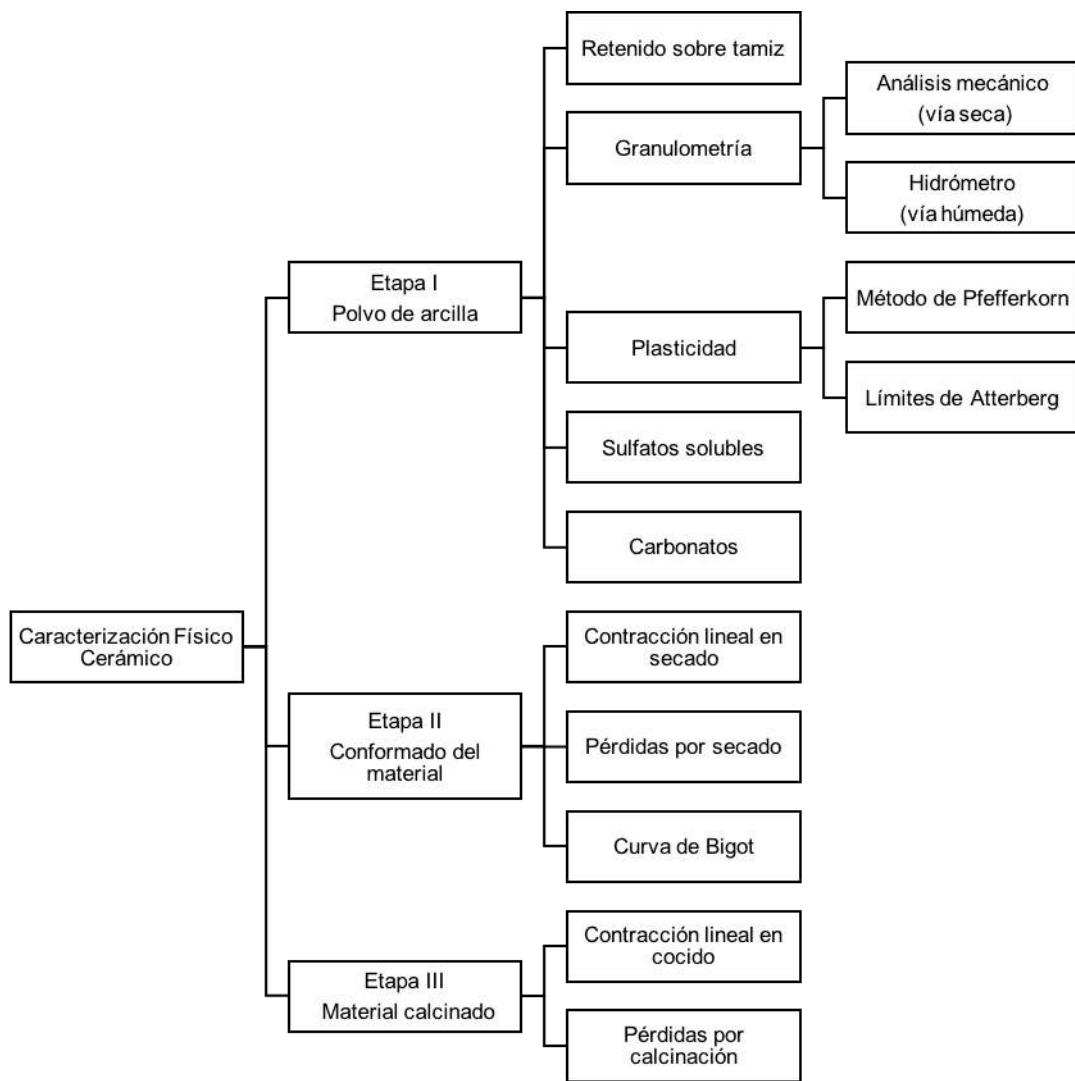


### CAPÍTULO V. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-CERÁMICA

La caracterización físico cerámica de las muestras de los materiales arcillosos permiten analizar las propiedades físicas desde el punto de vista cerámico, que exhiben los materiales antes y después de ser sometido a un proceso de cocción.

Según la Norma Técnica Colombiana NTC 2401 las propiedades físicas que se deben determinar a las arcillas son: distribución del tamaño de partícula, contenido de arena, plasticidad, contracción lineal, entre otras (Icontec, 1998a). En la Figura 74 se muestra resumida la metodología que se puede implementar.



**Figura 74.** Metodología para la caracterización físico cerámica de las muestras

Las características obtenidas en los análisis que se realizan definen la calidad de la materia prima, en las plantas de fabricación se conocen como parámetros de calidad (Amorós et al., 2004). La calidad de un producto cerámico dependerá del grado de preparación de la materia prima utilizada en su elaboración, por lo tanto, es importante conocer las propiedades de los componentes de la pasta cerámica y de esta manera desarrollar las características tecnológicas que se requieran, con el fin de obtener productos de excelente calidad (Abajo, 2000).

## 1 Preparación de las muestras



**Figura 75.** Etapas en la preparación de las muestras

Las muestras se preparan por vía seca, tal como se muestra en la Figura 75; se realiza un secado previo a 110 °C ya que las muestras presentan porcentajes superiores al 10 % en humedad. Posteriormente se trituran hasta obtener un tamaño de partícula menor a 2 cm, y luego se muele en un molino de martillos para reducir aún más el tamaño de partícula.

Finalmente se tamiza utilizando un tamiz malla ASTM 10 (apertura de 2 mm), con el fin de

obtener la muestra con un tamaño de partícula menor a 2 mm; estas muestras se conservan para realizar los respectivos análisis.

## **2 Control de humedad**

Consiste en determinar el porcentaje de humedad que contiene una muestra, esta se puede expresar en base húmeda o en base seca (Amorós, Sánchez, García-Ten, Sanz, & Monzó, 2004).

## **3 Retenido sobre tamiz**

El análisis de retenido sobre tamiz permite obtener una relación entre la cantidad de cuarzo y arcilla que puede estar presente en una muestra, proporcionando nociones del tipo de arcilla que se tiene. Las arcillas difieren en su color debido a los óxidos que tiene la muestra, lo conlleva a que se presenten diferentes texturas y tamaños de grano, por esta razón se utiliza un tamiz malla ASTM 230 (63  $\mu\text{m}$ ) para arcillas con tonalidades rojas y un tamiz malla ASTM 325 (45  $\mu\text{m}$ ) para arcillas con tonalidades blancas o sin óxidos presentes (Amorós et al., 2004).

El ensayo de retenido sobre tamiz es muy importante, ya que el porcentaje de arena está directamente relacionado con los diferentes comportamientos que se presentan en las arcillas como la plasticidad, la contracción de secado, la contracción de cocido, la absorción agua, la resistencia mecánica, etc. El contenido de arenas obtenido en esta determinación, es proporcional a la cantidad de desgrasante presente en las muestras y/o pasta de producción.

El análisis de retenido sobre tamiz malla ASTM 230 es un ensayo de rutina que suelen realizar los fabricantes de materiales cerámicos en la planta de producción. El valor obtenido en el retenido o rechazo indica la relación del mineral arcilloso con respecto al cuarzo y la distribución del tamaño de partículas en la muestra (Amorós et al., 2004).

El retenido ASTM 230 como análisis de rutina permite hacerse una idea de la relación de cuarzo que presenta la muestra, pero no en un resultado totalmente verdadero cuando se compara con el ensayo de distribución granulométrica que si cumple con la Ley de Stokes, se usa más como un control de aceptación de la muestra y para inferir el comportamiento que tendría en la diferentes etapas del proceso de producción (Díaz, 2015).

Según el USDA (Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América) el suelo se clasifica en elementos gruesos ( $> 2 \text{ mm}$ ) y en elementos finos ( $< 2 \text{ mm}$ ), los elementos finos son utilizados para definir la textura de un suelo. Las partículas inferiores a 2 mm se

clasifican en arenas ( $2 \text{ mm} > \varnothing > 0,05 \text{ mm}$ ), en limos ( $0,05 \text{ mm} > \varnothing > 0,002 \text{ mm}$ ) y en arcillas ( $\varnothing < 0,002 \text{ mm}$ ) (Díaz, 2015).

### 3.1 Procedimiento

El análisis de retenido sobre tamiz se realiza teniendo en cuenta el procedimiento establecido en la norma ASTM C325 y en el manual para el control de la calidad de materias primas arcillosas. Se toman 200 g de muestra completamente seca, se le adiciona agua y se deja en reposo por 24 horas, luego se agita en un dispersor durante 10 minutos. Posteriormente se vierte la mezcla en el tamiz ASTM 230 y se pasa a través del mismo, se lava con agua hasta que el residuo quede completamente limpio. El retenido (rechazo) se seca en la estufa de secado hasta masa constante (Amorós et al., 2004).



**Figura 76.** Retenido sobre tamiz ASTM 230

El valor del rechazo se calcula a partir de la expresión:

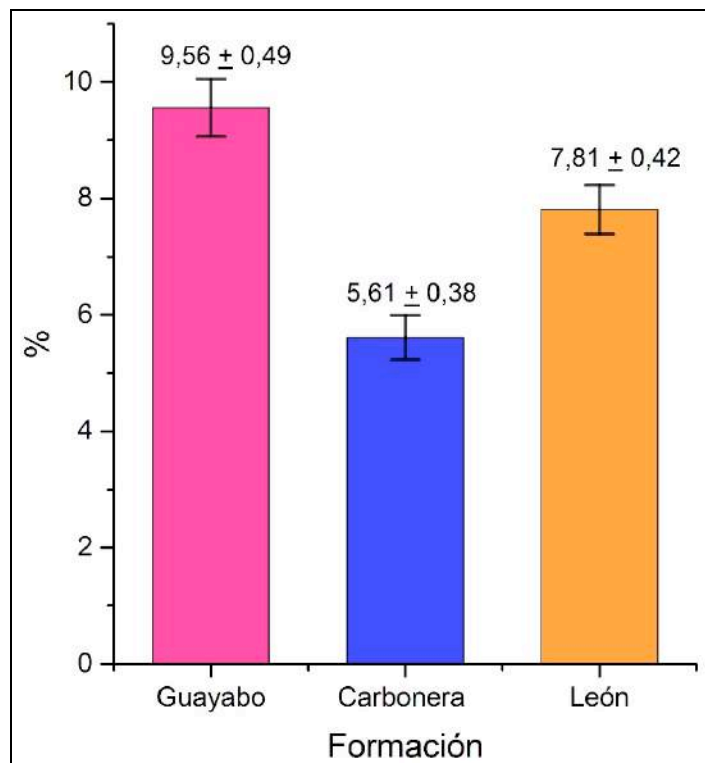
$$R = \frac{m_r}{m_s} \times 100$$

**Ecuación 2.** Retenido sobre tamiz ASTM 230

Donde  $R$  es el rechazo en porcentaje,  $m_r$  es la masa del rechazo seco en gramos y  $m_s$  la masa seca inicial de la muestra en gramos.

### 3.2 Resultados

Los resultados obtenidos en el análisis de retenido sobre tamiz Malla ASTM 230 -  $63 \mu\text{m}$  se muestran en la Figura 77.



**Figura 77.** Retenido sobre tamiz malla ASTM 230 (63 µm) de las muestras analizadas

De la Figura 77 se puede deducir que la muestra que mayor contenido de arenas tiene es la muestra de la Formación Guayabo y la de menor contenido es la muestra de la Formación Carbonera. Se debe tener en cuenta que el residuo que queda en la malla son las partículas cuyo diámetro es de 0,063 mm – 2 mm, lo que significa que estas partículas se clasifican como arenas.

Al comparar los resultados con los obtenidos por DRX se puede deducir que la muestra de formación Guayabo sí coinciden, pero la muestra de la Formación Carbonera es menor, posiblemente el cuarzo de esta muestra es muy fino y no queda retenido.

#### 4 Distribución granulométrica

La finalidad de realizar un ensayo de distribución granulométrica es conocer la distribución por tamaño de las partículas presentes en una muestra. Existen diferentes métodos para obtener esta información dependen del tipo de muestra que se tenga; para muestras con tamaño de partículas mayor a 0,074 mm (74 µm), se utiliza el método de análisis mecánico (vía seca) mediante tamices de abertura y numeración indicados, los cuales se colocan en orden decreciente y para muestras de tamaño inferior, se utiliza el método del hidrómetro (vía húmeda) basado en la ley de Stokes (ASTM International, 2007; ASTM, n.d.; Guía 124, n.d.).

