

IMPLEMENTACIÓN DEL COMPONENTE PRÁCTICO EN LA ASIGNATURA
MATERIALES REFRACTARIOS

LUIS GABRIEL MORA SUÁREZ
TATIANA MELISSA PINTO SANABRIA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2019

IMPLEMENTACIÓN DEL COMPONENTE PRÁCTICO EN LA ASIGNATURA
MATERIALES REFRACTARIOS

LUIS GABRIEL MORA SUÁREZ
TATIANA MELISSA PINTO SANABRIA

Trabajo de grado (Modalidad: Práctica en docencia) para optar al título de
Ingeniero Metalúrgico

Director
PhD. ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA
Doctora en Ciencia y Tecnología de Materiales

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2019

DEDICATORIA

A mi inspiración y razón de vida, nuestro Señor Jesús, por darme siempre más de lo que merezco. A mi familia por su compañía y respaldo incondicional en cada momento. A mi compañera de proyecto, Tatiana Pinto, por su dedicación y esfuerzo.

Luis Gabriel Mora Suárez

*A Dios, por ser mi guía y mi fortaleza.
A mi madre, por su apoyo incondicional, por su ejemplo y cariño.
A mi padre, por sus consejos y su amor incondicional.
Para ustedes y por ustedes, gracias por siempre creer en mí.
A mis amigos Yuna, Nestor, Santi y Luisca, por hacer de esta etapa una experiencia única e inolvidable, siempre tendrán una parte de mí.
A mi compañero Luis Gabriel, por su confianza y apoyo durante la realización de este proyecto.*

Tatiana Melissa Pinto Sanabria

AGRADECIMIENTOS

El cantante Lionel Hampton decía que la gratitud se da cuando la memoria se almacena en el corazón en vez de la mente, hoy hacemos propias esas palabras, porque lo vivido a lo largo de la planeación y realización de todo este proyecto académico nos ha dejado recuerdos no solo en el intelecto sino en nuestros corazones. Por esto y por más, miles de gracias.

A nuestra directora de proyecto, Elcy María Córdoba Tuta, por su fiel orientación para con nosotros. Cada uno de sus consejos y paciencia desbordada logró que consiguiéramos un excelente resultado. A los técnicos de laboratorio, Sergio Gonzáles y Ambrosio Carrillo, porque su disposición y servicio desinteresado a lo largo del desarrollo de este proyecto y durante todo nuestro proceso de formación, quienes nos enseñaron a ser más que profesionales, mejores personas. Al Laboratorio de Microscopía y al Laboratorio de Rayos X del Parque Tecnológico Guatiguará por compartir con nosotros sus conocimientos y abrirnos las puertas. Al Grupo de Investigación GIMAT por su disponibilidad y ayuda en el proceso técnico.

Hoy les damos las gracias a todas y cada una de las personas que intervinieron para que estas palabras pudiesen estar escritas en este libro, que se convierte en nuestra llave de entrada al campo profesional.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág
INTRODUCCIÓN	17
1. OBJETIVOS	18
2. ANTECEDENTES	19
2.1. MATERIALES REFRACTARIOS	19
1.1.1. TEMPERATURA DE FUSIÓN Y ABLANDAMIENTO.	20
1.1.2. RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.	20
1.1.3. RESISTENCIA AL ATAQUE QUÍMICO.	21
2.2. PRÁCTICAS DE LABORATORIO	21
2.3. ALCANCE DEL PROYECTO	22
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	22
3.1. EVALUACIÓN DEL CONTENIDO DE LA ASIGNATURA PARA ESTABLECER LA TEMÁTICA DE LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO	22
3.2. DISEÑO DE GUÍAS DE LABORATORIO	23
3.3. PRUEBA PILOTO DE LAS GUÍAS DE LABORATORIO	23
3.4. IDENTIFICACIÓN DEL ESTADO ACTUAL Y NECESIDADES DEL LABORATORIO DE MATERIALES REFRACTARIOS	24
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	24
4.1. TEMÁTICA ESCOGIDA PARA LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO	24

