

CAPÍTULO VI CARACTERIZACIÓN TECNOLÓGICA

La caracterización tecnológica de las muestras conformadas por el método de extruido y previamente cocidas, permiten analizar las propiedades físicas desde el punto de vista cerámico, que exhiben los materiales después de ser sometido a un proceso de cocción y de esta manera se evalúa la potencial aplicación para baldosas cerámicas según la Norma NTC 919 (Icontec, 2015). En la Figura 111 se muestra resumida la metodología propuesta.

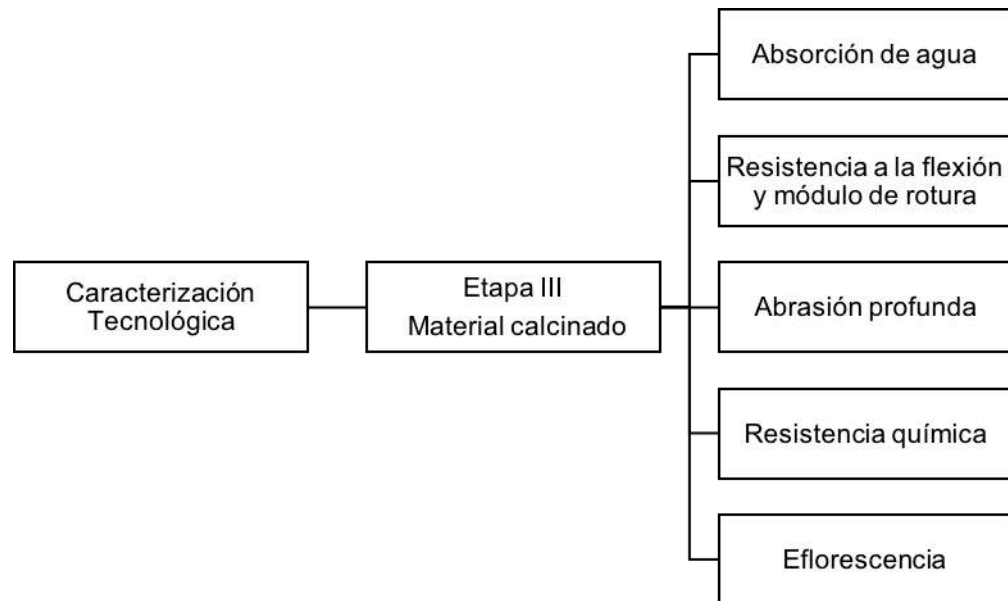


Figura 111. Metodología para la caracterización tecnológica de las muestras

1 Secado a masa constante de las probetas cocidas

Para realizar los ensayos correctamente de la caracterización tecnológica según la normatividad, es necesario previamente asegurarse que las probetas que se van a ensayar estén completamente secas, es decir, que se mantengan a masa constante.

Para esto se toman las probetas cocidas y se limpian con una brocha con el fin de retirar cualquier partícula que este mal adherida o suelta de cada espécimen de ensayo, posteriormente se pesa cada espécimen de ensayo, se registra la masa húmeda y se introduce en la estufa de secado, la cual se mantiene a una temperatura de $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$; después de 24 horas de secado, se sacan los especímenes de la estufa de secado, se dejan enfriar a temperatura ambiente, se pesan y se registra la masa seca. Este procedimiento se repite hasta que las muestras alcancen una masa constante, es decir, cuando la diferencia entre dos pesajes es menor que 0,1 %.

2 Absorción de agua

La absorción de agua mediante el método de ebullición se emplea para la clasificación de las baldosas y para especificaciones de producto, la ebullición permite la impregnación de los poros abiertos que se pueden llenar fácilmente. Las baldosas secas se impregnan con agua mediante ebullición. El cálculo del porcentaje de absorción de agua se realiza empleando las relaciones entre las masas secas y saturadas (Icontec, 1998c).

2.1 Procedimiento

Se toman 10 probetas previamente secas hasta masa constante y se registra la masa seca de cada espécimen, se dejan enfriar y se colocan sin contacto entre ellos, en el equipo de absorción de agua por ebullición, de forma que exista una altura de 5 cm de agua destilada por encima y por debajo de las piezas a través de todo el ensayo (Figura 112). Seguidamente se calienta el agua hasta ebullición y se continua con el calentamiento durante 2 h, manteniendo el nivel del agua 5 cm por encima de los especímenes que se están ensayando. Pasado las 2 h se quita la fuente de calor y se llevan los especímenes a enfriamiento a temperatura ambiente, manteniéndolos completamente inmersos, durante 4 horas \pm 15 minutos; se utiliza agua a temperatura ambiente para enfriar los especímenes de ensayo.



Figura 112. Aplicación ensayo de absorción de agua

Finalmente se prepara un paño absorbente humectándolo y exprimiéndolo a mano, se coloca sobre una superficie plana y suavemente se seca cada lado de los especímenes uno a la vez; inmediatamente después a este procedimiento, se pesa cada espécimen y se registra la masa del espécimen impregnada con agua hirviendo.