## 4.1 Granulometría por hidrómetro

Este método se utiliza para obtener un valor estimado de la distribución granulométrica, cuyas partículas se encuentran comprendidas entre los 0,074 mm (74  $\mu\text{m}$ ) hasta aproximadamente 0,001 mm (1  $\mu\text{m}$ ). El análisis se utiliza para determinar el porcentaje de partículas, que permanecen en suspensión en un determinado tiempo y se realizan como ensayos de rutina con fines de clasificación. El análisis con hidrómetro se aplica a partículas que pasan el tamiz ASTM 10 (2,00 mm) y cuando se quiere más precisión, el análisis con hidrómetro se debe realizar a la fracción de suelo que pase el tamiz ASTM 200 (75  $\mu\text{m}$ ). Este procedimiento relaciona la velocidad de caída de una esfera en un fluido, el diámetro de la esfera, el peso específico de la esfera como del fluido y la viscosidad de este. Los datos arrojados en este análisis se representan en un diagrama ternario llamado "triángulo de aptitudes de Winkler", que es una representación gráfica de las posibles relaciones entre las fases, como son la fracción arcillosa ( $D < 2\mu\text{m}$ ), la fracción limosa ( $2\mu\text{m} < D < 2\text{mm}$ ) y la fracción arenosa ( $D > 2\text{mm}$ ) (ASTM International, 2007).

### 4.1.1 Procedimiento

El análisis se realiza siguiendo la metodología propuesta en la norma ASTM D422. La muestra se pasa por malla N°200 con el fin de obtener 60 g de muestra tamizada y seca, se le adiciona 200 mL de agua y 20 mL de hexametáfosfato de sodio, el cual actúa como agente defloculante. La suspensión resultante se deja en reposo durante un tiempo mínimo de 1 h, posteriormente se agita en dispersor durante 5 a 10 min. La dispersión obtenida se transfiere a una probeta y se afora a 1000 mL, se agita suavemente durante 60 segundos, se deja en reposo y en una superficie plana. Transcurrido 1, 2, 5, 15, 30, 60, 120, 250 y 1440 minutos se toman lecturas con el hidrómetro ASTM 152H y se mide la temperatura de la suspensión (ASTM International, 2007).



Figura 78. Análisis granulométrico por hidrómetro

Para determinar la distribución del tamaño de partícula en la muestra por la técnica de hidrómetro, se utiliza la Ley de Stokes. Para determinar el porcentaje de material más fino se tiene en cuenta la Ecuación 3.

$$\% \text{ más fino} = \frac{R_c * a}{W_s} x 100$$

**Ecuación 3.** Porcentaje de material más fino

Donde  $R_c$  es la lectura del hidrómetro corregida en función de la temperatura,  $a$  es el factor de corrección para la gravedad específica y  $W_s$  es la masa inicial de la muestra en seco.

El diámetro de las partículas se determina teniendo en cuenta la Ecuación 4; donde  $K$  es una constante que está en función de la gravedad específica y la temperatura de la suspensión,  $L$  es la profundidad efectiva y  $t$  es el tiempo transcurrido de la medición.

$$D = K \sqrt{\frac{L}{t}}$$

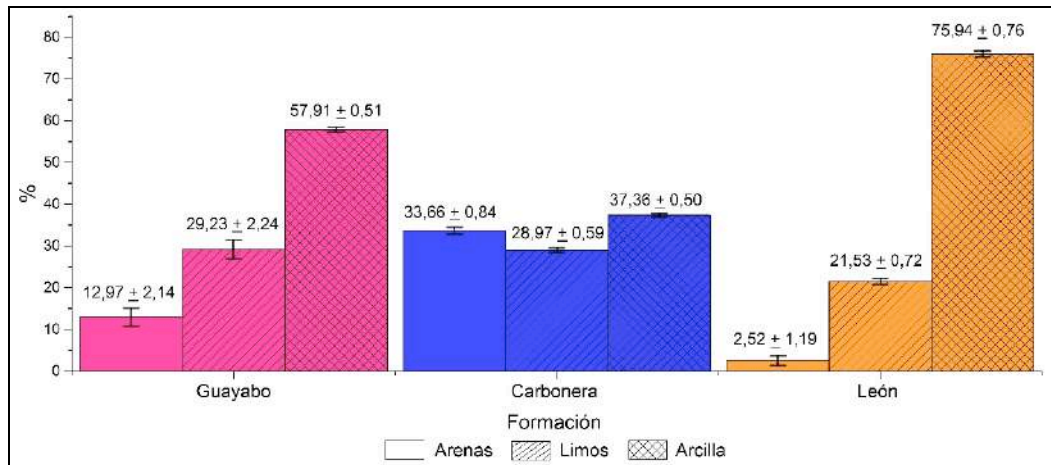
**Ecuación 4.** Diámetro de las partículas

$L/t$  también se conoce como la velocidad de caída de las partículas.

Los datos obtenidos de porcentaje de arcillas, limos y arenas, se ubican en el Triángulo de Winkler con el fin de obtener la clasificación textural de las muestras.

#### 4.1.2 Resultados

Mediante el análisis granulométrico por hidrómetro se clasifica la muestra de material arcilloso en función del contenido de arenas, limos y arcillas. Estos resultados permiten clasificar el material en el diagrama de Winkler, que indica la clase textural del suelo y la aptitud de uso para la fabricación de productos cerámicos (García-León & Bolívar, 2017; Monteiro & Vieira, 2004). En la Figura 79 se muestran los resultados obtenidos. Se debe tener en cuenta que el análisis granulométrico por hidrómetro es un procedimiento comúnmente usado, debido a brinda una estimación confiable de las texturas del suelo (Díaz, 2015).

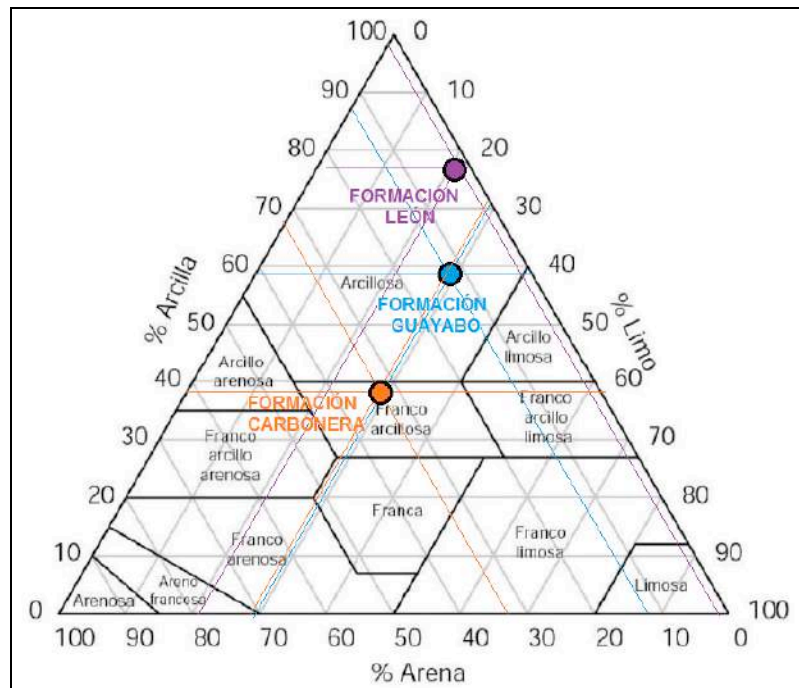


**Figura 79.** Análisis granulométrico por hidrómetro de las muestras analizadas

En la Figura 79 se pueden observar la distribución de tamaño de partículas que presentan las muestras estudiadas y en la Figura 80 la textura que cada una presenta. Las muestras de la Formación León y Guayabo se clasifican como materiales arcillosos que son de textura fina, la muestra de la Formación León tiene este carácter más marcado lo que se evidencia con el alto contenido de arcillas que se obtiene en el análisis, este valor coincide con los obtenidos por DRX que confirmaron la mayor presencia de caolinita en la muestra y el menor contenido de cuarzo. Así mismo, la muestra de la Formación Carbonera se clasifica como un material franco arcilloso cuya textura es moderadamente fina (Díaz, 2015; García-León & Bolívar, 2017). Los datos de la fracción de arena están de acuerdo con los de DRX y FRX para el cuarzo y el óxido de sílice, la diferencia entre la muestra de la Formación Guayabo y Carbonera radica en que, aunque tienen valores similares de cuarzo, en el análisis granulométrico se observa claramente que en la muestra de la Formación Guayabo gran parte de este cuarzo tienen tamaños de partículas menores a 0,05 mm. El valor de 57,91 % de fracción arcillosa para la muestra de la Formación Guayabo es mayor, aunque en los ensayos de DRX indican que tiene el menor contenido de caolinita, pero se debe tener en cuenta que fue la muestra que mayor contenido de moscovita. En todas las muestras se observa que la fracción de arcilla predomina.

Para evitar inconvenientes que pudieran causar las partículas de diámetro mayor a 0,05 en la producción, se recomienda reducir el tamaño de partícula a través de la molienda, lo que va a permitir dar mejores resultados en el producto terminado (Fadil-Djenabou et al., 2015).

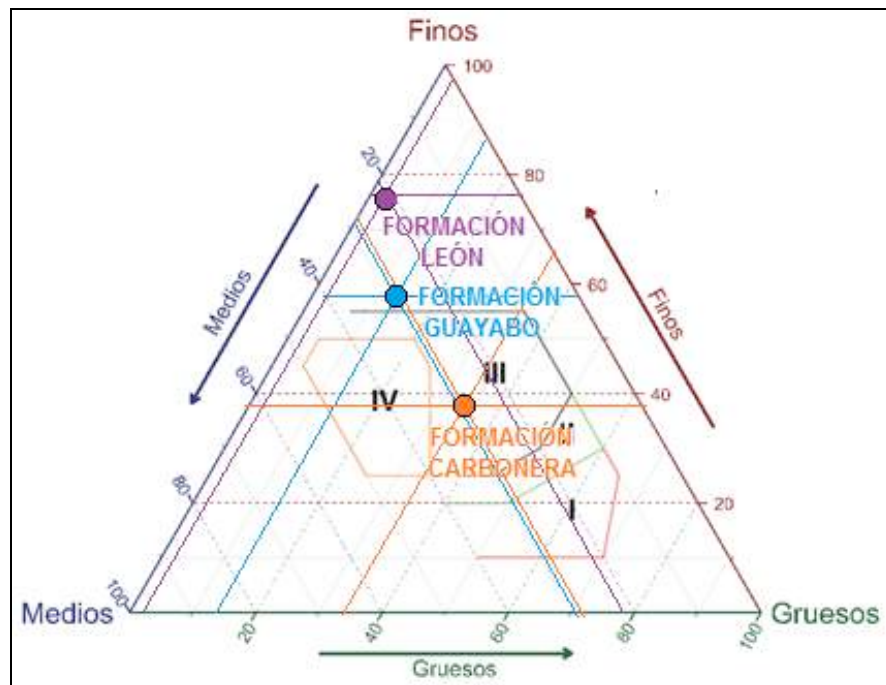




**Figura 80.** Triángulo textural de las muestras analizadas

En la Figura 81 se presenta el diagrama de Winkler para las muestras analizadas, la muestra de la Formación Carbonera es apta para producir tejas y bloques ligeros, mientras que las muestra de la Formación León y Guayabo no se incluyeron en ninguna zona. Probablemente a estas dos muestras se le deba adicionar un desgrasante de granulometría controlado que permita que aumente el contenido de limos y arenas, con el fin de facilitar su procesamiento en la fabricación de los materiales que indican las zonas y se puedan fabricar productos con características dimensionales adecuadas (Fadil-Djenabou et al., 2015). Los porcentajes de arena idóneos para la para la fabricación de productos cerámicos extruidos oscilan entre el 16 % y un máximo de 35 %, en las muestras la fracción de arena varió entre 2,52 % – 33,66 %, lo que ratifica los resultados obtenidos en la aptitud de uso (Díaz, 2015). Se debe tener en cuenta que en diagrama no se contempla la aptitud de uso como soporte para baldosas cerámicas, por lo tanto, no se puede predecir si los materiales arcillosos servirán o no para este fin.

El hecho de que las muestras no se puedan ubicar dentro de una zona de aptitud de uso indica la capacidad de retención de agua que tienen, por ende, del diagrama se podría deducir que la muestra más plástica es la de la Formación León ya que es la que está más alejada de las zonas (Leonardo Cely Illera, 2014). La muestra de la Formación León tiene mayor contenido de partículas finas (97,47 % entre limos y arcillas), lo que la hace más plástica ya que le aporta mayor superficie específica a las partículas (John Freddy Gelves, Sánchez, & Peña Rodríguez, 2009).



**Figura 81.** Triángulo de aptitudes de Winkler de las muestras analizadas: zona I – ladrillo macizo; zona II – ladrillo en bloque perforado; zona III – tejas y bloques ligeros; zona IV ladrillo hueco de pared delgada y pavimento

Los resultados obtenidos en la distribución granulométrica por hidrómetro de las muestras analizadas coinciden con otras investigaciones realizadas en la región (Leonardo Cely Illera, 2014; John Freddy Gelves et al., 2009; Mora Basto, 2015).