4.2.	DISEÑO DE LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO Y PRUEBA PILOTO DE LAS MISMAS.	26
4.2.1.	Práctica 1. Preparación física de materias primas cerámicas para la fabricación de ladrillos refractarios y determinación de la densidad real por el método del picnómetro.	26
4.2.2.	Práctica 2. Caracterización química y mineralógica de materias primas cerámicas para la fabricación de ladrillos refractarios por las técnicas DRX y FRX.	27
4.2.3.	Práctica 3. Determinación de la plasticidad de materias primas cerámicas a través de los límites de Atterberg.	29
4.2.4.	Práctica 4. Determinación del comportamiento termofísico de materias primas cerámicas a través de las técnicas TGA y DSC.	30
4.2.5.	Práctica 5. Preparación de pastas cerámicas y conformación de refractarios por prensado.	32
4.2.6.	Práctica 6. Caracterización física de ladrillos refractarios. Determinación de la absorción de agua, porosidad, gravedad específica aparente y densidad real.	35
4.2.7.	Práctica 7. Caracterización mecánica de ladrillos refractarios.	36
4.2.8.	Práctica 8. Caracterización química y mineralógica de ladrillos refractarios por las técnicas DRX y FRX.	37
4.2.9.	Práctica 9. Evaluación de la resistencia al choque térmico de ladrillos refractarios.	38
4.2.10.	Práctica 10. Evaluación de la resistencia al ataque por escoria de productos refractarios.	39
4.2.11.	Práctica 11. Estudio ceramográfico post-mortem de un ladrillo refractario corroído.	41
4.3.	INVENTARIO Y PROPUESTA DE INVERSIÓN	44
5.	CONCLUSIONES	46

6.	RECOMENDACIONES	47
	BIBLIOGRAFÍA	48
	ANEXOS	52
	BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA	103

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Plasticidad de las mezclas de arcilla-chamota.	29
Tabla 2. Contenido de agua para la fabricación de las pastas cerámicas.....	33
Tabla 3. Propiedades físicas de los especímenes de prueba para la Mezcla A.....	36

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Distribución de tamaño de partícula en a) Arcilla, b) Chamota.	27
Figura 2. Difractogramas de la Arcilla y Chamota (Q: cuarzo, K: caolinita, S: silicato de aluminio, L: clorita, V: moscovita, G: Gibbsita, M: mullita, C: cristobalita, N: corindón).	28
Figura 3. Diagrama de Casagrande (A (▲), B (●), C (◆)).	30
Figura 4. Curva DSC de a) Arcilla, b) Chamota.	31
Figura 5. Molde metálico para la fabricación de ladrillos refractarios por el método de prensado.	33
Figura 6. Defectos ocasionados por el prensado de las pastas cerámicas a) extrusión de la pasta b) expulsión de agua que conforma la pasta.	34
Figura 7. Ladrillos refractarios a) En verde, b) Luego de su secado y sinterización.	34
Figura 8. Cambio volumétrico de los ladrillos refractarios.	35
Figura 9. Fractura de las probetas de ensayo.	36
Figura 10. Caracterización mecánica de los ladrillos refractarios obtenidos.	37
Figura 11. Difractograma de los ladrillos refractarios sinterizados a 1500°C. (Q: cuarzo, M: mullita, C: cristobalita).	38
Figura 12. Caracterización física de los ladrillos cerámicos obtenidos antes y después de realizado el choque térmico.	39
Figura 13. Ladrillos refractarios después de realizada la prueba de resistencia al ataque por escoria a) vista superior, b) sección transversal.	41

Figura 14. Micrografías SEM obtenidas para los refractarios de a) 100% arcilla, b) 80% arcilla-20% chamota y c) y d) 60% arcilla-40% chamota y e) microanálisis EDS para el ladrillo 60% arcilla-40% chamota.....	42
Figura 15. Sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$	43

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Libro de guías para el laboratorio de Materiales Refractarios.....	52
Anexo B. Ficha técnica de la arcilla y chamota.	94
Anexo C. Fotografías del procedimiento con la cazuela Casagrande.....	96
Anexo D. Variaciones dimensionales de los ladrillos durante su tratamiento térmico.....	97
Anexo E. Fotografías de la planta física del laboratorio de Materiales Refractarios.....	98
Anexo F. Inventario de los elementos, equipos y elementos de seguridad disponibles en el Laboratorio de Materiales Refractarios.....	99
Anexo G. Listado de los equipos y materiales que se requieren en el laboratorio de Materiales Refractarios.	101

RESUMEN

TÍTULO: IMPLEMENTACIÓN DEL COMPONENTE PRÁCTICO EN LA ASIGNATURA DE MATERIALES REFRACTARIOS *

AUTORES: Mora Suarez, Luis Gabriel y Pinto Sanabria, Tatiana Melissa **

PALABRAS CLAVES: Trabajo de grado, formato del documento, guía de escritura, ética para autores