Con la Ecuación 19 se calcula la absorción de agua de cada espécimen analizado en porcentaje de la masa seca.

$$E_b = \frac{\text{Masa impregnada} - \text{Masa seca}}{\text{Masa seca}} \times 100$$

Ecuación 19. Porcentaje de absorción de agua de cada espécimen

2.2 Resultados

En la Figura 113 se muestran los resultados obtenidos de las muestras analizadas para el ensayo de absorción de agua por el método de ebullición, para las dos curvas de cocción utilizadas.

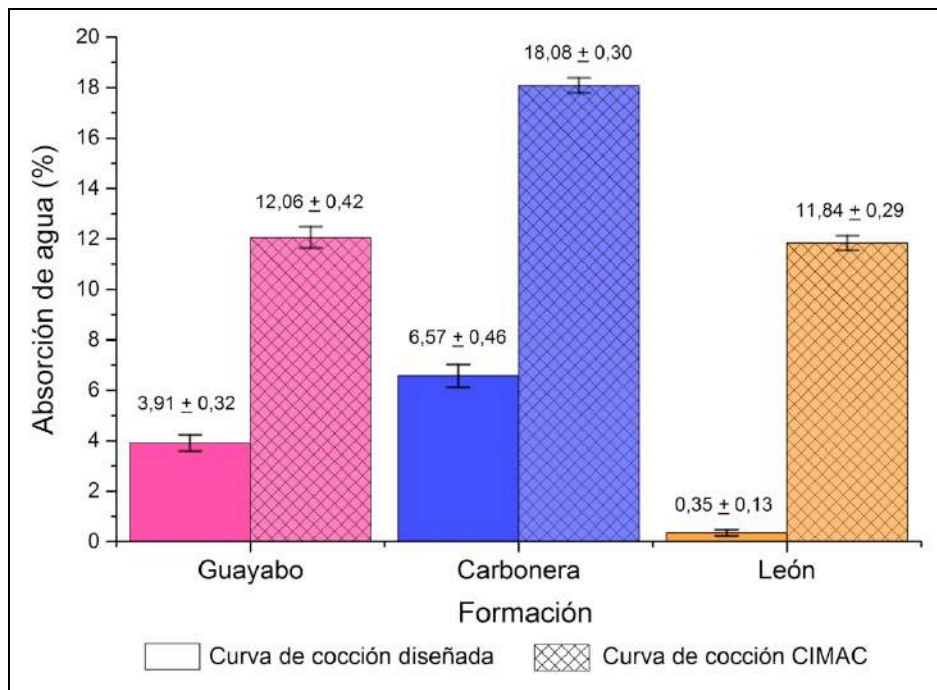


Figura 113. Absorción de agua en las muestras analizadas

Como se observa en la Figura 113 los valores de absorción de agua son más bajos para las probetas que se cocieron con la curva de cocción diseñada con respecto a la curva de cocción del CIMAC. Esto es muy importante ya que garantiza la reducción de los poros en el material, lo que conlleva a mejorar las propiedades tecnológicas como la resistencia mecánica en los productos terminados.

Los resultados muestran que los materiales cocidos bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada, logran controlar las reacciones que ocurren durante el proceso, como la deshidroxilación de los minerales arcillosos y la sinterización parcial de la masa en la formación de la fase vítrea, estas reacciones son indicadores de la porosidad (Leonado Cely Illera & Bolívar León, 2015). La tensión superficial del líquido y la capilaridad ayudan

a unir las partículas y reducir la porosidad (Monteiro & Vieira, 2004), mejorando la resistencia mecánica. La muestra de la Formación León es la que presenta la mayor densificación.

En los materiales arcillosos estudiados se evidencia que las muestras más ricas en minerales arcillosos presentan mayor contracción lineal, así como una disminución de la absorción de agua en comparación con otros (Monteiro & Vieira, 2004). Una disminución en los valores de absorción de agua y un aumento en la contracción lineal se da como el ajuste en los gradientes de temperatura en la curva de cocción, la cual se debe a la formación efectiva de una fase vítrea (Abajo, 2000).

Se debe destacar que los resultados obtenidos con la curva de cocción diseñada de las muestras estudiadas, comparados con otros estudios realizados a muestras de la región fueron excelentes (Leonardo Cely Illera, 2014; John Freddy Gelves et al., 2009; Mora Basto, 2015).

3 Resistencia a la flexión y módulo de rotura

La resistencia mecánica a la flexión y a la carga de rotura, permite conocer si los productos fabricados pueden cumplir con los mínimos estándares especificados por las normas nacionales e internacionales para determinados productos, además controla la uniformidad de los materiales, conociendo su variación con la temperatura y determinando la temperatura de quema ideal (Icontec, 1997).

3.1 Procedimiento

Se determina la carga de rotura por flexión, la resistencia a la rotura por flexión y el módulo de rotura de las probetas, aplicando una fuerza a una velocidad definida sobre el centro de la pieza, estando el punto de aplicación en contacto con la cara vista de la probeta (Figura 114); según la metodología planteada en la norma NTC 4321-4 (Icontec, 1997).

