de la probeta

h: altura de la probeta

Para el ensayo de flexión se somete una barra a presión sin que falle, por pandeo o por corte, antes de llegar a su máxima resistencia por flexión; para que esto suceda la viga bajo ensayo no debe ser demasiado corta con respecto al peralte ni tampoco demasiado larga. [10]

3.7 Bibliografía

- [1] Neira Garavito F. Propiedades físicas de los suelos. Instituto geografico "Agustin Codazzi". Subdirección agrícola. Bogota. 1974
- [2] Bernal, I., H. Cabezas, C. Espitia, J. Mojica & J. Quintero. Análisis próximo de arcillas para cerámica. Rev. Acad. Colomb. Cienc. 27 (105), 2003.
García Romero, E y Suárez Barrios, M. Las arcillas: Propiedades y usos. Disponible en <http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm>. Consultada el 28 abril de 2006.
- [3] A. I., Avgustinik, Cerámica, Editorial Reverté, S.A. , 1983
- [4] GIPPINI, Enrique. Pastas Cerámicas. Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979.
- [5] "Descripción del proceso cerámico". Disponible en <http://www.acercar.org.co/industria/manuales/iceramica/02proceso.pdf>. Consultado el 15 de septiembre de 2006.
- [6] G. Sánchez, R. Askeland. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Editores (México). 3^o Edición. 1998.
- [7] 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.
- [8]. M. Randall, *Sintering theory and practice*. John Wiley & Sons, Inc. New York. 1996
- [9] E. Xavier. Ponencia "La cerámica como tecnologías para la valoración de residuos". Disponible en <http://www.cnpml.org/html/memorias.asp>. Consultado el 3 de octubre de 2006.
- [10] García Rodríguez M. T. Temas de introducción a Materiales para la industria. Apuntes "Propiedades mecánicas de los materiales: Ensayos estáticos y dinámicos".

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el desarrollo de este trabajo de grado se ha tenido en cuenta el objetivo general del proyecto que consideraba la caracterización fisicoquímica de las arcillas de la vereda la Codicia, municipio de Guapi (Cauca), para implementar el montaje de una planta piloto para el secado y cocción de ladrillos en la costa pacífica caucana. Así mismo suministrar a la Asociación de Productores del Pacífico “ASPROPACIFICO”, una metodología apropiada a nivel de laboratorio para explotar el depósito de arcilla que ellos poseen, pensando en una adecuada preparación de la pasta arcillosa y en definir las mejores condiciones para el amasado, extrusión, almacenamiento del material, secado y cocción de los productos cerámicos que allí se fabriquen.

Para tal fin el procedimiento experimental se inició con la toma de muestras en la vereda la Codicia, de acuerdo a características tales como plasticidad, color y textura. Como paso siguiente se adecuaron las muestras con el fin de realizar las caracterizaciones física, química y microestructural respectivas para dar inicio al estudio de las propiedades de la materia prima.

Posteriormente se trabajó en el procesamiento cerámico, comenzando con el conformado de piezas para a continuación estudiar su comportamiento durante las etapas de secado y sinterización. Finalmente a las piezas sinterizadas se les realizó una caracterización microestructural y mecánica.

4.1. Toma de muestras.

El depósito del material arcilloso, de donde se tomaron las muestras a estudiar, se encuentra ubicado en la República de Colombia, departamento del Cauca, municipio de Guapi (vereda la Codicia), y tiene un área de 3,8 hectáreas. Para el estudio de exploración y evaluación del depósito de arcilla se diseñó una red de perforaciones con excavaciones de diferentes profundidades, además de características como color, textura y plasticidad de las arcillas; se encontró material arcilloso de color amarillo-café en la parte superficial del depósito y en la parte más profunda una arcilla de color gris con presencia de franjas de arcilla roja. Estas muestras representativas del depósito se rotularon como ARGU-I y ARGU-II y fueron la base del presente estudio. (Ver Anexo 1 Gráfica de Apiques).

Los estudios de exploración y evaluación del depósito de arcilla fueron llevados a cabo

por el Ingeniero Paulino Mancilla quien forma parte de la Asociación de Productores del Pacífico (APROPACIFICO) y dirigió el proyecto “Planta piloto de la industria ladrillera en la Costa Pacífica Caucana” en el que se enmarcó el presente trabajo de grado.

Características generales

ARGU-I es una arcilla de color amarillo-café en la que se observa la presencia de pequeñas bandas rojas que hacen prever la presencia de óxido de hierro. Al palparla se percibe contenido de arena y refleja buena plasticidad.

ARGU-II es una arcilla de color gris que al compararla con la muestra anterior, presenta menor cantidad de arena y su aspecto lleva a presagiar una mayor plasticidad; además presenta bandas rojas en menor proporción.

4.2. Adecuación de las muestras

Durante el desarrollo de este trabajo se empleó la metodología indicada en la figura 4.1 para obtener el material arcilloso requerido, con las condiciones adecuadas para los diferentes ensayos de caracterización: física, química y microestructural.

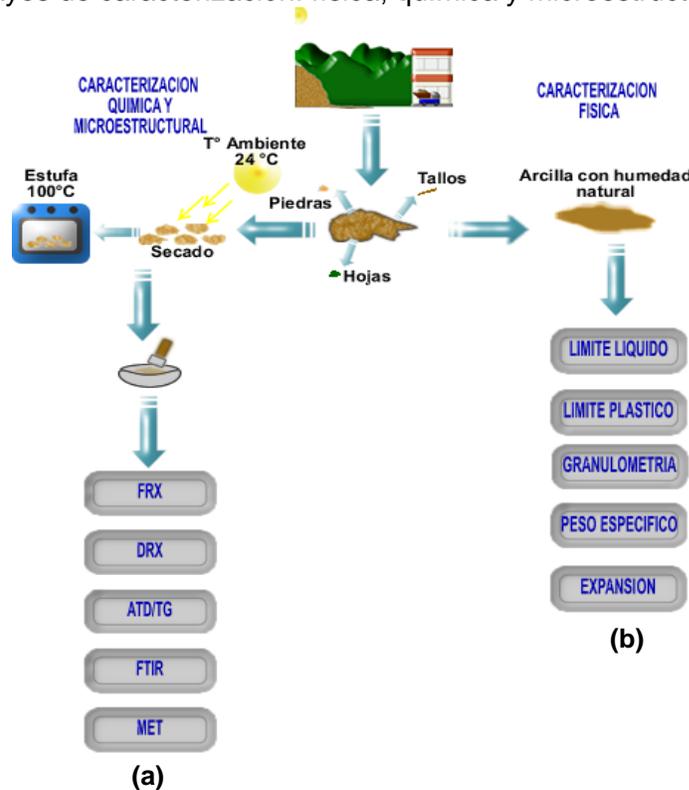


Figura 4.1. Adecuación de las muestras arcillosas para realizar su caracterización: (a) Caracterización química y microestructural y (b) Caracterización física

Inicialmente fue necesario hacer una limpieza manual de la materia prima para desechar material orgánico como raíces, tallos, hojas además piedras de gran tamaño. Para realizar la caracterización física de las muestras, se tomó el material arcilloso con su humedad natural y se realizaron los ensayos respectivos de límites de consistencia o de Atterberg (límite líquido y límite plástico), granulometría, peso específico y expansión.

En cuanto a la caracterización química y microestructural, se realizó un secado de la muestra a temperatura ambiente con el fin de eliminar el agua fisisorbida y posteriormente, para eliminar los residuos de agua por completo, la muestra se colocó en el interior de un horno a una temperatura de 100° C durante 24 horas. Finalmente, esta muestra se molió en un mortero de ágata para obtener el material en polvo el cual se utilizó para realizar los diferentes ensayos de caracterización: Fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR) y análisis térmicos diferencial y gravimétrico (ATD/TG).

4.3. Caracterización de la materia prima.

4.3.1. Caracterización física de las muestras.

La caracterización física de las muestras se realizó en el Laboratorio de Suelos de la Universidad del Cauca. Se determinaron las características generales de la materia prima, tales como índice de plasticidad (por medio de los Límites de Atterberg), tamaño de partícula utilizando granulometría, peso específico de la materia prima y cambio potencial de volumen empleando el ensayo de expansión; todos estos ensayos se realizaron siguiendo las normas técnicas que existen para el desarrollo de los mismos.

4.3.1.1. Límites de Atterberg.

Para determinar la plasticidad del material arcilloso de interés se tomaron muestras sin ningún tratamiento y se les realizaron los ensayos de límites de Atterberg (límite líquido y límite plástico). Dichos límites se determinaron según los procedimientos descritos en la Norma Técnica Colombiana 1493 de Suelos (Ensayo para determinar el límite plástico y el índice de plasticidad), que corresponde a la norma ASTM (American Society of Testing of Materials) D 4318, y se clasificaron de acuerdo con el sistema unificado de clasificación de suelos (USCS). [1]

Límite plástico

Para la obtención del límite plástico se determinó el contenido de humedad de una muestra plástica arcilla-agua, moldeada en forma cilíndrica, considerando la pérdida de cohesión como consecuencia de un esfuerzo mecánico suave ejercido con la palma de la mano; el diámetro aproximado del cilindro formado, especificado en la norma, es de 3mm.

Límite líquido

El límite líquido representa el menor contenido de agua que permite que la pasta se comporte como un líquido. Para la determinación de tal límite se utilizó un instrumento conocido como cuchara de Casagrande. Para ello se cubre con la arcilla de modo adecuado el recipiente del instrumento y sobre la superficie de la pasta húmeda se hace un surco, con la ayuda de un acanalador normalizado. Se estima que la pérdida de resistencia de la pasta a la cizalla se consigue cuando el surco practicado se cierra, a lo largo de una longitud mínima normalizada de 13 mm, como consecuencia de un número establecido de golpes (concretamente 25 golpes) del recipiente 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 (NTC 1493 de suelos). Al incrementarse la humedad de la pasta disminuye el número de golpes necesarios para ocasionar el cierre del surco y viceversa; el límite líquido correspondería al contenido en humedad al producirse el cierre con 25 golpes y según la norma se obtiene promediando valores obtenidos con porciones de pasta cerradas respectivamente entre 15 y 25 golpes, por una parte, y entre 25 y 35, por otra [2].

Índice de plasticidad

El índice de plasticidad de las muestras se obtuvo de la diferencia entre límite plástico y el límite líquido. Los valores de índice de plasticidad y el límite líquido se ubicaron en la carta de plasticidad, (figura 3.3), lo que permitió la clasificación del material arcilloso de acuerdo con el sistema unificado de clasificación de suelos (USCS).

Límite de retracción

El límite de retracción de las muestras, el cual es de gran utilidad en el estudio del secado de las piezas, se realizó utilizando la siguiente expresión [3]:

$$SL = \frac{2.5LL + 45PL}{LL - PL + 45}$$

en donde:

SL = Limite de retracción

LL = Limite liquido.

PL = Limite plástico.

4.3.1.2. Peso específico

El peso específico de la parte sólida de un suelo fino se define como la relación entre una determinada masa de suelo exenta de poros a una determinada temperatura y la masa del mismo volumen de agua destilada a la misma temperatura.

Para determinar este parámetro se utilizaron 100 g de material arcilloso con su humedad natural. Se homogenizó la pasta para eliminar los grumos existentes en la muestra y la mezcla se pasó a un dispersador mecánico al cual se le adicionó agua, hasta formar aproximadamente 200 cc de suspensión, y se mezcló durante 15 min. A continuación, esta suspensión se llevó a un matraz previamente calibrado, con agua destilada hasta ocupar $\frac{3}{4}$ de su capacidad; el matraz se colocó en una bomba de vacío durante 24 horas, con el fin de extraer el aire de la muestra evitando el burbujeo excesivo.

Después de desaireada la muestra, se adicionó agua destilada hasta que la parte inferior del menisco coincidiera con la marca de enrase (marca en el matraz), se secó el matraz y se llevo a una balanza para pesar el conjunto matraz+suelo+agua; inmediatamente se midió la temperatura del bulbo. Con esta temperatura y la curva de calibración, se obtuvo el dato del peso correspondiente al matraz lleno de agua hasta la marca de enrase a la temperatura dada.

El material arcilloso del matraz fue vaciado en un vaso metálico, enjuagando con agua destilada todo el contenido del matraz, y se sometió a secado en horno a 120° C durante 24 h; el peso específico del suelo fue calculado utilizando la siguiente relación [4]:

$$S_s = \frac{W_s}{W_{ma} - W_{mas} + W_s} \cdot K$$

donde:

S_s = Peso específico

W_{ma} = Peso del matraz lleno de agua hasta la marca de enrase, obtenido de la curva de calibración

W_{mas} = Peso del matraz, agua y suelo, lleno hasta la marca de enrase.

W_s = Peso del suelo secado a 120° C durante 24 horas.

K = Factor de corrección de temperatura, para referirse a 20° C.

Los valores obtenidos se compararon con algunos valores de peso específico dados en la literatura [4] para diferentes clases de suelo, tabla 4.1, y se clasificó la materia prima.

Tabla 4.1. Valores típicos de pesos específicos de suelos

TIPOS DE SUELO	S_s
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

Los valores típicos de peso específico de muestras con alto contenido de hierro pueden llegar hasta 3.00; En el caso de altos contenidos de materia orgánica se pueden encontrar valores de 1.50. En general, los minerales arcillosos que constituyen la fracción coloidal de un suelo pueden tener un peso específico entre 2.80 y 2.90, no obstante en arcillas volcánicas se encuentran valores bajos entre 2.20 y 2.60.

4.3.1.3. Presión de expansión.

La presión de expansión se estudió para determinar el grado de cambio volumétrico que experimenta la materia prima al ser sometida a la acción de una fuerza vertical. El cambio potencial de un suelo o P.V.C (potencial volume change), definido por Lambe [4], mide la presión de expansión que es capaz de generar un suelo al absorber agua, restringiéndole su cambio volumétrico bajo una presión vertical de una (1) Ton/m².

Para la realización de este ensayo se utilizó un Expansómetro de Lambe en el cual se colocó la muestra, tomando nota en primer lugar de su humedad inicial, y se le adicionó agua; se tomaron lecturas de presión al cabo de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 30, 60, 90 y 120 minutos. Estos datos se graficaron y se obtuvo un valor de presión que está relacionado con el cambio potencial de volumen. Con este valor, el suelo se clasificó de acuerdo con los valores que se indican en la tabla 4.2 [5].

Tabla 4.2. Clasificación de suelos según valores del cambio potencial de volumen

VALOR DE P.V.C	CATEGORIA
Menor de 2	No critica
2 – 4	Marginal
4 – 6	Critica
Mayor de 6	Muy Critica

4.3.1.4. Análisis granulométrico.

Se denomina análisis granulométrico al proceso de determinación de la proporción en que se encuentran los distintos tamaños de partícula presentes en un suelo [6].

Para el análisis granulométrico del mineral arcilloso en estudio se utilizó el método de tamizado (los tamices utilizados para la realización de este ensayo fueron: tamiz N° 200, 100, 40, 10, 4 y 3/8" con aberturas de 74 μm , 149 μm , 420 μm , 2.00 mm, 4.76 mm y 9.52 mm, respectivamente). Para ello se tomó muestra seca, previamente pesada, la cual se lavó y se hizo pasar por el tamiz N° 200, abertura de 74 μm , y la cantidad pasante se secó y se pesó; la diferencia de pesos definió la cantidad de muestra pasante tamiz N° 200. Este material seco y pesado se hizo pasar, nuevamente, por cada uno de los tamices y se pesó la cantidad de suelo retenido en cada uno de ellos.

4.3.2. Caracterización química y microestructural.

Los polvos cerámicos obtenidos se caracterizaron utilizando fluorescencia de rayos X (FRX), Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR), análisis térmico ATD/TG y Microscopia Electrónica de transmisión (MET).

4.3.2.1. Fluorescencia de rayos X (FRX)

Esta técnica se basa principalmente en la excitación de una muestra con un haz de rayos X proveniente de un tubo de rayos X o una fuente radioactiva. La muestra absorbe los rayos X produciéndose excitaciones electrónicas que al volver a su estado fundamental, mediante transiciones electrónicas, emiten rayos X de mayor longitud de onda (fluorescencia); estas transiciones implican electrones con alta energía. La identificación de los picos en los espectros de fluorescencia de rayos X, se realiza utilizando tablas de referencia de líneas de emisión de los elementos [7].

El material arcilloso de interés se caracterizó utilizando FRX para conocer los elementos

que, como óxidos, existen en él y el porcentaje del mismo en la muestra. Para este estudio, las muestras en polvo fueron homogenizadas con agitación y se prepararon en forma de perlas. La medición se realizó utilizando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X PW – 2440 Philips de la Universidad Nacional sede Bogotá. La señal resultante, de cada medición fue calibrada mediante una curva cuantitativa implementada para determinar los elementos mayoritarios en los sedimentos, considerando la tipología de las muestras arcillosas.

4.3.2.2. Difracción de rayos X (DRX)

En la naturaleza, la materia puede ser clasificada de acuerdo a su arreglo atómico como: materiales que presentan un orden atómico a muy corto alcance, materiales amorfos, y los materiales que poseen un orden a largo alcance, materiales cristalinos. Uno de los métodos no destructivos de análisis que permite identificar esta característica de los materiales es el denominado difracción de rayos X [8].

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica que permite la identificación cualitativa de las fases cristalinas presentes en la muestra. En el presente trabajo se utilizó DRX para determinar las fases cristalinas presentes en las muestras de arcilla de interés y la evolución de las fases cristalinas al someterlas a diferentes tratamientos térmicos. Este análisis se realizó utilizando como patrón de referencia la base de datos del software PCPDFWIN Versión 2.1 JCPDS-ICDD (International Center for Diffraction Data). Los difractogramas de las muestras sólidas fueron obtenidos con un equipo Siemens D-5000, perteneciente a INGEOMINAS (Cali), utilizando la radiación de $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.54 \text{ \AA}$), en el rango entre 10° y 70° .

4.3.2.3. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR)

El término espectroscopía infrarroja se refiere a la descomposición óptica, en sus diferentes longitudes de ondas, de la radiación infrarroja. Es una técnica muy utilizada para estudiar los componentes orgánicos e inorgánicos presentes en una muestra. Esta técnica utiliza luz infrarroja, longitud de onda entre 0.78 y $300 \mu\text{m}$, para irradiar la muestra y su interacción pone en evidencia los modos vibracionales relacionados con las deformaciones angulares, los estiramientos de los enlaces y sus rotaciones, de parejas o grupos de átomos que son excitados con la absorción de la radiación a una frecuencia apropiada. La frecuencia de la radiación incidente se varía con el fin de obtener un espectro. Este espectro, por lo tanto, es el resultado de las transiciones entre dos niveles

de energía vibracional lo que proporciona información sobre la estructura del compuesto; se obtiene un gráfico de la intensidad de radiación absorbida o transmitida por la muestra en función de la frecuencia, o número de onda, de la radiación incidente. Esta técnica espectroscópica, con transformada de Fourier, permite obtener espectros con buena resolución en pocos minutos, ya que al tratar los datos con la transformada de Fourier se aumenta el cociente señal/ruido [9].

Todas las características de los espectros infrarrojos de los minerales están relacionadas con su constitución, composición química y estructura cristalina, además, estas son determinadas por las vibraciones de los grupos atómicos de la estructura cristalina de los minerales.

La preparación de la muestra, para el ensayo con FT-IR, se realizó mezclando el material arcilloso en polvo (aprox. 3 mg) con 50 o 200 veces su peso en polvo de KBr, muy fino y, aplicando sobre ella presión para formar una pastilla que se coloca en el portamuestras del equipo para obtener su espectro; los espectros FT-IR fueron obtenidos usando un espectrómetro Termo Nicolet IR 200 ubicado en el Laboratorio de Catálisis de la Universidad del Cauca.

4.3.2.4. Análisis térmico diferencial y gravimétrico (ATD/TG)

Para estos ensayos, una cantidad fija de la muestra a analizar es introducida en un compartimiento de un centímetro cúbico de un recipiente refractario de paredes finas. El compartimiento adyacente se llena con un material inerte, generalmente un óxido calcinado. Las muestras se ponen en contacto con dos termopares de aluminio-cromo conectados a instrumentos registradores de tal modo que la diferencia de temperatura se amplifica y se registra continuamente junto con la temperatura del material inerte, a intervalos fijos de tiempo o de temperatura. El conjunto se encierra en un bloque de refractario que se inserta en un horno eléctrico [10].

Estos ensayos se realizaron en un rango de temperatura de 20° C a 800° C, para el análisis termogravimétrico (TG) y, de 20° C a 1600° C para el análisis térmico diferencial (ATD); en ambos casos se trabajó en atmósfera de oxígeno.

La termogravimetría (TG) fue utilizada para determinar la pérdida de masa que experimenta la muestra sólida al ser sometida a la acción de la temperatura, por otro lado, las reacciones endotérmicas y exotérmicas que ocurren en el material arcilloso, al tratarse térmicamente, se determinaron utilizando análisis térmico diferencial el (ATD). Actualmente se sabe que cada uno de los materiales de arcilla posee sus propiedades

térmicas propias, siendo similares pero no idénticos para los minerales del mismo grupo.

4.3.2.5. Microscopia electrónica de transmisión (MET)

Esta técnica permite analizar muestras delgadas (de orden micrométrico y hasta nanométrico) utilizando un haz muy fino de electrones provenientes de un cañón de electrones de alta energía. Al realizar el barrido de la muestra se producen varios tipos de señales como resultado de la interacción del haz de electrones y la muestra, destacándose la información que llevan los electrones que atraviesan la muestra; esta información es la base para el funcionamiento del microscopio electrónico de transmisión (MET). Con esta técnica se puede adquirir información de la naturaleza física y química de los sólidos y de los defectos presentes en los mismos; se puede determinar además el tamaño y la morfología de las partículas de polvo así como su estructura cristalina, utilizando difracción de electrones. La composición química de los polvos se puede determinar, en regiones muy localizadas, haciendo uso de los rayos X que emite la muestra cuando incide sobre ella un haz de electrones altamente energético [8].

En este trabajo se empleó MET para determinar el tamaño y la morfología de las partículas que conforman los polvos de arcilla obtenidos. Para ello se utilizó el microscopio JEOL 2000 de la unidad de microscopia electrónica, UME, de la Universidad del Cauca.

4.4 . Procesamiento cerámico.

El desarrollo del procesamiento cerámico de las muestras se realizó teniendo en cuenta las etapas básicas para la elaboración de piezas cerámicas, como son: la dosificación, el conformado, el secado y la sinterización. El esquema de la figura 4.2 muestra uno a uno los pasos seguidos para la elaboración de las piezas, resaltando que se realizaron dos vías de conformado denominadas *ruta en seco* (compactación de polvos cerámicos) y *ruta en húmedo* (pasta cerámica).

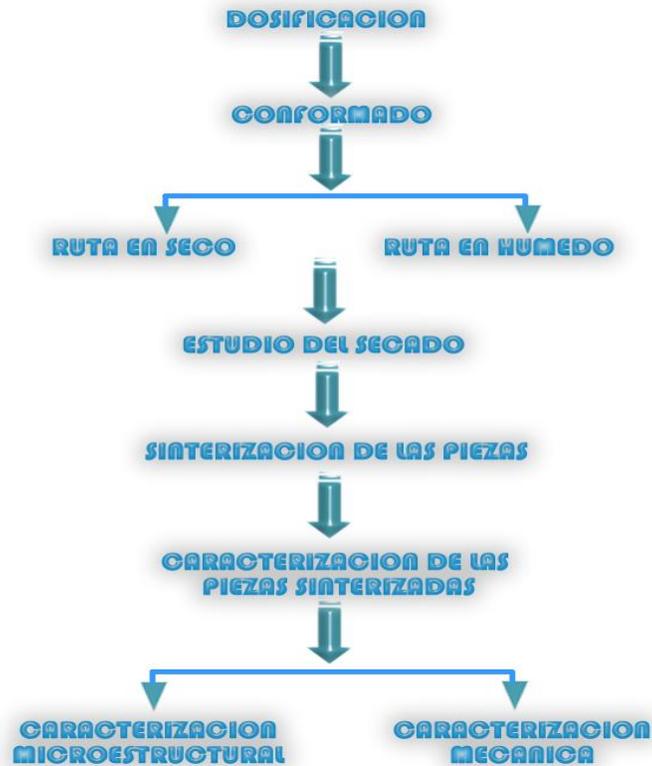


Figura 4.2. Diagrama que describe el procesamiento cerámico utilizado.

4.4.1. Conformado de muestras

Para el conformado de las piezas, utilizando la materia prima de interés, se diseñaron en el laboratorio dos troqueles. Concretamente, uno para trabajar con polvos cerámicos, para el prensado, y el otro para trabajar con pastas cerámicas, para simular la extrusión. Ambos procesos producen, mediante la aplicación de un esfuerzo mecánico, la separación de los aglomerados y el re-acomodamiento de las partículas a través de un transporte de masa en contra de las fuerzas de rozamiento interno y en contra también, de las fuerzas de rozamiento con las paredes del molde o de la boquilla del troquel [11]. Por último, se establecen nuevos enlaces entre las partículas que permiten mantener, al cesar el esfuerzo, la forma adquirida por la pieza en verde.