DESCRIPCIÓN: El alcance del presente trabajo de grado fue el diseño de las guías de laboratorio para la asignatura Materiales Refractarios del programa de Ingeniería Metalúrgica y el diagnóstico de la existencia y estado de materiales, insumos, equipos y de la planta física requerida para desarrollar las actividades prácticas del laboratorio. Las guías se elaboraron tomando como base el contenido del componente teórico de la materia y la revisión bibliográfica sobre la misma, así como los equipos y materiales con los que se cuenta en la Escuela y en algunos laboratorios de la Universidad. Las pruebas piloto realizadas para cada una de las prácticas permitieron ajustar los procedimientos propuestos, asegurando así el cumplimiento de los objetivos de cada una de ellas. Se diseñaron 11 prácticas de laboratorio, incluyendo la caracterización física, química, mineralógica y térmica de dos materias primas silicoaluminosas (arcilla refractaria y chamota), la conformación de ladrillos refractarios por el método de prensado y su tratamiento térmico en dos etapas, secado y sinterización. Así mismo entre las guías diseñadas se incluyó la caracterización física, química, mineralógica y termomecánica de los ladrillos refractarios, así como su resistencia a la corrosión por escorias. En las guías elaboradas se incluyeron preguntas que los estudiantes deben responder a partir de los resultados obtenidos en las prácticas y del análisis bibliográfico, con ello se espera desarrollar o potenciar la capacidad de análisis de los estudiantes. Finalmente se elaboró una lista de materiales y equipos de los cuales carece el laboratorio de Materiales Refractarios y que son necesarios para el desarrollo de las prácticas, para ello se tuvo en cuenta el número de estudiantes que cursan la asignatura semestralmente. Dentro de este diagnóstico, también se incluyó el estado actual y las necesidades en cuanto a la planta física y la seguridad en el laboratorio.

*Proyecto de grado (Modalidad: Práctica en docencia.)

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Director: Ph.D. Elcy María Córdoba Tuta

ABSTRACT

TITLE: IMPLEMENTATION OF THE PRACTICAL COMPONENT UN THE SUBJECT OF REFRACTORY MATERIALS *

AUTHORS: Mora Suarez, Luis Gabriel y Pinto Sanabria, Tatiana Melissa **

KEYWORDS: Degree project, format document, writing guide, ethics for authors

DESCRIPTION: The scope of the present work of degree was the design of the laboratory guides for the subject Refractory Materials of the Metallurgical Engineering program and the diagnosis of the existence and condition of materials, supplies, equipment and physical plant required to develop practical activities from the laboratory. The guides were prepared based on the content of the theoretical component of the subject and the bibliographic review on it, as well as the equipment and materials that are available in the School and in some laboratories of the University. The pilot tests carried out for each of the practices allowed adjusting the proposed procedures, thus ensuring compliance with the objectives of each of them. 11 laboratory practices were designed, including the physical, chemical, mineralogical and thermal characterization of two silicoaluminous raw materials (refractory clay and chamotte), the formation of refractory bricks by the pressing method and its two-stage thermal treatment, drying and sintering. Also, among the designed guides was included the physical, chemical, mineralogical and thermomechanical characterization of the refractory bricks, as well as their resistance to slag corrosion. In the elaborated guides questions were included that the students must respond from the results obtained in the practices and of the bibliographic analysis, with this it is hoped to develop or to enhance the capacity of analysis of the students. Finally, a list of materials and equipment was prepared, which the refractory materials laboratory lacks and which are necessary for the development of the practices, for which the number of students taking the subject every six months was taken into account. Within this diagnosis, the current status and needs regarding the physical plant and safety in the laboratory were also included.

*Degree project (modality, for example: research project, business practice, etc.)

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Adviser: Ph.D. Elcy María Córdoba Tuta.

INTRODUCCIÓN

El Consejo Directivo de la Universidad Industrial de Santander, mediante el Acuerdo No. 034 del 2 de junio de 1954, creó la primera Facultad de Ingeniería Metalúrgica del país, a la luz de las necesidades de desarrollo tecnológico en esta área. En la actualidad, y pasados 64 años desde su creación, el programa mantiene sus raíces metalúrgicas, dado que el país mantiene la necesidad de desarrollo en dicho campo. No obstante lo anterior, el plan de estudios del programa se ha actualizado tomando como base los resultados de los procesos periódicos de autoevaluación. En este sentido, el 28 de febrero de 2006, mediante Resolución No. 035, el Consejo Académico de la Universidad aprobó la Reforma Académica del programa. Tal reforma modernizó el plan de estudios, introduciéndose nuevas asignaturas, tales como Materiales Refractarios, Materiales Cerámicos y Materiales Poliméricos, incluidas en el Plan 10.