## 4.2 Granulometría por tamizado

Este método se utiliza para obtener un valor estimado de la distribución granulométrica con tamaño de partículas mayor a 0,074 mm. Durante el procedimiento se separan las partículas constitutivas de una muestra según los diferentes tamaños, de tal manera que se puedan conocer las cantidades en peso de cada tamaño que aporta el peso total. Para la separación se utilizan las mallas de diferentes aberturas, las cuales proporcionan el tamaño máximo de la muestra en cada una de ellas. En la práctica los pesos de cada tamaño se expresan como porcentajes retenidos en cada malla con respecto al total de la muestra, estos porcentajes retenidos se calculan tanto parciales como acumulados, en cada malla (ASTM, n.d.)

### 4.2.1 Procedimiento

El análisis se realiza teniendo como referencia la norma ASTM D422-AASHTO T88. Las muestras se secan hasta peso constante, para el análisis se usa un juego de tamices con

las siguientes especificaciones: malla 30, 60, 80, 120 y 230 que corresponden a 600 µm, 250 µm, 180 µm, 125 µm y 63 µm, respectivamente. Se pesan 100 g de muestra seca y se adicionan al tamiz malla 30, los demás tamices se colocan en orden descendente finalizando con el colector, posteriormente el tren de tamices se coloca en un vibro tamiz durante 5 minutos, tal como se muestra en la Figura 82. Las fracciones retenidas en cada malla se pesan (ASTM, n.d.).



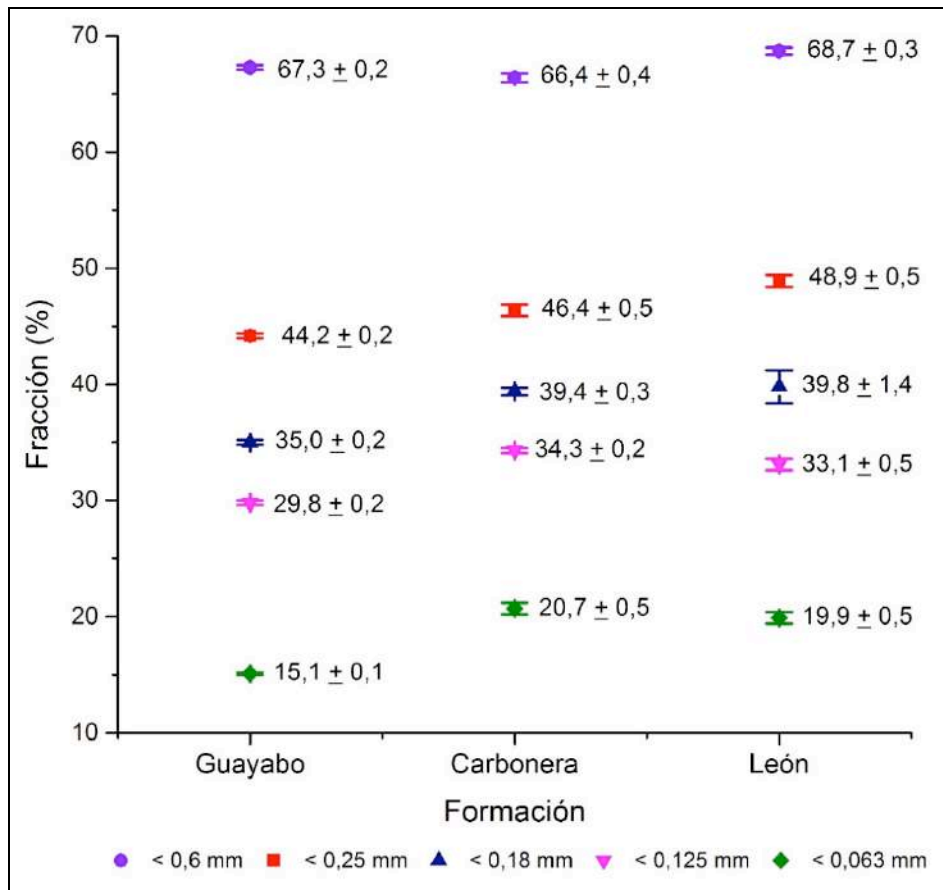
**Figura 82.** Análisis granulométrico mecánico  
Aplicando la Ecuación 5, se calcula el porcentaje de material retenido en cada tamiz.

$$\% \text{ Retenido} = \frac{\text{Masa retenida (g)}}{\text{Masa inicial (g)}} \times 100$$

**Ecuación 5.** Porcentaje de retenido

#### 4.2.2 Resultados

El análisis granulométrico mecánico o por vía seca permite evaluar la eficacia del molino que se usa para la disminución de tamaño de partícula de las materias primas en la fabricación de materiales cerámicos. Según USDA las arenas cuyos diámetros oscilan entre 0,05 mm – 2 mm se clasifican en: arena muy gruesa (2 mm > Ø > 1 mm), arena gruesa (1 mm > Ø > 0,50 mm), arena media (0,5 mm > Ø > 0,25 mm), arena fina (0,25 mm > Ø > 0,10 mm) y arena muy fina (0,10 mm > Ø > 0,05 mm) (Díaz, 2015).



**Figura 83.** Fracciones de los elementos finos de las muestras analizadas

En la Figura 83 se muestran los resultados obtenidos para la distribución granulométrica de las arenas que contienen las muestras, de la cual se puede deducir que los materiales arcillosos analizados presentan altos porcentajes de fracciones finas, indicando que las muestras son plásticas. Se evidencia que la muestra más plástica es la de la Formación León, seguida de la Formación Guayabo y la menos plástica es la muestra de la Formación Carbonera, lo cual queda confirmado con los análisis correspondientes de plasticidad. Si en el proceso de fabricación se desea disminuir o controlar los valores de contracción que experimentan el material, se le puede adicionar al material arcilloso una fracción de desgrasante y de esta manera se corrige la granulometría de la muestra a fracciones más gruesa (Leonardo Cely Illera, 2014; John Freddy Gelves et al., 2009).

## 5 Plasticidad

La plasticidad es la propiedad de la arcilla de asumir una forma determinada al aplicarle una fuerza sin que la forma dada se pierda. Esta característica se adquiere al mezclar la arcilla con cantidades variables de agua. La plasticidad está estrechamente relacionada

con la distribución granulométrica, el pH, la tensión superficial, así como la presencia de materia orgánica (Ginés, Feliu, García-Ten, & Sanz, 1997; Oliveira & Michael, 2008).

Para determinar la plasticidad en la muestra se utiliza el método de Pfefferkorn y los límites de Atterberg.

## 5.1 Método de Pfefferkorn

El método de Pfefferkorn es un método utilizado en el control de los procesos de la pasta cerámica, que se requiere para la producción de productos cerámicos por extrusión.

### 5.1.1 Procedimiento

Para obtener el índice de plasticidad mediante el Método de Pfefferkorn se tiene en cuenta el procedimiento mencionado en el manual para el control de la calidad de materias primas arcillosas. Se toman 1600 g de muestra pasante malla ASTM 40 (425  $\mu\text{m}$ ) y se subdivide en cuatro muestras de 400 g cada una, se amasa cada submuestra con la cantidad de agua necesaria para que la consistencia de la masa resultante sea la adecuada para comenzar el ensayo ( $r=5$ ); con el fin de que se complete su homogeneización, la masa se deja en reposo durante 24 horas. Una vez transcurrido dicho periodo de tiempo, se amasa nuevamente cada submuestra durante dos minutos y se inicia el ensayo, que consiste en llenar el molde cilíndrico con la muestra teniendo cuidado que no queden burbujas de aire, luego el molde se retira; se sube el punzón del equipo sin soltarlo hasta la máxima altura, en ese momento se deja caer libremente. Posteriormente se toma parte de la muestra ensayada y se le determina la humedad (Amorós et al., 2004).

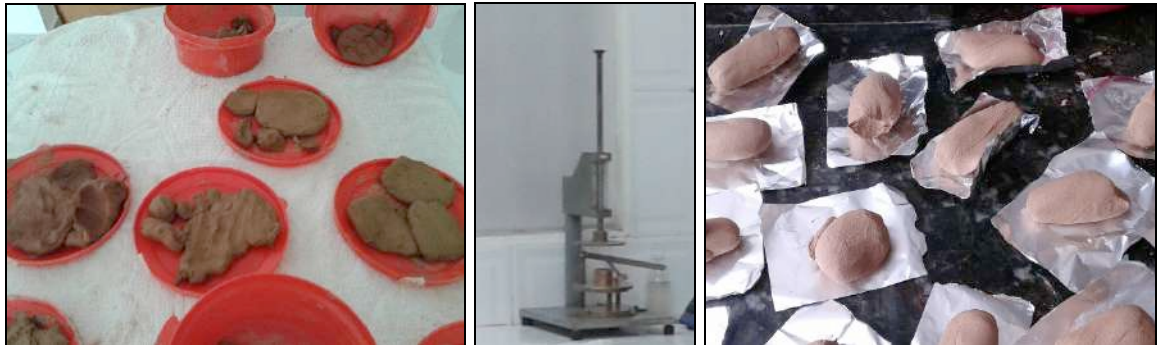


Figura 84. Método de Pfefferkorn

El contenido de humedad de las muestras se calcula a partir de la Ecuación 6.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Masa húmeda (g)} - \text{Masa seca (g)}}{\text{Masa seca (g)}} \times 100$$

**Ecuación 6.** Porcentaje de humedad

El factor de alturas ( $r$ ) se determina mediante la Ecuación 7, donde  $h_0$  es la altura inicial de la probeta (este valor es fijo y corresponde a 40 mm) y  $h_f$  a la altura de la probeta deformada (mm).

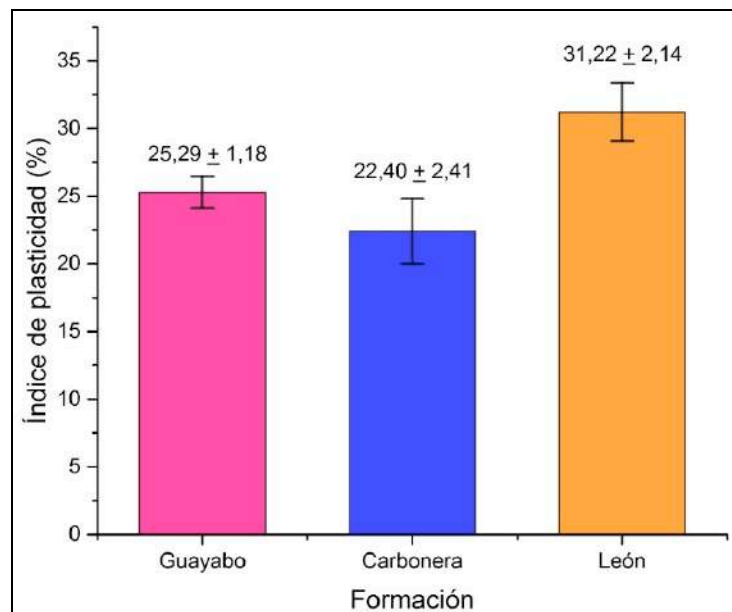
$$r = \frac{h_0}{h_f}$$

**Ecuación 7.** Factor de alturas

El coeficiente de plasticidad que se determina mediante este método, corresponde a la humedad que presenta una probeta cilíndrica cuando ésta sufre una deformación global correspondiente a  $r=3,3$  por impacto de un disco, cuyo peso global es de 1192 g, lanzado desde una altura de 146 mm (Amorós et al., 2004). Este resultado se obtiene a partir de los datos de las cuatro submuestras, en donde se grafica el factor de alturas en función del contenido de humedad, la abscisa del punto de intersección del valor  $r=3,3$  corresponde al índice de plasticidad.

**5.1.2 Resultados**

Según Pfefferkorn la plasticidad de los materiales arcillosos se puede determinar por la compresión que experimenta una muestra moldeada cilíndricamente de dimensiones determinadas con diferentes contenidos de agua.



**Figura 85.** Índice de plasticidad por el método de Pfefferkorn de las muestras analizadas

El índice de plasticidad por el método de Pfefferkorn permite conocer la plasticidad del material arcilloso, este dato es importante para determinar la cantidad de agua que se requiere para la preparación de la pasta cerámica (Monteiro & Vieira, 2004; Vasić et al., 2017). De acuerdo con la Figura 85 las muestras arcillosas superan el 20 % de plasticidad al aplicar el ensayo, lo que indica que las muestras analizadas presentan capacidad de ser sometidas a esfuerzos para su conformado a través de procesos de extrusión (Díaz, 2015).

Se puede deducir que la muestra más plástica es la de la Formación León, lo que confirma los resultados tanto de los análisis granulométricos como los de DRX, ya que a mayor contenido de minerales de arcilla caolinita mayor es la plasticidad (Monteiro & Vieira, 2004). En la preparación de la pasta cerámica la muestra que necesita mayor cantidad de agua de amasado para la conformación de las probetas es la muestra de la Formación León.