4.4.1.1. Ruta en seco.

La materia prima utilizada para el conformado de piezas por la ruta en seco, se sometió a un secado a temperatura ambiente, durante un par de días, luego se pasó a secar en una

estufa a una temperatura de 100° C aproximadamente; la muestra seca se maceró en un mortero de ágata, hasta obtener material en polvo, y posteriormente se seleccionó utilizando un tamiz N°150, tamaño de partícula 75 µm, lo que garantizaba un mejor empaquetamiento y una mayor reactividad de las mismas durante el proceso.

Este material en polvo se colocó en el interior del troquel y se obtuvieron, al prensar, piezas cilíndricas de dimensiones aproximadas a 13 mm de diámetro por 10 mm de alto; para la conformación de estas piezas se utilizaron diferentes presiones de compactación con el fin de obtener la presión de conformado óptima, poniendo atención a la presencia de defectos en ellas que se pudieron originar durante el conformado. En la figura 4.3(a) se muestra un esquema del troquel utilizado y de las muestras obtenidas con este.

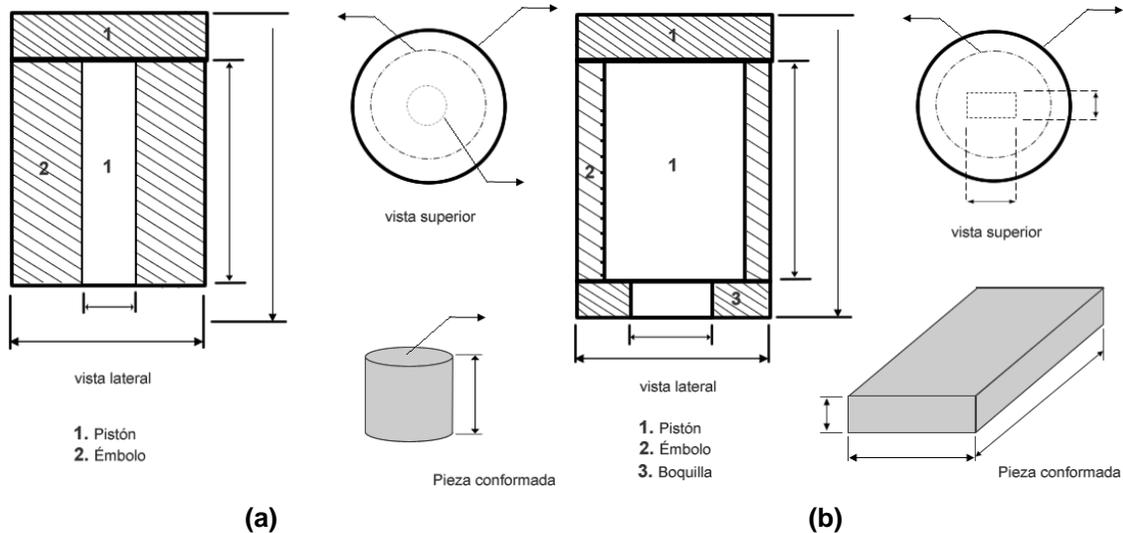


Figura 4.3. Esquema de los troqueles utilizados para la conformación de las probetas utilizando:

(a) ruta en seco y (b) ruta en húmedo

4.4.1.2. Ruta en húmedo

El conformado de las piezas se realizó simulando el proceso de extrusión que se utiliza normalmente en planta. Para ello se tomó el material arcilloso, con su humedad natural, y se le realizó una limpieza manual del material orgánico presente. Luego se procedió a triturar y mezclar el material arcilloso obteniéndose una materia prima homogénea que posteriormente se introdujo en el troquel. En esta condición se aplicó una presión uniaxial a la materia prima para conformar probetas de dimensiones 10 mm x 20 mm x 50 mm, aproximadamente. Para el conformado de las probetas se utilizaron diferentes presiones, con el fin de obtener la presión óptima que permitiera alcanzar la mayor densidad en

verde a las piezas. En la figura 4.3 (b) se indica el troquel utilizado y la forma de las probetas obtenidas.

Es de anotar que para las dos rutas de conformado, ruta en seco y ruta en húmedo, se utilizaron mezclas en proporciones 100:0, 50:50 y 75:25, de las muestras ARGU-I ARGU-II respectivamente, para estudiar el efecto que tiene la dosificación de las mismas sobre las propiedades de las piezas.

4.4.2. Secado de las piezas en “verde”

Después de obtenidas las probetas se procedió a realizar la etapa de secado de las mismas, centrando la atención en la posible formación de fisuras originadas por los cambios bruscos de temperatura que ocasionarían altas velocidades de pérdida de peso y rápida contracción de la pieza.

Para las probetas obtenidas por la ruta húmeda, el estudio del secado de las piezas se realizó en dos etapas. En primera instancia, las probetas se colocaron en el interior de un desecador el cual permitió controlar la humedad del medio, condición establecida para la eliminación controlada de agua. Al cabo de unos días fueron trasladadas a una estufa, cuya temperatura se encontraba entre 100-120° C, para completar el ciclo de eliminación de humedad; allí se mantuvieron hasta que alcanzaran peso constante, garantizando así la máxima eliminación de humedad de estas y minimizando la posible generación de fisuras.

Las probetas obtenidas por la ruta en seco solo fueron secadas en estufa, puesto que previo al conformado, el polvo cerámico utilizado ya se había secado con anterioridad.

Durante la etapa de secado se registró la pérdida de peso que experimentaron las probetas, tanto en el desecador como durante su estancia en la estufa, obteniéndose las curvas de pérdida de peso en función del tiempo ($\Delta w/w_0$ vs. t , tal que $\Delta w = w_F - w_0$) para cada una de las muestras obtenidas por las dos rutas de conformado.

Como ya se mencionó anteriormente, la pérdida de peso que presentan las piezas es ocasionada por la eliminación de agua, la cual existe entre las partículas y que al ser extraída genera un acercamiento entre ellas, hecho que se refleja en un cambio dimensional de las probetas. Es por esto que se realizó un estudio paralelo de la contracción que sufren las piezas durante la etapa de secado. Para ello se tomaron datos de la contracción longitudinal de las probetas durante la estancia en el desecador y en la estufa, obteniéndose gráficas de contracción longitudinal en función del tiempo ($\Delta L/L_0$ Vs, t , tal que $\Delta L = L_F - L_0$) para las dos rutas de conformado.

4.4.3. Sinterización de las muestras

Posterior al secado de la muestra se procedió a la sinterización de las piezas. Para el estudio de sinterización de las muestras se diseñó un programa de calentamiento teniendo en cuenta los resultados de ATD/TG de la materia prima. De esta forma se garantizó que las reacciones que ocurren en el sistema se den de manera controlada y se logre la mayor densificación de las piezas. La rampa de calentamiento utilizada, para sinterizar una muestra a 1000 °C, se indica en la figura 4.4.

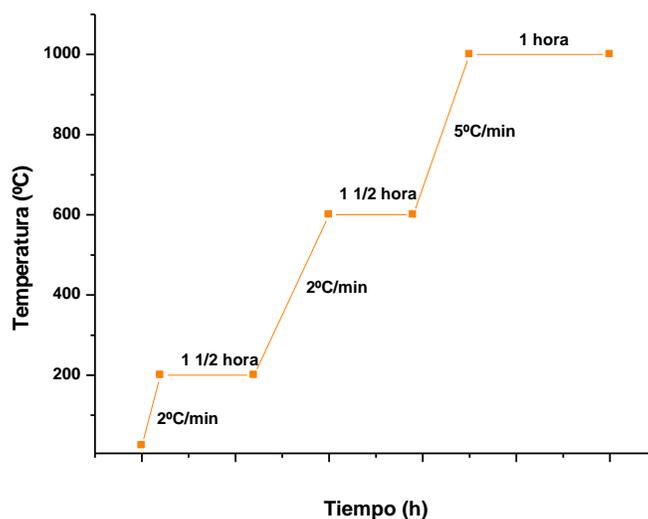


Figura 4.4 Programa de calentamiento utilizado para sinterizar una muestra a 1000 °C, durante 1 hora.

La sinterización de las muestras se realizó en un horno Maxthermo Mc. 2838P. Para realizar el estudio de sinterabilidad de las piezas, estas se sometieron a tratamiento térmico a diferentes temperaturas, 200° C, 400° C, 700° C, 800° C, 900° C, 950° C, 1000° C, 1050° C, 1150° C, 1250° C y 1300° C, a las cuales se les tomaron los datos dimensionales y de peso, antes y después de la sinterización. Estos valores se utilizaron para obtener las gráficas de variación de peso en función de la temperatura de sinterización ($\Delta w/w_0$ vs. T), y variación de la contracción longitudinal en función de la temperatura de sinterización ($\Delta L/L_0$ vs. T), ya que durante la sinterización de las piezas ocurren reacciones de deshidratación, deshidroxilación, eliminación de compuestos orgánicos, cambios de estructura, cambios de fase, entre otras, que pueden ocasionar variaciones de peso y cambios dimensionales en las mismas [12].

Un parámetro importante y que daría idea de los posibles usos de la materia prima en estudio, es la densidad que adquieren las piezas después de ser sinterizadas; por esto se realizó un estudio de la evolución de la densificación de las piezas en función de la temperatura (D vs. T).

Por otro lado, para tener información sobre la evolución de la porosidad en las piezas, se realizó el ensayo de absorción de agua. Para ello las piezas sinterizadas se secaron a 100 °C, durante 24 horas, se pesaron y luego se sumergieron completamente en un recipiente con agua destilada durante 24 horas. Después de este proceso se procedió a secarlas superficialmente con un paño y se pesaron nuevamente [13].

Con esta metodología se obtuvo información tanto del peso de la muestra seca como del peso de la muestra más el agua contenida en los poros; la diferencia entre estos dos pesos, dividida entre el peso de la muestra seca, da información sobre el porcentaje de agua retenida en los poros. Los valores obtenidos permitieron graficar el porcentaje de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización, para cada una de las muestras obtenidas por las dos vías de conformado.

Finalmente, con la información acerca de la contracción de las piezas y el porcentaje de absorción de agua durante la sinterización, se hicieron los diagramas de gresificación (que se obtiene de la superposición de las curvas obtenidas a partir de los parámetros mencionados en función de la temperatura), tal que en el punto en que las dos curvas se cruzan se garantizaría la presencia de una fase líquida-amorfa, que ayudaría considerablemente a la densificación de las piezas.

4.4.4. Caracterización de las piezas sinterizadas.

Se hicieron caracterizaciones microestructurales y mecánicas, por medio de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido con el fin de conocer la microestructura de las piezas, además para poder apreciar los defectos y estimar su grado de densificación después de la sinterización. Los ensayos mecánicos, que se les realizó a las muestras sinterizadas, permitieron obtener información de la respuesta que presentaban las probetas al ser sometidas a esfuerzos mecánicos.

4.4.4.1. Caracterización microestructural.

4.4.4.1.1. Microscopía Óptica.

La microscopía óptica es una técnica muy utilizada en el estudio de detalles

microestructurales de muestras sinterizadas o partículas de unos pocos micrómetros (10^{-3} mm). Esta técnica puede hacer uso ya sea de luz blanca o luz monocromática, la cual es transmitida o reflejada a través de la muestra y luego observada por medio de lentes que magnifican el tamaño de la imagen. El campo de aplicación de esta técnica está principalmente en el estudio de muestras biológicas, aunque también se utiliza para observar muestras minerales [14].

El estudio de microscopía óptica se realizó en la Unidad de Microscopía Electrónica de la Universidad del Cauca. Para ello se obtuvieron imágenes digitales de las piezas conformadas, por vía húmeda y seca, a través de una cámara CCD marca JVC TKa 1380 acoplada al microscopio óptico Nikon SM 2T, la adquisición y almacenamiento de las fotos fue realizada a través del programa LEICA Modelo Q 500 IW, software desarrollado para el análisis de imágenes.



Figura 4.5 Sistema de adquisición de imágenes de la Unidad de Microscopía Electrónica de la Universidad del Cauca

Por medio de esta técnica se logró, inicialmente observar la variación del color en las piezas sinterizadas. Además, se identificó la presencia de impurezas y defectos tanto en la superficie externa como en la superficie fracturada de muestras sinterizadas.

Con el fin de resaltar la microestructura y las impurezas presentes en las muestras se realizó un ataque químico de las piezas sinterizadas. Para ello, las muestras se pulieron hasta tomar apariencia tipo espejo y se sumergieron en ácido perclórico (HClO_4) y ácido nítrico (HNO_3) en una concentración de 0.5 molar, durante tiempos de 15 y 45 segundos para cada ácido.

Viendo la eficiencia del ataque químico, para resaltar los bordes de grano o de fases, se procedió a atacar térmicamente las piezas a una temperatura 50° C por debajo de la de sinterización con una rampa de calentamiento y enfriamiento rápido. Las muestras se observaron utilizando microscopía óptica y el resultado que se esperaba era el realce de la microestructura de las piezas así como de los defectos e impurezas presentes.

Para las muestras conformadas por vía seca, puesto que presentaban delaminación, se extrajeron cuidadosamente parte de estas láminas y se observaron utilizando el microscopio óptico de polarización marca Nikon Microphot con el fin de observar defectos que no eran apreciables con el microscopio óptico tales como fisuras internas, porosidad e inclusiones

4.4.4.1.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es una técnica muy versátil la cual permite observar partículas o detalles estructurales en el rango de $\sim 10^{-2}$ a $\sim 10^2$ μm . En esta técnica, un haz de electrones es enfocado, utilizando lentes magnéticas, sobre la superficie de la muestra en estudio. El haz electrónico 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 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. Un estudio adicional se puede realizar utilizando este tipo de microscopios; es realizar un análisis químico cuantitativo de los elementos presentes en la muestra. Este estudio se realiza utilizando la microsonda que se adapta a estos equipos [7].

Se utilizó esta técnica de caracterización para observar la superficie de una fractura fresca que se practicó a las muestras y de esta forma se determinó la microestructura de la misma y apreció el grado de densificación de las piezas tratadas a diferentes temperaturas. Además, haciendo uso de la microsonda que posee el equipo, se realizó el análisis químico de la superficie, concretamente de algunas zonas de las muestras, para examinar la distribución de los elementos después de ser tratadas térmicamente, así como para realizar análisis puntuales a partículas que se encontraban dentro de la

muestra. El equipo utilizado para este análisis fue un microscopio marca JEOL 5910LV SEM, perteneciente a la unidad de microscopia de la Universidad Nacional sede Medellín.

4.4.4.2. Caracterización Mecánica

Con el fin de determinar los posibles usos de la materia prima de interés, se realizaron ensayos mecánicos a piezas conformadas con ellas. Para ello se efectuaron ensayos de resistencia a flexión, resistencia a compresión y dureza Mohs a cada una de las probetas conformadas por vía húmeda. Para probetas conformadas por vía seca solo fue posible determinar su dureza puesto que las dimensiones no permitieron la realización de las otras pruebas. Estos ensayos fueron realizados en la Escuela de Ingeniería de Antioquia-Medellín.

Los ensayos mecánicos de flexión y compresión se realizaron a probetas de dimensiones 10 mm x 20 mm x 50 mm, aproximadamente, las cuales fueron sinterizadas a 1150° C durante una hora; previo al ensayo, las muestras fueron secadas durante 24 horas, a una temperatura de 110° C, y posteriormente se midieron sus dimensiones.

4.4.4.2.1. Resistencia a la Flexión

Para el ensayo de flexión, la probeta se colocó sobre dos apoyos, también conocidos como vigas, que son los encargados de soportar una carga perpendicular a su eje longitudinal. Estas vigas se ubicaron a una distancia equivalente al 20% de la longitud de la probeta, en cada extremo; un tercer apoyo se ubicó en la parte superior justo en el centro. A continuación se ejerció una fuerza perpendicular, que se incrementó hasta producir la rotura de la misma. En la figura 4.6 se describe gráficamente el procedimiento seguido para la realización del ensayo.

Para la realización del ensayo se utilizó una prensa SOILTEST INC. Modelo U560-A, con un anillo 21408 de 780 divisiones, a una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min.

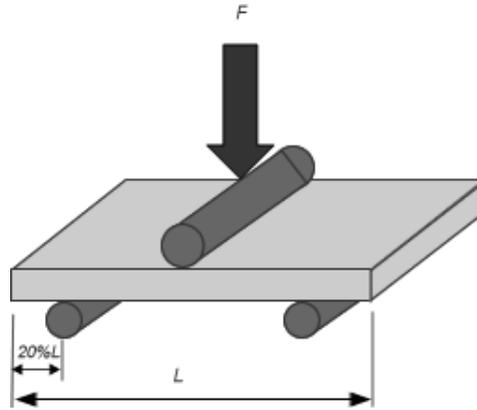


Figura 4.6 Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a la flexión.

Se ensayaron cuatro (4) probetas de cada composición de las muestras que habían sido conformadas por vía húmeda. De esta forma se obtuvo un promedio representativo del modulo de rotura (MR), el cual se calculó utilizando la siguiente relación [15]:

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

donde:

Q: Carga aplicada

d: distancia entre apoyos

a: ancho de la probeta

h: altura de la probeta

4.4.4.2.2. Resistencia a la compresión

Este 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 y 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 1 mm/min. 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 siguiente expresión [16]:

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

donde:

Q: Carga Aplicada

A: Área de la probeta

La figura 4.7 muestra la disposición de la probeta para la realización del ensayo.

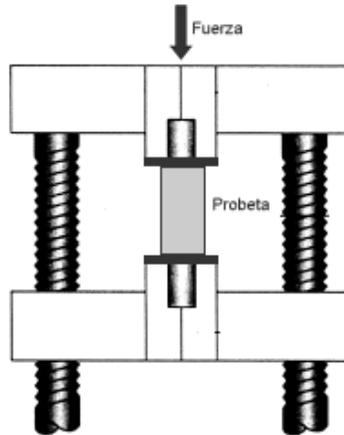


Figura 4.7 Montaje utilizado para realizar el ensayo de resistencia a compresión

4.4.4.2.3. Dureza Mohs

La dureza Mohs se define como la resistencia que opone un material a ser rayado por otro. Este ensayo ubica al material dentro de una clasificación o escala de dureza mineralógica ya establecida [17]; en la tabla 4.3 se indica dicha escala

Tabla 4.3. Escala de dureza de algunos minerales.

DUREZA	MINERAL	DUREZA	MINERAL
1	Talco	6	Feldespato
2	Yeso	7	Cuarzo
3	Calcita	8	Topacio
4	Fluorita	9	Corindón
5	Apatita	10	Diamante

La prueba de dureza se realizó tomando materiales de referencia de los indicados en la tabla 4.3, y se procedió rayar la probeta; si no se observa un rastro de rayado se toma el siguiente material de referencia en la escala de dureza, en el caso contrario se debe utilizar un material con menor dureza.

Este ensayo se realizó tanto para las muestras conformadas vía húmeda como para las conformadas en seco. Previo a la realización del ensayo, las piezas se secaron en una estufa a 110° C durante 24 horas. Para obtener un valor más confiable de este parámetro

se tomó un promedio de las diferentes probetas ensayadas, de cada composición, y se logró clasificar cada una de las muestras con base en la escala presentada en la tabla 4.3.

4.5. Bibliografía.

[1] *ASTM Standard D4318-93: Test Method for Liquid Limit, Plastic Limit, and Plasticity Index of Soils.*

[2] J.BASTIDA, M.T LORES, J. DE LA TORRE, P. PARDO, Y A.M. LÓPEZ BUENDÍA. “*modificación microestructural de minerales arcillosos en ball cáliz de teruel mediante tratamiento térmico*”, Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidrio. 45 [1] 38-45 (2006)

[3] GIPPINI, Enrique. *Pastas Cerámicas.* Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979. p. 50-52

[4] Ensayo para determinar la humedad y el peso específico. Escuela de Ingeniería de Antioquia. Disponible en: <http://suelos.eia.edu.co/laboratorio/humedad.htm>. Consultada el mayo 12 de 2006.

[5] Cambio potencial de Volumen. Escuela de Ingeniería de Antioquia .Disponible en: [http://cuadros.soft.es/NTE/g/geotecnicos%20\(ceg\)/geotecnicos%20\(ceg\).html](http://cuadros.soft.es/NTE/g/geotecnicos%20(ceg)/geotecnicos%20(ceg).html). Consultada el mayo 12 de 2006.

[6] *ASTM Standard D1140-92: Test Method for Amount of Materials Soils Finer than the No 200 (75 µm) Sieve.*

[7] West R, Anthony. “*Solid State Chemistry and its Applications*”, (John Wiley & Sons Ltd, 1984).

[8] SKOOG, D. and LEARY, J. “*Análisis Instrumental*”. México: McGraw-Hill, 1994. p. 297-339, 418-449, 600-01.

[9] COBO QUESADA, Janeth. *Estudio de la síntesis de alúmina por el método de precipitación controlada (mpc)*, Trabajo de Grado de Química, Universidad del Cauca, (2005).

[10] WEST, A.R. *Solid State chemistry and its Applications.* John Wiley & Sons, 1984. p. 639-47

[11] GIPPINI, Enrique. “*Pastas Cerámicas*”. Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979. p 165-183.

[12] FONSECA NAVARRO, Daris. “*Evaluación de mezclas de arcillas de la región de Centeno, Moa, CUBA*”. Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa. 2004

[13] 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) 15-21 (2003)

[14] ARCOS MOSQUERA, Claudia. “*Obtencion biomimetica de peliculas delgadas a partir*

de las monocapas moleculares de langmuir blodgett", Trabajo de Grado de Ingeniería Física, Universidad del Cauca, (2004).

[15] Ensayo de Flexión. Escuela de Ingeniería de Antioquia .Disponible en:
<http://materiales.eia.edu.co/laboratorios/flexion.htm>. Consultada el julio 28 de 2006.

[16] Ensayo de Compresión. Escuela de Ingeniería de Antioquia. Disponible en:
<http://materiales.eia.edu.co/laboratorios/compresion.htm>. Consultada el julio 28 de 2006.

[17] Ensayo de Dureza. Escuela de Ingeniería de Antioquia. Disponible en:
<http://materiales.eia.edu.co/laboratorios/dureza.htm>. Consultada el julio 28 de 2006.

5. RESULTADOS Y DISCUSION

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Materia Prima

El depósito del material arcilloso que se estudió se encuentra ubicado en la República de Colombia departamento del Cauca, municipio de Guapi vereda la Codicia, La exploración y evaluación del depósito de arcilla, se realizó con el procedimiento descrito anteriormente (ver ítem 4.1).

5.1.1. Caracterización Física

La caracterización física de las arcillas del municipio de Guapi hace referencia a las propiedades geotécnicas generales tales como: límites de consistencia o Atterberg, peso específico, granulometría y expansión. De estos resultados se obtuvo información acerca de las condiciones del suelo y algunas propiedades que son de utilidad para la formulación de pastas cerámicas, pensando en el aprovechamiento de dicho material para la elaboración de piezas cerámicas.

5.1.1.1 Muestra ARGU-I

La muestra ARGU-I se obtuvo a una profundidad entre 0.85 m y 1 m, según los apiques realizados en la zona (Ver anexo 1); esta arcilla presentó un color amarillo carmelito con presencia apreciable de arena.

Una propiedad importante de este tipo de suelos es su plasticidad, ya que ésta propiedad guiará el uso tecnológico del material en estudio. Se tiene que la muestra ARGU-I presentó valores de límite líquido y límite plástico de 74.4% y 28.1% respectivamente, valores obtenidos por el método de Casagrande descrito en el numeral 5.3.1.1, obteniéndose un índice de plasticidad de 46.3 que, de acuerdo al sistema unificado de clasificación de suelos (USCS), corresponde a un material tipo CH, es decir, una arcilla de alta plasticidad y se encontró por encima de la línea A en la carta de plasticidad, tal como se muestra en la figura 5.1.

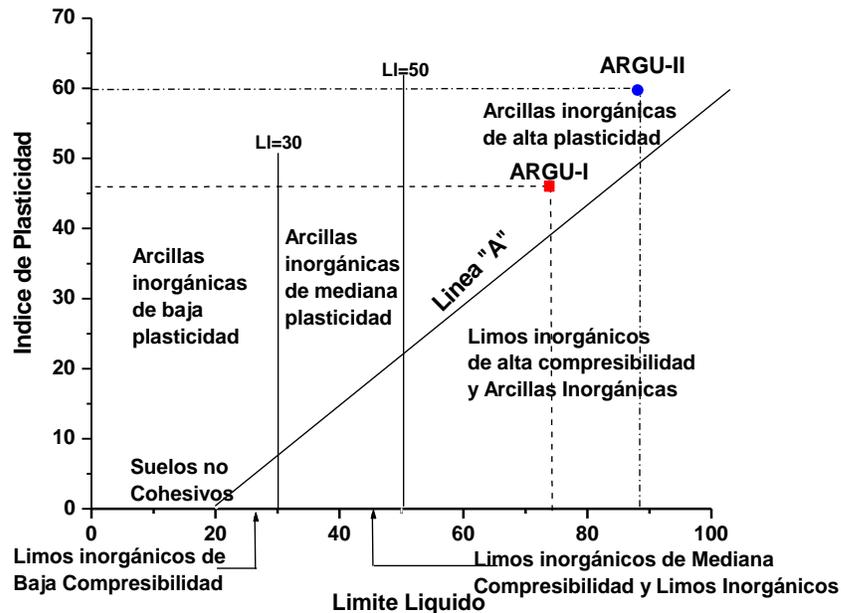


Figura 5.1. Relación carta de plasticidad para clasificación de suelos de partículas finas y las muestras ARGU-I y ARGU-II

Una característica importante de los suelos es el peso específico que, para la mayoría de las partículas mineralógicas que constituyen los suelos, se encuentra entre 2.6 y 2.9. Para la muestra ARGU-I se obtuvo un valor de 2.585, mediante el procedimiento descrito en el numeral 5.3.1.2, lo cual indica que se trata de una arcilla volcánica ya que estas presentan valores de peso específico entre 2.2 y 2.6 [2].