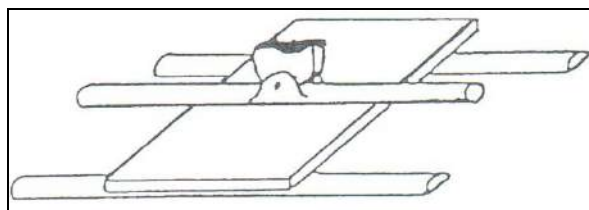


Figura 114. Principio del ensayo de resistencia a la flexión
Fuente: Icontec, 1997.

Se toman 10 probetas cocidas y haciendo uso de un calibrador pie de rey se miden las dimensiones de los cuatro lados del espécimen, posteriormente se secan los

especímenes hasta masa constante y se dejan enfriar a temperatura ambiente. Seguidamente se coloca un espécimen con la superficie de uso hacia arriba, sobre las barras de soporte de la prensa de flexión marca Gabbrielli Technology modelo Flexi 1000-650 con precisión de 2,0 %, de tal forma que el espécimen sobresalga de cada barra; se verifica que la barra central quede equidistante entre las barras de soporte (Figura 115). Se aplica la carga de forma pareja, obteniendo una velocidad de aumento del esfuerzo de $1 \text{ N/mm}^2 \pm 0,2 \text{ N/mm}^2$ por segundo y se registra la carga de rotura por flexión. Después de realizar el ensayo el espécimen queda partido en dos piezas; haciendo uso del calibrador pie de rey se mide el espesor mínimo a lo largo del borde de fractura de las piezas.

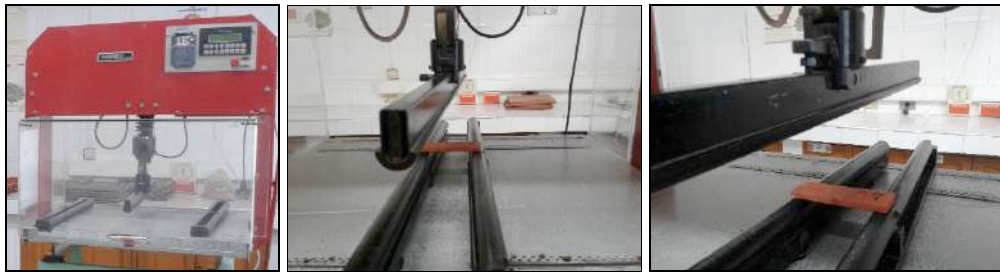


Figura 115. Aplicación ensayo de resistencia a la flexión

La resistencia a la rotura por flexión o resistencia a la flexión, expresada en Newton, se calcula por medio de la Ecuación 20; donde F es carga de rotura de flexión (N), b es el promedio de los anchos del espécimen (mm), L es el espacio entre las barras de soporte (mm) y S es la resistencia a la rotura por flexión (N).

$$S = \frac{FL}{b}$$

Ecuación 20. Resistencia a la rotura por flexión

El módulo de rotura se calcula por medio de la Ecuación 21; donde h es el espesor mínimo del espécimen de ensayo, medido después del ensayo a lo largo del borde de fractura (mm) y R es el módulo de rotura, en N/mm^2 .

$$R = \frac{3FL}{2bh^2} = \frac{3S}{2h^2}$$

Ecuación 21. Módulo de rotura

3.2 Resultados

En las Figuras 116 y 117 se muestran los resultados obtenidos de las muestras analizadas para ensayo de resistencia a la flexión y el módulo de rotura.