Los resultados de plasticidad por el método de Pfefferkorn para las muestras de la Formación Guayabo y León son congruentes con estudios anteriormente realizados para muestras de esta Formación (Leonardo Cely Illera, 2014; Díaz, 2015; John Freddy Gelves et al., 2009).

## **5.2 Límites de Atterberg**

Los límites de Atterberg son útiles para estudiar el comportamiento de los suelos de grano fino. Para determinar el límite líquido, límite plástico e índice de plasticidad mediante el Método de Atterberg se tiene en cuenta el procedimiento mencionado en la Norma ASTM D4318 (ASTM International, 2017). Se toman 200 g de muestra seca previamente tamizada en un tamiz ASTM 40 (425  $\mu\text{m}$ ), se le adiciona agua y se mezcla hasta obtener una consistencia tipo plastilina, es decir, que se hace manejable.

### **5.2.1 Límite Plástico (LP)**

Posteriormente se realiza el límite plástico, el cual es el punto intermedio entre el estado plástico y el semisólido; para determinar si la muestra ya se puede ensayar, se hace una bolita manual con el material y no deben quedar residuos en las manos, de la bolita se toma una porción y se estira en una tabla que está cubierta con un papel absorbente, el ensayo consiste en retirarle la humedad formando una cuerda que estira hasta que la muestra se fisure (Figura 86), esto se realiza hasta obtener cinco rollos, luego se pesan y se secan durante 24 horas para determinar la humedad de los rollos y de esta de manera determinar el límite plástico de la muestra según la Ecuación 8. Este procedimiento se realiza por triplicado.



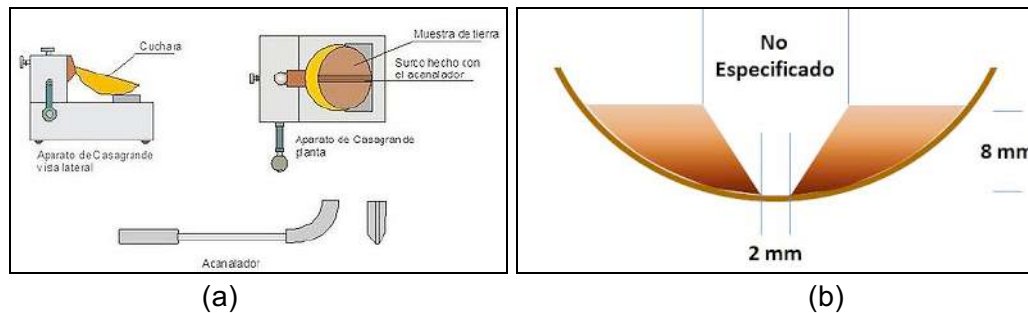
**Figura 86.** Método de Atterberg – Límite plástico  
Fuente: Cueva del Ingeniero Civil, 2017.

$$LP (\%) = \frac{Masa\ húmeda\ (g) - Masa\ seca\ (g)}{Masa\ seca\ (g)} \times 100$$

**Ecuación 8.** Límite Plástico

**5.2.2 Límite Líquido (LL)**

Para determinar el límite líquido se le adiciona más agua a la muestra hasta que se obtiene una consistencia apropiada, una parte de ésta se coloca en una cazuela Casagrande marca Control T-30 en forma horizontal, se alisa la superficie con una espátula para evitar burbujas de aire en la muestra, el volumen máximo de muestra en la cazuela es de un tercio de altura total (aproximadamente 8 mm de espesor). Luego se pasa por todo el centro de la muestra un ranurador plástico con el fin de formar un surco, el espacio en el fondo del surco es de 2 mm (Figura 87).



**Figura 87.** Método de Atterberg – Límite líquido: a) Montaje del ensayo y b) Surco formado  
Fuente: Institut Tecnològic de Lleida, n.d.; Osorio, 2010.

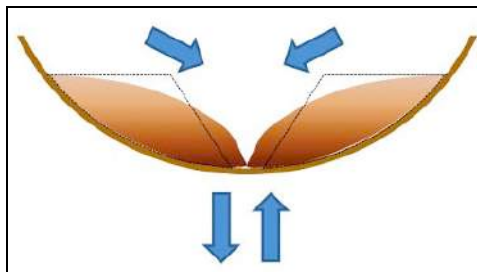
Una vez formado el surco se gira la manivela del instrumento, a una velocidad de dos golpes por segundo, hasta que el surco se cierra entre 10 – 12 mm de longitud (Figura 88) y se registra el número de golpes dados.





**Figura 88.** Surco después del ensayo  
Fuente: Mora Basto, 2015.

El surco se cierra debido a que la resistencia de los taludes de la ranura se disminuye por los golpes generados a la cazuela, y de esta manera se forma una estructura de flujo que produce el desplazamiento, tal como se muestra en la Figura 89 (Osorio, 2010).



**Figura 89.** Deslizamiento de la muestra  
Fuente: Osorio, 2010.

Luego se retira aproximadamente 10 g del material que se ubica en fondo del surco que se une y se seca hasta masa constante (Figura 90), con el fin de determinar el porcentaje de humedad (Ecuación 6).



**Figura 90.** Muestras secas después del ensayo

El ensayo se efectúa hasta obtener cuatro puntos, de la condición más humedad a la más seca, es decir, la muestra siguiente va perdiendo humedad, esto se logra al amasar continuamente la muestra.

En la Tabla 3, se muestra el intervalo de golpes para determinar cada punto; la condición que se utiliza para aceptar o rechazar el punto, es que este debe tener una distancia entre 4 – 11 unidades de golpes con respecto al punto anterior.

**Tabla 3.** Número de golpes

Punto	Número de golpes
1	30 – 40
2	25 – 30
3	20 – 25
4	< 20

Finalmente, el resultado del límite líquido se obtiene a partir de los datos de los cuatro puntos, en donde se grafica el porcentaje de humedad en función del número de golpes, el punto de intersección del valor de la abscisa a 25 golpes corresponde al límite líquido.

### 5.2.3 Índice de Plasticidad (IP)

Se calcula a partir de la diferencia del límite líquido y el límite plástico (Ecuación 9); el límite líquido no puede ser menor que el límite plástico.

$$IP = LL - LP$$

#### Ecuación 9. Índice de plasticidad

Los datos obtenidos de límite líquido e índice de plasticidad, se ubican en el diagrama de Casagrande con el fin de clasificar el material arcilloso de acuerdo a su plasticidad.

### 5.2.4 Resultados

En la Figura 91 se presentan los valores obtenidos de los límites de Atterberg: límite líquido (LL), límite plástico (LP) e índice de plasticidad (IP) de las muestras de material arcilloso analizadas. Los valores de índice de plasticidad son 30,41 % para la Formación Guayabo, 20,81 % para la Formación Carbonera y 51,44 % para la Formación León, lo que confirma que a mayor contenido de arcillas el material se hace más plástico (Fadil-Djenabou et al., 2015; Monteiro & Vieira, 2004).

Los valores de límite líquido e índice de plasticidad se ubicaron en el diagrama de Casagrande (Figura 92) (Fadil-Djenabou et al., 2015; Muñoz Meneses et al., 2007; Pérez Ayala, Vargas Rodríguez, & Córdoba Tuta, 2010). Los materiales arcillosos estudiados se clasifican según su plasticidad teniendo en cuenta el Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (USCS), con estos parámetros se puede conocer si la plasticidad de cada material es baja, media o alta (Fadil-Djenabou et al., 2015; Muñoz Meneses et al., 2007).

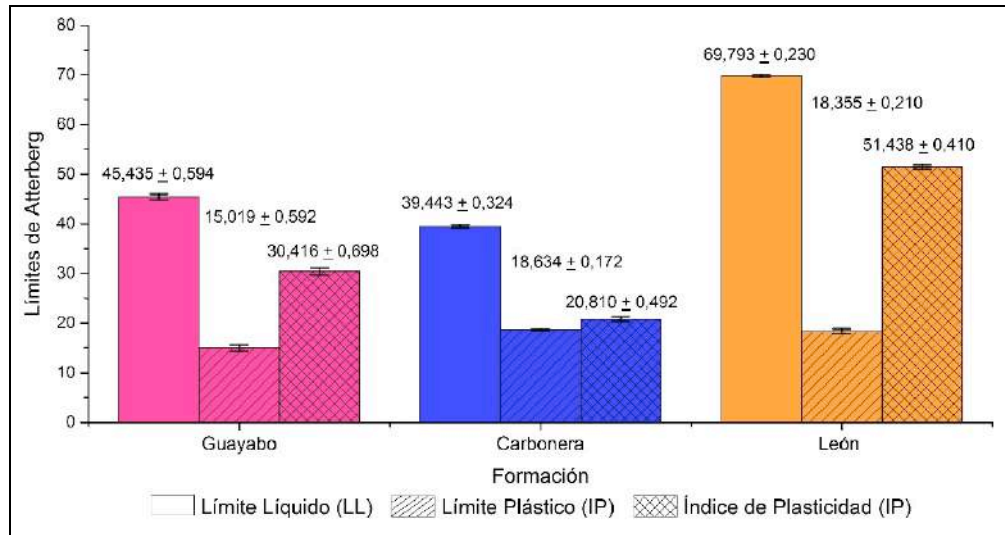
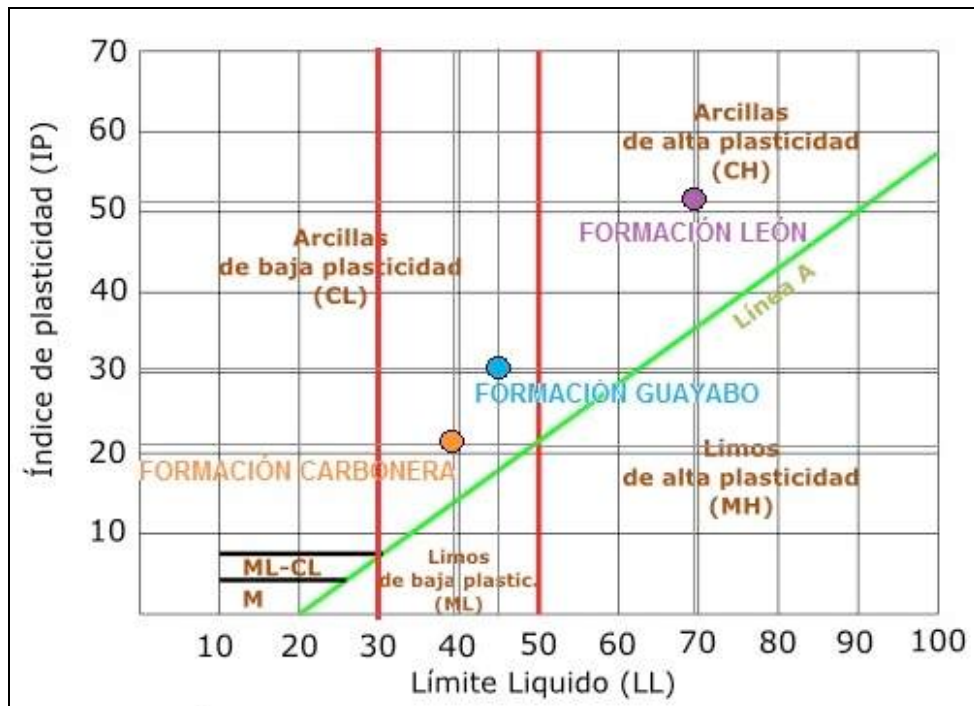


Figura 91. Límites de Atterberg de las muestras analizadas



**Figura 92.** Clasificación de las muestras analizadas según los límites de Atterberg

De la Figura 92, se deduce que las muestras de la Formación Carbonera y Guayabo se clasifican como arcillas inorgánicas de mediana plasticidad tipo CL, mientras que la muestra de la Formación León se clasifica como arcillas inorgánicas de alta plasticidad tipo CH, es decir, todas las muestras se ubican por encima de la línea A en la carta de plasticidad. Se puede concluir que los materiales arcillosos estudiados son aptos para la fabricación de materiales cerámicos para la construcción, con índices de plasticidad superiores al 10 % (Muñoz Meneses et al., 2007; Santos Amado et al., 2011).

De acuerdo con el trabajo realizado por Ricardo Mora en el 2015 (Mora Basto, 2015) las arcillas de la mina Murano del municipio del Zulia, generalmente son arcillas de plasticidad media; este resultado coinciden con la plasticidad obtenida de la muestra arcillosa de la Formación Guayabo, cuya muestra se extrajo del municipio del Zulia.

## **6 Sulfatos solubles**

Para la extracción y cuantificación de los sulfatos solubles en las muestras de materiales arcillosos se utilizan las técnicas de extracción asistida por microondas (MAE) y turbidimetría, se realizan siguiendo la metodología desarrollada en el CIMAC (V. Cáceres, Sánchez, & Chaparro, 2015).