De los resultados del análisis granulométrico que se indican en la tabla 5.1, se tiene que el porcentaje pasante por el tamiz N°200 fue de 82.43%, lo que indica que se trata de un suelo poco arenoso y con un corto rango de distribución del diámetro de las partículas.

Tabla 5.1. Análisis granulométrico de la muestra ARGU-I

TAMICES (N°)	PESO RETENIDO (g)	RETENIDO (%)	RETENIDO ACUMULADO (%)	PASANTE (%)
3/8				100.0
4	1.1	0.21	0.21	99.79
10	1.0	0.19	0.40	99.60
40	7.9	1.50	1.90	98.10
100	23.9	4.55	6.45	93.55
200	58.4	11.12	15.57	82.43
200	433.0	82.43	100.0	

Otra característica importante del suelo es su índice de expansividad, el cual se obtuvo tal como se indica en 5.3.1.3, que para la muestra ARGU-I presenta un valor de 3.665 Kg/cm², para un cambio potencial de volumen de 9.05, que según la tabla 4.2 de clasificación de suelos se clasifica como muy crítico.

A continuación se darán los valores respectivos para la muestra ARGU-II y de su comparación se hará el análisis.

5.1.1.2 Muestra ARGU-II

La muestra ARGU-II se obtuvo a partir de los 1.5 m hasta los 5 m de profundidad del depósito (Ver anexo 1); esta muestra se caracterizó por su color gris claro y poca presencia de arena.

De acuerdo con los ensayos de límites de consistencia, es decir, límites de Atterberg, se obtuvo que la muestra ARGU-II presentaba un límite líquido de 88.25% y límite plástico de 28.1%, obteniéndose un índice de plasticidad de 60.15 correspondiente a un material tipo CH, arcilla de alta plasticidad de acuerdo con sistema unificado de clasificación de suelos (USCS); en la carta de plasticidad se ubica por encima de la línea A, tal como se muestra en la figura 5.1.

La muestra ARGU-II presentó un peso específico de 2.759, que hace referencia al peso específico de una arcilla inorgánica de acuerdo con la clasificación presentada en la tabla 5.1, de valores típicos de pesos específicos [2].

De los resultados del análisis granulométrico realizado a la muestra ARGU-II, se concluye que es un suelo mucho más fino y con un rango de tamaño de partícula más estrecho, en comparación con la muestra ARGU-I, puesto que el porcentaje pasante por el tamiz N°200 fue de 99.27%. Los datos obtenidos del análisis granulométrico se indican en la tabla 5.2

Tabla 5.2. Análisis granulométrico de la muestra ARGU-II

TAMICES (N°)	PESO RETENIDO (g)	RETENIDO (%)	RETENIDO ACUMULADO (%)	PASANTE (%)
10				100.0
40	0.040	0.075	0.075	99.92
100	0.064	0.120	0.195	99.80
200	0.282	0.530	0.725	99.27
200	52.814	99.274	100.0	

El índice de expansividad para esta muestra fue de 3.402 Kg/cm² correspondiente a un cambio potencial de volumen de 8.4.

De acuerdo con lo reportado en la literatura [3] tanto el índice de expansión de la muestra ARGU-I como el de ARGU-II, son considerados como altos y sus respectivos cambios potenciales de volumen son clasificados en el rango “muy crítico”, valor que está íntimamente relacionado con la alta plasticidad que éstas presentan [3].

Un resumen de las propiedades geotécnicas evaluadas, de las muestras de interés, se presenta en la tabla 5.3.

Tabla 5.3. Propiedades geotécnicas de las muestras estudiadas

	LIMITE LIQUIDO	LIMITE PLASTICO	INDICE PLASTICIDAD	CLASIFIC. SUELO (USCS)	PESO ESPECIFICO	CAMBIO POTENCIAL VOLUMEN	GRANULOM. % PASANTE TAMIZ N°200
ARGU-I	74.40	28.1	46.30	CH	2.585	9.05	82.43
ARGU II	88.25	28.1	60.15	CH	2.759	8.40	99.27

5.1.2. Caracterización Química y Microestructural

La caracterización química y microestructural se realizó utilizando fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX), espectroscopia infrarroja (FT-IR), análisis térmico diferencial y gravimétrico (ATD/TG) y microscopia electrónica de transmisión (MET), para identificar, respectivamente, los elementos que como porcentaje de óxidos existen en las muestras, grupos funcionales y fases cristalinas presentes, conocer el efecto de los tratamientos térmicos y determinar el tamaño y la morfología de las partículas.

5.1.2.1 Fluorescencia de rayos X (FRX)

El análisis químico de las muestras ARGU-I y ARGU-II se realizó utilizando fluorescencia de rayos X (FRX), empleando en cada medición una curva cuantitativa calibrada, implementada para determinar elementos mayoritarios en sedimentos arcillosos; los resultados se indican en la tabla 5.4

Tabla 5.4. Resultados de fluorescencia de rayos X de las muestras de interés

COMPUESTO	ARGU-I	ARGU-II
Al ₂ O ₃	22,384 %	27,536 %
CaO	0,048 %	0,043 %
Fe ₂ O ₃	4,842 %	1,247 %
K ₂ O	0,613 %	0,924 %
MgO	1,041 %	0,384 %
MnO	0,016 %	0,005 %
Na ₂ O	0,209 %	0,312 %
P ₂ O ₅	0,015 %	0,022 %
SiO ₂	60,675 %	60,268 %
TiO ₂	1,079 %	1,582 %

De la tabla 5.4 se resaltan los elevados contenidos de sílice y alúmina presentes en las muestras estudiadas, así como el alto porcentaje de óxido de hierro en la muestra ARGU-I lo que justifica su color amarillo-café. Además, el menor porcentaje de óxido de hierro y mayor de óxido de titanio, que se evidencian en ARGU-II, respecto de ARGU-I, explica su tonalidad gris.

Realizando un análisis de la composición química obtenida por fluorescencia de rayos X, teniendo en cuenta la relación en moles de Al₂O₃ / SiO₂ y la suma de los moles de los fundentes presentes en la muestra ($\Sigma R_2O + RO + Fe_2O_3$), donde R representa fundentes tales como Ti, Mg, Ca, Na, K, se puede establecer una designación técnica de uso para el material arcilloso, (figura 5.2).

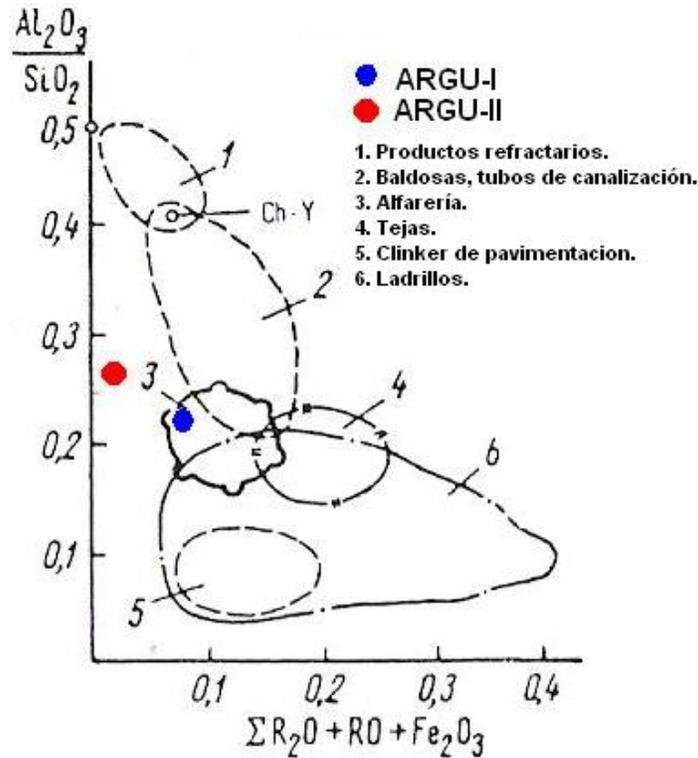


Figura 5.2. Designación técnica de las arcillas en función de la composición [4].

Para ARGU-I se tiene que $Al_2O_3 / SiO_2 = 0.217$ y $\Sigma R_2O + RO + Fe_2O_3 = 0.067$, ubicando la muestra en la zona 2 correspondiente a las arcillas de alfarero y de terracota. En cuanto a ARGU-II, $Al_2O_3 / SiO_2 = 0.269$ y $\Sigma R_2O + RO + Fe_2O_3 = 0.033$, no se encuentra bien definida en ninguna de las zonas demarcadas en la figura 6.2, por lo que se hace necesario continuar con los estudios respectivos para poder definir las posibles aplicaciones de esta materia prima.

5.1.2.2 Difracción de rayos X (DRX)

Los difractogramas de rayos X obtenidos para las muestras ARGU-I y ARGU-II se presentan en la figura 5.3. Con base en los difractogramas se pueden identificar las fases mayoritarias y minoritarias que componen cada una de las arcillas, las cuales se indican en la tabla 5.5. Este análisis se realizó utilizando como patrón de referencia la base de datos del software PCPDFWIN Versión 2.1 JCPDS-ICDD (International Center for Diffraction Data). Es evidente que los difractogramas son similares por lo que las fases cristalinas presentes en los dos tipos de arcillas coinciden.

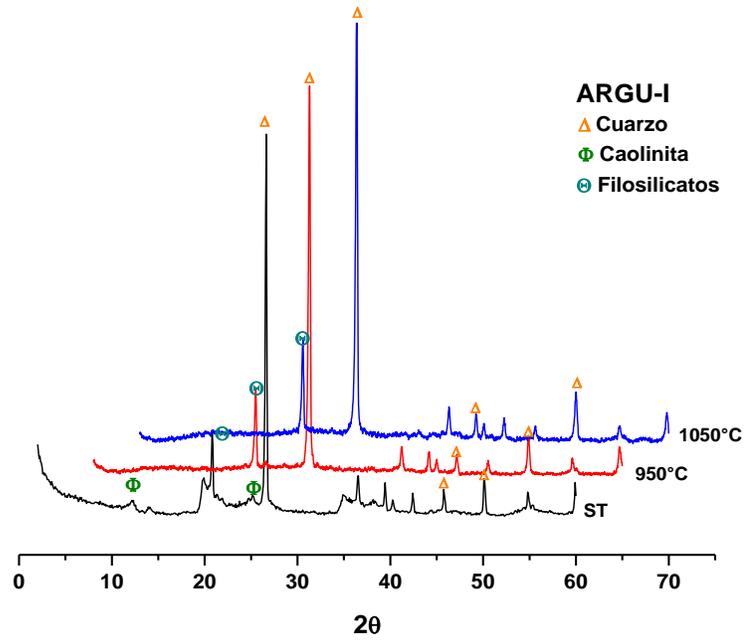
Tabla 5.5. Principales fases cristalinas presentes en las muestras ARGU-I y ARGU-II de acuerdo a los difractogramas de la figura 6.1

NOMBRE QUÍMICO	FORMULA QUÍMICA	PDF #
Gismondite Fase Mayoritaria	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	20-0452
Sodium Hydrogen Fase Mayoritaria	$\text{Na}_{0.5}\text{H}_{0.5}(\text{AlSi}_2\text{O}_6)$	80-1394
Caolinite Fase Minoritaria	$\text{Al}_4(\text{OH})_8(\text{Si}_4\text{O}_{10})$	78-2109
Caolinite Fase Minoritaria	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	03-0058
Berthierine-1H Fase Minoritaria	$(\text{Fe}, \text{Al})_3(\text{Si}, \text{Al})_2\text{O}_5\text{OH}_4$	31-0618
Sericite (NR) Fase Minoritaria	$\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	03-0197

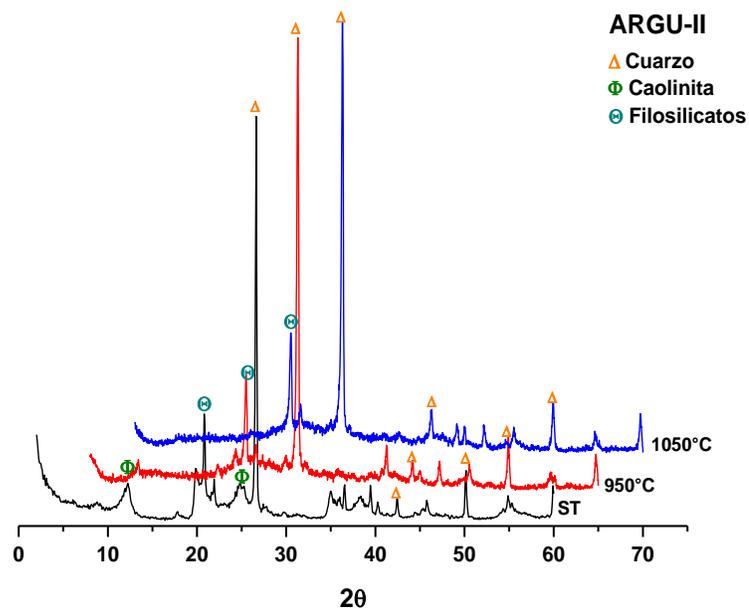
Las fases cristalinas presentes indican que la composición típica de los minerales arcillosos está constituida, principalmente, por aluminosilicatos hidratados con presencia de algunas impurezas tales como Na, Fe, K, Ca, etc., que reiteran los resultados del análisis químico obtenido con FRX.

Analizando mineralógicamente los difractogramas de rayos X obtenidos, para las muestras ARGU-I y ARGU-II, se aprecian los picos representativos del cuarzo, algunos filosilicatos y caolinita, los cuales están indicados en la figura 5.3 [5,6].

Se destaca el hecho que a medida que aumenta la temperatura el pico correspondiente a la caolinita desaparece, además, los picos representativos del cuarzo se hacen más intensos.



(a)



(b)

Figura 5.3. Difractogramas de rayos X correspondientes a: (a) ARGU- I y (b) ARGU-II

5.1.2.3 Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR)

Las muestras ARGU-I y ARGU-II fueron caracterizadas utilizando FT-IR para identificar las bandas correspondientes a los diferentes modos vibracionales de los enlaces en los grupos funcionales que en ellas existen; estas muestras fueron tratadas térmicamente a diferentes temperaturas lo que permitió observar la evolución de las bandas presentes.

En la figura 5.4 se muestran los espectros de IR correspondientes a las arcillas ARGU-I y ARGU-II sometidas a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas.

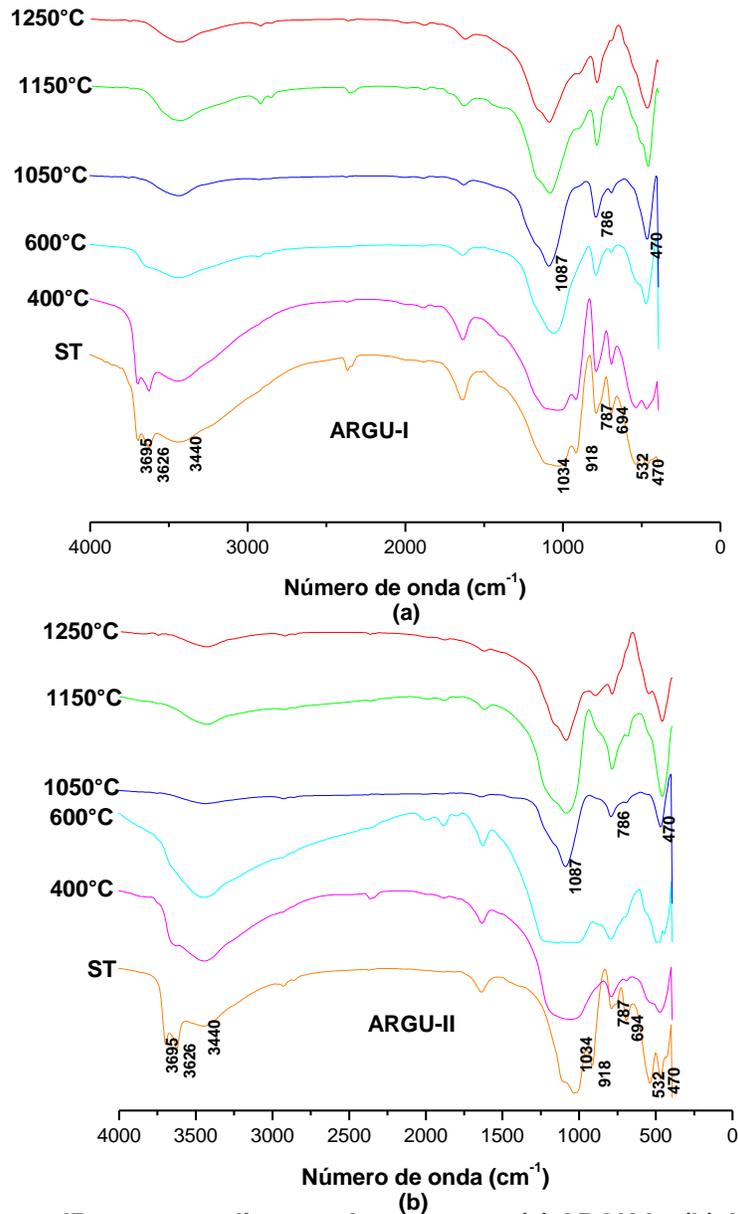


Figura 5.4 Espectros IR correspondientes a las muestras (a) ARGU-I y (b) ARGU-II tratadas a diferentes temperaturas

En la tabla 5.6 se indica la asignación de los grupos funcionales a las bandas correspondientes a los espectros de las muestras, tratadas térmicamente, con base en las referencias bibliográficas consultadas [7,8]; los espectros de las muestras son muy similares, figura 5.4, por lo que la asignación de los grupos funcionales a las bandas coincide para las dos muestras.

Tabla 5.6. Bandas correspondientes IR a los espectros de las muestras ARGU-I Y ARGU-II

ST	400°C (Cm ⁻¹)	600°C (Cm ⁻¹)	1050°C (Cm ⁻¹)	1150°C (Cm ⁻¹)	1250°C (Cm ⁻¹)	Grupos Funcionales
3695	3695	--	--	--	--	OH Tensión de los grupos del hidroxilo de la superficie interna
3626	3626	3610	--	--	--	OH Tensión de los grupos internos del hidroxilo
3440	3440	3440	3400	3425	3433	OH Tensión del agua
1635	1635	1635	1628	1627	1620	OH Deformación del agua
1034	1041	1057	1088	1080	1088	Tensión del plano Si-O
918	918	--	--			Al-OH Deformación
787	794	795	795	787	787	Si-O Tensión del cuarzo y del silicio
694	694	694	694	686		Si-O, perpendicular
532	532	--	--			Al-O-Si deformación
470	471	471	463	455	463	Si-O-Si deformación

En los espectros de IR son evidentes las bandas asociadas a los grupos hidroxilos que se encuentran a $\sim 3626 \text{ cm}^{-1}$, los cuales se sitúan en las cavidades en medio de los anillos hexagonales de la estructura, y los asociados a las bandas a $\sim 3695 \text{ cm}^{-1}$ que se encuentran ubicados en la lámina de octaedros y su unión es menos firme. Además, se observa cómo la deshidratación de las muestras va evolucionando con el incremento de la temperatura, generándose un solapamiento de las bandas a los 600° C , hasta llegar al punto en que prácticamente se ha perdido el agua de constitución momento en el cual estas bandas son menos evidentes, lo que sucede por encima de los 1000° C .

Algo similar sucede con la banda ubicada a $\sim 1635 \text{ cm}^{-1}$, la cual representa la vibración de deformación del agua y sufre un ligero desplazamiento hacia valores menores de número de onda, conforme va desapareciendo.

En estos espectros son evidentes las bandas asociadas a los enlaces del SiO_2 donde la más importante es la que se ubica alrededor de $\sim 1034 \text{ cm}^{-1}$ y que indica la existencia de tetrámeros siloxanos cíclicos. La presencia de estos tetrámeros es reiterada por la banda

a $\sim 794\text{ cm}^{-1}$; además se destaca la vibración perpendicular del enlace Si - O y la deformación del enlace Si - O - Si a valores de ~ 694 y $\sim 470\text{ cm}^{-1}$, respectivamente.

Información acerca del movimiento vibracional de deformación del enlace Al - OH estaría dada por la banda ubicada a $\sim 918\text{ cm}^{-1}$; también se destaca la banda alrededor de los $\sim 532\text{ cm}^{-1}$ que representa a los tetraedros que alternan Al y Si [7].

Es de señalar que la banda alrededor de los $\sim 532\text{ cm}^{-1}$ (Al - O - Si) se solapa con la banda a $\sim 470\text{ cm}^{-1}$ (Si - O - Si), por encima de los $400\text{ }^{\circ}\text{C}$; algo similar sucede con las bandas ubicadas alrededor de los $\sim 918\text{ cm}^{-1}$ (Al - OH). Además, por encima de los $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, se observa que la banda a $\sim 694\text{ cm}^{-1}$ (Si - O) se solapa con la banda presente alrededor de los $\sim 794\text{ cm}^{-1}$ (Si - O), generándose bandas más definidas lo que se traduce en un mayor ordenamiento de la estructura.

5.1.2.4 Análisis térmico diferencial y gravimétrico (ATD/TG)

Las curvas de ATD/TG, de las muestras analizadas, presentan un pico endotérmico correspondiente a la salida de agua fisisorbida, a una temperatura de 77° C para ARGU-I, acompañada de una brusca disminución de peso del 4.78% que se extiende hasta los 200° C ; en contraste, ARGU-II presenta una leve disminución de peso del 2.3%, a una temperatura de $\sim 100^{\circ}\text{ C}$, asociado al pico endotérmico de los 94° C .

El gran pico endotérmico alrededor de $\sim 500^{\circ}\text{ C}$ contiene información de la pérdida de agua de constitución y la deshidroxilación de los minerales arcillosos presentes, involucrando la liberación y separación de los grupos hidroxilos y la desestabilización del ion de aluminio, reacciones que están acompañadas de una brusca disminución de masa del 3.9% y 6.4% para ARGU-I y ARGU-II, respectivamente.

El pequeño pico exotérmico a 955° C y 982° C , para ARGU-I y ARGU-II, respectivamente da información sobre la cristalización de una fase tipo espinela, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, y de la transformación de fase α a $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, además es posible que indique la descomposición de los carbonatos de calcio que existen en la muestra [9,10].

Estos resultados fueron la base para la elaboración del programa de calentamiento del horno para la sinterización de las piezas conformadas con la materia prima de estudio.

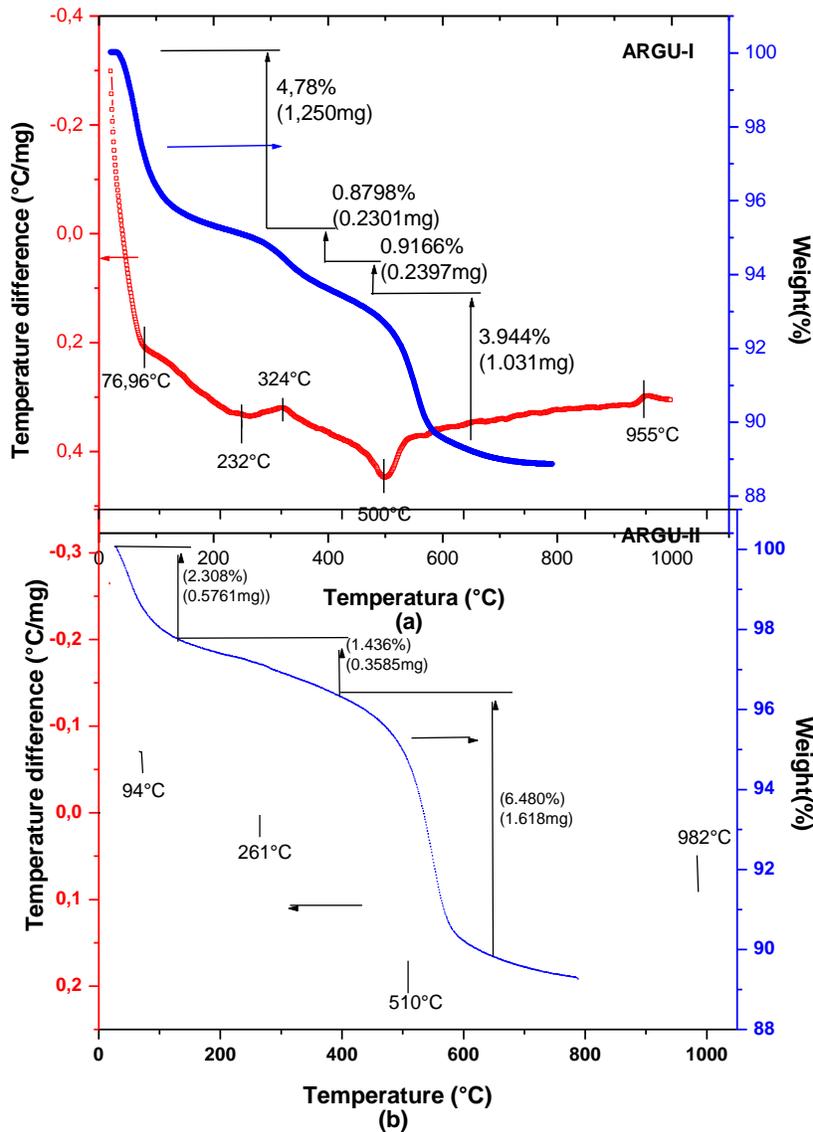


Figura 5.5. Curvas de ATD/TG correspondientes a las muestras: (a) ARGU-I y (b) ARGU-II

5.1.2.5 Microscopia electrónica de transmisión (MET)

Como se observa en las fotografías de la figura 5.6, las muestras observadas por MET revelan la existencia de láminas, morfología típica de las arcillas, con un tamaño de partícula de aproximadamente 500 nm y 100 nm para ARGU-I y ARGU-II respectivamente. Estas láminas al combinarse en paquetes, forman placas que dan origen a los minerales arcillosos.