Pasados 7 años desde la modificación al plan de estudios, en el 2013, quedó en evidencia que la asignatura de Materiales Refractarios de gran importancia para el programa, dado que en ella convergen áreas tradicionales de la metalurgia (pirometalurgia y fundición) con la ciencia e ingeniería de materiales, requería de un componente práctico para el reforzamiento y la mejora del aprendizaje de los estudiantes. En tal sentido, en el plan de estudios 22 (con vigencia actual), se formalizó la inclusión del componente práctico a la materia, código 27168, quedando con una intensidad horaria de 3 horas teóricas y 2 horas prácticas.

De acuerdo con esto, desde el primer semestre del 2018, los estudiantes matriculados en la asignatura Materiales Refractarios han recibido clases prácticas en la misma, las cuales han girado en torno al desarrollo de un mini-proyecto de investigación sobre la fabricación y caracterización de un material cerámico. Dada la carencia en infraestructura y materiales para desarrollar las practicas del laboratorio, la temática específica del mini proyecto ha sido libre y limitada a los recursos que consigan los estudiantes. Tal realidad evidencia la necesidad de acondicionar la infraestructura física del laboratorio, adquirir los equipos y materiales necesarios y diseñar las guías del laboratorio, con el fin de mejorar el proceso de enseñanza-aprendizaje en el mismo. Por tanto, el alcance del presente trabajo de grado fue hacer un diagnóstico de los recursos actuales del laboratorio y el diseño de las guías del componente practico de la asignatura Materiales Refractarios.

1. OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Implementar el componente práctico en la asignatura Materiales Refractarios.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar el contenido de la asignatura para establecer la temática de las prácticas de laboratorio y las competencias a desarrollar en el estudiante.
- Diseñar las guías del laboratorio de Materiales Refractarios.
- Diagnosticar el estado de la planta física, existencia y estado de equipos, materiales e implementos de seguridad en el laboratorio.

2. ANTECEDENTES

Los materiales cerámicos han hecho parte de la humanidad desde las épocas más remotas; se tiene la idea de que, una vez el hombre primitivo dominó el fuego observó que, al extinguirse la hoguera, el suelo arcilloso quedaba endurecido. Así mismo observo que este tipo de tierra, una vez humedecida, admitía cambios de forma al aplicarle presión, lo que más tarde se conoció como plasticidad. Es así que la curiosidad y la inventiva de los humanos los condujo a elaborar objetos, bien sea ornamentales o utilitarios, que tras endurecerlos por la acción del fuego eliminaron irreversiblemente la plasticidad y lograron una consistencia rocosa¹. Sin embargo, no ha sido sino hasta la segunda mitad del siglo XX que se ha presentado una transformación en el pensamiento que se tenía sobre los materiales. Hasta ese tiempo, cada uno de los grandes sectores industriales de los materiales -cerámica, cemento, vidrio, metalúrgica, etc.- vivían por aparte los problemas del desarrollo industrial². Al adaptar el concepto de Ciencia de Materiales, se lograron eliminar las barreras que existían entre unos sectores de los materiales y otros, reforzando el concepto de material sin limitarse a una rama en específico, alcanzando de esta manera un conocimiento más profundo sobre el tema e impulsando la creación de nuevos materiales, lo que ha permitido en muchas industrias, mejorar sus procesos y aumentar el rendimiento². Ejemplo típico de esto último lo constituyen las industrias metalúrgicas, en las cuales es evidente la importancia de los materiales cerámicos, en especial de los refractarios, para el funcionamiento eficiente de sus hornos.

2.1. MATERIALES REFRACTARIOS

Pueden existir diversas maneras de definir lo que se entiende por un material refractario. Así, según la Real Academia de la Lengua se define material refractario como aquel cuerpo que resiste la acción del fuego sin cambiar de estado ni descomponerse. Por tanto, se considera como material refractario a todo aquel compuesto o elemento que es capaz de conservar sus propiedades físicas, químicas y mecánicas a elevada

¹ GÜETO J. M., Tecnología de los materiales cerámicos. Ediciones Díaz de Santos, 2005.

² GARCÍA VERDUCH A., Cerámica tradicional y no tradicional. 1994.

temperatura. La norma española UNE (150 R836-68) define a los materiales refractarios como a aquellos productos naturales o artificiales cuya refractariedad es igual o superior a 1500°C. Es decir, resisten esas temperaturas sin fundir o reblandecer. Una definición “ampliada”, que hace mención al hecho de que no es solo la resistencia a la temperatura lo que se exige a un material refractario, es la siguiente; Materiales capaces de resistir temperaturas elevadas conservando al mismo tiempo buenas propiedades operativas frente a las sollicitaciones presentes en hornos y reactores industriales. A partir de esta definición se puede dar una definición tecnológica como sigue: todo material capaz de soportar, a temperaturas elevadas, las condiciones del medio en que está inmerso, durante un periodo de tiempo económicamente rentable, sin deterioro excesivo de sus propiedades fisicoquímicas³. Entre las principales características de los materiales refractarios a controlar se tienen:

1.1.1. TEMPERATURA DE FUSIÓN Y ABLANDAMIENTO. Como ocurre con los metales y plásticos, la temperatura de fusión da una idea rápida, aunque aproximada, sobre las temperaturas máximas de servicio. El punto de fusión indicará si un material conviene o no utilizarlo por encima de esa temperatura, pero no constituye por sí solo un criterio determinante de utilización ya que esta vendrá ligada a la posibilidad de soportar cargas de uso a esa temperatura, así como las acciones químicas⁴.