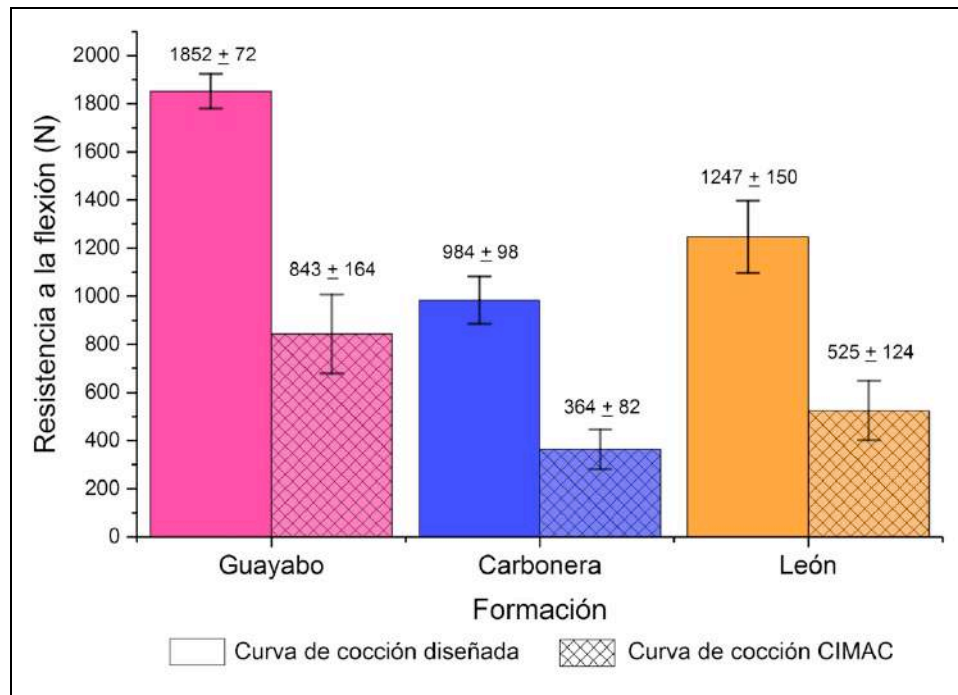


Figura 116. Resistencia a la flexión en las muestras analizadas

Las propiedades mecánicas de los productos cerámicos están estrechamente relacionadas con la porosidad que presente el material, es decir, con la capacidad de absorber agua. Estos dos parámetros permiten conocer si los productos terminados cumplen con los estándares mínimos para ser comercializados.

De los resultados obtenidos se puede destacar que la muestra de la Formación Guayabo es la que presentó los valores más altos, seguida de la muestra de la Formación León y por último la muestra de la Formación Carbonera. Aunque la muestra de la Formación Guayabo no es la que presentó la menor porosidad, se puede inferir que la alta resistencia mecánica presentada se deba a la formación de mullita, la cual le confiere este tipo de beneficio.

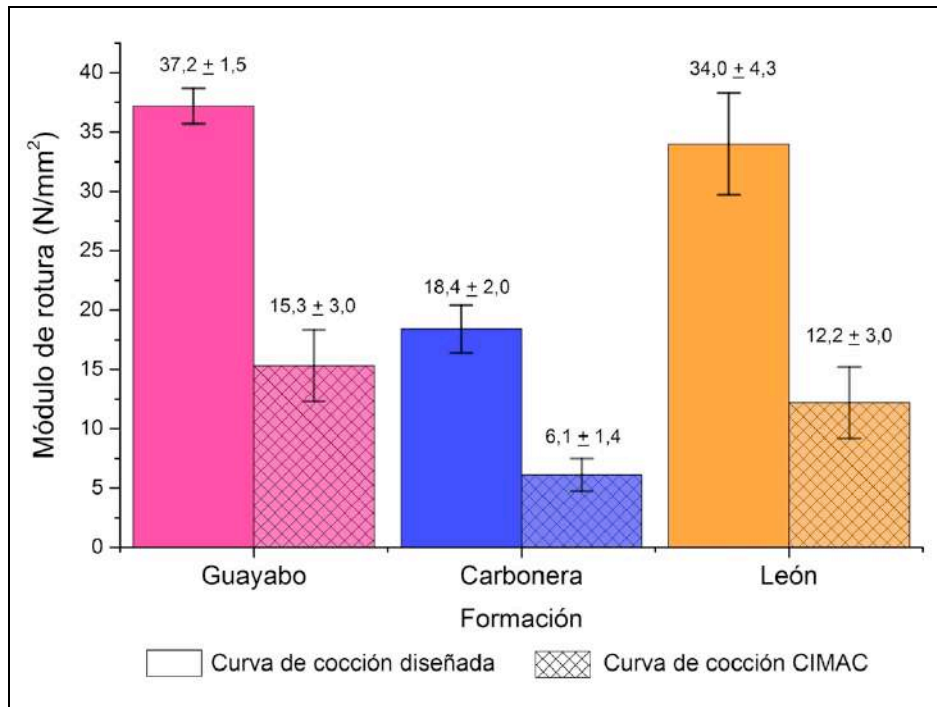


Figura 117. Módulo de rotura en las muestras analizadas

Las especies de mullita se obtienen por dos mecanismos diferentes: una se desarrolla a partir de la espinela (mullita primaria) la cual forma grandes bloques o cristales escamosos, pero este tipo de mullita no beneficia a la resistencia mecánica del producto final. La otra forma es obtenida a partir de la fase amorfa (mullita secundaria) la cual presenta cristales aciculares (agujas) que refuerzan la resistencia mecánica del material (Barba et al., 2002).

En los análisis de DRX a 1100 °C se evidencia que el contenido de mullita es de 3,97%, 5,64% y 5,70% para la muestra de la Formación Guayabo, Formación Carbonera y Formación León, respectivamente. Se debe tener en cuenta que mediante la técnica de DRX no se puede distinguir los tipos de mullita, solo se pueden distinguir mediante microscopia electrónica (Barba et al., 2002).

4 Abrasión profunda

La resistencia mecánica a la abrasión profunda, permite conocer el grado de cohesión interna de un material, respecto a la agresión que se da en la aplicación de una fuerza de rozamiento externa, y al igual que la resistencia mecánica a la flexión, sirve para conocer si los productos fabricados pueden cumplir con los mínimos estándares especificados por las normas nacionales e internacionales para determinados productos (Icontec, 1998d).

4.1 Procedimiento

Se determina siguiendo la metodología planteada en la norma NTC 4321-6 (Icontec, 1998d). El método de ensayo para la determinación de la resistencia a la abrasión profunda en probetas no esmaltadas consiste en efectuar una hendidura con un disco en rotación, que produce una pérdida de material indicando el grado de consistencia del cuerpo cerámico, en cuanto a cohesión de las partículas que lo componen (Figura 118). La resistencia a la abrasión en la pieza se determina por medición de la longitud de la huella producida en la superficie de uso por un disco rotatorio, bajo condiciones dadas y con el empleo de material abrasivo (Figura 119).