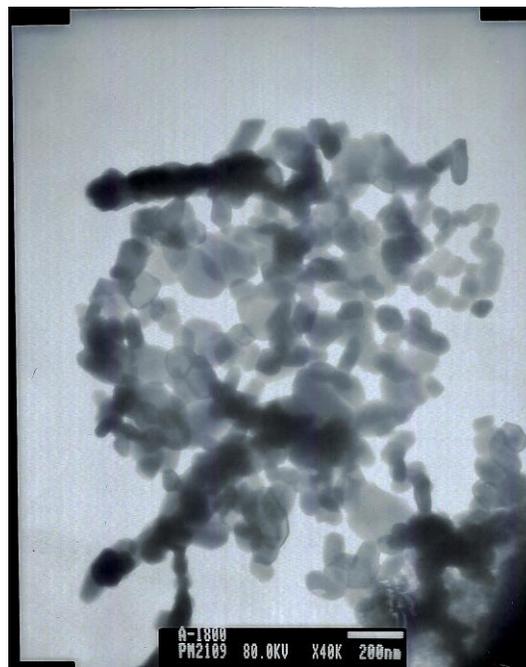
Estos tamaños de partícula permiten prever una buena densidad en verde para las piezas que se conformen con esta arcilla.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.6 Fotografías de las muestras (a) ARGU-I (barra 500 nm), (b) ARGU-II (barra 100 nm) sin tratamiento térmico y (c) ARGU-I tratada a 800° C durante 1.5 horas (barra 200 nm)

También se observó, con ayuda de esta técnica, que las partículas de ARGU-I presentaban tamaño nanométrico al ser tratada térmicamente (figura 5.6 (c)).

5.2 Procesamiento cerámico de piezas

5.2.2 Pastas Cerámicas

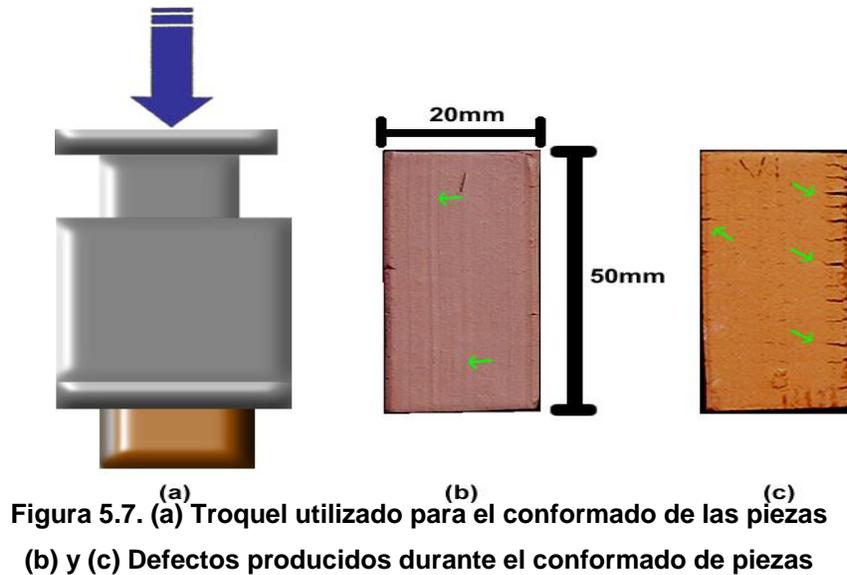
Una de las vías de conformado utilizado para el estudio del comportamiento del mineral arcilloso del municipio de Guapi fue la vía húmeda, también conocida como pasta cerámica, la cual corresponde al conglomerado de diversos minerales que inicialmente se mantendrán unidos gracias a las fuerzas de Van der Waals las cuales garantizan un cierto grado de plasticidad durante las sucesivas etapas de molienda, mezclado, conformado, secado y cocción [11].

5.2.2.1 Conformado de las piezas

El procedimiento seguido consta de una etapa de limpieza manual del mineral arcilloso, para eliminar el material orgánico que pueda estar presente así como hojas y tallos, además de piedras y otras impurezas de gran tamaño.

El siguiente paso es el triturado y mezclado de la materia prima, con la ayuda de un molino de mesa el cual permitió obtener un material homogéneo tanto en tamaño como en composición, para las diferentes muestras analizadas: 100:0, 50:50, 75:25 y 0:100 de ARGU-I y ARGU-II respectivamente. Es de anotar que se decidió tomar una mezcla 75:25, porcentaje en peso de ARGU-I y ARGU-II, puesto que la primera presenta un índice de plasticidad menor con respecto a ARGU-II.

A continuación se realizó el conformado de las piezas. Para ello se diseñó un troquel, como el que se indica en la figura 5.7, el cual permitió simular el proceso de extrusión que generalmente se usa en planta. Haciendo uso de él se obtuvieron piezas rectangulares con dimensiones de 10 mm x 20 mm x 50 mm, durante el conformado; algunas de estas piezas presentaron defectos tal como se observan en la figura 5.7 (b y c).



La figura 5.7 (b) permite observar unos defectos en la superficie, ocasionados por la fricción de la pieza con las paredes del troquel. La figura 5.7 (c) muestra unos defectos laterales en las piezas conformadas, generados por la variación de la velocidad de salida de la pieza del troquel al aplicarle la presión respectiva; otro defecto presente en algunas piezas fue su deformación o pandeo debido, principalmente a la manipulación del troquel. Para el conformado de las probetas se utilizaron presiones de 3400 Psi (~23,43 MPa), 4000 Psi (~27,56 MPa) y 4600 Psi (~31,70 MPa) obteniéndose las curvas de prensado y densidad en función de la presión, tal como se indican en la figura 5.8.

Durante el conformado de las probetas, a la muestra de arcilla ARGU-I fue necesario adicionarle un poco de agua (10 mL), ya que ésta presenta una menor plasticidad lográndose obtener una pasta con mejores características para el conformado de piezas.

En la figura 5.8 se observa como, a medida que se aumenta la presión aplicada la densidad en verde de las muestras también aumenta.

De acuerdo con los resultados obtenidos se optó por trabajar con una presión de conformado de 4600 Psi (~31,70 MPa), puesto que a esta presión se obtuvo la mayor densidad “en verde” de las piezas. A las piezas conformadas se les realizó un estudio cuidadoso de su comportamiento durante las etapas de secado y sinterizado.

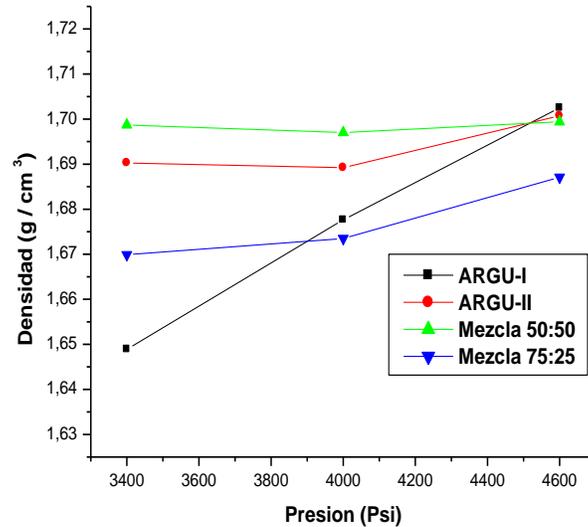


Figura 5.8. Curvas de compactación de las muestras arcillosas estudiadas

5.2.2.2 Comportamiento de las piezas durante el secado.

Como es conocido por los ceramistas, una etapa importante posterior al conformado de las piezas cerámicas es el secado de las mismas, previo a su sinterización. Si esta etapa no se realiza adecuadamente, cualquier cambio brusco de temperatura puede ocasionar fisuras en las piezas o una deficiente densificación [12].

El estudio del secado de las muestras se dividió en dos zonas, tal como se indica en la figura 5.9.

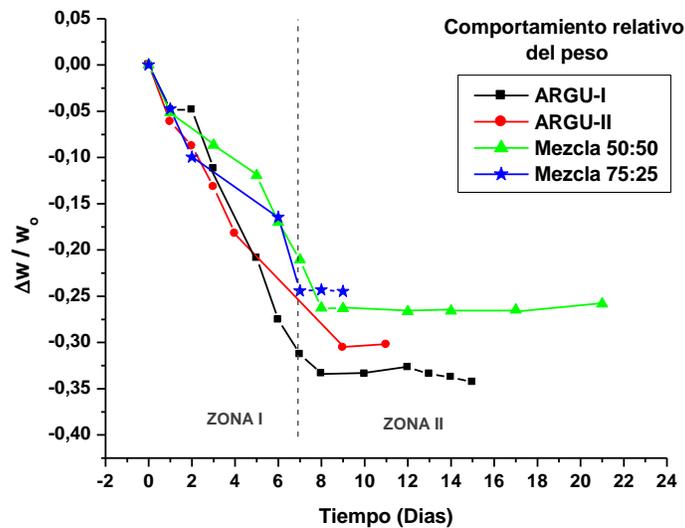


Figura 5.9. Curvas de pérdida de peso de las muestras durante su secado

En la zona 1 se indica la pérdida de peso de las muestras, en verde, colocadas dentro de

un desecador el cual permitió controlar la humedad del medio, condición que se estableció para tener una información mas confiable de la reducción de la humedad de las muestras; el valor inicial de la humedad dentro del desecador fue de 5% y alcanzo valores hasta del 50% después de introducir las probetas. Durante la estancia de las muestras en el desecador, tal como lo ilustra la figura 5.9, se presenta la mayor perdida de peso de las mismas, alrededor de un 20-30% en peso entre 6 y 7 días.

En la zona 2, el secado de las piezas se realizó en una estufa, a una temperatura entre 100-120 °C, para completar el ciclo de reducción de humedad de las muestras. Las muestras alcanzaron peso constante al cabo de 5-6 días después del tratamiento en el desecador; la disminución en el peso de la muestra durante esta etapa del secado fue de alrededor del 3%.

Puesto que durante esta etapa el agua que se encontraba entre las laminillas de la estructura de los minerales arcillosos fue eliminada a medida que avanzó el proceso, se produjo un acercamiento entre estas que se ve reflejado en una contracción del material. Este fenómeno también fue estudiado detalladamente y los resultados más importantes se muestran en la figura 5.10

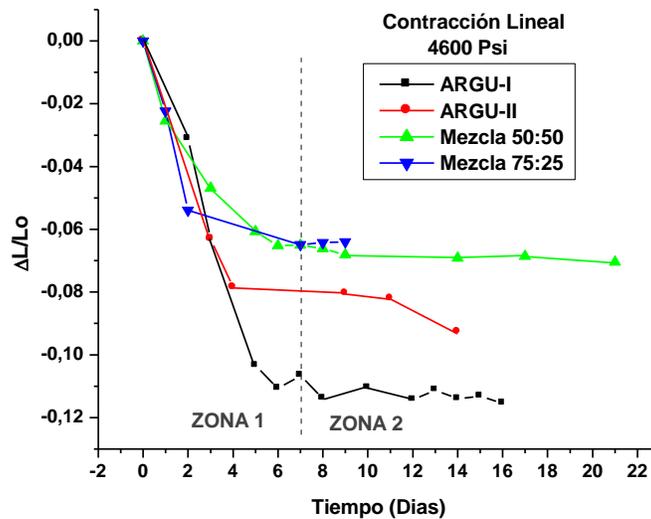


Figura 5.10. Curvas de contracción lineal de las muestras durante su secado

La contracción que presentaron las probetas está de acuerdo con los resultados de pérdida de peso observada en la figura 5.9 durante la estancia en el desecador (zona 1); las muestras presentaron una contracción entre el 6 y 11%, en un tiempo de 6-7 días.

La diferencia en contracción que presentan las muestras ARGU-I y ARGU-II, se puede

justificar si se considera el agua que se adicionó a ARGU-I para mejorar su plasticidad, y por lo tanto su trabajabilidad, para conformar las probetas. Por otro lado, se presentan variaciones apreciables entre las muestras ARGU-I y ARGU-II y las mezclas 50:50 y 75:25, lo que pone en evidencia el efecto del mezclado de arcillas que presentan índices de plasticidad diferentes. Las muestras que presentaron menor pérdida de peso, y contracción, fueron las mezclas 50:50 y 75:25, en ese orden.

Del estudio de secado de las muestras se observa claramente que existe una correlación entre los resultados de pérdida de peso y contracción, lo cual indica que la eliminación de agua de las probetas de una forma controlada, y en un ambiente adecuado, evitaría en la formación de defectos en las piezas, que generalmente ocurren debido a rápidas velocidades de contracción.

5.2.2.3 Sinterabilidad de la pasta cerámica.

La etapa a seguir dentro del procesamiento cerámico es la sinterización, la cual definirá en gran proporción muchas de las propiedades de la pieza final.

Para ello, como ya se indicó, se diseñó un cronograma de calentamiento basado en los resultados de ATD/TG de la materia prima, figura 5.5 esto con el fin de garantizar que todas las reacciones y cambios fisicoquímicos que ocurren al tratar térmicamente las piezas se den de una forma controlada, y se pueda obtener finalmente la mayor densificación de las piezas. La rampa de calentamiento utilizada, para sinterizar una muestra a 1000° C, se indica en la figura 5.11.

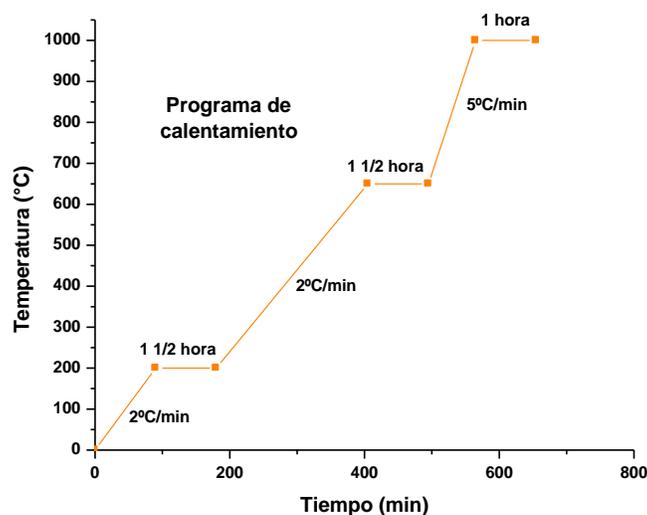


Figura 5.11. Cronograma de calentamiento utilizado para sinterizar una muestra de 1000° C, durante 1 hora.

Para las muestras sinterizadas se obtuvo información sobre la pérdida de peso, la contracción y la densificación que experimentaron las piezas después de ser sometidas al tratamiento térmico. Además se obtuvieron las curvas de porcentaje de absorción de agua, en función de la temperatura, para estimar de manera indirecta la evolución de la porosidad en las piezas sinterizadas, así como el punto de gresificación de las mismas. La pérdida de peso que experimentaron las muestras sinterizadas, a diferentes temperaturas, se indica en la figura 5.12.

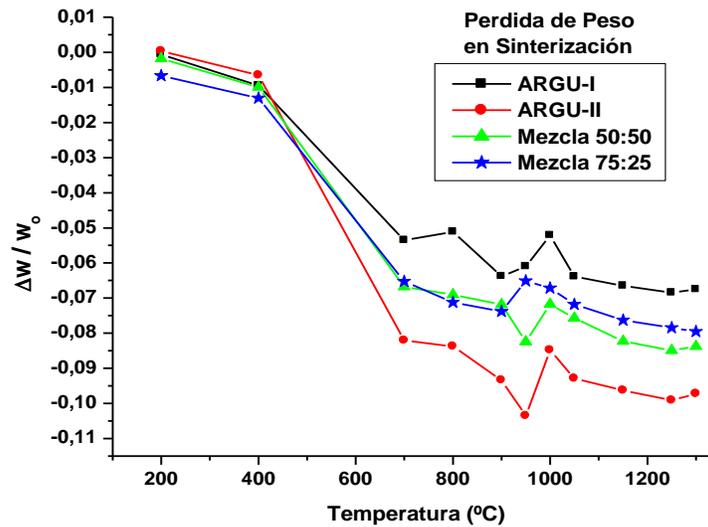


Figura 5.12. Curvas de pérdida de peso de las muestras durante su secado

Durante la etapa de sinterización, las probetas presentaron una gran pérdida de masa, del 7 al 8%, entre los 400 y 700° C, debido a fenómenos de deshidratación y deshidroxilación de la estructura tal como lo indican los resultados ATD/TG (figura 5.5); cabe destacar que la mayor pérdida de peso la presenta la muestra ARGU-II por el alto contenido de agua que se ve reflejado en el alto índice de plasticidad que presenta. Otra significativa pérdida de peso, 2%, se observa alrededor de los 900° C debido, probablemente, a la descomposición de los carbonatos de calcio que pueden existir en las muestras. [13]

Como se mencionó anteriormente, la pérdida de peso está asociada con una contracción de la pieza puesto que las laminas de arcilla comienzan a acercarse entre si, y a unirse, para formar un material denso; por ello se realizó de forma paralela un estudio de la contracción que experimentan las piezas durante la sinterización; los resultados más relevantes de este estudio se indican en la figura 5.13.

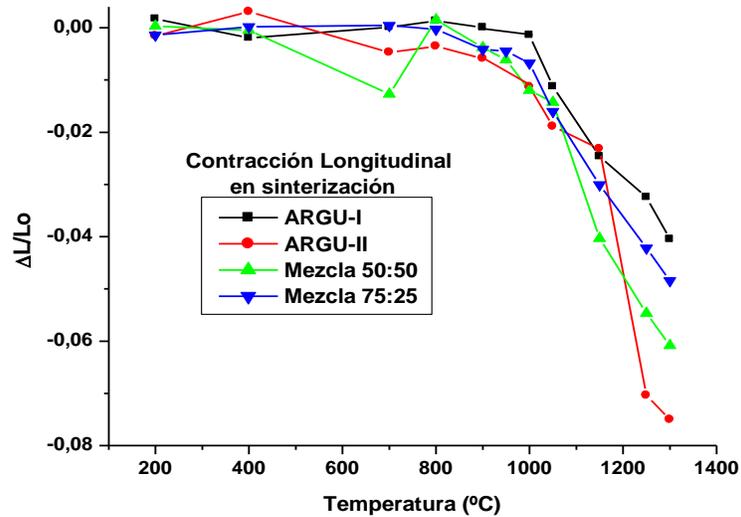


Figura 5.13. Curvas de contracción lineal de las muestras sinterizadas

La figura 5.13 indica que la máxima contracción la presentó la muestra ARGU-II (7.5%). La muestra ARGU-I se contrajo un poco menos, 4%, y las mezclas presentaron un comportamiento intermedio presentaron las mezclas: 6% para la 50:50 y 4.8% para la 75:25, tal que ésta última presentó un comportamiento semejante a ARGU-I ya que contenía mayor proporción de la misma. En general, las piezas comenzaron a contraer de manera apreciable a partir de los 950° C, por lo que se espera que la densificación de las piezas se empiece a dar de una forma apreciable. Cabe mencionar que no se alcanzó una condición estable de contracción aun para temperaturas tan altas como 1300° C.

Un parámetro importante, para cualquier pieza cerámica sinterizada, es la densificación que ésta puede alcanzar durante el proceso, puesto que de este parámetro dependerán las propiedades y posibles usos que se le pueda dar a la pieza. En la figura 5.14 se muestra la evolución de la densificación de las piezas estudiadas en función de la temperatura.

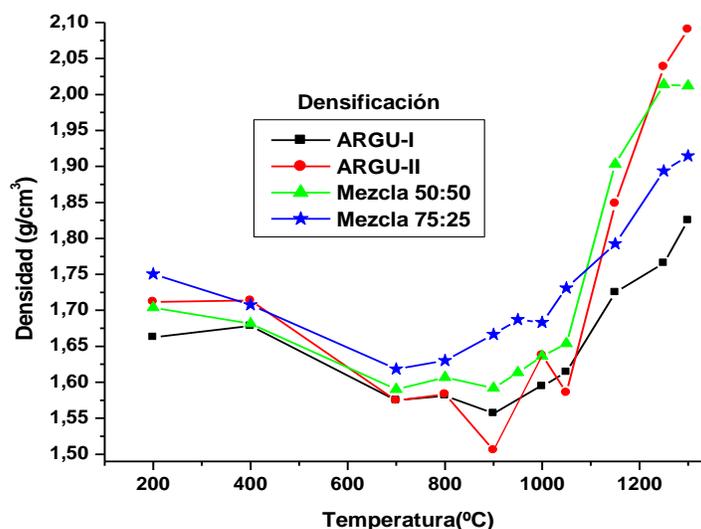


Figura 5.14. Curvas de densificación de las muestras sinterizadas

En general se observa que a temperaturas por de bajo de 800° C, el cambio de densidad es poco, puesto que los principales fenómenos que ocurren se limitan a la deshidratación y deshidroxilación de las muestras, por encima de esta temperatura sobresale la presencia de un mínimo de densificación a 900° C (1000° C para la mezcla 75:25) que se puede deber a la pérdida de masa de las piezas y al desarrollo del fenómeno denominado “Ostwald ripening”, este ultimo ocasionado por el crecimiento de los poros grandes a expensas de los poros pequeños produciéndose un proceso de des-densificación [14]. A partir de 950° C se da inicio al aumento de densidad, lo que corrobora el supuesto que se generó a partir de la figura 5.13.

La muestra que presenta mayor densificación es ARGU-II. Este comportamiento se puede explicar considerando el estudio de granulometría de estos materiales; ya que ARGU-II esta constituida por partículas más pequeñas (99% pasante tamiz 200) que son más reactivas, lo que favorece la densificación de la pieza tal como se indica en la figura 6.14. Además, los DRX (figura 6.3) indican una mayor presencia de caolín en ARGU-II, siendo éste compuesto el que aporta las partículas que presentan esta alta reactividad.

El ensayo de absorción de agua que se les realizó a las muestras sinterizadas, figura 6.15, permitió obtener información, de manera indirecta, sobre la evolución de la porosidad en las mismas; en la figura 5.15 se representa el porcentaje de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización, parámetro de gran interés para determinar el grado de densificación de la pieza.

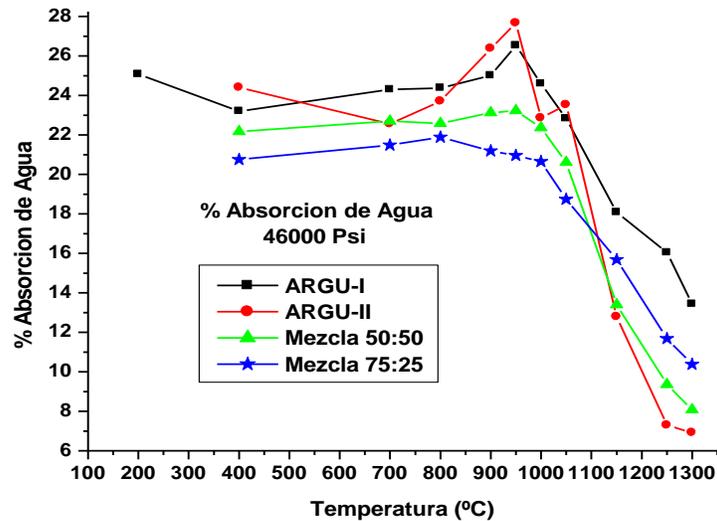


Figura 5.15. Curvas de absorción de agua en función de la temperatura muestras sinterizadas

Observando las curvas de absorción de agua, figura 5.15, es evidente un máximo de absorción de agua, 26,5 y 28,5% para las muestras ARGU-I y ARGU-II respectivamente, en el rango de temperatura entre 900-950° C y que coincide con el mínimo de densificación a 900° C (ver figura 6.14), que presentan las muestras. El comportamiento de las curvas de la figura 5.15 indica que para temperaturas menores a 900° C la porosidad de las muestras es prácticamente constante pero entre 900 y 950° C la porosidad se incrementa ocasionando la máxima absorción de agua. En este intervalo de temperatura se debe presentar, como se indicó anteriormente, el fenómeno denominado “Ostwald ripening” debido al colapso de los poros. Para temperaturas mayores a 950° C, el porcentaje de absorción de agua disminuye indicando que los poros comienzan a perder su interconexión y a cerrarse favoreciéndose, por lo tanto, la densificación de las piezas tal como lo muestra la figura 5.14.