1.1.2. RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO. Gran parte de las aplicaciones de los materiales refractarios implican la existencia de gradientes de temperatura variables con el tiempo, los cuales producen dilataciones en las piezas y así mismo tensiones las cuales si llegan a superar la tensión de fractura del material pueden llegar a producir una fractura en el mismo⁵. La resistencia al choque térmico indica la capacidad que tiene un material para resistir cambios bruscos en cuanto a magnitud y tiempo, de la temperatura, la cual es decisiva en la utilización de los refractarios ya que las tensiones provocadas

³ WERKE AG. “Materiales Refractarios”. Laboratorio de cementos Curso 2004-2005

⁴ ANGIOLANI A. fundamentos químicos y tecnológicos. Andres Bello (1960).

⁵ VETTER PARODI L., et al. Los hornos metalúrgicos 2008, no 37 (3), p. 451-475.

pueden dar lugar a la formación de grietas y finalizar en la rotura. La resistencia al choque térmico es función del coeficiente de expansión térmica, del módulo de elasticidad y de la resistencia mecánica⁶.

1.1.3. RESISTENCIA AL ATAQUE QUÍMICO. Cualquier sustancia en contacto con un refractario a alta temperatura puede reaccionar con él, esto es particularmente importante en presencia de metales fundidos, escorias y cenizas. Si el producto de la reacción tiene un punto de fusión más bajo que el refractario, como sucede cuando escoria y refractario presentan un carácter diferente, se forman eutécticos de bajo punto de fusión, disminuyendo la vida del refractario. La resistencia de los refractarios a las escorias está determinada primeramente por las condiciones de equilibrio. Los óxidos refractarios comunes son los mismos óxidos que forman las escorias, por lo que muy raramente es posible hallar un refractario que sea insoluble en la escoria.

2.2. PRÁCTICAS DE LABORATORIO

La práctica de laboratorio es un estilo o tipo de enseñanza basada en una experiencia por medio de la cual se ponen en debate y análisis tanto conocimientos como habilidades de una o más disciplinas. El objetivo, es adquirir habilidades a través de un conjunto de conceptos, procedimientos, métodos y tecnologías que permiten su ejecución. Otra de las características son la obtención de datos experimentales, interpretación de esta información y exposición coherente de los resultados para obtener conclusiones, garantizando un trabajo individual a través de la práctica⁷.

De acuerdo a esto, es importante que la metodología aplicada permita combinar la experimentación con la teoría y así mismo señalar la relación de los componentes que hacen parte de la situación a tratar. En cuanto al nivel pedagógico es preciso que se emplee un modelo acorde a las prácticas de laboratorio, se hace indispensable incluir el modo de enseñanza mediante un método práctico y así mismo hacer un

⁶ NEIRA P. C., Refractarios: un aspecto clave en la industria del cemento. *Materiales de Construcción*, 1985, vol. 35, no 199, p. 13-25.

⁷ GUTIERREZ M., BARBÉS F., GOÑI G. A., PARRA R., & VERDEJA L., “Los ensayos de corrosión de refractarios en laboratorios 2002.

registro sistémico⁸. De esta forma se logrará promover las habilidades del estudiantado al momento de resolver problemas, planificar experimentos o actividades para la solución de dichas situaciones y una mejor interpretación de los resultados a favor y en contra de las teorías a evaluar. Ahora bien, es prioridad hacer uso de la claridad, viabilidad y aplicación en el diseño de las guías de laboratorio para facilitar la actividad práctica, lo que dará como resultado un material didáctico que sustente el proceso enseñanza y aprendizaje⁸.

2.3. ALCANCE DEL PROYECTO

Con el desarrollo del presente proyecto se pretendió lo siguiente: evaluar el contenido de la asignatura y de esta manera establecer la temática de las prácticas y diseñar el manual de laboratorio y con ello las competencias a desarrollar en el estudiante. Así mismo, se deseaba realizar un diagnóstico sobre el estado de la planta física, existencia y estado de equipos, materiales e implementos de seguridad necesarios para poder realizar satisfactoriamente cada una de las prácticas, tal información servirá de base para elaborar una propuesta de proyecto de inversión para la dotación del laboratorio de materiales refractarios.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

A continuación, se detallan las cuatro etapas y las actividades llevadas a cabo para el cumplimiento de cada uno de los objetivos del proyecto.