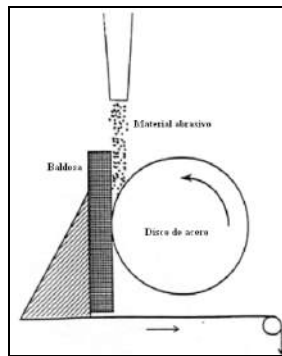


Figura 118. Principio del ensayo de abrasión profunda
Fuente: Icontec, 1998d.

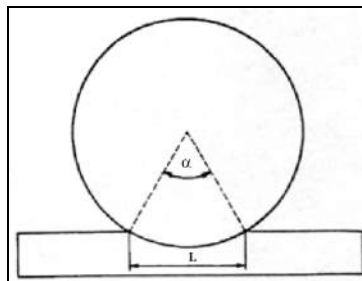


Figura 119. Definición de la huella
Fuente: Icontec, 1998d.

Para realizar el ensayo se toman 10 probetas previamente secas hasta masa constante y se dejan enfriar a temperatura ambiente; se verifica que el material abrasivo (óxido de aluminio blanco fundido con un tamaño de grano F 80, de acuerdo con la norma ISO 8486-1) se alimente uniformemente en la zona de contacto, a una velocidad de (100 ± 10) g/100 r. Posteriormente se coloca la probeta por la cara vista en el abrasímetro marca Gabrielli Technology modelo Cap/3, de forma que el espécimen quede tangente al disco rotatorio, tal como se muestra en la Figura 118; luego se hace rotar el disco por 2 minutos a una velocidad de giro de 75 r/min para formar la primera huella, seguidamente se retira

el espécimen del abrasímetro y se realiza nuevamente el ensayo perpendicular a la primera huella. Finalmente se mide con un calibrador pie de rey la longitud de cada huella L, tal como se indica en la Figura 119.

La resistencia a la abrasión profunda se expresa como el volumen, V, en milímetros cúbicos de material removido, y se calcula a partir de la longitud de la huella L, tal como se muestra a continuación:

Para calcular el ángulo proyectado en el centro del disco rotatorio por la huella, en grados (α), se tiene en cuenta la Ecuación 22; donde L es la longitud de la huella (mm) y d es el diámetro del disco rotatorio (mm).

$$\text{sen}(0,5\alpha) = \frac{L}{d}$$

$$\alpha = 2 \text{sen}^{-1} \left(\frac{L}{d} \right)$$

Ecuación 22. Ángulo proyectado en el centro del disco rotatorio por la huella, en grados

Con la Ecuación 23 se calcula el volumen de material removido para cada huella (mm^3), donde h es espesor del disco rotatorio (mm)

$$V = \left(\frac{\pi\alpha}{180} - \text{sen } \alpha \right) \times \frac{hd^2}{8}$$