Superponiendo las curvas de contracción lineal y porcentaje de absorción de agua para valores de temperatura por encima de los 900° C, figuras 5.13 y 5.15 respectivamente, se pueden obtener las curvas de gresificación las cuales se indican en la figura 5.16.

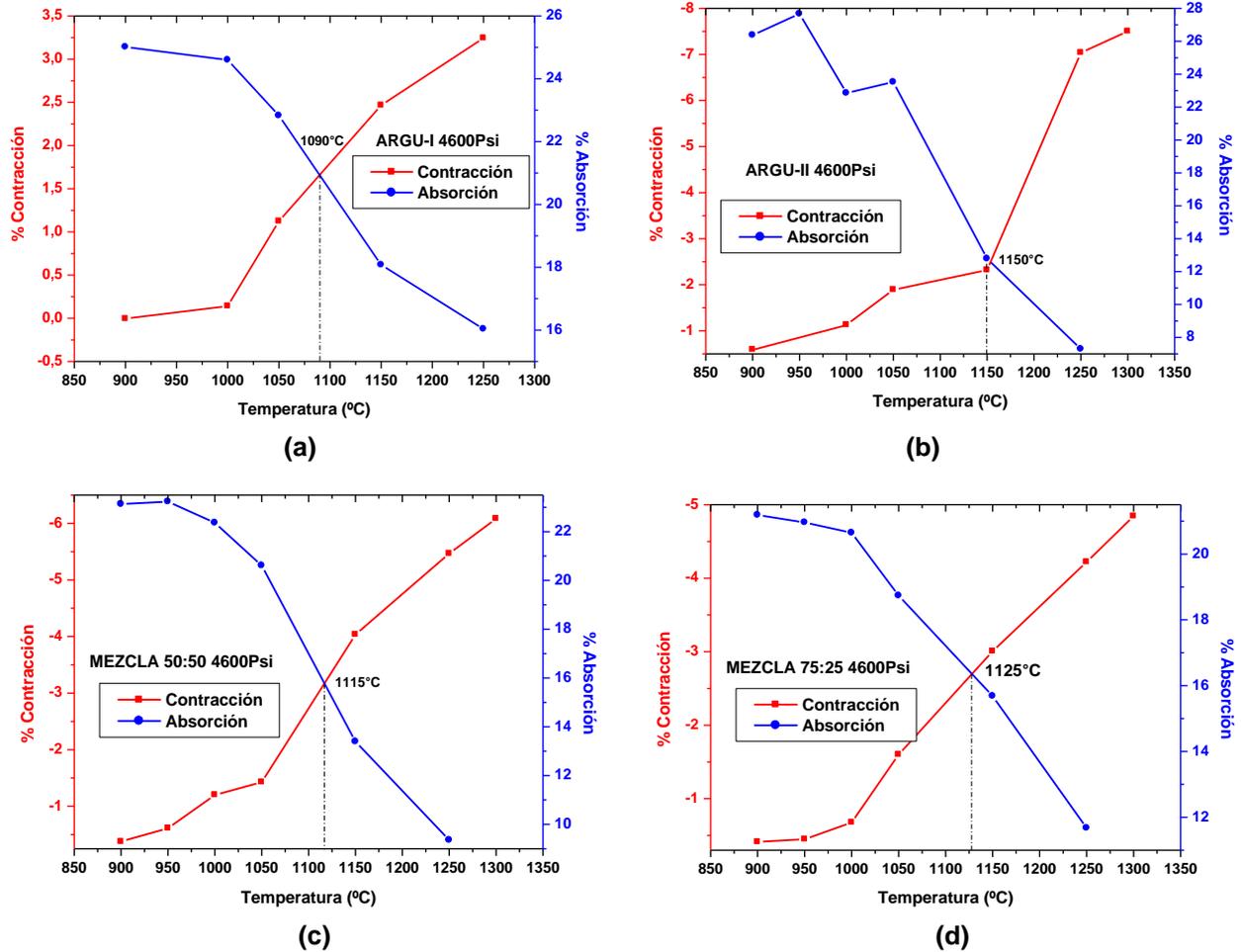


Figura 5.16. Curvas de gresificación de las muestras sinterizadas:
 (a) ARGU-I, (b) ARGU-II, (c) ARGU-50:50 y (d) ARGU-75:25

Se observa en las gráficas de contracción y densificación, figuras 5.13 y 5.14 respectivamente, que para temperaturas por encima de los 1000° C la velocidad de densificación es alta, observando la pendiente de la curva. La velocidad de densificación se ve favorecida por la formación de una fase vítrea debido a la presencia de sílice en el sistema, que debe fluir alrededor de las partículas no fundidas y llenar en parte el volumen de los poros gracias a las fuerzas de tensión superficial y al efecto de capilaridad [15,16].

Los diagramas de la figura 5.16 indican la temperatura de gresificación, es decir la temperatura a la cual se hace evidente la presencia de esta fase que favorece la densificación y por lo tanto las propiedades mecánicas de las piezas. Para las muestras ARGU-I y ARGU-II se tiene una temperatura de gresificación de aproximadamente 1090° C y 1150° C, respectivamente, rango dentro del cual se encuentra el punto de gresificación de las proporciones 50:50 y 75:25 que tienen valores aproximadamente de

1115° C y 1125° C respectivamente; estos valores indican cómo la mezcla de las arcillas influencia la temperatura a la que se presenta la fase vítrea en la muestra.

5.2.3. Ruta en Seco.

Como se mencionó, para el procesamiento cerámico de la materia prima se tomaron dos rutas: un proceso denominado ruta en seco, polvo cerámico y, otro proceso en húmedo, pasta cerámica. A continuación se presenta los resultados obtenidos utilizando cada uno de ellos.

Con el fin de obtener los polvos cerámicos a utilizar en esta ruta, se realizó una limpieza manual desechando material orgánico como raíces, tallos, hojas y además piedras de gran tamaño que estaban presentes en el material de partida. La materia prima seleccionada para este tipo de procesamiento se disgregó para secarla, primero a temperatura ambiente y posteriormente en la estufa a una temperatura aproximada de 100° C; la muestra seca fue triturada en un mortero de ágata para posteriormente seleccionarla utilizando un tamiz malla 150 (tamaño de partícula aprox. 75 µm). De este modo se obtuvo el polvo para realizar el procesamiento cerámico en seco.

5.2.3.1. Curvas de prensado.

Para determinar la presión óptima a la que se debe someter la materia prima para que la pieza en verde alcance una alta densificación, fue necesario realizar las curvas de prensado o compactación (presión Vs. densidad), obteniéndose las que se indican en la figura 5.17.

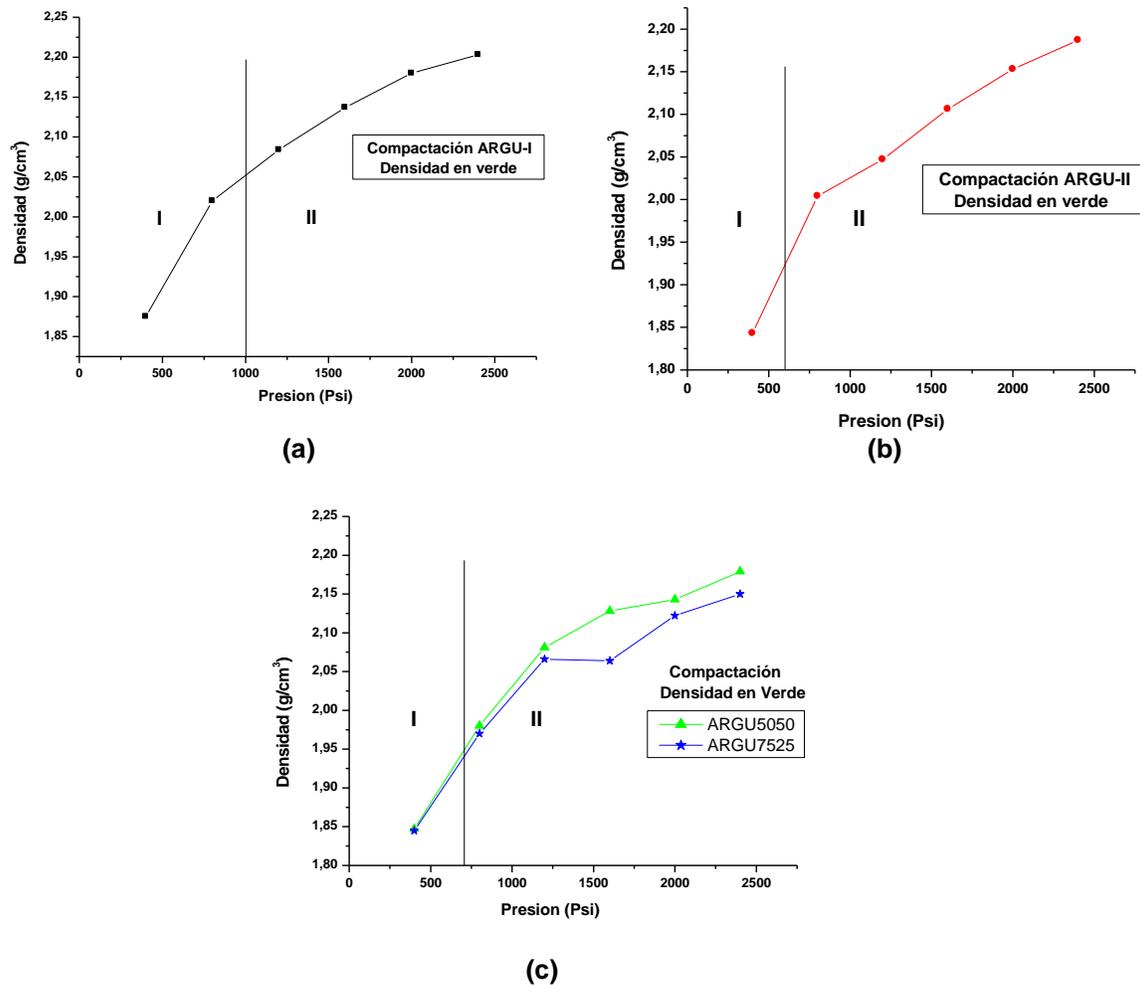
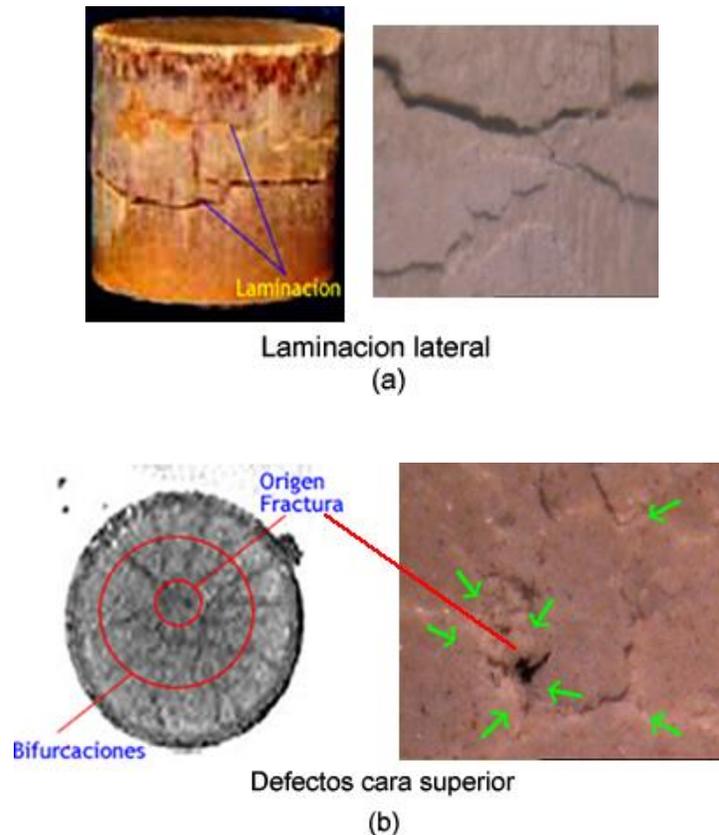


Figura 5.17. Curvas de compactación de las muestras en polvo: (a) ARGU-I, (b) ARGU-II y (c) Mezclas 50:50 - 75:25.

En la figura 5.17 se puede observar cómo a medida que aumenta la presión de compactación, para cada una de las muestras, la densidad en verde también aumenta, lográndose un mejor empaquetamiento de las partículas. A partir de observaciones de los defectos en las piezas conformadas se marcan dos zonas en las gráficas que indica la presión óptima para el conformado de piezas, ya que al aplicar una presión mayor, los cilindros presentan fisuras en las caras laterales y superiores. De la figura 5.17 se concluye que las presiones óptimas de conformado son: para ARGU-I 1000 Psi, ARGU-II 600 Psi y para las mezclas 700 Psi.

En la figura 5.18 se presentan los diferentes defectos que sufren las muestras; en 5.18(a) se observa la delaminación en la superficie lateral de las piezas y la figura 5.18(b) muestra los de defectos en la cara superior donde se destaca la presencia de una región donde se concentran las tensiones que sufre la pieza y adonde confluyen las diferentes fisuras.



**Figura 5.18. Defectos destacados de las piezas conformadas:
(a) Cara lateral y (b) Cara superior**

5.2.3.2. Secado de las piezas

Como en esta ruta de procesamiento se realizó un secado previo de la materia prima, la pieza conformada se colocó directamente en la estufa para completar su ciclo de secado, reducción de humedad, a un valor de temperatura de 110° C. A esta temperatura se favorece la evaporización del agua superficial e interna de la probeta. Esta etapa es muy importante para el conformado de las piezas cerámicas, ya que de no realizarse adecuadamente se puede llegar hasta la destrucción de la pieza durante la sinterización; se mantuvieron las piezas en la estufa hasta alcanzar peso constante, figura 5.19.

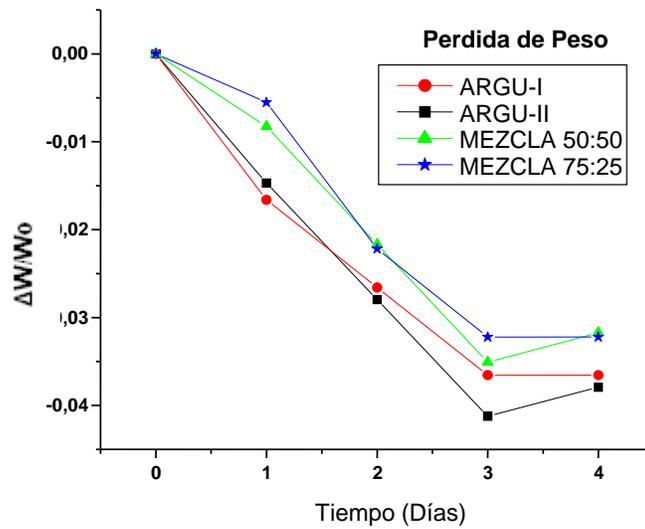


Figura 5.19. Curvas de pérdida de peso de las muestras durante el secado en la estufa a una temperatura de 110° C.

Como lo indica la figura, las muestras alcanzaron peso constante al cabo de 3-4 días. La disminución en el contenido de humedad de las muestras es poco significativa, de alrededor del 4%.

Como se conoce, la reducción de humedad en la muestra va acompañada de variaciones en las dimensiones de la pieza, por lo que se realizó paralelamente un estudio de contracción de la misma durante la etapa de secado; en la figura 5.20 se muestran los resultados más importantes.

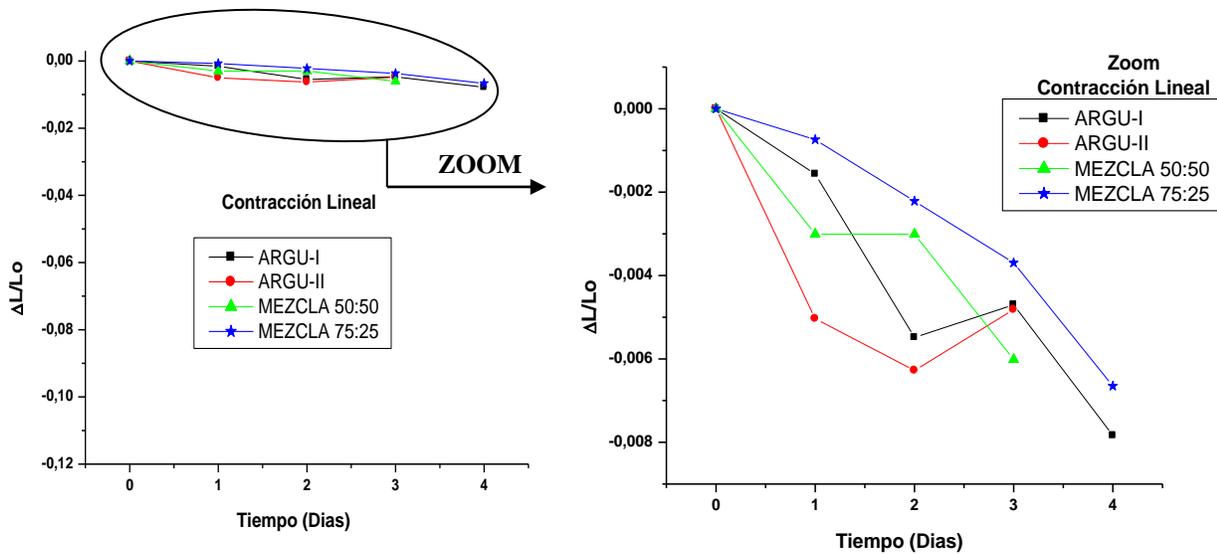


Figura 5.20. Curvas de contracción lineal de las muestras cerámicas durante su secado

Las muestras presentan una contracción poco apreciable, inferior al 1%, durante la etapa de secado, dato que es de gran importancia ya que utilizando esta ruta se podría obtener un mejor control dimensional en verde de las piezas a fabricar.

5.2.3.3. Sinterización de los Polvos Cerámicos

El sinterizado de las piezas cerámicas es uno de los pasos más importantes del proceso, de este dependen las características finales y la utilidad del producto que se desarrolla [17].

Durante la sinterización de las piezas cerámicas se presentan modificaciones tanto en peso como en color a medida que se incrementa la temperatura del horno, cambios que están relacionados con procesos físicos y químicos que ocurren en el material y de los que hay que tomar atenta nota de su variación a diferentes temperaturas. Los datos más importantes de pérdida de peso se indican en la figura 5.21.

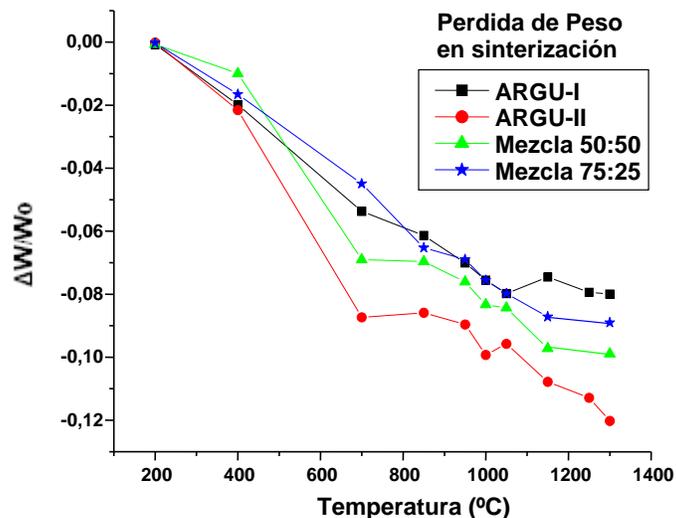


Figura 5.21. Curva de pérdida de peso de las piezas cerámicas durante la sinterización

Durante la sinterización, como se ha mencionado, ocurren reacciones químicas de los componentes de la arcilla que involucran: la eliminación de agua de constitución, la oxidación de compuestos orgánicos, desprendimiento de anhídrido carbónico del carbonato de calcio presente (ver figura 5.5), y todo esto está acompañado de la contracción de las piezas cerámicas la cual se muestra en la figura 5.22.

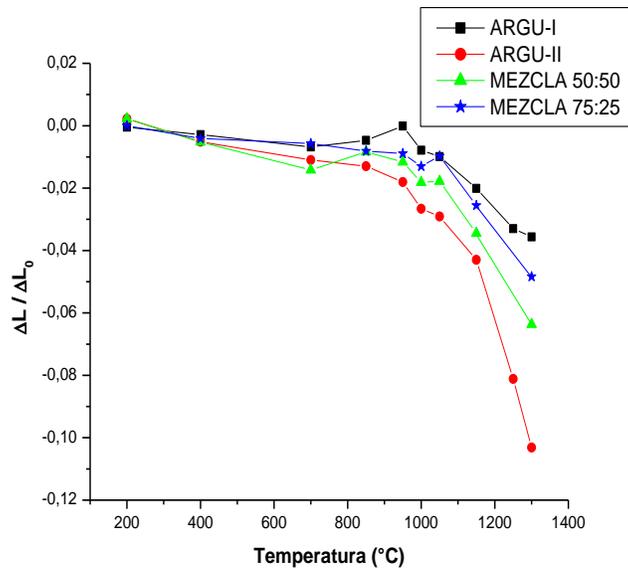


Figura 5.22. Curva de contracción de las piezas cerámicas sinterizadas

En la figura 5.22 se observa que la máxima contracción, a 1300° C, la presenta la muestra ARGU-II (10.3%); mientras que la muestra ARGU-I es la que menos contrae (3.5%) y un comportamiento intermedio presentan las mezclas: 6.3% para la proporción 50:50 y 4.8% para la proporción 75:25 que contiene mayor proporción de ARGU-I. En general, las piezas comienzan a contraer de manera apreciable a partir de los 1000° C por los que si se desea tener piezas densas es necesario sinterizarlas por encima de esta temperatura.

Con el fin de considerar tanto la contracción lineal de las muestras como su pérdida de peso, se midió la densidad de las piezas a diferentes temperaturas, información de gran interés para determinar la temperatura óptima de sinterización para obtener piezas cerámicas conformadas con la materia prima de interés. En la figura 5.23 se observa la evolución de este parámetro a medida que aumenta la temperatura.

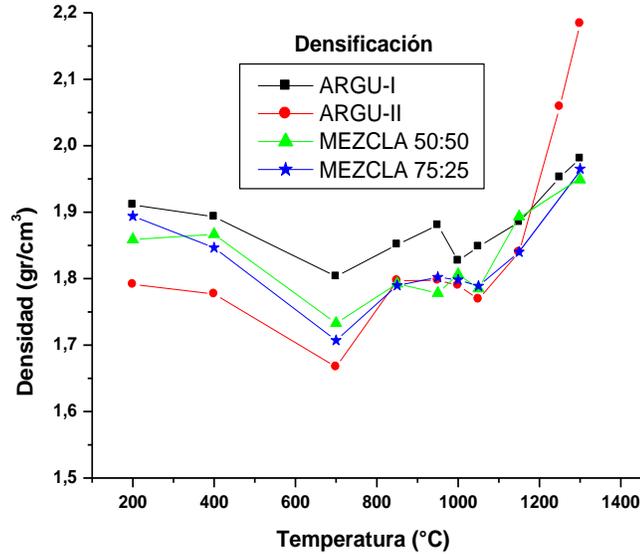


Figura 5.23. Curvas de densificación correspondientes a las muestras de interés.

La muestra que presenta mayor densificación a 1300° C es ARGU-II comparada con ARGU-I. Este comportamiento se puede justificar con base en la granulometría de estos materiales. Mientras que ARGU-I presenta una distribución amplia de tamaño de partícula (ver tablas 5.1 y 5.2), ARGU-II es más uniforme con partículas tan pequeñas que un 99% pasa el tamiz N°200; esto indica que su reactividad es mayor, favoreciéndose su densificación. Las mezclas presentan un comportamiento intermedio poniendo en evidencia que conociendo las características de las diferentes materias primas por separado, se pueden conformar combinaciones para mejorar o favorecer ciertos efectos como contracción, pérdida de peso y densificación, entre otros.

En general, se observa un mínimo en el valor de la densidad entre los 700° C y 800° C debido a la pérdida de agua y deshidroxilación de la pieza, y al posible colapso de los poros a través del proceso de “Ostwald ripening”, donde los poros grandes crecen a expensas de los pequeños produciéndose un proceso de des-densificación [14]. A partir de este punto se observa que la densificación de las piezas incrementa con la temperatura, presentando cambios significativos de densidad para temperaturas mayores de 1000° C donde son más efectivos los mecanismos de transporte de masa que hacen que los poros interconectados se cierren y solamente queden unos pocos aislados. Lo anterior se verifica con los resultados del ensayo de absorción de agua; en la figura 5.24 se representa el porcentaje de absorción de agua en función de la temperatura de sinterización.