3.1. EVALUACIÓN DEL CONTENIDO DE LA ASIGNATURA PARA ESTABLECER LA TEMÁTICA DE LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

Esta primera etapa se dividió en dos actividades, la revisión bibliográfica y la evaluación del contenido de la asignatura. Se hizo uso del material bibliográfico disponible tanto en la Universidad Industrial de Santander como en la WEB sobre todo lo relacionado con Materiales Refractarios y Pedagogía, que pudieran ser de utilidad para el desarrollo del proyecto.

⁸ SUÁREZ J. D. A., & MENDOZA M. A. M., Guía de elaboración de un manual de prácticas de laboratorio, taller o campo: asignaturas teórico prácticas (2006).

Teniendo en cuenta el programa teórico dispuesto para la asignatura de Materiales Refractarios, se realizó una evaluación sobre todo el contenido y se determinaron los temas a abordar en el laboratorio, con el fin de que estos pudieran aportar herramientas al estudiantado sobre las principales propiedades de los refractarios y llevarlos a un ambiente práctico en el cual se pueda aplicar lo aprendido en la teoría.

3.2. DISEÑO DE GUÍAS DE LABORATORIO

A partir de los resultados obtenidos en la etapa anterior, se realizaron dos actividades para cumplir con esta etapa, se estableció la temática de las guías y se diseñaron las guías de laboratorio. Habiendo estudiado el contenido de la materia, se definieron los temas a abordar en cada una de las prácticas de laboratorio sumado con algunos factores como lo son: la cantidad de alumnos, el método pedagógico, la intensidad horaria, la disponibilidad de recursos en el laboratorio y la facilidad de acceso a materias primas.

Teniendo en cuenta que se trata de una asignatura de pregrado, se realizó el diseño de las guías de laboratorio para cada una de las prácticas, en las cuales se incluyó la aplicación de normas nacionales y/o internacionales específicas, con el fin de brindar a los estudiantes las prácticas que permitan confrontar y afianzar el conocimiento de la asignatura y así mismo promover la investigación.

3.3. PRUEBA PILOTO DE LAS GUÍAS DE LABORATORIO

En esta etapa se desarrollaron los experimentos correspondientes para cada una de las guías planteadas y se comprobó que la actividad se pudiera realizar de forma repetitiva, evaluando cada uno de los aspectos y parámetros de interés que pudieran surgir al desarrollar cada una de las prácticas. Se realizaron pruebas piloto de las prácticas diseñadas con la finalidad de comprobar y verificar la estructura y la viabilidad de lo que se pretende enseñar en cada práctica de laboratorio, por lo cual se desarrollaron cada una de las prácticas planteadas en las guías, siguiendo cada uno de los parámetros establecidos y corroborando de esta manera que pudieran ser llevadas a cabo y poder tener como resultado lo estudiado de manera previa en la teoría.

3.4. IDENTIFICACIÓN DEL ESTADO ACTUAL Y NECESIDADES DEL LABORATORIO DE MATERIALES REFRACTARIOS

Con el fin de cumplir la necesidad de crear un laboratorio de Materiales Refractarios en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales que satisficiera las necesidades de formación en el área de los Materiales Refractarios, se realizó un inventario de los equipos y materiales con los que cuenta el laboratorio actualmente, posteriormente se realizó una identificación del estado de los equipos, lo que permitió estudiar la viabilidad de realizar un proyecto de inversión que busque mejorar las condiciones del laboratorio

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. TEMÁTICA ESCOGIDA PARA LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

Con la inclusión del componente práctico en la asignatura Materiales Refractarios, los estudiantes se ven inmersos en la educación científica, en la cual el laboratorio es su elemento más distintivo y a través del cual el estudiante aprende a desarrollar habilidades de tipo manual, tomar datos (cuántos y en qué secuencia), realizar un análisis de datos, representar gráficas, distinguir el sistema real del ideal y conocer el origen de las fuentes de error. De acuerdo con Solaz (1990), el estudiante debe percibir la práctica como un pequeño trabajo de investigación, por lo que una vez terminada debe elaborar un informe para su evaluación⁹.