### **6.1 Extracción de los sulfatos solubles**

La extracción se lleva a cabo en un horno microondas doméstico marca HACEB, referencia HORNO ASHM-1.1 GRILL INOX, serie DJ11500239. Se toma un gramo de material previamente tamizado por un tamiz ASTM 230 (63  $\mu\text{m}$ ) y se disuelve en 50 mL de agua destilada, se lleva al microondas durante 5 minutos y la potencia del horno es del 70%. Posteriormente el filtrado que se obtiene de la extracción se afora con agua destilada hasta completar un volumen de 25 mL.

### **6.2 Cuantificación de los sulfatos solubles**

El filtrado que se obtiene de la extracción se analiza por turbidimetría a una longitud de onda de 420 nm, con el fin de determinar la concentración de sulfatos solubles en las muestras arcillosas. Para la cuantificación se utiliza un fotómetro Ultravioleta-Visible de haz simple, GENESYS 20 marca Thermo Scientific, rango de longitud de onda de trabajo de 325 a 1100 nm y con una celda de plástico de 1 cm de camino óptico (Figura 93).



**Figura 93.** Fotómetro Ultravioleta-Visible Genesys 20

A los 25 mL de filtrado que se obtiene de la extracción se le adiciona 5 mL de reactivo glicerina y 2,5 mL de reactivo sal-ácido, se agita muy bien con una varilla de vidrio durante 30 segundos, se mide el pH y se toma la lectura en el equipo ajustando la absorbancia a cero (blanco), luego se vierte el contenido de la celda al beaker de la solución y se adiciona 0,2 g de cloruro de bario de tamaño uniforme (0,6 mm) y se agita hasta que todos los cristales se disuelven, se deja en reposo durante 5 minutos y se mide la absorbancia de la muestra.

Previamente a la extracción y cuantificación de los sulfatos solubles en las muestras, se realiza una curva de calibración utilizando 8 concentraciones diferentes del ion sulfato en el rango 0–140 ppm. Teniendo en cuenta la relación entre la curva de calibración y la ley de Beer, la concentración de sulfatos solubles en arcillas, se determina de la siguiente manera:

1. Utilizando la ecuación de la recta y el valor de la absorbancia obtenida para cada filtrado que se analiza, se determina la concentración de sulfatos.

$$x = \frac{y-a}{b} = ppm \text{ sulfato} = \frac{mg \text{ sulfato}}{kg \text{ arcilla}}$$

**Ecuación 10.** Concentración de sulfatos – curva de calibración

2. El factor agua/sólidos se determina teniendo en cuenta el volumen de agua y la cantidad de arcilla utilizada para la extracción. El volumen de agua se puede convertir a masa, teniendo en cuenta la densidad del agua 1g/mL.

$$\frac{mL \text{ agua}}{g \text{ arcilla}} = \frac{g \text{ agua}}{g \text{ arcilla}} = \frac{kg \text{ agua} (gE0 - 3)}{kg \text{ arcilla}(gE-03)}$$

**Ecuación 11.** Factor agua/sólidos

3. El filtrado que se obtiene de la extracción se afora hasta un volumen fijo, de ese volumen se toma una alícuota de 25 mL de muestra, a la cual se le realiza el análisis; por lo tanto, se tiene en cuenta ese factor, con el fin de determinar la concentración de sulfatos en la muestra completa.

$$\frac{Vol. final}{Vol. alícuota} = \frac{Vol. final}{25 mL}$$

#### **Ecuación 12.** Factor de volumen

4. La concentración de sulfatos en la muestra completa, se determina teniendo en cuenta los puntos anteriores.

$$\frac{mg \text{ de sulfato}}{kg \text{ de arcilla}} = [Sulfatos] \text{ Curva calibracion} \frac{mg \text{ sulfato}}{kg \text{ arcilla}} \times \frac{kg \text{ agua}}{kg \text{ arcilla}} \times \frac{Vol. final (mL)}{25 mL}$$

#### **Ecuación 13.** Concentración de sulfatos solubles en la muestra analizada

### **6.3 Resultados**

En los productos cerámicos se presentan frecuentemente, defectos tales como eflorescencias de color blanco, ocasionadas primordialmente por la presencia de sulfatos en las materias primas arcillosas empleadas en los procesos de fabricación, lo que conlleva a la disminución de la calidad a nivel estético (Abajo, 2000).

En la Figura 94 se muestran los resultados obtenidos para determinación de sulfatos solubles en los materiales arcillosos analizados. Las eflorescencias frecuentes suelen ser provocada por sulfatos alcalinos como sulfato de sodio y sulfato de potasio (Abajo, 2000). Estudios previos realizados en el CIMAC indican que una concentración superior de diferentes iones sulfatos ( $K_2SO_4$ ,  $CaSO_4$ ,  $Na_2SO_4$ ,  $MgSO_4$ ) en las materias primas arcillosas pueden ocasionar eflorescencia visibles, para  $CaSO_4$  son visibles a partir de una concentración de 0,085 %; las de  $Na_2SO_4$  y  $MgSO_4$  a partir de 0,115 % mientras que las de  $K_2SO_4$  se presentan a concentraciones superiores a esta última (Vivianne Cáceres et al., 2013). De acuerdo a lo anterior los resultados obtenidos para la muestra de la Formación Guayabo y León superan estos valores, lo que podría provocar eflorescencias en el producto terminado.

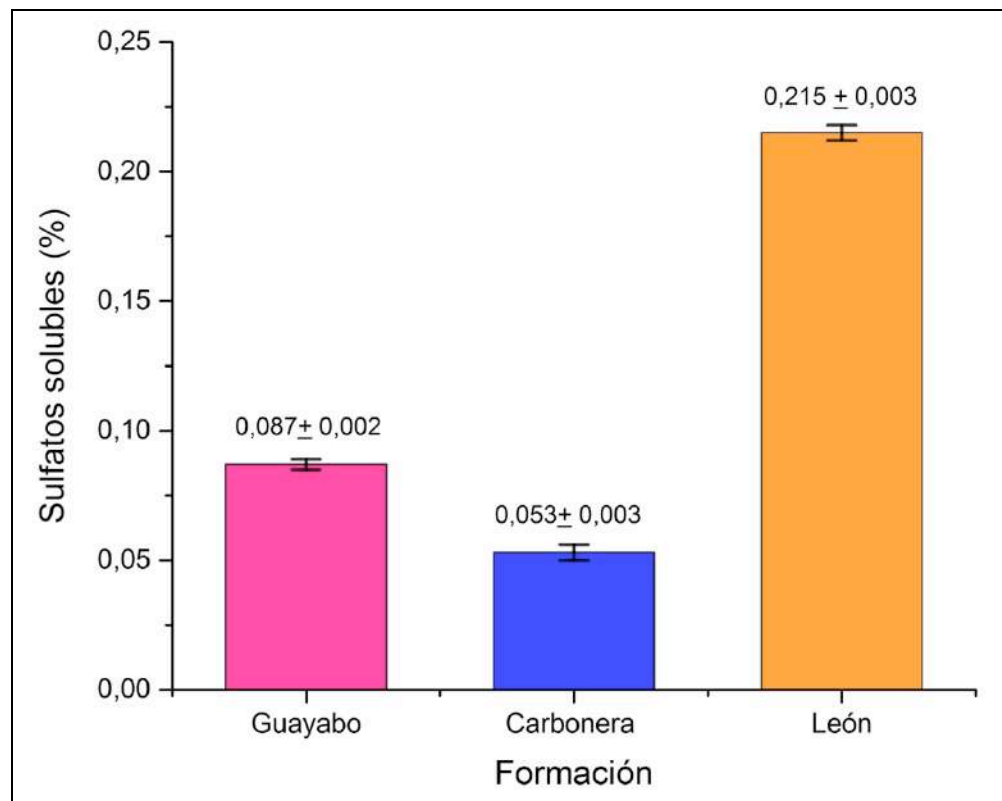


Figura 94. Concentración de sulfatos solubles en las muestras analizadas

## 7 Carbonatos

El contenido de carbonatos presentes en las muestras se realiza por calcimetría, utilizando un calcímetro de Pizzarelli.



Figura 95. Calcímetro de Pizzarelli

## 7.1 Procedimiento

Un gramo de material previamente molido, se tamizado por tamiz ASTM 230 (63  $\mu\text{m}$ ) y secó, se coloca en el portamuestra del calcímetro, se llena el cilindro graduado con agua hasta completar el volumen y se abre la llave para dejar caer gota a gota ácido clorhídrico hasta terminar la reacción. A medida que los carbonatos reaccionan con el ácido clorhídrico se desprende dióxido de carbono, este gas obliga al agua que está en la probeta a desplazarse, ya que ejerce una presión proporcional a la cantidad de carbonatos contenidos en la muestra.

Previamente al ensayo se realiza una prueba con carbonato de calcio grado analítico (estándar), para verificar que el equipo este en óptimas condiciones para realizar el análisis a las muestras problemas.

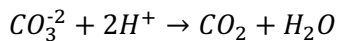
El contenido de carbonatos en la muestra se expresa en porcentaje y se determina según la Ecuación 14, el factor de corrección depende de la temperatura a la cual se realiza el ensayo.

$$\% CO_3^{2-} = \frac{\text{Volumen de agua desplazada (mL)} * \text{Factor de corrección}}{224 \text{ (mL)}} * 100$$

**Ecuación 14.** Concentración de carbonatos en la muestra analizada

## 7.2 Resultados

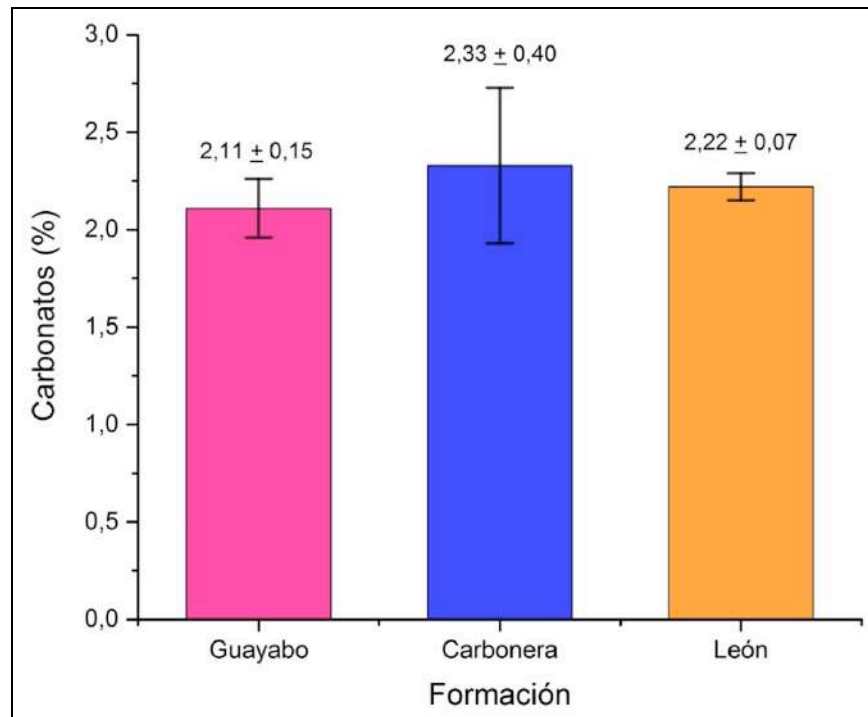
Los resultados obtenidos en el método de calcimetría de Pizzarelli se suelen expresar en función del porcentaje de carbonato de calcio, debido a que el equipo se calibra con esta sal (Asociación técnicos cerámicos SACMI IMOLA, 1990). Es importante tener en cuenta que los materiales arcillosos suelen contener carbonato de calcio, carbonato de magnesio o carbonato doble de calcio y magnesio. El más abundante es el carbonato de calcio (Abajo, 2000).



El ion carbonato reacciona en medio ácido liberando dióxido de carbono, según esto no importa que catión acompañe al ion carbonato este siempre va a reaccionar en el medio ácido, es decir, el desplazamiento de volumen que se mide en la probeta de calcímetro es el correspondiente al dióxido de carbono producido en la reacción, por ende, no se puede decir con exactitud que sólo corresponda al carbonato de calcio. Teniendo en cuenta la cuantificación de las fases cristalinas y la composición química, también se puede deducir que los carbonatos cuantificados por el método de Pizzarelli en las muestras de material arcilloso analizadas no sólo provienen del carbonato de calcio; por ejemplo, para la muestra de la Formación Guayabo se obtiene 0,47 % de magnesio, realizando un análisis



estequiométrico de las fases cristalinas se puede deducir que en la muestra el 0,13 % del magnesio determinado es cristalino y proviene de la moscovita, y el 0,34 % es amorfo u otros; lo que significa que el magnesio puede estar formando carbonato de magnesio y/o carbonato doble de magnesio y calcio.



**Figura 96.** Concentración de carbonatos en las muestras analizadas

De la Figura 96 se puede observar que las muestras presentan concentraciones bajas de carbonatos, lo que se confirma con las curvas dilatométricas y la cuantificación de las fases cristalinas por difracción de Rayos X.