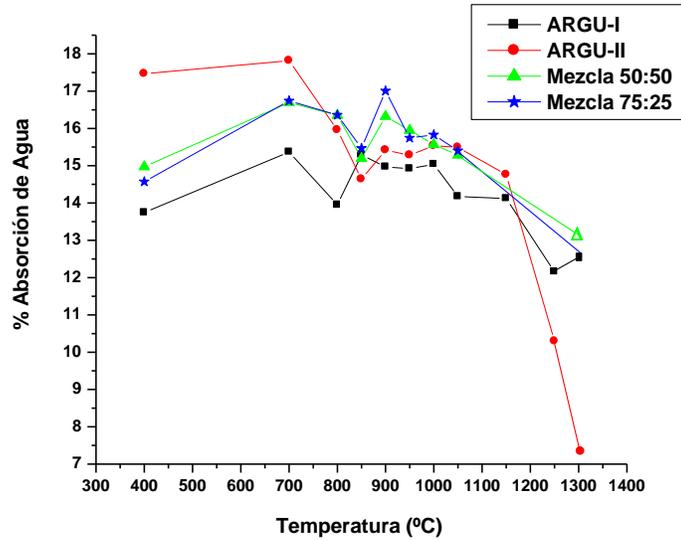


Figura 5.24. Curvas de absorción de agua, en función de la temperatura de sinterización, para las diferentes muestras estudiadas.

En las curvas de absorción de agua, figura 5.24, se observa que hay dos máximos a las temperaturas de 700 y 900° C, con valores de 15.36 y 15.19% para la muestra ARGU-I y de 17.8 y 15.4% para ARGU-II, que coinciden con los mínimos que se presentan en la curva de densificación. Para temperaturas mayores a 900° C, el porcentaje de absorción de agua disminuye indicando que los poros comienzan a perder su interconexión y a cerrarse.

5.3 CARACTERIZACION DE LAS PIEZAS SINTERIZADAS

La caracterización de las piezas sinterizadas obtenidas por los dos vías de conformado, pastas cerámicas y polvos cerámicos compactados, se realizó utilizando microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido (MEB) con el fin observar la variación en coloración de las piezas sinterizadas, destacar la microestructura y determinar la presencia de impurezas y defectos en las diferentes muestras.

5.3.1 Microscopia Óptica.

Polvos cerámicos compactados

En la figura 5.25 se observa claramente el efecto de la temperatura de sinterización sobre el color de las piezas, dado que al ser sometidas estas piezas a tratamientos térmicos ocurren una serie de reacciones fisicoquímicas que modifican la tonalidad de las mismas.

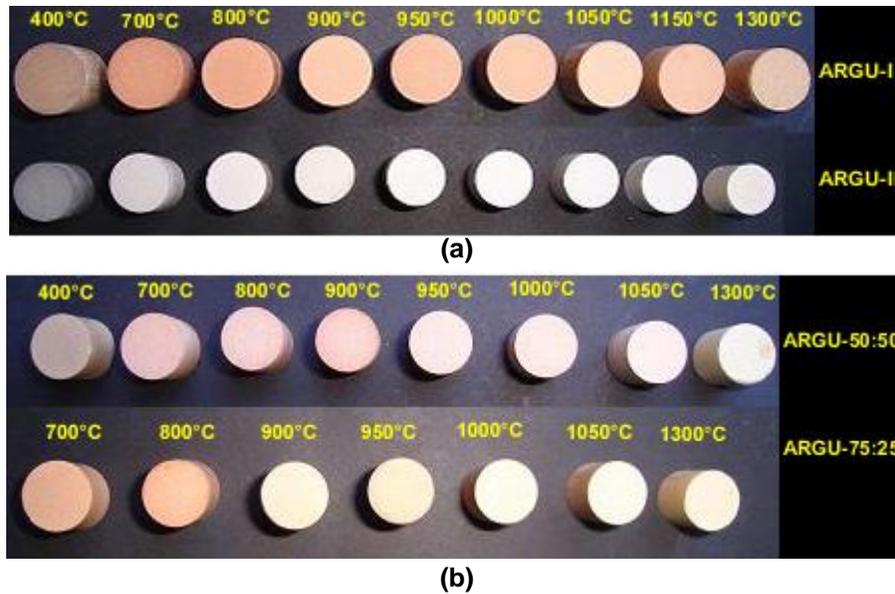


Figura 5.25. Variación de color frente a tratamiento térmico de las conformadas por vía en seco, (a) ARGU-I y ARGU-II, (b) mezclas 50:50 y 75:25.

Las fotografías tomadas fueron de gran interés porque revelaron defectos que a simple vista no eran evidentes, tales como inclusiones, defectos en los bordes, grietas superficiales e internas, entre otros. Para mostrar estos, en la figura 5.26 se presenta la cara superior y la superficie lateral de piezas que fueron conformadas con las arcillas ARGU-I y ARGU-II.

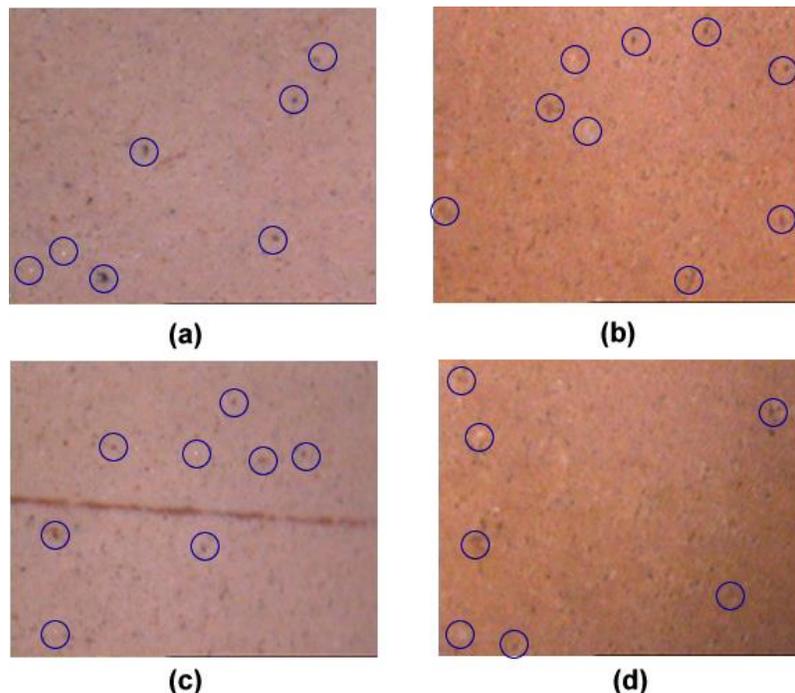


Figura 5.26. Defectos relevantes en caras superiores, (a) y (b), (c) y (d) superficie lateral de las piezas conformadas con las arcillas.

Se puede resaltar en la figura 5.26 la presencia de inclusiones pequeñas en la cara superior de ambas piezas. No son evidentes otros defectos ya que las piezas fueron conformadas utilizando presiones por debajo de la presión límite de conformado (400 Psi). La superficie lateral de estas piezas tampoco presenta grandes defectos salvo pequeñas inclusiones.

Se puede concluir que la etapa de tamizado de los polvos cerámicos para obtener este tipo de piezas es importante ya que después de este, se eliminan partículas de tamaño apreciable para dejar las piezas conformadas con una homogeneidad apreciable en todo su cuerpo.

La figura 5.27 muestra la cara superior y superficie lateral de piezas conformadas a una presión de 800 Psi.

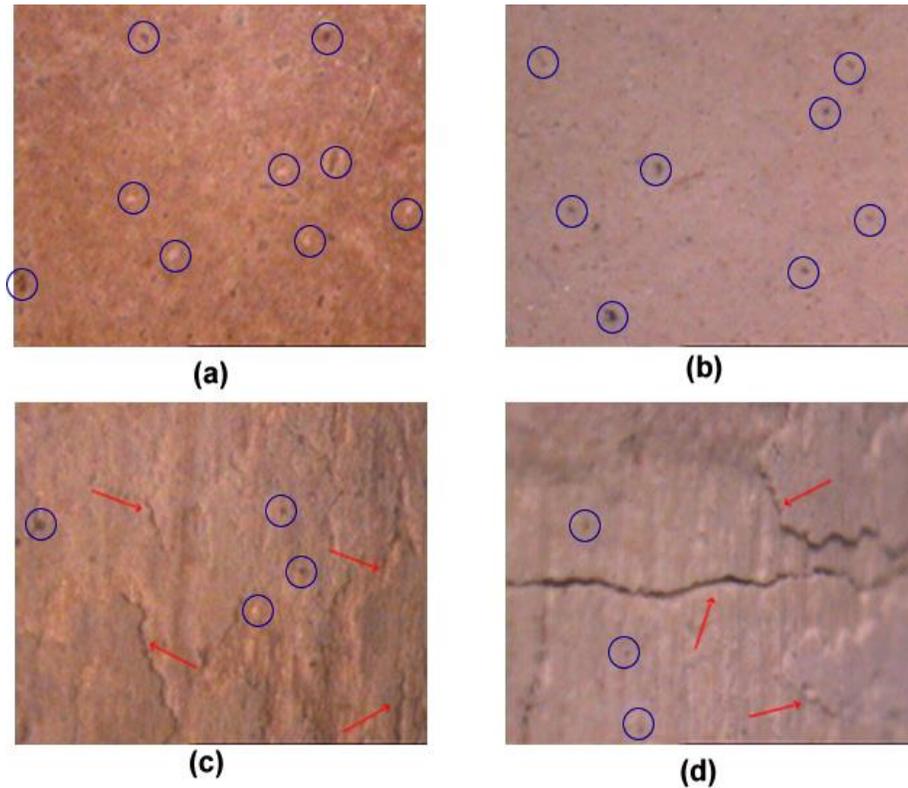


Figura 5.27. Defectos presentes en las piezas cerámicas conformadas a una presión de 800 Psi, (a) y (b) caras superiores (c) y (d) superficies laterales, de las muestras ARGU-I y ARGU-II respectivamente.

Las fotografías de la figura 5.27 muestran que la cara superior no presenta grandes cambios al aumentar la presión, se observan únicamente inclusiones; condición diferente

presentan las superficies laterales donde se presentan defectos tipo delaminación en ambas piezas y fisuras solamente en ARGU-II. La delaminación es un defecto típico en aquellos materiales que presentan estructura tipo laminar como es el caso de las arcillas. Se puede apreciar, además, que ARGU-I presenta una mejor respuesta mecánica cuando se somete a presión para su conformado.

Cambios similares se aprecian en la muestra conformada a una presión de 1200 Psi, figura 5.28.

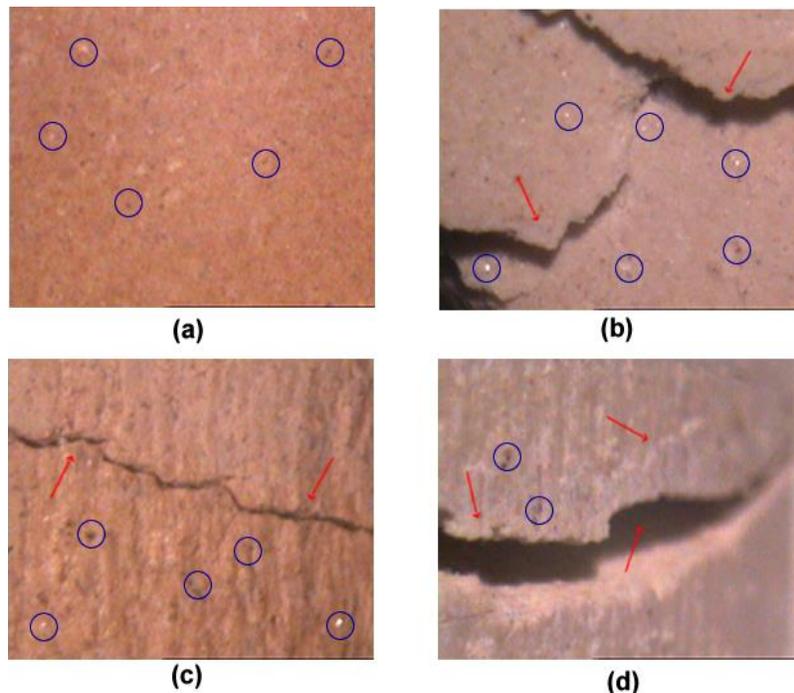


Figura 5.28. Defectos presentes en las piezas cerámicas conformadas a una presión de 1200 Psi, (a) y (b) caras superiores (c) y (d) superficies laterales, de las muestras ARGU-I y ARGU-II respectivamente.

A esta presión de conformado se pueden observar delaminaciones apreciables en la cara superior de ARGU-II. La superficie lateral de ARGU-I presenta fisuras las cuales no se observan a las presiones anteriores, indicando que se superó la presión óptima de conformado.

Como conclusión general del análisis realizado se puede decir que para el conformado de piezas por la ruta seca no se pueden utilizar presiones muy altas; las piezas no presentaron defectos apreciables a presiones de 1000 Psi para ARGU-I, y 600 Psi para ARGU-II.

Como uno de los defectos predominantes en las muestras estudiadas fue la delaminación, se extrajeron cuidadosamente “láminas” de las mismas con el fin de observarlas con el microscopio de polarización. Esta observación reveló más defectos, que no se apreciaron con el microscopio óptico, como fisuras internas, porosidad e inclusiones. En la figura 5.29 se muestran las fotografías que se tomaron de estas “láminas”.

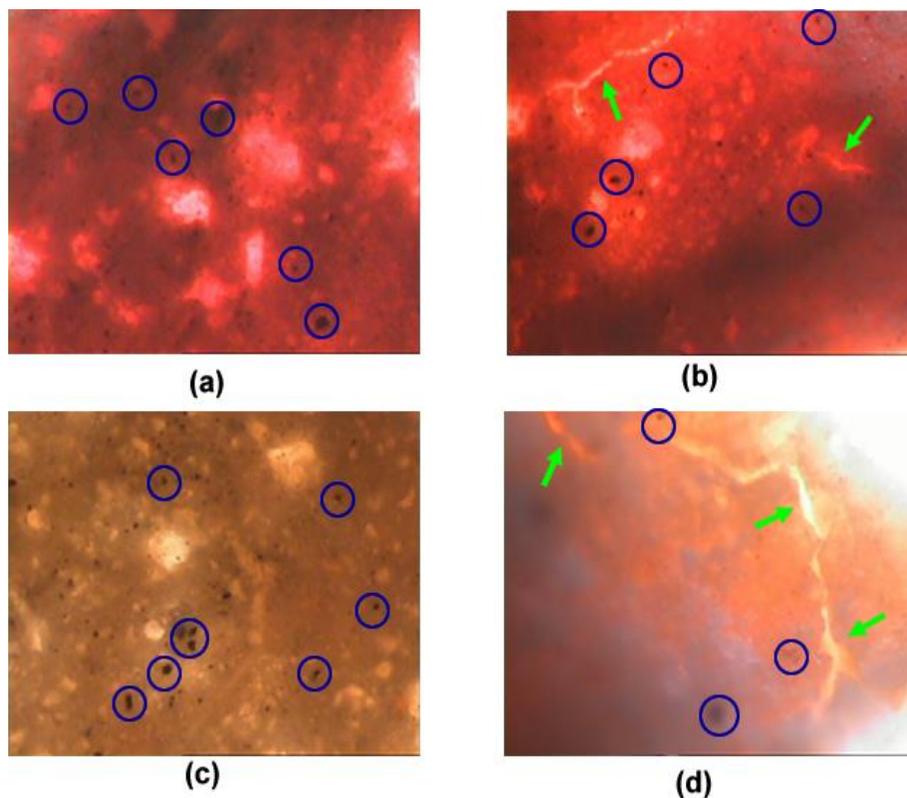


Figura 5.29. Defectos presentes en las laminas extraídas de las muestras (a) y (b) ARGU-I y (c) y (d) ARGU-II, observadas por el microscopio de polarización.

Pastas Cerámicas

Utilizando el microscopio óptico se realizó un primer estudio observando el cambio de coloración que presentan las piezas después de ser tratadas térmicamente a diferentes temperaturas; el registro fotográfico se muestra en la figura 5.30.

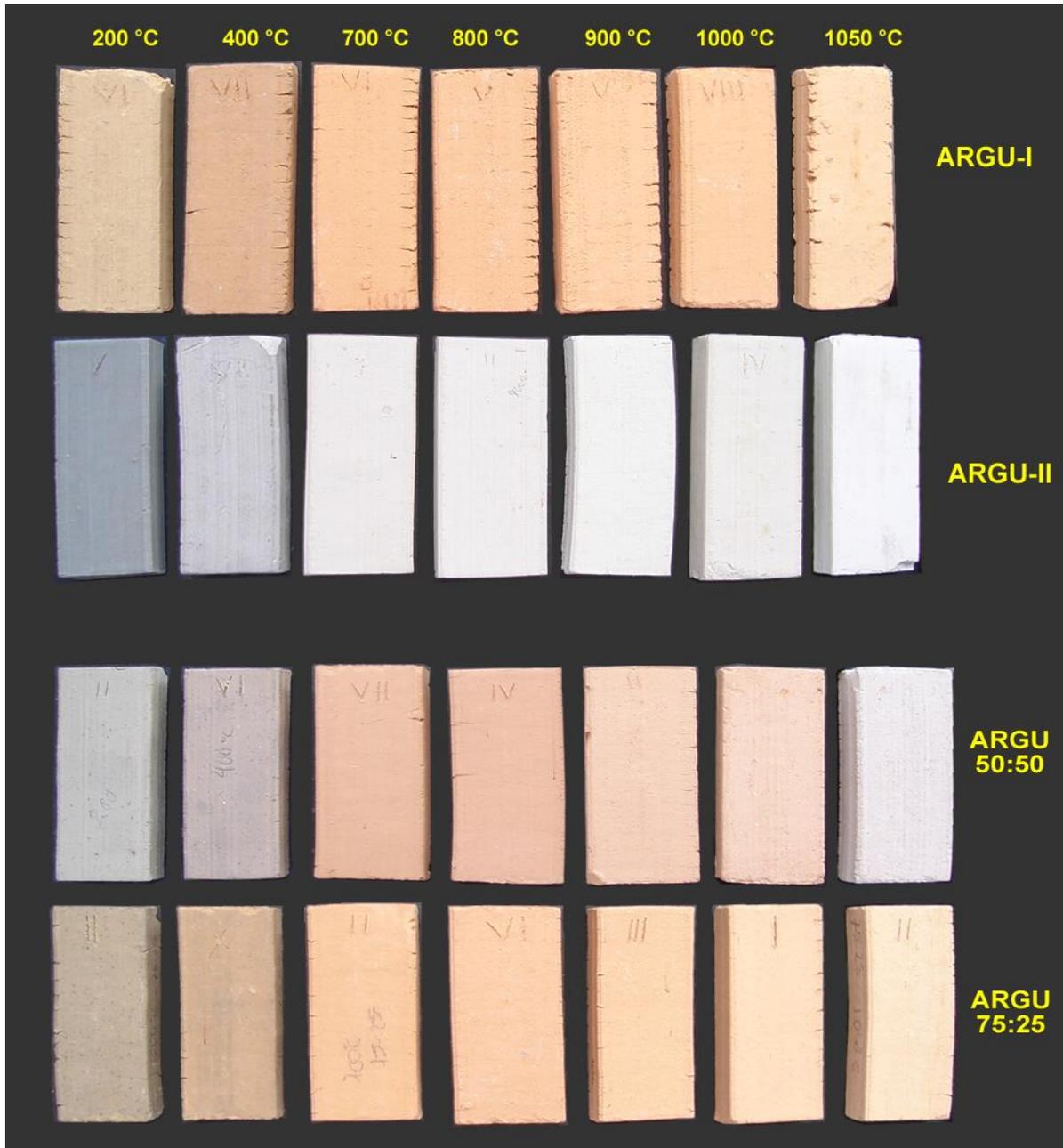


Figura 5.30. Registro fotográfico de la variación de color de las muestras estudiadas con la temperatura

Por otro lado, con el microscopio óptico se analizó la superficie de las piezas y la superficie cuando se realizó fractura “fresca” de las mismas, a piezas que fueron sinterizadas a 900° C; las fotografías correspondientes a la muestra ARGU-I tratada a 900° C se presentan en la figura 5.31.

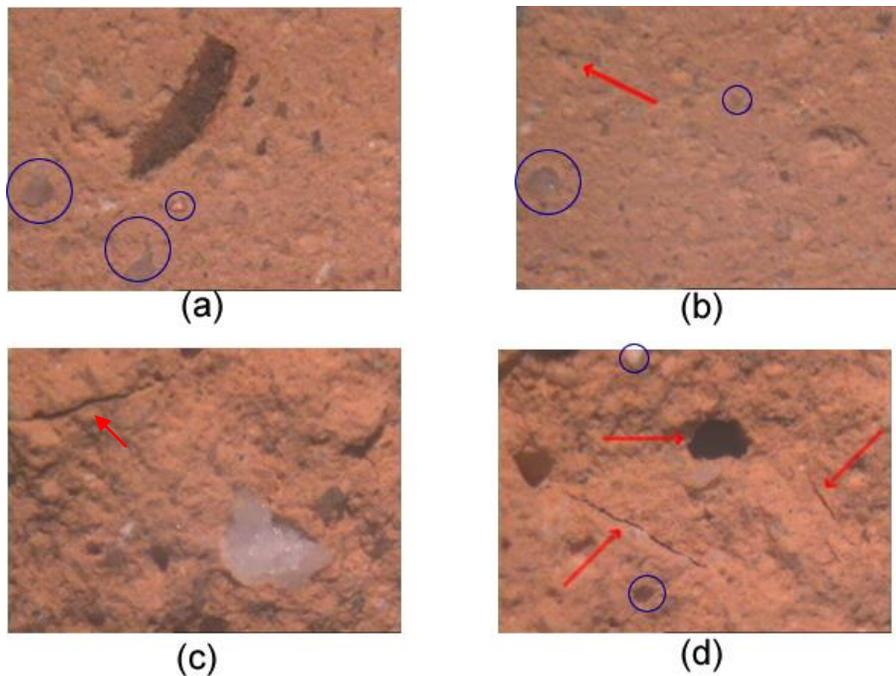


Figura 5.31. Fotografías de la muestra ARGU-I tratada térmicamente a 900° C: (a) y (b) Superficie, (c) y (d) fractura fresca.

En las figuras 5.31(a) y 5.31(b) se observan superficies con una textura rugosa, destacándose la presencia de impurezas (incrustaciones) tanto a nivel superficial como en el interior de las piezas. Estas incrustaciones se presentan en una variedad de tamaños, y en ocasiones adquieren una forma de cristal (figura 5.31(c)), posiblemente cristales de cuarzo, que se formarían durante el tratamiento térmico. A nivel interno se destaca la presencia de fisuras, las cuales se indican con flechas en las figuras 5.31(c) y 5.31(d), las que se generarían durante la sinterización de las piezas.

Con el fin de resaltar la microestructura y los defectos presentes en las piezas, se realizaron ataques químicos con diferentes tipos de ácidos, principalmente con ácidos perclórico y nítrico, obteniéndose un mejor resultado con este último. En la figura 5.32 se observa el efecto del ataque químico realizado a las piezas con HNO_3 durante 15 y 45 segundos.

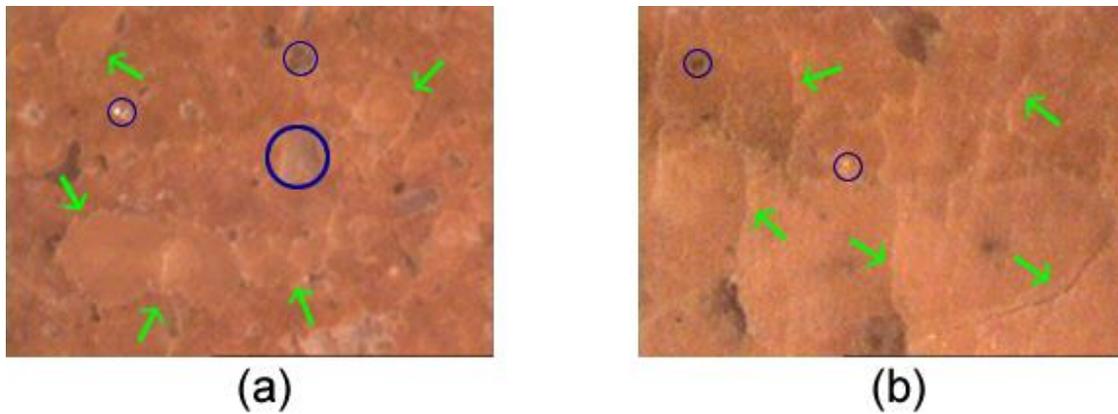


Figura 5.32. Fotografías de la superficie de la muestra ARGU-I sinterizada a 950° C y que fue atacada químicamente con ácido nítrico durante: (a) 15 segundos y (b) 45 segundos.

En las figura 5.32 se observa como se resaltan los defectos presentes, demarcados con un círculo, los cuales presentan diferentes tamaños. Además se resaltan los límites entre zonas, los cuales se indican con flechas, estos límites podrían representar la unión entre hojuelas del mineral arcilloso con diferentes características composicionales; esto daría información sobre el gradiente composicional y de concentraciones que presenta la pieza.

Considerando el resultado que presentó la muestra al ser atacada químicamente, se procedió a tratarla térmicamente y para ello se tomó la pieza sinterizada a 950° C y se sometió a un ataque térmico a 900° C; el registro fotográfico obtenido de la muestra de interés se presenta en la figura 5.33.



Figura 5.33. Fotografías de la superficie de la muestra ARGU-I sinterizada a 950° C y atacada térmicamente a 900° C.