Se revisó el programa del componente teórico de la asignatura, el cual se divide en tres capítulos principales: Introducción a los Materiales Cerámicos, Diagramas de fases en sistemas cerámicos y Materiales Refractarios. En el primer capítulo se hace un acercamiento al estudiante a los materiales cerámicos, incluyendo aspectos tales como definiciones, historia, clasificaciones, propiedades, conformación y caracterización de este tipo de materiales, dentro del cual se incluyen los refractarios.

⁹ SOLAZ J. J. Una práctica con el péndulo transformada en investigación. Revista Española de Física, V-4, N° 3, (1990), págs. 87-94.

El Segundo capítulo, se centra en el estudio de los diagramas ternarios aplicados a sistemas cerámicos, incluyéndose la construcción y las características de los diagramas, así como el análisis del enfriamiento de líquidos cerámicos ternarios. Los conceptos aprendidos en este capítulo son utilizados en el tercero para el análisis de la corrosión de los refractarios. El tercer y último capítulo incluye el estudio de los diferentes tipos de refractarios, su aplicación, normas para su caracterización y su corrosión en hornos metalúrgicos.

Después de analizar el contenido de la asignatura, los requerimientos laborales y las características propias del Laboratorio de Materiales Refractarios y el Programa de Ingeniería Metalúrgica se seleccionaron once temas para el desarrollo de las nuevas prácticas de laboratorio. A partir de cada uno de estos temas se diseñaron las guías del laboratorio de Materiales Refractarios, para las cuales se tomaron dos materias primas de interés ingenieril para su estudio (Arcilla Refractaria y Chamota). Una vez seleccionados cada uno de los temas y diseñadas las prácticas, se realizaron las pruebas de laboratorio con el fin de comprobar y ajustar cada uno de los parámetros experimentales que deben tener en cuenta los estudiantes a la hora de realizar cada práctica. Se establecieron cantidades de materia prima ideales, las mezclas más convenientes, las cantidades de agua ideales para la elaboración de los ladrillos, presión durante el conformado, temperatura y tiempos de secado y cocción, la duración aproximada de cada práctica, la reproducibilidad y repetitividad de los resultados obtenidos en cada uno de los ensayos.

Una vez se probaron y corroboraron cada uno de los parámetros a tener en cuenta para la correcta realización de las prácticas, se procedió a la elaboración del **“Libro de Guías para el laboratorio de Materiales Refractarios”** que se encuentra adjunto en el Anexo A. Las guías se modificaron y diseñaron teniendo en cuenta las horas destinadas para la parte práctica de la asignatura de Materiales Refractarios, los resultados obtenidos en el desarrollo del proyecto se dieron a partir de la realización de cada actividad y su debida corrección. Es importante resaltar que, en cada una de las prácticas se variaron y modificaron parámetros con el fin de encontrar las mejores condiciones para la correcta

realización de las actividades y la enseñanza dentro del laboratorio. A continuación, se realizará una descripción de los resultados obtenidos para cada una de las guías.

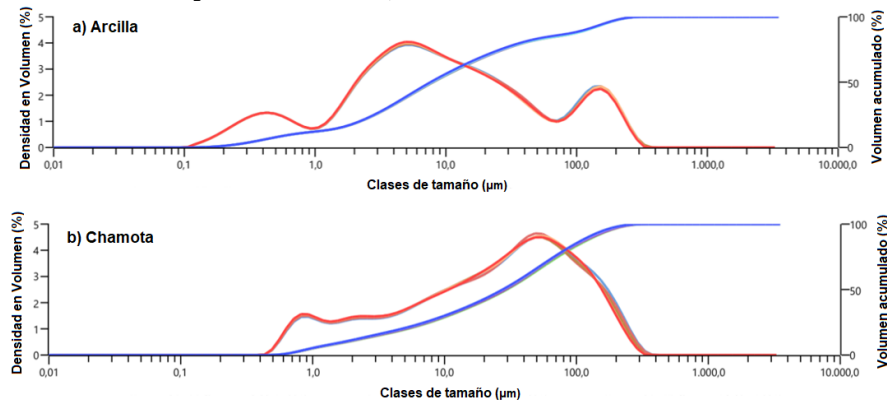
4.2. DISEÑO DE LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO Y PRUEBA PILOTO DE LAS MISMAS.

4.2.1. Práctica 1. Preparación física de materias primas cerámicas para la fabricación de ladrillos refractarios y determinación de la densidad real por el método del picnómetro. Con el desarrollo de esta práctica (Anexo A, Práctica 1.) y el análisis de sus resultados, se espera que el estudiante aprenda a interpretar gráficas de distribución de tamaño de partículas y, para el caso específico de la fabricación de ladrillos refractarios, relacionar las características físicas de las materias primas, en este caso, arcilla y chamota, con las propiedades físico-mecánicas de tales ladrillos y posteriormente determinar la densidad real de las mismas siguiendo los parámetros establecidos en la Norma ASTM C329-88¹⁰.