## 8 Conformado de las probetas

Las probetas para este estudio se conforman por el método de extrusión, ya que la mayoría de las empresas que hay en la región utilizan este método (J. F. Gelves et al., 2013).

Inicialmente se toma la humedad a la muestra previamente molida y tamizada; luego se calcula el agua de amasado en función de la plasticidad de la muestra, teniendo como referencia el índice de plasticidad obtenido por el método de Pfefferkorn, es decir, la cantidad de agua que se le agrega al material es la necesaria para que al final la humedad de la muestra sea igual al índice de plasticidad.

El agua poco a poco se le adiciona a la muestra e inmediatamente se va amasando, con el fin que esta quede homogénea y se forme una pasta plástica que se deje moldear; posteriormente el material que se humecta se guarda en bolsas plásticas y se deja en reposo durante 24 horas, de esta manera se asegura que la muestra este completamente homogénea y con la humedad apropiada para ser moldeada (Figura 97).



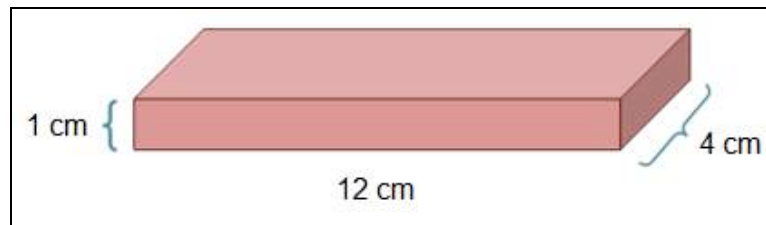
**Figura 97.** Homogenización de la muestra

Pasado el tiempo de reposo se coloca la muestra en la extrusora de laboratorio marca Venco Super Twin y se inicia el proceso de extrusión a una presión manométrica de 35 mm Hg (Figura 98); se hace pasar la muestra varias veces por la extrusora antes de iniciar el moldeo, con el fin de eliminar las burbujas de aire y de esta manera asegurar que la muestra quede bien compacta.

Para el moldeo se utiliza una boquilla rectangular y se moldean aproximadamente 100 probetas con caras rectangulares, cuyas dimensiones son de 12 cm de longitud, 4 cm de ancho y 1 cm de alto (Figura 99).



**Figura 98.** Extrusión de la muestra



**Figura 99.** Dimensión de las probetas  
Tomado y modificado de: Diaz Fuentes, 2014.

## 9 Curva de Bigot

Es una curva de secado que permite registrar el comportamiento de los materiales durante el proceso de secado, en la cual se relaciona la humedad relativa y la temperatura de secado que va desde la temperatura ambiente hasta los 100 °C (Abajo, 2000).

La curva de Bigot se realiza con el fin de observar el comportamiento del material en la etapa de secado (Abajo, 2000). Se determina la velocidad de contracción de las muestras, teniendo en cuenta las contracciones y pérdida de masa en el secado que presenta cada material a diferentes temperaturas.

### 9.1 Procedimiento

Para realizar el ensayo se utiliza una estufa de secado con capacidad para operar a una temperatura de 110 °C  $\pm$  5 °C, un calibrador pie de rey de 0 – 200 mm con precisión de 0,01 mm y una balanza marca OHAUS capacidad máxima de 1500 g con precisión de 0,01 g.

El procedimiento se realiza por triplicado y en cada una de las réplicas se utilizan seis probetas, las temperaturas seleccionadas y puntos de obtención de datos se muestran en la Tabla 4; en la Figura 100 se muestra la curva de secado donde se evidencia el tiempo que se utiliza, la velocidad y la mesa de calentamiento en cada punto. A cada probeta conformada se le mide la longitud y la masa en cada punto establecido. Las condiciones iniciales hacen referencia a las probetas recién conformadas, es decir, en verde o estado húmedo.

**Tabla 4.** Obtención de datos para la curva de Bigot

Punto	Estado
1	Condiciones Iniciales
2	Temperatura Ambiente
3	60 °C – Inicial

4	60 °C – Final
5	110 °C – Inicial
6	110 °C – Final

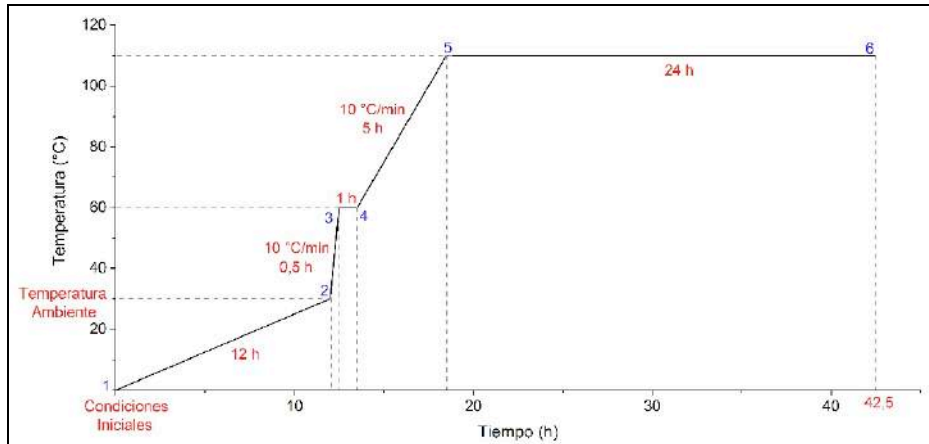
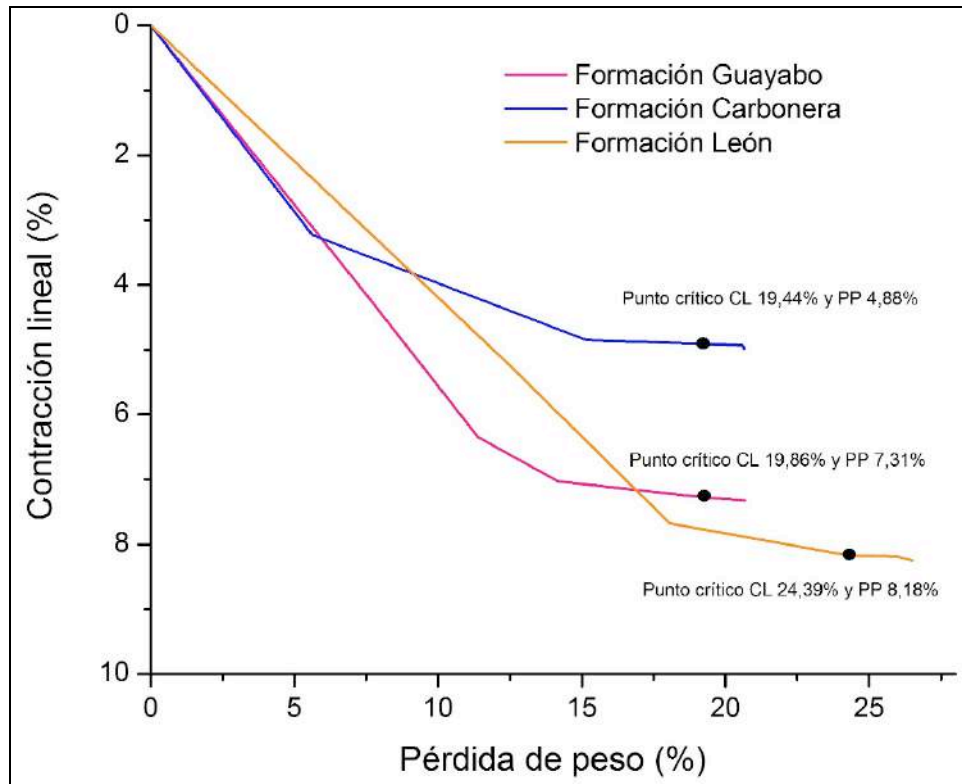


Figura 100. Curva de secado

## 9.2 Resultados

El secado es una de las etapas más delicada e importantes en el proceso de fabricación de un producto cerámico, depende de varios factores, como la naturaleza de la arcilla, la forma de preparación, el tiempo de homogenización de la pasta cerámica, las tensiones que puedan generar en el momento del moldeo, la forma y tamaño de la pieza, entre otras, haciendo que el proceso de secado se convierta en una operación compleja. Del manejo que se le dé a este proceso dependerá la calidad del producto terminado (Abajo, 2000; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018a; Vasić et al., 2017).

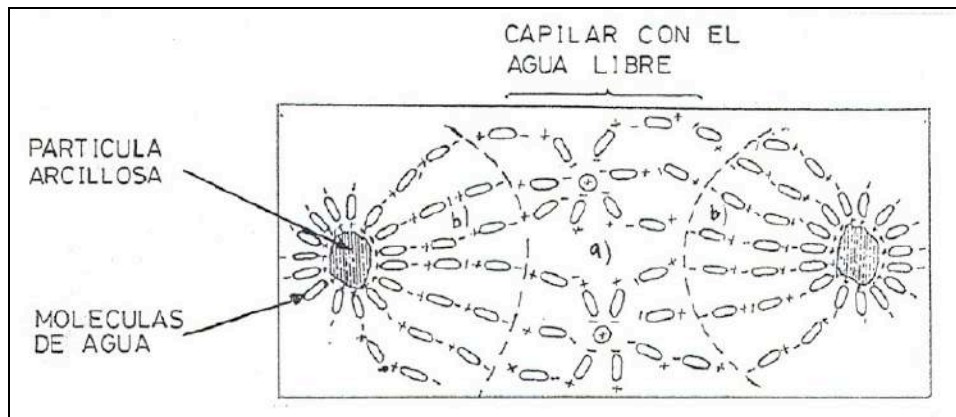
Mediante la curva de Bigot tal como se observa en la Figura 101 se puede determinar el punto crítico que divide las dos fases que se presentan en el secado. La primera fase corresponde a la eliminación de agua coloidal, es decir, el agua libre que está ocupando los capilares, también se le llama agua de plasticidad ya que es el agua que se le adiciona durante el amasado. Durante esta eliminación se pierde rápidamente peso en la muestra y las contracciones se hacen más evidentes.



**Figura 101.** Curva de Bigot de las muestras analizadas

Después del punto de inflexión que se observa en cada una de las gráficas las contracciones en la pieza permanecen ligeramente constantes, debido a que el agua deja de fluir hasta la superficie porque ya no existe agua libre y las dimensiones externas de la muestra permanecen ligeramente constante. A partir de ese momento comienza la evaporación del agua eléctricamente a la superficie de las partículas arcillosas, es decir, el agua intersticial. Esta evaporación se hace más difícil cuanto más cerca se encuentren las moléculas de agua a la superficie del cristal arcilloso (Abajo, 2000; Barba et al., 2002; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018a; Vasić et al., 2017).

En la Figura 102 se muestra un diagrama de los tipos de agua que se pierden en el secado.



**Figura 102.** Tipos de agua a eliminar durante el secado: (a) Agua libre no ligada por fuerzas eléctricas a la arcilla y (b) Agua fijada eléctricamente a la superficie de las partículas arcillosas

Fuente: Abajo, 2000.

Las propiedades físicas de los materiales arcillosos dependen de la composición mineralógica que presenten. Las muestras analizadas se estudian bajo los mismos parámetros, es decir, las características de contenido de humedad, tamaño de partículas, curva de secado, entre otras, son las mismas condiciones. Teniendo en cuenta lo anterior el punto de inflexión que presentan las muestras en la curva de Bigot difieren de la composición mineralógica, ya que los demás parámetros son constantes para los materiales analizados (Vasić et al., 2017). De la Figura 101 se puede deducir que la muestra de la Formación León muestra mayor susceptibilidad al secado (es la que mayor agua pierde para alcanzar el punto crítico) y a la contracción, con respecto a las otras dos muestras analizadas. Todas las muestras presentan pérdidas de masa en los puntos críticos superior al 10 % lo que las hace susceptibles al secado, pero la muestra de la Formación Carbonera que presenta el mayor contenido de arenas es la que menos susceptibilidad tiene frente a la contracción.

## 10 Análisis físico cerámico

El análisis físico cerámico se realiza sobre 10 probetas con el fin de determinar el comportamiento del material en las fases de estado húmedo, seco y cocido. Este análisis está conformado por los ensayos de contracción lineal en secado, contracción lineal en cocido, pérdidas por secado y pérdidas por calcinación.

La contracción lineal es un parámetro de calidad que se realiza para el secado y la cocción de las piezas cerámicas.; y valores pequeños de contracciones indican que la pieza es porosa y Los valores de contracciones altas indican que el material obtenido es de baja porosidad y alta densidad pero que puede presentar agrietamiento y baja resistencia mecánica (Abajo, 2000).

## 10.1 Contracción lineal en secado

El ensayo de contracción lineal en secado se desarrolla con el fin de determinar el porcentaje de la contracción que sufre la muestra desde el estado húmedo hasta el estado seco.