Ecuación 23. Volumen de material removido para cada huella

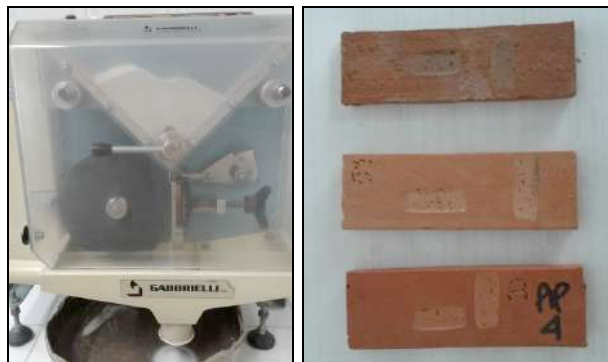


Figura 120. Aplicación ensayo de abrasión profunda

4.2 Resultados

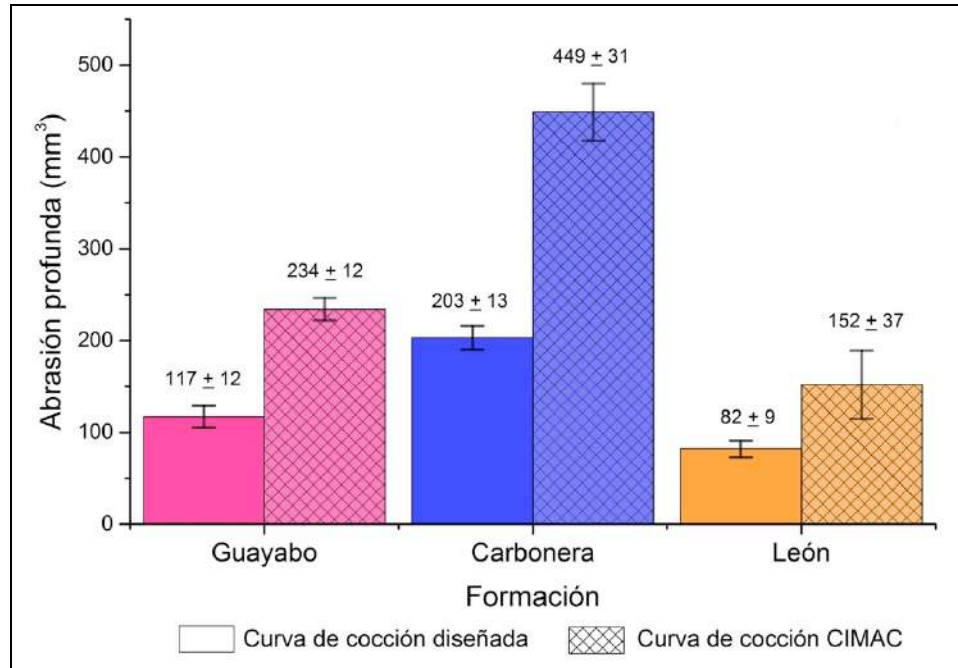


Figura 121. Abrasión profunda en las muestras analizadas

Los resultados obtenidos de abrasión profunda se muestran en la Figura 121, de los cuales se pueden inferir que la muestra de la Formación León es la que presenta mayor grado de cohesión interna de las partículas en el material, por lo tanto, las baldosas cerámicas fabricadas con este material van a presentar menor desgaste por el uso y sirven para ser usadas en ambientes con tráfico pesado, es decir, de continuo uso.

5 Resistencia química

La resistencia química se determina siguiendo la metodología planteada en la norma NTC 4321-13 (Icontec, 1998b). Las probetas se someten a la acción de las soluciones de ensayo y se determina visualmente el ataque después de un periodo definido.

5.1 Procedimiento

Para realizar el ensayo se toman 45 probetas partidas por la mitad, se lavan completamente con agua y se limpia toda la superficie de uso con etanol, luego se secan hasta masa constante y se dejan enfriar a temperatura ambiente.

Las soluciones de ensayo a utilizar son:

- Agentes químicos domésticos: solución de cloruro de amonio a 100g/L.
- Sales de piscina: solución de hipoclorito de sodio a 20 mg/L.
- Ácidos y Alcalis – baja concentración (L): solución de ácido clorhídrico al 3% (v/v), solución de ácido cítrico a 100 g/L y solución de hidróxido de potasio a 30 g/L.
- Ácidos y Alcalis – Alta concentración (H): solución de ácido clorhídrico al 18% (v/v), solución de ácido láctico al 5% (v/v) y solución de hidróxido de potasio a 100 g/mL.

Para cada solución de ensayo se emplean cinco especímenes de la siguiente manera: se sumergen los especímenes de ensayo verticalmente hasta una profundidad de 25 mm en el recipiente que contiene la solución de ensayo, el lado no cortado de cada espécimen queda completamente sumergido, se cubre con envoplast y se mantienen a $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 12 días (Figura 122). Después de este tiempo, los especímenes de ensayo se someten a un chorro de agua durante 5 días y luego se llevan a ebullición durante 30 minutos completamente sumergidos en agua, luego el agua superficial se remueve con una gamuza húmeda y se seca en la estufa ajustada a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Figura 122. Aplicación ensayo de resistencia química

Posteriormente se examinan los especímenes de ensayo a una distancia de 25 cm a 30 cm a simple vista, con el fin de determinar los cambios que ocurrieron en la superficie de uso, en el lado no cortado y en los lados cortados que estuvieron sumergidos. Este examen se realiza con iluminación artificial aproximadamente de 300 lx y las probetas se dividen en las clases que se muestran en la Figura 123, dependiendo de las soluciones de ensayo utilizadas.

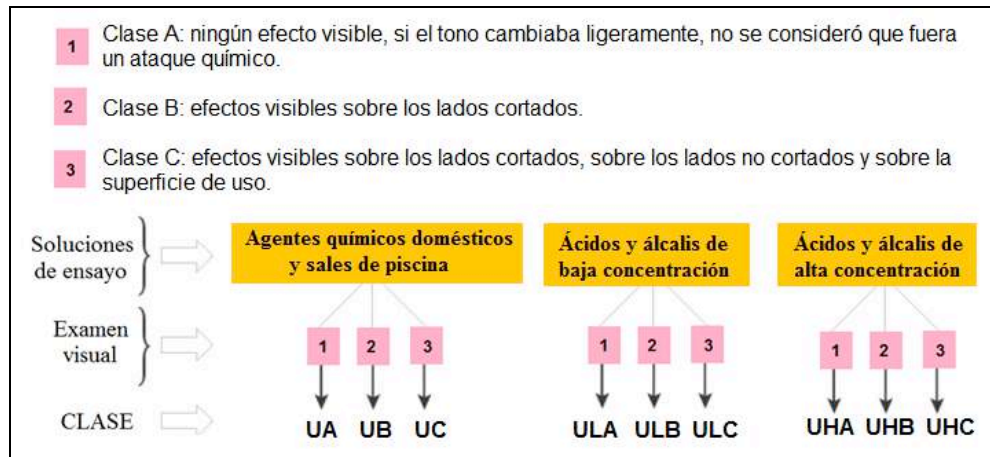


Figura 123. Determinación de clase en las probetas analizadas

Fuente: Institut de Promoció Cerámica, n.d.