Con el ataque térmico realizado a las muestras se logró resaltar, al igual que con el ataque químico, los límites o fronteras entre zonas que contienen características

composicionales diferentes; las flechas que se aprecian en la figura 5.33 indican la presencia de dichos límites.

Un análisis similar, con microscopía óptica, se le realizó a la muestra ARGU-II. En la figura 5.34 se muestran las fotografías de la superficie y de la superficie de una fractura “fresca” de la muestra ARGU-II, respectivamente.

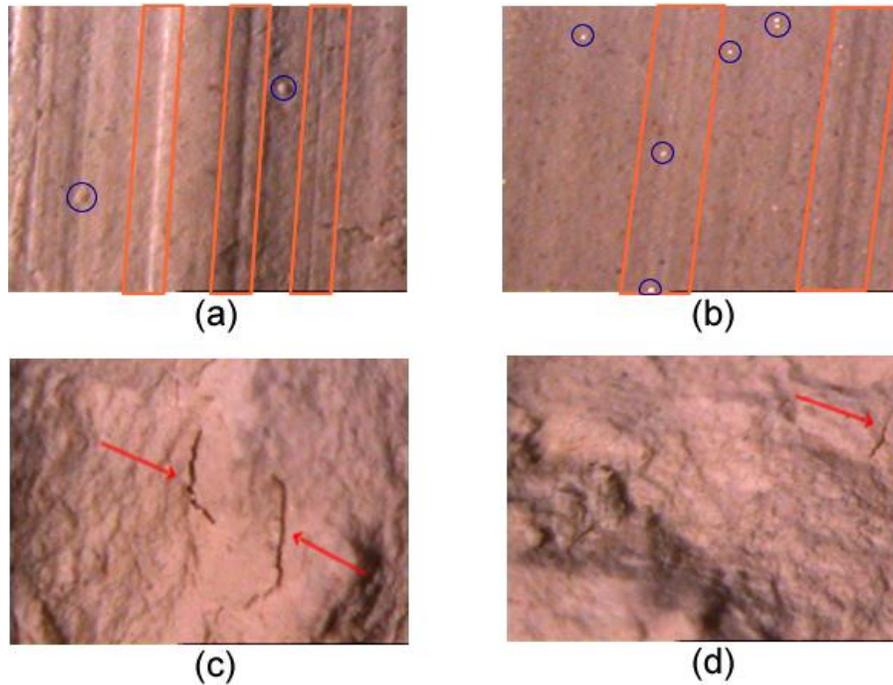


Figura 5.34. Fotografías de la muestra ARGU-II tratada térmicamente a 900°C. (a) y (b) Superficie, (c) y (d) fractura fresca.

En las figuras 5.34(a) y 5.34(b), si se compara con las fotografías de la muestra ARGU-I (Fig. 5.31), se observa una superficie con menor rugosidad y con incrustaciones de pequeño tamaño debido, posiblemente, al pequeño tamaño de partícula que se encontró al realizar el análisis granulométrico a la muestra ARGU-I (ver tablas 5.1 y 5.2). También se identificaron trazas a nivel superficial, a lo largo de la muestra, ocasionadas por la fricción de la pieza con el troquel en el momento de conformar las piezas. Por otra parte, la presencia de defectos a nivel interno es casi nula pero las fisuras, producto de la sinterización de la muestra, aún persisten.

5.3.2 Microscopia Electrónica de Barrido.

Se utilizó microscopia electrónica de barrido para observar la superficie de la fractura fresca de las muestras, para conocer la microestructura de la misma y apreciar el grado de densificación de las piezas tratadas a diferentes temperaturas. Además, haciendo uso de la microsonda que posee el equipo, se realizó el análisis químico (EDS) de la superficie, de algunas zonas de las muestras, para examinar la distribución de la composición que estas presentan después de ser tratadas térmicamente.

Muestra ARGU-I

En la figura 5.35 se observan fotografías tomadas con MEB de la superficie de la fractura “fresca” de la muestra ARGU-I, tratada térmicamente a 950°C y 1050°C , a diferentes magnificaciones para apreciar más los detalles de la microestructura.

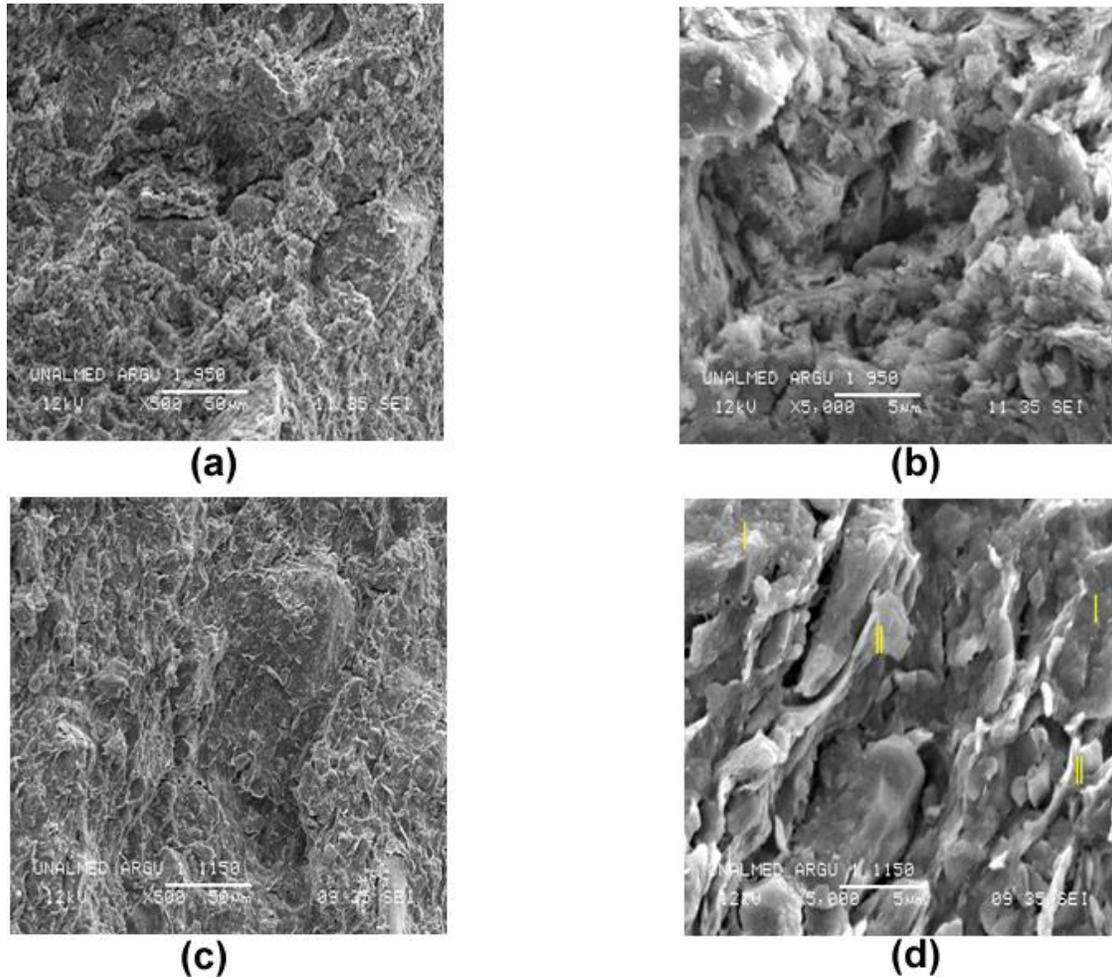


Figura 5.35. Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-I tratadas térmicamente a: (a) 950°C (500X), (b) 950°C (5000X), (c) 1150°C (500X) y (d) 1150°C (5000X)

Para la muestra tratada a 950° C no se observa una homogeneidad en la estructura dado que la temperatura de sinterización no es la más adecuada de acuerdo con los resultados de contracción y densificación (figuras 5.13 y 5.14). Por otro lado, en la muestra tratada a 1150° C es evidente la formación de zonas densas las cuales están formadas por pequeñas “hojuelas” (láminas), morfología típica de los minerales arcillosos.

La fotografía de la figura 5.35(b), tomada a una mayor magnificación, presenta con mejor detalle la baja densidad que presenta la muestra al ser tratada a 950° C; se resalta la presencia de poros y vacíos. En contraste, en la muestra tratada a 1150° C (figura 5.35(d)) se incrementa la densificación, condición ilustrada por las zonas marcadas con (I) donde se resalta la unión entre hojuelas para formar láminas más grandes, como las zonas que se rotulan con (II).

Muestra ARGU-II

La fotografía 6.36 tomada con MEB hace referencia a la muestra ARGU-II. Se presenta la superficie de la fractura de la muestra sinterizada a 950° C y 1150° C, a diferentes magnificaciones.

En las fotografías de las figuras 5.36(a) y 5.36(b) se aprecia que la muestra ARGU-II tratada a 950° C presenta una superficie más o menos homogénea, con presencia de láminas que se encuentran separadas ya que la temperatura utilizada para el tratamiento no es la adecuada para alcanzar alta densificación (figura 5.14). Por otro lado, la muestra ARGU-II presenta un tamaño de grano pequeño reiterando los resultados del análisis granulométrico realizado a las muestras.

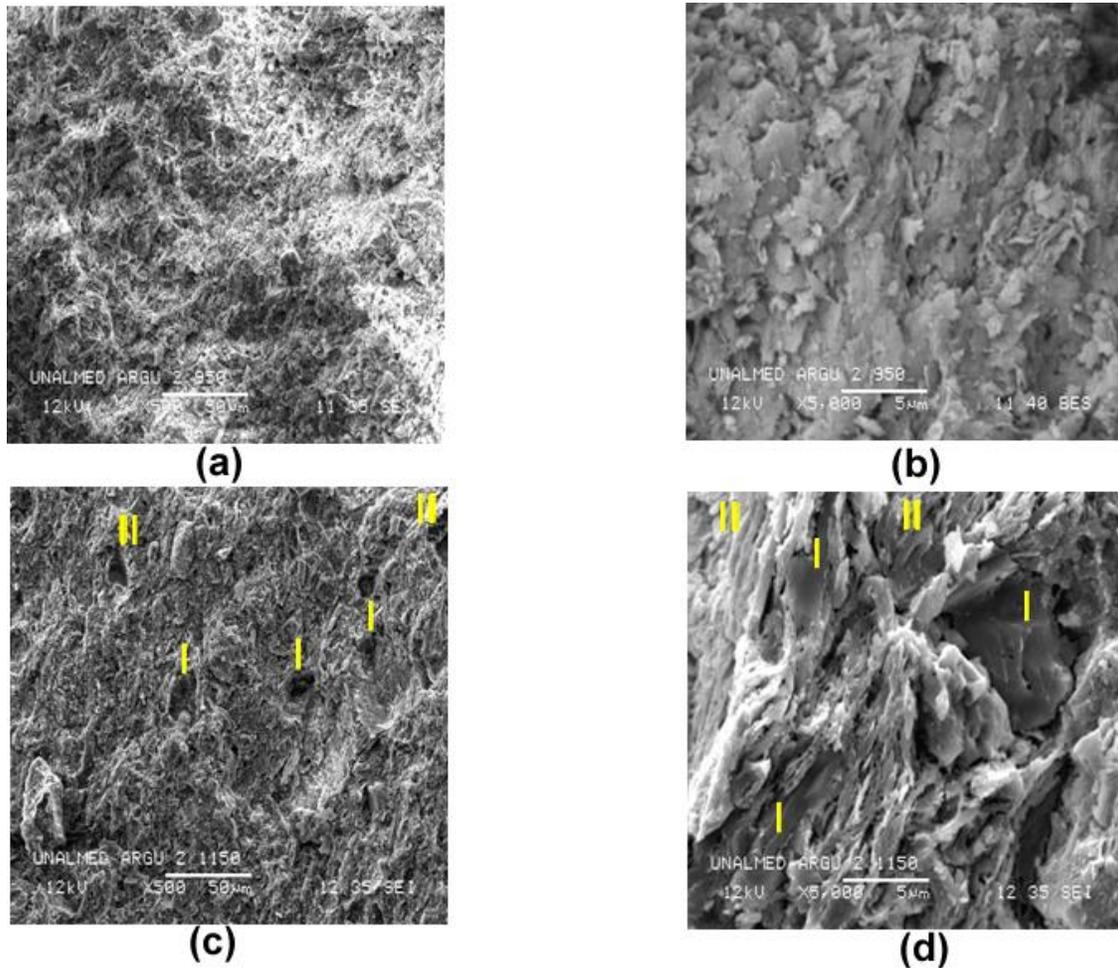


Figura 5.36. Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-II tratadas térmicamente a:

(a) 950° C (500X), (b) 950° C (5000X), (c) 1150° C (500X) y (d) 1150° C (5000X).

La muestra tratada a 1150° C, figura 5.36(c), presenta estratos constituidos por láminas en forma de hojuelas de una forma más ordenada; en las zonas marcadas como (I) se presentan marcas dejadas por partículas grandes que se desprendieron en el momento de la fractura, pero bajo las cuales se observan zonas muy densas como las demarcadas con (II).

En la figura 5.36(d) es mucho más evidente la densificación de la muestra, sobresaliendo zonas como las demarcadas con (I) que presentan una mayor densificación, ya que las hojuelas se soldan entre si, y otras rotuladas como (II) en las cuales se observa que están comenzando a unirse.

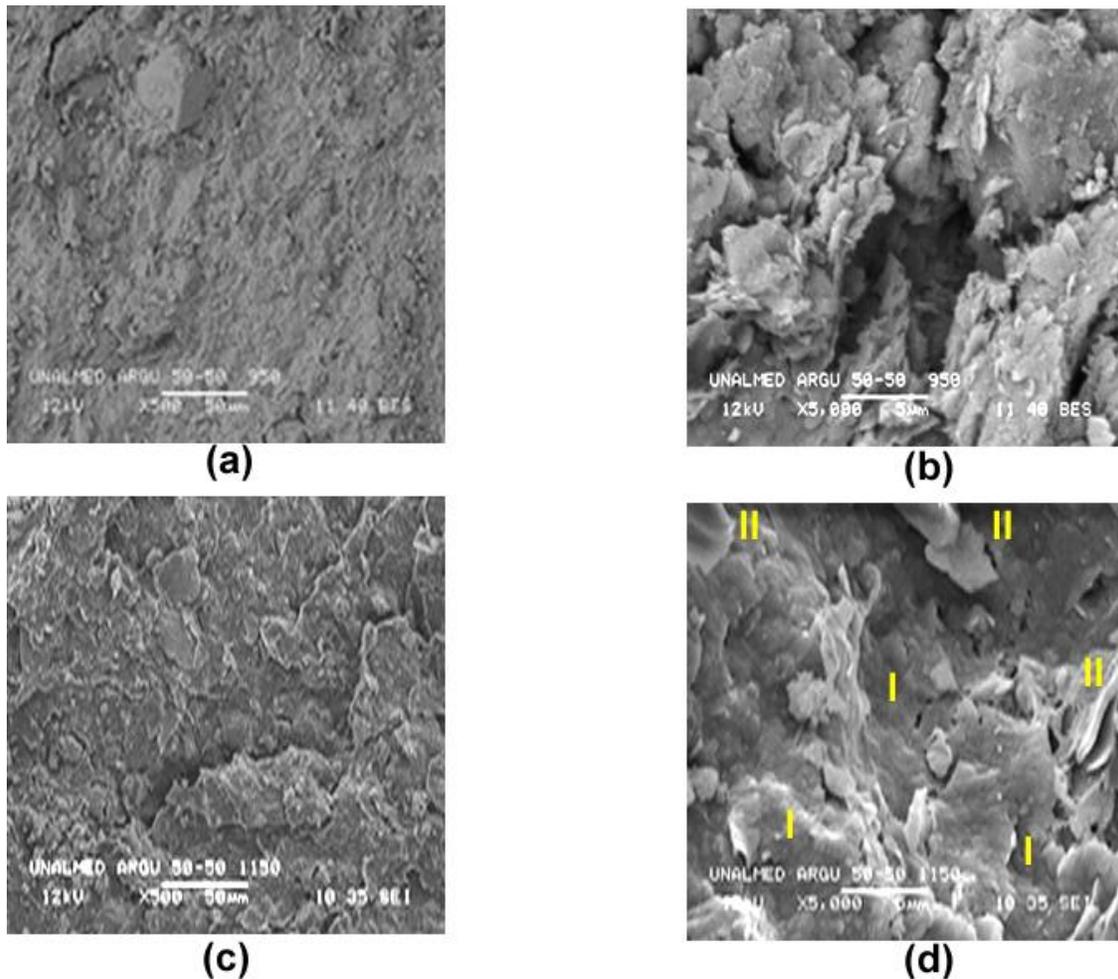
Muestra ARGU-50:50

Figura 5.37. Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-50:50 tratadas térmicamente a: (a) 950° C (500X), (b) 950° C (5000X), (c) 1150° C (500X) y (d) 1150° C (5000X).

En la figura 5.37(a), se observan granos que presentan diferentes tamaños como consecuencia de la mezcla de las muestras ARGU-I y ARGU-II que presentan granulometrías diferentes. Además, se observa una superficie de grano fino si se compara con la fotografía de la figura 5.37(c). En esta última se hace evidente el efecto del tratamiento térmico al resaltar zonas en donde las láminas se encuentran unidas y superpuestas entre sí. Este efecto se muestra con mayor claridad en la figura 5.37(d) donde se resaltan zonas en donde las láminas comienzan a soldarse (I) y otras en las que se han formado bloques que aparentan una mayor densificación (II).

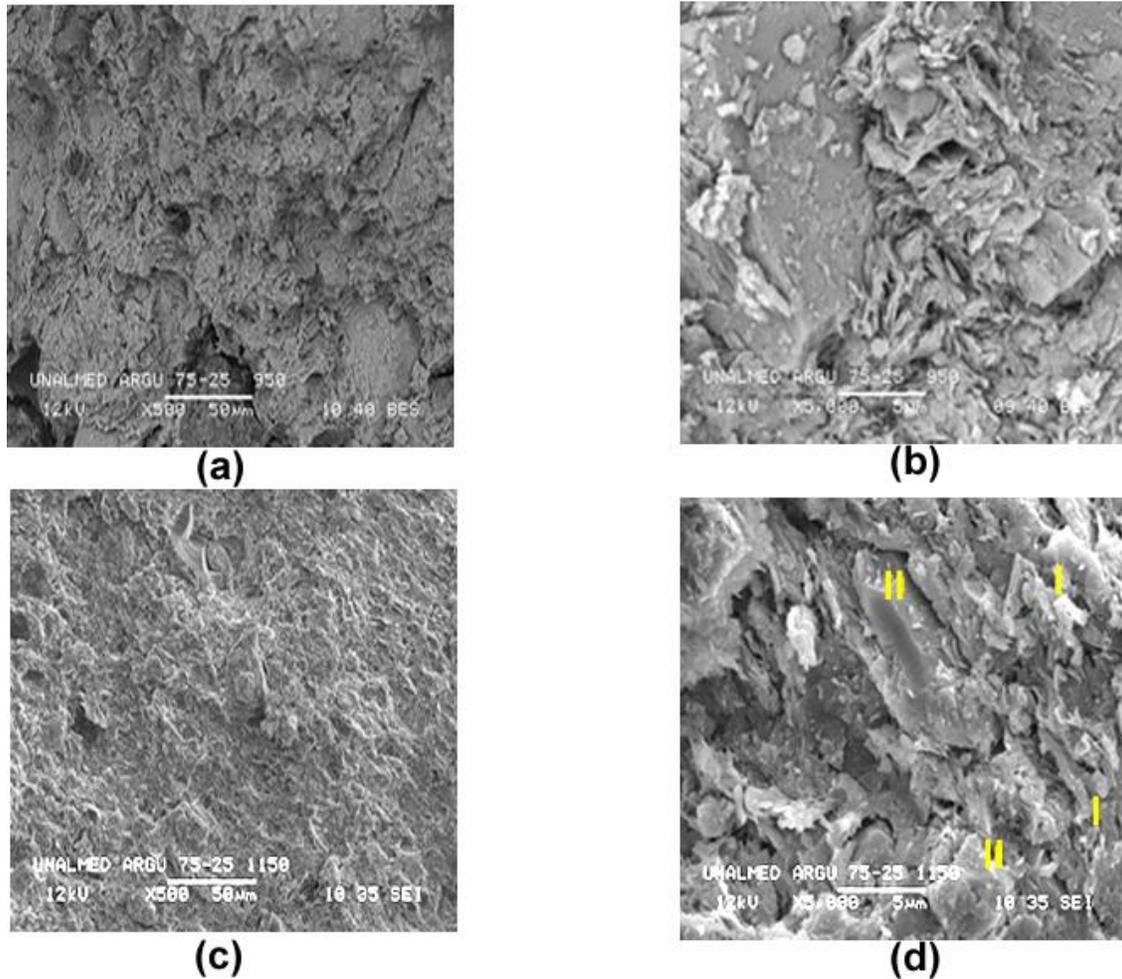
Muestra ARGU-75:25

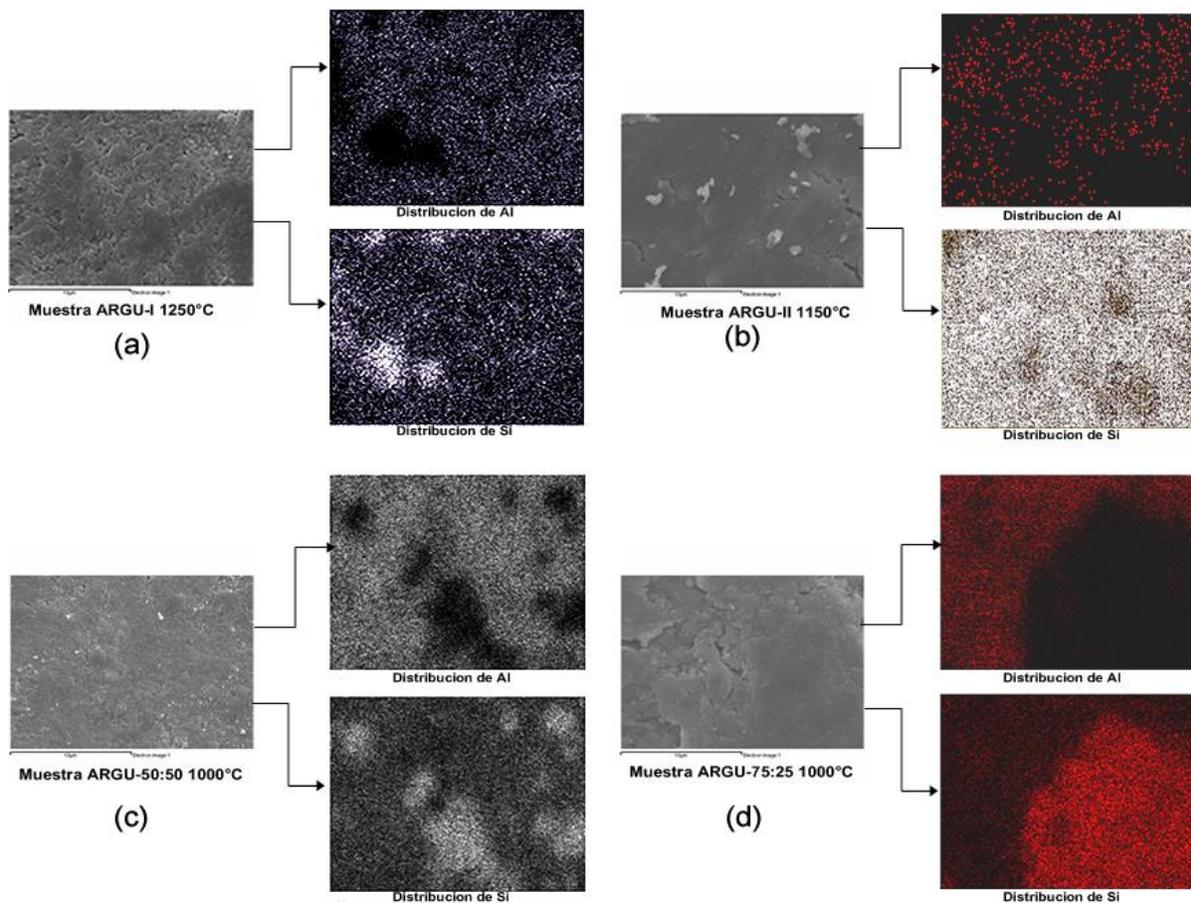
Figura 5.38. Fotografías tomadas a la superficie de la fractura en fresco de muestras ARGU-75:25 tratadas térmicamente a: (a) 950° C (500X), (b) 950° C (5000X), (c) 1150° C (500X) y (d) 1150° C (5000X).

La fotografía de la figura 5.38(a) se asemeja en textura a la que presentó la muestra 50:50 (figura 5.37(a)). Además no se observa una homogeneidad en la estructura, situación que se hace más evidente en la figura 5.38(b) donde se ve que las láminas que componen la muestra se encuentran dispuestas en diferentes direcciones, generando una estructura desordenada. En las fotografías correspondientes a la muestra tratada a 1150° C se observa en las zonas rotuladas con (I) un acercamiento de las láminas que posteriormente se unen para formar zonas densas (II).

En general se destaca, en las fotografías, la morfología laminar característica de las arcillas, así como el efecto que tiene la temperatura sobre las muestras. Es de anotar que

a una temperatura de 950° C las muestras presentan baja densificación, con una estructura desordenada; las “capas” que conforman la muestra se encuentran cerca y a 1150° C comienzan a unirse para formar zonas densificadas.