La contracción lineal en secado consiste en la disminución de las dimensiones de una pieza de arcilla cuando esta se seca a 110 °C durante 24 horas. Así mismo, la contracción en cocido se determina por la disminución de las dimensiones durante la cocción de la pieza cerámica (Amorós et al., 2004)

### 10.1.1 Procedimiento

Se toman las 10 probetas destinadas para el análisis físico cerámico en estado húmedo y se le miden la longitud usando un calibrador pie de rey de 0 – 200 mm con precisión de 0,01 mm.

Posteriormente las probetas se secan de acuerdo a la curva de secado que se muestra en la Figura 100, pasado este tiempo se mide nuevamente la longitud de las muestras en estado seco.

El porcentaje de contracción lineal en secado (% CLS) de las muestras, se determina usando la Ecuación 15 (Amorós et al., 2004).

$$\% CLS = \frac{\text{Longitud en húmedo (mm)} - \text{Longitud en seco (mm)}}{\text{Longitud en húmedo (mm)}} \times 100$$

**Ecuación 15.** Contracción lineal en secado

## 10.2 Pérdidas por secado

El ensayo de pérdidas por secado se desarrolla con el fin de determinar el porcentaje de pérdida de masa que sufre la muestra desde el estado húmedo hasta el estado seco.

### 10.2.1 Procedimiento

Se toman las 10 probetas destinadas para el análisis físico cerámico en estado húmedo y se pesan en una balanza marca OHAUS capacidad máxima de 1500 g con precisión de 0,01 g; posteriormente las probetas se secan de acuerdo a la curva de secado que se muestra en la Figura 100, pasado este tiempo se pesa nuevamente la masa de las muestras en estado seco.

El porcentaje de pérdidas por secado (% PPS) de las muestras, se determina usando la Ecuación 16 (Amorós et al., 2004).

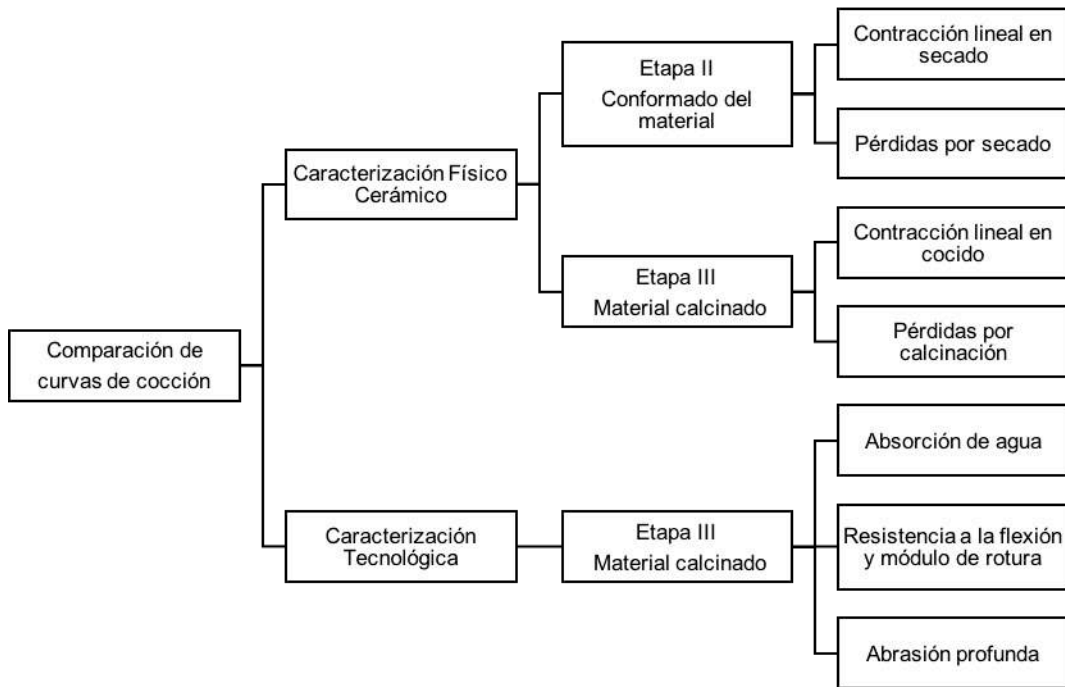
$$\% PPS = \frac{Masa\ en\ húmedo\ (mm) - Masa\ en\ seco\ (mm)}{Masa\ en\ húmedo\ (mm)} \times 100$$

**Ecuación 16.** Pérdidas por secado

**10.3 Curva de cocción**

Todas las probetas se secan de acuerdo a la curva de secado que se muestra en la Figura 100, con el fin de obtener probetas por debajo del 1 % de humedad; de esta forma se garantiza el proceso de cocción y se evita problemas de fisuras en el mismo.

Con el fin de realizar algunas comparaciones las muestras se cuecen bajo dos curvas de cocción diferentes, las cuales se describen a continuación. En la Figura 103 se muestran los ensayos que se le realizan a las muestras para comparar dichas curvas. Las muestras se cuecen en un horno mufla de laboratorio de 80 L, tal como se muestra en la Figura 104.



**Figura 103.** Metodología utilizada para la comparación de las curvas de cocción





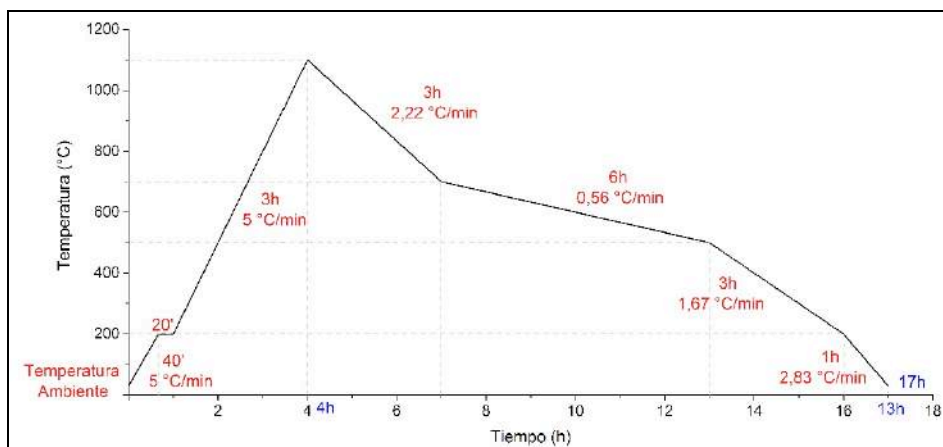
**Figura 104.** Cocción de las muestras en el horno mufla de laboratorio

**10.3.1 Curva de cocción diseñada**

Con base en los análisis térmicos se establece una curva adecuada de cocción para las tres muestras, tal como se evidencia en la Figura 32. Por cada quema que se realiza en el horno mufla de laboratorio utilizando esta curva de cocción, se queman 48 probetas aproximadamente y cada una en promedio tiene 65 g en cocido, lo que significa que la carga del horno es aproximadamente de 3120 g de masa cocida por quema.

**10.3.2 Curva de cocción CIMAC**

En el CIMAC frecuentemente utilizan esta curva de cocción, para realizar los análisis físico cerámicos cuando el cliente no provee la información para realizar la quema, en la Figura 105 se muestra la curva de cocción en donde se evidencia el tiempo, la temperatura, el gradiente y la mesa de calentamiento; para la curva de enfriamiento se utiliza la información de la curva diseñada, con el fin de mantener constante estas condiciones y de esta manera observar las diferencias que se presentan en cocción.



**Figura 105.** Curva de cocción CIMAC

Por cada quema que se realiza en el horno mufla de laboratorio utilizando esta curva de cocción, se queman 48 probetas aproximadamente y cada una en promedio tiene 75 g en cocido, lo que significa que la carga del horno es aproximadamente de 3600 g de masa cocida por quema.

#### 10.4 Contracción lineal en cocido

El ensayo de contracción lineal en cocido se desarrolla con el fin de determinar el porcentaje de la contracción que sufre la muestra desde el estado seco hasta el estado cocido.

##### 10.4.1 Procedimiento

Se toman las 10 probetas destinadas para el análisis físico cerámico en estado seco y se le miden la longitud usando un calibrador pie de rey de 0 – 200 mm con precisión de 0,01 mm; posteriormente las probetas se cuecen de acuerdo a la curva de cocción establecida, pasado este tiempo se mide nuevamente la longitud de las muestras en estado cocido.

El porcentaje de contracción lineal en cocido (% CLC) de las muestras, se determina usando la Ecuación 17 (Amorós et al., 2004).

$$\% CLC = \frac{\text{Longitud en seco (mm)} - \text{Longitud en cocido (mm)}}{\text{Longitud en seco (mm)}} \times 100$$

**Ecuación 17.** Contracción lineal en cocido

#### 10.5 Pérdidas por calcinación

El ensayo de pérdidas por calcinación se desarrolla con el fin de determinar el porcentaje de pérdida de masa que sufre la muestra desde el estado seco hasta el estado húmedo.

##### 10.5.1 Procedimiento

Se toman las 10 probetas destinadas para el análisis físico cerámico en estado seco y se pesan en una balanza marca OHAUS capacidad máxima de 1500 g con precisión de 0,01 g; posteriormente las probetas se cuecen de acuerdo a la curva de cocción establecida, pasado este tiempo se pesa nuevamente la masa de las muestras en estado cocido.

El porcentaje de pérdidas por calcinación (% PPC) de las muestras, se determina usando la Ecuación 18 (Amorós et al., 2004).

$$\% PPS = \frac{\text{Masa en seco (mm)} - \text{Masa en cocido (mm)}}{\text{Masa en seco (mm)}} \times 100$$

**Ecuación 18.** Pérdidas por calcinación

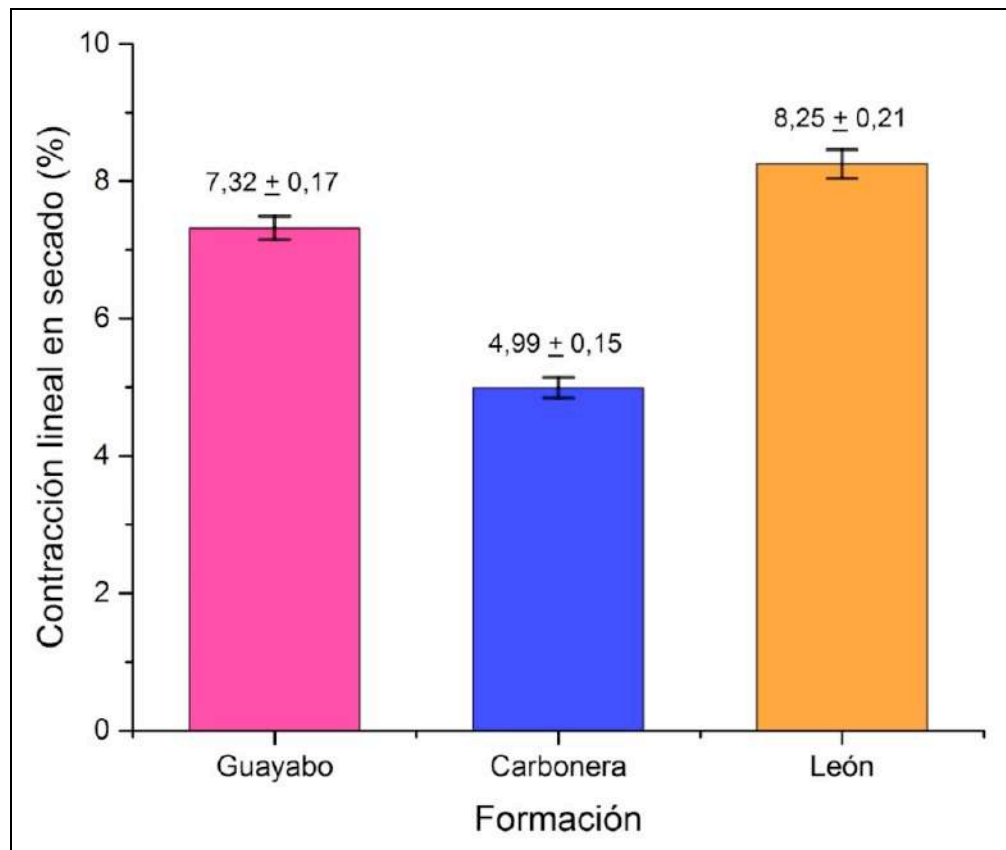
### 10.6 Curva de gresificación

Se realiza con los datos obtenidos de la contracción en cocido y la absorción de agua. El propósito de éste análisis es hallar el máximo grado de densificación de la pasta cerámica durante la sinterización buscando la temperatura en la cual la pieza cerámica tiene la mínima absorción de agua y la máxima contracción lineal en cocido, también se puede utilizar para determinar la temperatura de cocción que se requiere para un producto con determinadas características (Abajo, 2000; Amorós et al., 2004).