5.2 Resultados

Mediante el ensayo de resistencia química se puede determinar si las baldosas cerámicas elaboradas a partir de los materiales arcillosos estudiadas, reaccionan con diferentes reactivos químicos, cuando lo hacen suelen generar manchas en la superficie de uso, lo cual disminuye la calidad estética del material.

Tabla 5. Resistencia química presentada en las muestras analizadas

Formación	Agentes químicos domésticos		Ácidos y álcalis – baja concentración (L)			Ácidos y álcalis – alta concentración (H)		
	Sales de piscina		Ácido clorhídrico 3%	Ácido cítrico 100 g/L	Hidróxido de potasio 30 g/L	Ácido clorhídrico 18%	Ácido láctico 5%	Hidróxido de potasio 100 g/L
Guayabo	UA	UA	ULA	ULA	ULA	UHA	UHA	UHC
Carbonera	UA	UA	ULA	ULA	ULA	UHA	UHA	UHA
León	UA	UA	ULA	ULA	ULA	UHA	UHA	UHC

En la Tabla 5 se presentan los resultados obtenidos, la muestra de la Formación Guayabo y León sólo reaccionaron con la solución de hidróxido de potasio a 100 g/L, formando un

velo blanco sobre la superficie de uso tal como se muestra en la Figura 124 y 125. La muestra de la Formación Carbonera no presentó ningún cambio.

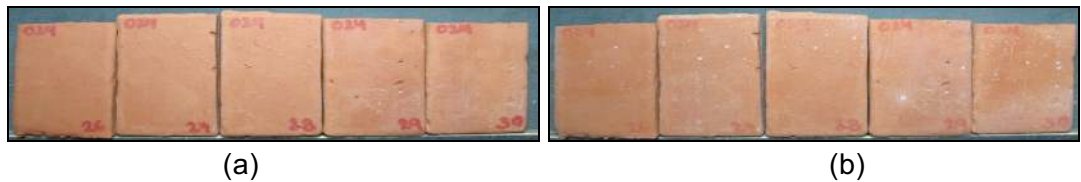


Figura 124. Resistencia química muestra de la Formación Guayabo – Hidróxido de potasio 100g/L: a) Antes del ensayo y b) Después del ensayo

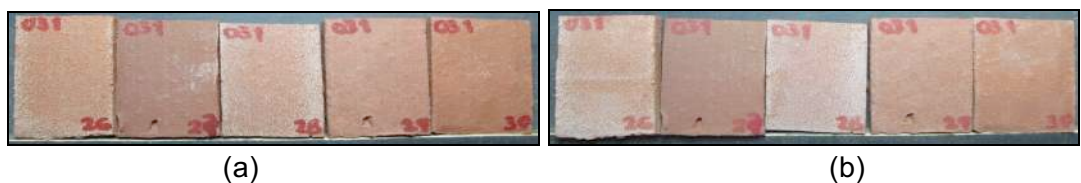


Figura 125. Resistencia química muestra de la Formación León – Hidróxido de potasio 100g/L: a) Antes del ensayo y b) Después del ensayo

6 Eflorescencia

El ensayo de eflorescencias se lleva cabo siguiendo los lineamientos descritos en la norma española experimental UNE 67:029 EX (AENOR. Asociación Española de Normalización y Certificación, 1995).

6.1 Procedimiento

Se toman 6 probetas previamente secas hasta masa constante y se dejan enfriar a temperatura ambiente, cinco de ellas se someten al ensayo y la otra se deja como patrón; en una bandeja se introducen las cinco probetas a ensayar, apoyadas en la tabla de las mismas (Figura 126), dejando la otra cara al descubierto y se separan las probetas entre sí por espacios no inferiores a 5 cm. Luego se adiciona agua destilada de forma que la parte apoyada quede sumegida 2 mm aproximadamente, se mantienen en esta posición durante siete días a una humedad relativa entre 60 % y 80 %, a una temperatura de $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y con ausencia de corrientes de aire; todos los días se le adiciona agua destilada con el fin de mantener el nivel de agua inicial (Figura 127).

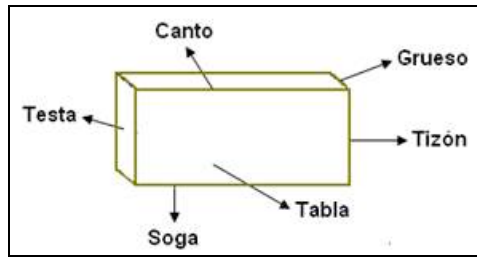


Figura 126. Partes de las probetas elaboradas
 Fuente: Vivianne Cáceres, Sánchez M., Rozo, & Monroy, 2013.