Por otra parte, para obtener mayor información sobre la composición de las muestras, se realizó el análisis químico de las mismas poniendo atención a la distribución de los elementos principales que componen la materia prima después de ser tratada térmicamente. Las fotografías del análisis químico, mapeo elemental, de las diferentes muestras estudiadas se presentan en la figura 5.39.



**Figura 5.39. Análisis químico (EDS) de las muestras:
(a) ARGU-I, (b) ARGU-II, (c) ARGU-50:50 y (d) ARGU-75:25.**

Del análisis químico elemental realizado a las muestras, figura 5.39, se destaca claramente las zonas específicas en donde abunda la presencia de silicio y aluminio,

elementos que se encuentran en mayor proporción como lo indican los resultados de FRX (tabla 5.2).

En general se observa que existen gradientes de concentración, en zonas bien definidas, como lo indican los resultados del análisis con microscopía óptica de muestras a las cuales se les realizó ataque químico y térmico, figuras 5.32 y 5.33 respectivamente.

Un análisis puntual de la superficie de las muestras deja ver claramente la formación de incrustaciones, probablemente cristales de cuarzo dada la composición que estos presentan, figura (5.40(a)).

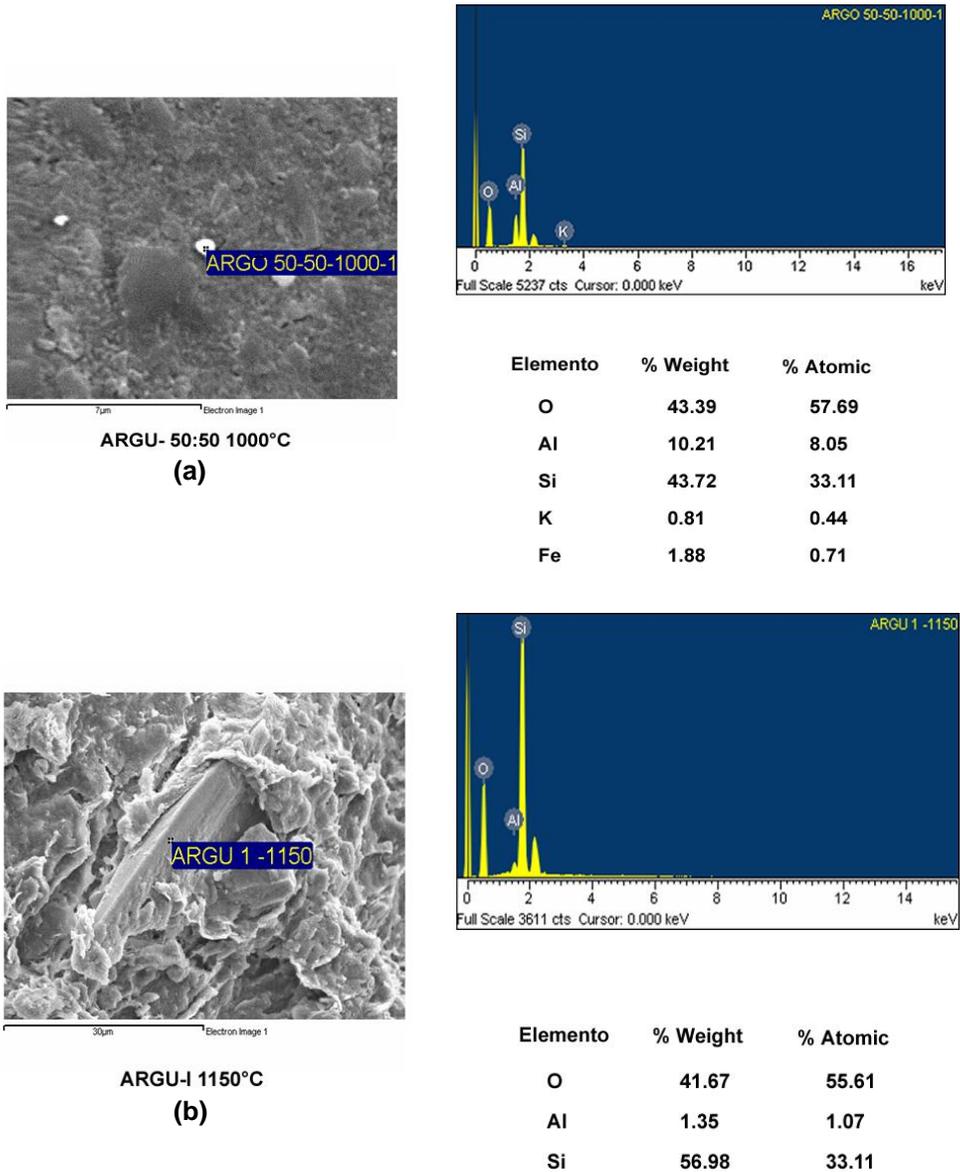


Figura 5.40. Análisis químico puntual (EDS) de la superficie de las muestras: (a) ARGU-50:50 (1000° C) y (b) ARGU-I (1150° C)

La figura 5.40(b), corresponde a la fotografía de la fractura fresca de la muestra ARGU-I, tratada térmicamente a 1150° C, la cual presenta claramente la formación de un cristal de cuarzo, con aluminio, de acuerdo a la composición química allí indicada. Este cristal está rodeado por una serie de hojuelas que se encuentran unidas entre sí dada la temperatura a la que fue sinterizada la muestra (1150° C).

5.3.3 Caracterización mecánica de las piezas.

Una definición más precisa de los posibles usos que se le puede dar a la materia prima en estudio, se puede obtener teniendo en cuenta la respuesta mecánica que presentan las probetas conformadas y sinterizadas, de estas arcillas, al ser sometidas a esfuerzos mecánicos [18].

Para estimar el comportamiento mecánico de las probetas elaboradas con el material arcilloso, en sus diferentes proporciones, se realizaron ensayos de resistencia a la flexión, resistencia a la compresión y dureza al rayado, teniendo en cuenta la escala Mohs.

Los ensayos mecánicos se le realizaron a probetas con dimensiones 10 mm x 20 mm x 50 mm, aproximadamente, las cuales fueron sinterizadas a 1150° C durante una hora; previo al ensayo estas fueron sometidas a un secado durante 24 horas a una temperatura de 110° C y posteriormente se midieron sus dimensiones.

Resistencia a la flexión

Los resultados obtenidos de los módulos de rotura se indican en la tabla 5.7 y fueron medidos utilizando la metodología indicada en el numeral 4.4.4.2.1.

Tabla 5.7. Resultados obtenidos para el modulo de rotura de las diferentes probetas ensayadas y que fueron sinterizadas a 1150° C durante 1 hora.

MUESTRA	ARGU-I	ARGU-II	ARGU 50:50	ARGU 75:25
Probeta 1	86.99	232.99	68.42	125.54
Probeta 2	72.75	256.15	172.87	134.42
Probeta 3	87.22	253.83	99.04	105.45
Probeta 4	58.35	228.44	155.86	138.72
MR PROMEDIO	76.33	242.85	124.05	126.03

De la tabla 5.7 se puede observar que el valor más alto del MR lo presenta la muestra ARGU-II y el menor ARGU-I: 242.85 y 76.33 kg/cm² respectivamente. Este resultado era de esperar dada la información de las curvas de densificación y absorción de agua, figuras 6.14 y 6.15 respectivamente, lo cual se reiteró al observar la muestra con microscopía óptica y electrónica de barrido. Además, se observa que las muestras con proporciones 50:50 y 75:25 presentan valores intermedios del MR, tal como lo indica la tabla 5.5; se esperaba un valor de MR alto para la proporción 50:50 dado que ella contiene mayor porcentaje de ARGU-II, la cual presenta mejor respuesta mecánica. Este no fue el caso, debido a la dispersión en los valores de los datos, dispersión debida posiblemente a los gradientes de temperatura que se establecen en el horno, lo cual influye directamente sobre la sinterización y, específicamente, en la densificación de las probetas, condición que se hace evidente a través del cambio de color que presentaban las muestras ensayadas.

Resistencia a la compresión

Los resultados obtenidos de la resistencia a la compresión, para las muestras sinterizadas en este trabajo, se indican en la tabla 5.8. La metodología utilizada para obtener estos valores se indican en el numeral 4.4.4.2.2.

Tabla 5.8. Valores de resistencia a la compresión correspondientes a las diferentes probetas ensayadas y que fueron sinterizadas a 1150° C durante 1 hora.

MUESTRA	ARGU-I	ARGU-II	ARGU 50:50	ARGU 75:25
Probeta 1	153.2	267.3	537.1	271.7
Probeta 2	150.0	553.0	138.7	242.8
Probeta 3	164.7	643.0	339.9	336.9
Probeta 4		778.9	507.5	252.2
RC PROMEDIO	155.97	560.55	380.8	275.9

De los resultados de resistencia a la compresión, tabla 5.8, se concluye que el mejor comportamiento mecánico lo presenta la muestra ARGU-II y que el menor valor obtenido es para ARGU-I, comportamiento que se puede justificar considerando la densificación que alcanzan estas muestras después de su sinterización.

Dureza Mohs

Utilizando la metodología indicada en el numeral 4.4.4.2.3 se obtuvieron los valores de dureza tipo Mohs que se indican en la tabla 5.9.

Tabla 5.9. Dureza de las muestras estudiadas, sinterizadas a 1150° C durante 1 hora

MUESTRA	CONFORMADO HÚMEDO	CONFORMADO SECO
ARGU-I	4	4
ARGU-II	7	6
ARGU-50:50	6	6
ARGU-75:25	6	6

De los resultados de dureza obtenidos se puede concluir que la densificación de las muestras tiene un gran efecto sobre este parámetro obteniéndose la mayor dureza de 7, que corresponde a la dureza del cuarzo, para la muestra que presenta mayor densificación (ARGU-II); un valor de dureza 4 se obtuvo para ARGU-I. En los valores de dureza correspondientes a las mezclas se evidencia el aporte tanto de ARGU-I como ARGU-II puesto que se obtiene un valor de dureza intermedio de 6, el cual corresponde a la dureza del feldespato. Aparentemente, el método de conformado de las probetas no afectaría la dureza del material dada la similitud en los valores que se obtienen, tal como se indica en la tabla 5.9.

Ya que las propiedades mecánicas de cualquier material de ingeniería son muy útiles para determinar su utilización en aplicaciones estructurales, donde el material estará sometido a cargas, la tabla 5.10, indica los valores de ciertos parámetros (modulo de elasticidad, modulo de ruptura y el porcentaje de absorción de agua) que definen los posibles usos de la materia prima para fabricar piezas cerámicas con cierta funcionalidad.

Tabla 5.10. Aplicaciones de los materiales cerámicos de acuerdo a sus propiedades [19].

FABRICACION DE	LADRILLOS MACIZOS	LADRILLOS PERFORADOS	TEJAS	PISOS
MODULO DE ELASTICIDAD DEL MATERIAL SECADO A 110° C (kg/cm ²)	15	25	30	--
MODULO DE RUPTURA DESPUES DE QUEMA (kg/cm ²)	20	55	65	200
ABSORCION DE AGUA (%)	--	25	20	5

Considerando el modulo de ruptura y el porcentaje de absorción de agua obtenidos para las muestras estudiadas se puede concluir que las muestras ARGU-I, ARGU-50:50 y ARGU-75:25 se pueden utilizar especialmente para la fabricación de ladrillos y tejas; en cuanto a la muestra ARGU-II, un uso más apropiado sería para la fabricación de pisos. Además, esta última muestra se puede utilizar, mezclándola adecuadamente con otros materiales, para obtener otra clase de piezas empleando el conformado coloidal, dadas las características fisicoquímicas que ella presenta.

5.4 Bibliografía.

- [1]. Mancilla Paulino. Proyecto: planta piloto de la industria ladrillera en la Costa Pacifica Caucana. Asc. Productores del Pacifico.
- [2]. Ensayo para determinar la humedad y el peso específico. Disponible en: <http://suelos.eia.edu.co/laboratorio/humedad.htm>. Consultada el mayo 12 de 2006
- [3]. Cambio potencial de Volumen. Disponible en: [http://cuadros.soft.es/NTE/g/geotecnicos%20\(ceg\)/geotecnicos%20\(ceg\).html](http://cuadros.soft.es/NTE/g/geotecnicos%20(ceg)/geotecnicos%20(ceg).html). Consultada el mayo 12 de 2006
- [4]. Avgustinik, A. I., Cerámica. Editorial Reverté, S.A. Argentina: Buenos Aires 1983
- [5]. J. García-Guinea, F. Pitalua, V. Correcher, P. López-Arce. “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).
- [6]. 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.
- [7]. Farmer. V.C. (1974a) *The Infrared Spectra of Minerals*. Monograph. Mineralogical Society, London, 539 pp
- [8]. Jana Madejova´, Peter Komadel. Baseline studies of the clay minerals society source clays: Infrared methods. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 49, No. 5, pag. 410 –432, 2001.
- [9]. Mackenzie, R.C. *Differential Thermal Analysis, vol. 2. Applications*. Academic Press , London and New York. (1972)
- [10]. 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
- [11]. E. Xavier. Ponencia “*La cerámica como tecnologías para la valoración de residuos*”. Disponible en: <http://www.cnpml.org/html/memorias.asp>. Consultado el 3 de octubre de 2006.
- [12]. GIPPINI, Enrique. *Pastas Cerámicas*. Sociedad Española de Cerámica. Madrid. 1979.
- [13]. T. López –Lara, J. B. Hernández-Zaragoza, J. Horta Rangel y G. Serrano Gutiérrez. “*Técnicas de caracterización en la identificación mineralógica de arcillas expansivas*”. Fac. de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, México. 2005.

- [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.
- [16]. 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
- [17]. “Descripción del proceso cerámico”. Disponible en <http://www.acercar.org.co/industria/manuales/iceramica/02proceso.pdf>. Consultado el 15 de septiembre de 2006.
- [18]. García Rodríguez M. T. Temas de introducción a Materiales para la industria. Apuntes “Propiedades mecánicas de los materiales: Ensayos estáticos y dinámicos”.
- [19]. M. I. Wolf Cano. *Ensayos tecnológicos para cerámica roja*. Escuela de Ingeniería de Antioquia. Medellín. Noviembre de 1995.

6. CONCLUSIONES

6. CONCLUSIONES

Con base en los resultados obtenidos de este trabajo se puede concluir lo siguiente:

- Se realizó una adecuada caracterización fisicoquímica de las arcillas del municipio de Guapi-Cauca, vereda la Codicia, encontrándose que están constituidas principalmente por aluminio (22,384 %, 27,536 %) y silicio (60,675 %, 60,268 %), para ARGU-I y ARGU-II respectivamente, con impurezas de hierro, magnesio y titanio en menor proporción. Por otro lado se encontró, mediante estudios de FTIR, que las principales bandas de estos espectros están asociadas al los enlaces Si-O-Si, Al-OH, y Si-OH. El análisis de rayos X indicó que las principales fases cristalinas que existen son Gismondita ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y como fases secundarias Sericita ($\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), Berthierina-1H ($(\text{Fe,Al})_3(\text{Si,Al})_2\text{O}_5\text{OH}_4$) y Caolinita ($\text{Al}_4(\text{OH})_8 (\text{Si}_4\text{O}_{10})$). Además, las reacciones más importantes que ocurren al someter las muestras a tratamientos térmicos son: pérdida de agua tanto superficial como constitucional, deshidroxilación de las arcillas, cristalización de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ y la transformación $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ a $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. La morfología que se observó, con ayuda del microscopio electrónico de transmisión, mostró que las muestras presentaban una estructura laminar, típica de los minerales arcillosos, con tamaños de partícula de orden nanométrico.
- Los ensayos de límites de consistencia que indicaron que la muestra ARGU-II tiene un índice de plasticidad más alto que la muestra ARGU-I, clasificándolas como del tipo CH (arcillas de alta plasticidad), resultado corroborado con el ensayo de peso específico. Del análisis granulométrico se determinó que los suelos tienen bajo contenido de arena y con un corto rango de distribución del diámetro de las partículas; Los altos índices de expansividad que presentaron las muestras ARGU-I y ARGU-II las ubica en la zona de cambio potencial de volumen muy crítico, resultado esperado de acuerdo a los altos índices de plasticidad.
- Las curvas de compactación para conformado en húmedo, indican que a medida que se aumenta la presión de conformado, la densidad también aumenta. Obteniéndose el valor de densidad alrededor de 1.7 g/cm^3 . Las curvas de compactación, para conformado en seco, indican que las presiones óptimas para

el conformado de los polvos cerámicos, mediante prensado uniaxial, son: ARGU-I 1000Psi, ARGU-II 600Psi y para ARGU-50:50 y ARGU-75:25 700 Psi, puesto que para presiones mayores es evidente la presencia de defectos tipo decajado y fisuras.

- Durante la etapa de secado en el ambiente controlado, se observó la mayor pérdida de humedad por parte de las probetas, entre el 20 y el 30% en un lapso de 6-7 días; de esta manera se evitó la formación de defectos en las piezas. Además, la mayor pérdida de agua la presentaron las muestras ARGU-I y ARGU-II, debido a su alta humedad natural, seguida de las mezclas 50:50 y 75:25. En la segunda fase, las probetas se colocaron en el interior de una estufa a una temperatura de 100° C hasta que alcanzaron peso constante. La pérdida de humedad en el ambiente controlado ocurre a una gran velocidad a diferencia de lo que ocurre cuando se colocan en la estufa donde las probetas experimentan una pérdida de peso a una velocidad prácticamente constante. Se realizó un estudio paralelo de contracción, encontrándose que la muestra que presentó mayor contracción fue ARGU-I (12%) seguida de ARGU-II (9%), al final de la etapa de secado.

Las probetas conformadas por la ruta en seco alcanzaron peso constante, en un tiempo de 3-4 días, ya que estas tenían un tratamiento térmico previo, La disminución en el contenido de humedad de estas muestras fue de alrededor del 3.5%, con una contracción poco significativa (1%).

- El estudio de sinterización, para las dos rutas de procesamiento, indica que la mayor pérdida de masa ocurre entre los 400 y 700° C, la cual estaría asociada a los fenómenos de deshidratación y deshidroxilación. Otra pérdida significativa de peso ocurre alrededor de los 950° C y corresponde a la descomposición de los carbonatos de calcio. Por otro lado, la contracción más representativa de las piezas ocurre a partir de los 1000° C, momento en el cual se hace evidente la densificación de las mismas. Para la ruta de conformado en húmedo, en el intervalo de temperatura entre los 900-950° C, ocurre un proceso de desdensificación de las probetas debido a la pérdida de masa por la reacción de los carbonatos de calcio y al posible colapso de los poros a través de un proceso tipo "Ostwald ripening". Este proceso ocurre de igual forma para las probetas conformadas por ruta en seco a una temperatura alrededor de 700° C. Las

muestras que presentan mayor densificación, durante la sinterización, fueron ARGU-II y la mezcla 50:50.

- Se observó que para las muestras en húmedo se tenía un máximo de absorción de agua a 950° C; para temperaturas mayores el porcentaje de absorción de agua disminuyó. Los resultados anteriores se pueden justificar considerando el desarrollo del fenómeno “Ostwald ripening”, alrededor de la temperatura donde ocurre el máximo de absorción, que disminuye su efecto a temperaturas mayores por la activación de los mecanismos de transporte de masa que favorecen el cierre de los poros y la pérdida de su interconexión. Esto se corroboró observando las curvas de contracción de las piezas durante la sinterización. El punto de gresificación se encuentra alrededor de 1100° C, favoreciendo la densificación de las piezas.
- Los ataques químicos y térmicos realizados a las muestras sinterizadas, permitieron observar regiones que presentaban diferente concentración; resultado que fue ratificado con el estudio de análisis químico (EDS). Del estudio microestructural de las piezas realizado por MEB se observó que la microestructura esta conformada por láminas que al unirse generaron zonas de alta densidad.
- Los resultados de los ensayos mecánicos realizados a probetas conformadas por ruta en húmedo, sinterizadas a 1150°C durante 1 hora, indicaron que la muestra ARGU-II presentaba un modulo de rotura de 242.85 Kg/cm², una resistencia a compresión de 560.55 Kg/cm² y una dureza, en la escala de Mohs, de 7, que corresponde a la dureza del cuarzo.
- De acuerdo al estudio realizado sobre el procesamiento cerámico, y la caracterización mecánica de las piezas, se puede concluir de manera general que las muestras ARGU-I, mezclas 50:50 y 75:25 de las arcillas de Guapi-Cauca, se pueden utilizar en la fabricación de ladrillos macizos, ladrillos perforados y tejas. Además, la muestra ARGU-II que presenta mejores propiedades, físicas y mecánicas, se puede utilizar en la elaboración de pisos como una nueva

alternativa a las aplicaciones anteriores, así como en la obtención de otra clase de piezas utilizando conformado coloidal.

- El desarrollo de este trabajo de grado permitió estructurar una metodología para procesar polvos y pastas cerámicas. Este método se utilizó para definir el uso de las muestras de arcilla de Guapi-Cauca, con el fin de obtener piezas con buena densificación y pocos defectos, controlando las diferentes etapas del proceso.

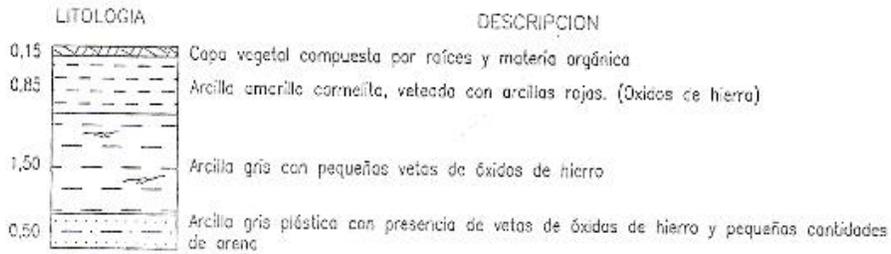
7. TRABAJOS FUTUROS

- Estudiar con mayor detalle la muestra rotulada como ARGU-II, dado que las características encontradas en ella, durante el desarrollo de este trabajo, indican que puede llegar a tener una gran potencialidad tecnológica, más si se emplea el conformado coloidal.
- Implementar la metodología desarrollada en este trabajo de grado, inicialmente a nivel de planta piloto y posteriormente a nivel industrial, en la fabricación de piezas cerámicas.
- Utilizar una mayor cantidad de dosificaciones de la materia prima para determinar el comportamiento de las probetas que se conformen, considerando la adición de otros compuestos tales como feldespatos, caolines, cuarzo, entre otras, pensando en la diversificación de productos con base en las propiedades obtenidas.
- Difundir en el gremio alfarero las bondades e importancia de caracterizar la materia prima, pensando en la diversificación de productos.

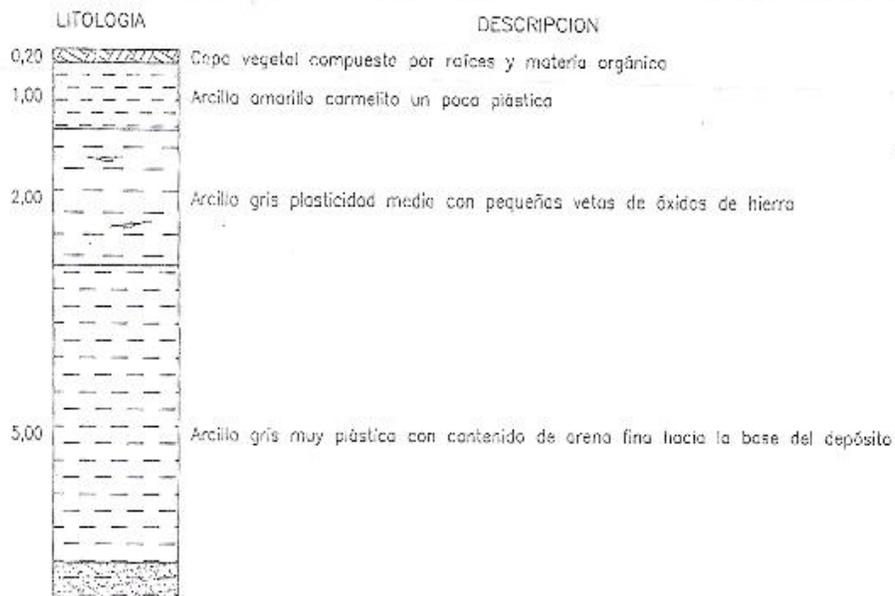
ANEXOS

ANEXOS

APIQUE No. 1 PROFUNDIDAD: 3,00m SECTOR: LA CODICIA
 LOCALIZACION: 773.640mN 920.423mE ALTURA 13,5msnm



APIQUE No. 2 PROFUNDIDAD: 8,00m SECTOR: LA CODICIA
 LOCALIZACION: 773.652mN 920.448mE ALTURA 15,8msnm



PLANTA PILOTO DE LA INDUSTRIA LADRILLERA EN LA COSTA PACIFICA CAUCANA	LOCALIZACION: VEREDA LA CODICIA	ESCALA VERTICAL: 1 : 100
	MUNICIPIO DE GUAPI, DEPARTAMENTO DEL CAUCA	
	CONTIENE: APIQUES 1 - 2	

Anexo 1. Gráfica de apiques.