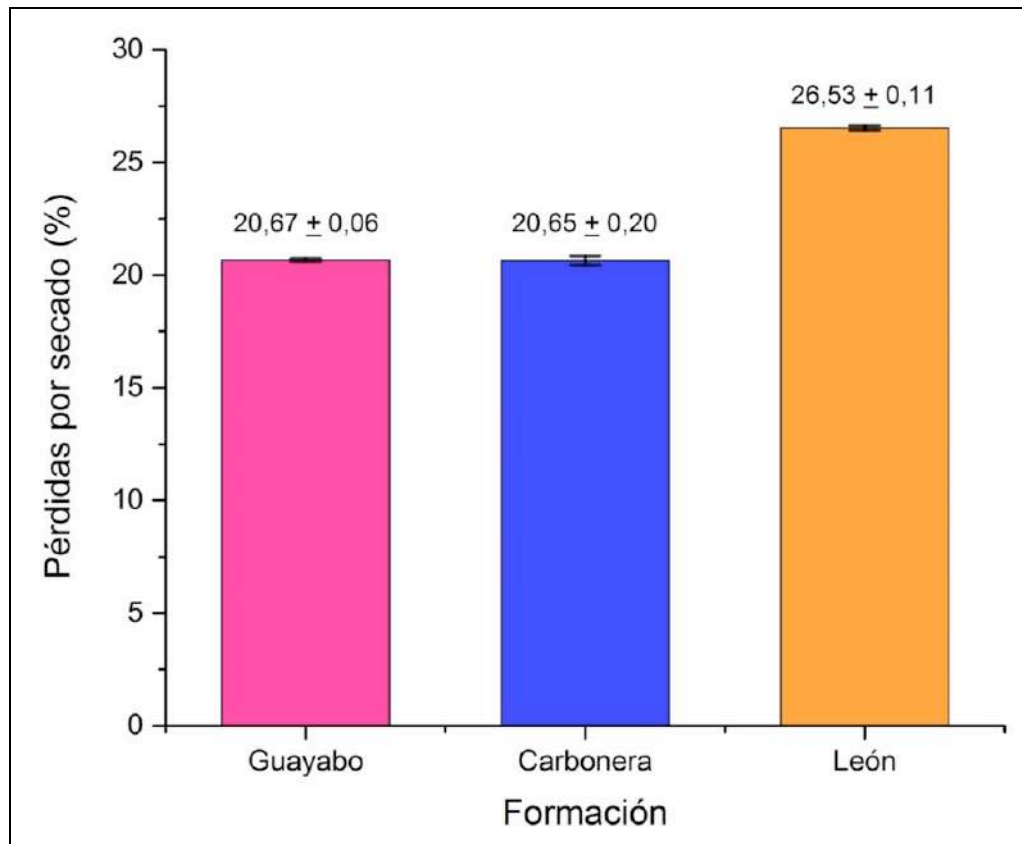
### 10.7 Resultados

Con respecto a la contracción en seco las arcillas del material presentan elevadas contracciones durante el secado, tal como se evidencia en las curvas de Bigot, lo que hace necesario un adecuado control del secadero y la variación en la granulometría con el fin tener un secado controlado. A medida que el material se densifica las contracciones en cocido disminuyen lo que permite obtener productos con bajas absorciones de agua y altos valores en resistencia mecánica.

En las Figuras 106 y 107 se muestran los resultados obtenidos para la contracción lineal en secado y pérdidas por secado, respectivamente, de las muestras analizadas.



**Figura 106.** Contracción lineal en secado de las muestras analizadas



**Figura 107.** Pérdidas por secado de las muestras analizadas

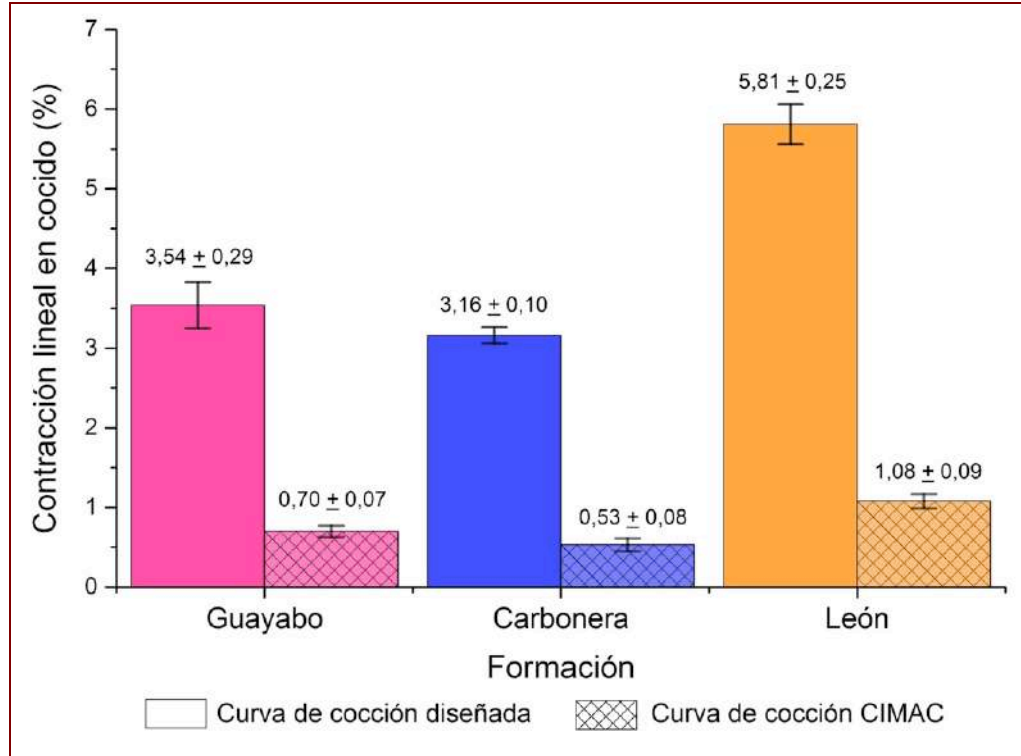
El comportamiento que presentan las muestras durante el secado es el esperado según los análisis anteriormente realizados, los valores altos se deben a que el proceso de moldeo es por extruido y el agua de amasado es alto con el fin de proporcionar una pasta cerámica moldeable, por lo tanto, en el secado como se indica en los análisis de la curva de Bigot se elimina el agua del moldeo. Es importante realizar una curva de secado que le permita al material eliminar el agua libre y que este no sufra tensiones, ya que al final el material podría presentar fisuras o roturas.

Si se requiere disminuir los valores de contracción en secado se le puede adicionar a las muestras un desgrasante en proporciones adecuadas según el material a fabricar, con el fin de que los elementos gruesos aumenten en la muestra y permita la pérdida de agua una forma más controlada durante el secado.

En las Figuras 108 y 109 se muestran los resultados obtenidos para la contracción lineal en cocido y pérdidas por calcinación, respectivamente, de las muestras analizadas.

De la Figura 108 se puede evidenciar que la muestra de la Formación carbonera es la que presenta los valores más bajos de contracción en cocido, esto se le puede atribuir al

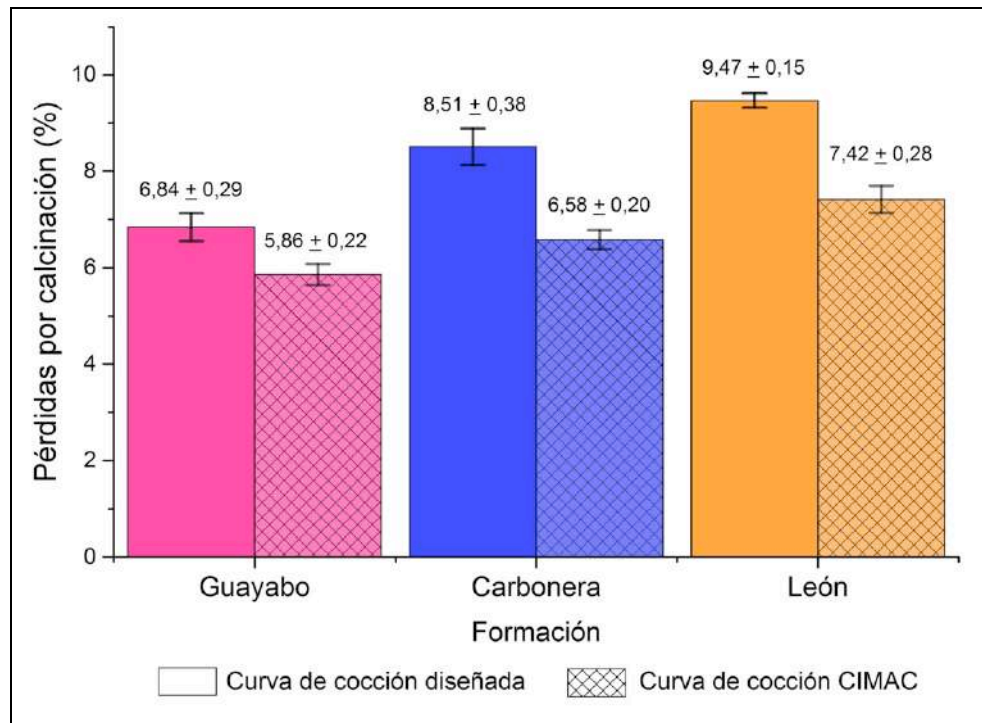
hecho de que esta muestra es la que mayor concentración de carbonatos y cuarzo contiene. La presencia de carbonatos tienden a reducir la contracción de vitrificación haciendo que la contracción en cocido sea menor (Abajo, 2000).



**Figura 108.** Contracción lineal en cocido de las muestras analizadas

Es evidente que la muestra de la Formación León tiene mayor grado de densificación con respecto a las otras dos, también es la muestra que mayor concentración de fundentes presenta en el análisis químico, es un material arcilloso altamente plástico y su concentración de cuarzo es la más baja de las tres muestras.

En los resultados también se observa la importancia de una curva de cocción que le permita al material realizar las transformaciones químicas y físicas correspondientes, las muestras que se cuecen bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada se sinterizan mejor que las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva sugerida por el CIMAC.



**Figura 109.** Pérdidas por calcinación de las muestras analizadas

Los valores obtenidos por pérdidas por calcinación son relativamente bajos, estos datos permiten relacionar la presencia de materiales orgánicos que generan gases durante el proceso de cocción, a mayor cantidad de estos, mayor será la presencia de porosidad en las piezas una vez cocidas, lo que puede influir en las propiedades finales en el producto. Así mismo es necesario permitirle al material realizar la extracción de los gases en el ciclo de la quema (Díaz, 2015).

Se debe tener en cuenta que en los materiales cerámicos de Gres rojo pequeñas variaciones de temperatura de cocción puede producir una sobrecocción en el producto, lo que conlleva a deformación o una cocción insuficiente según corresponda. Lo que se busca en el proceso de cocción es alcanzar la mejor densificación del material, lo cual se refleja en una disminución de la porosidad abierta (bajos valores de absorción de agua). Mediante los contenidos de óxidos férricos la pieza desarrolla mecanismo que le permiten aumentar la densificación de las arcillas, donde la hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) se transforma en magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) con pérdida de oxígeno (Díaz, 2015; Morrós, Badenes, García, & Tena, n.d.).

En la Figura 110 se muestran las muestras analizadas en secado y cocido, con el fin de observar las tonalidades que presentaron en las diferentes fases del proceso



**Figura 110.** Colores que presentaron las muestras analizadas en secado y cocción

De la Figura 110 se evidencia que todas las muestras en secado presentan colores diferentes a los exhibidos en cocción. Las arcillas de color rojo en cocido se caracterizan por los altos contenidos de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , generalmente estas arcillas son de tipo illítico – caoliníticas y suelen presentar valores superiores al 3 % en óxido de hierro (Barba et al., 2002). Tal como se observa en la Figura las muestras en cocido son de color rojo, la concentración de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en las muestras analizadas son del 6 % al 9 % y teniendo en cuenta la cuantificación de las fases cristalinas, se puede deducir que las muestras analizadas en las tres formaciones geológicas son illítico – caoliníticas.

El color rojo que presenta la muestra de la Formación León evidencia el alto contenido de hierro obtenido por FRX. El color de las piezas viene determinado por la relación  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ , si la relación es inferior al 0,2 se obtienen piezas que van del blanco amarillento al rojo claro, pero si la relación está comprendida entre 0,20 y 0,33 la tendencia será al rojo normal y si es mayor a 0,33 será el rojo vivo (Abajo, 2000). Esta relación para la muestra de la Formación Guayabo es del 0,34, para la Formación Carbonera de 0,29 y la Formación León 0,37, lo que confirma los colores observados en las muestras.

Además de la relación  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ , la temperatura y tiempo de exposición al calentamiento también influyen en las reacciones que se llevan a cabo. En las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción del CIMAC se evidencian tonalidades



más claras con respecto a las cocidas con la curva diseñada, lo cual se puede deducir que las muestras con esta última curva tienen una buena cocción.