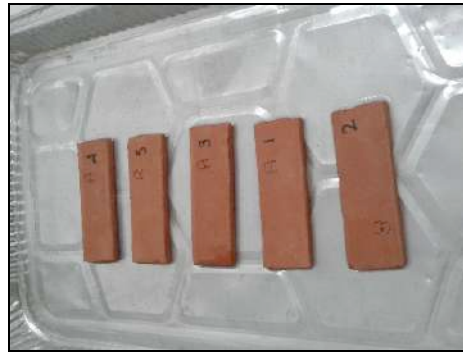


Figura 127. Aplicación ensayo de eflorescencia

Transcurridos los siete días, se sacan las probetas del agua y se mantienen durante 24 horas en el ambiente del laboratorio, posteriormente se introducen en el secadero las cinco probetas ensayadas y la probeta patrón durante 24 horas, luego se analizan las muestras.

La evaluación del grado de eflorescencia de cada probeta se realiza por comparación con la probeta patrón, para esto se evalúa cada probeta teniendo en cuenta su capacidad de eflorescer. Los factores que se consideraron son la intensidad de la eflorescencia y la superficie afectada, combinando ambos parámetros, la calificación individual de cada probeta se realiza a través de la Tabla vvv y la calificación de la muestra correspondió al mayor número de piezas de la misma. En función de la intensidad se distinguen las siguientes clases: a) Velo fino, se define como una capa de eflorescencia muy fina y semitransparente sólo discernible por comparación con la probeta patrón; b) Velo grueso, es una capa de eflorescencia fina con cierta transparencia y c) Mancha, es una capa de eflorescencia de espesor variable y opaca.

Tabla 6. Evaluación de eflorescencias

Intensidad	Superficie afectada		
	> 25%	> 5% hasta 25%	< 5%

Velo fino	Ligeramente eflorescido	No eflorescido	No eflorescido
Velo grueso	Eflorescido	Ligeramente eflorescido	Ligeramente eflorescido
Mancha	Muy eflorescido	Eflorescido*	Ligeramente eflorescido

* Cuando la mancha afecte sólo a vértices y aristas el ladrillo se calificará como ligeramente eflorescido.

Fuente: AENOR. Asociación Española de Normalización y Certificación, 1995.

6.2 Resultados

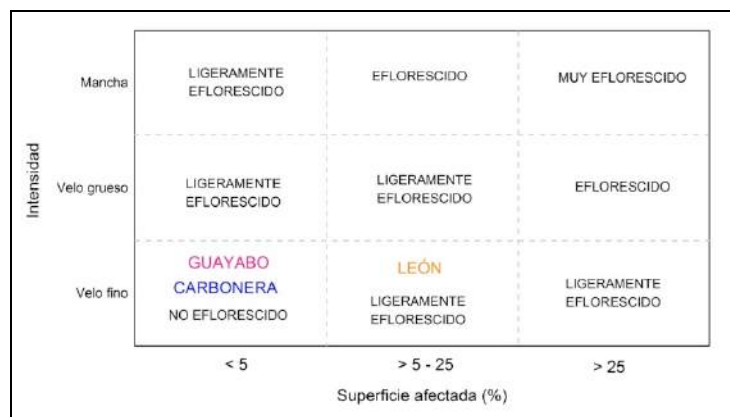


Figura 128. Eflorescencias presentadas en las muestras analizadas

En la Figura 128 se muestran los resultados obtenidos de los análisis de eflorescencia para las muestras estudiadas. La muestra de la Formación Guayabo presenta un velo muy fino de color amarillo en la superficie de uso, se considera no eflorescido ya que la superficie afectada fue menor al 5%. Estas eflorescencias son características de los compuestos de vanadio, molibdeno y el hierro; concentraciones inferiores al 0,01% de V₂O₅ pueden generar problemas de eflorescencias. La ventaja es que este tipo de eflorescencias son muy solubles en medio ácido, lo que se pueden lavar los productos cerámicos con una solución diluida de ácido clorhídrico y para evitarlas en la preparación de la pasta cerámica se le puede adicionar fluorita (CaF₂) (Abajo, 2000).

En la Figura 129 se muestran las probetas después de realizado el ensayo. La muestra de la Formación León presenta una ligera eflorescencia de color blanco, la cual está asociada a la concentración de sulfatos solubles que presenta la muestra.

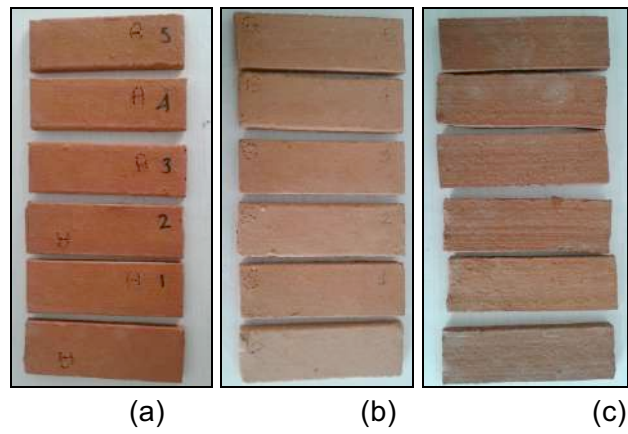


Figura 129. Probetas después de realizado el ensayo de eflorescencia: a) Formación Guayabo; b) Formación Carbonera y c) Formación León