En el desarrollo de esta práctica se seleccionó una muestra representativa de cada una de las materias primas usando las técnicas de muestreo con el partidador de rifles y el método de cono y cuarteo. Posteriormente las muestras se examinaron en el analizador de tamaño de partículas MASTERSIZER 3000. Los principales resultados obtenidos de la prueba piloto se muestran en la Figura 1. Los parámetros característicos D_{10} , D_{50} y D_{90} para la arcilla y la chamota fueron 0,669, 7,85, 119 y 1,75, 28,3, 127 respectivamente.

¹⁰ “Standard Test Method for Specific Gravity of Fired Ceramic White Ware Materials”, ASTM International. Designation C329-88.

Figura 1. Distribución de tamaño de partícula en a) Arcilla, b) Chamota.



Tal como era de esperarse, dada su naturaleza¹¹, las partículas de arcilla son mucho más finas que las de chamota. También se observa que, para ambos materiales, sus distribuciones son polimodales¹². Teniendo en cuenta los conceptos de la conformación de piezas cerámicas, las distribuciones de tamaño de partículas amplias, como las encontradas aquí, favorecen su densificación y la resistencia mecánica del cerámico. Por otra parte, se determinó la densidad real de las materias primas por medio del método del picnómetro, en donde se obtuvo para la arcilla $2,74 \text{ g/cm}^3$ y para la chamota $2,31 \text{ g/cm}^3$, ubicándolas dentro del promedio considerado como normal para las arcillas¹³. La densidad de las partículas no proporciona información acerca de los procesos físicos del suelo. Sin embargo, es un valor muy útil que participa en el cálculo de algunas de sus propiedades, como la porosidad y la distribución del tamaño de las partículas¹⁴.

4.2.2. Práctica 2. Caracterización química y mineralógica de materias primas cerámicas para la fabricación de ladrillos refractarios por las técnicas DRX y FRX. Sin duda, en la fabricación de un material cerámico, y más específicamente de un refractario, se debe tener control de la composición química y mineralógica de las materias primas (Anexo A, Práctica 2.), ya que de ello depende su aplicación, así como algunos parámetros de las etapas de conformado, tal como la temperatura de

¹¹ GONZÁLEZ, J., GARCÍA F., MARTÍNEZ J. material cerámico., 1983, vol. 8, p. 479-490.

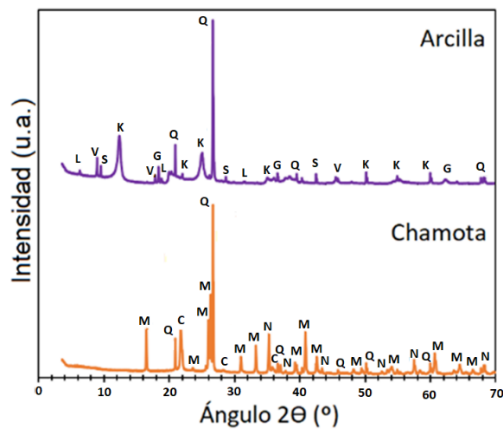
¹² VIEIRA, C.M.F.R. AND MONTEIRO, S.N. Building Materials, 22, Issue 5, 781-787, 2008.

¹³ BARBA, A., BELTRÁN, V., FELIU, C., GRACIA, J., GINES, F., SÁNCHEZ, E. Y SANZ, V. Materias primas para fabricación de cerámicas. Instituto de Cerámica, Castellón, España, 1997.

¹⁴ INGARAMO O. E., Indicadores físicos de la degradación de suelo. 2003.

sinterización. Por tanto, lo que se desea con esta práctica es que el estudiante aprenda a interpretar los resultados de la caracterización química y mineralógica de materias primas cerámicas, obtenidos a través de las técnicas de fluorescencia y difracción de rayos X.

Figura 2. Difractogramas de la Arcilla y Chamota (Q: cuarzo, K: caolinita, S: silicato de aluminio, L: clorita, V: moscovita, G: Gibbsita, M: mullita, C: cristobalita, N: corindón).



Como prueba piloto, sólo se pudo realizar la caracterización por DRX de las materias primas, dado que el equipo de FRX de la universidad se encuentra dañado. El laboratorio de Rayos X entrega los datos de las medidas, por lo que los estudiantes deben aprender a realizar la identificación de fases cristalinas con ayuda de un software especializado, X'Pert HighScore Plus. En la Figura 2 se observan los difractogramas obtenidos, con los picos identificados con ayuda del software antes mencionado. Los principales minerales presentes en la arcilla son caolinita y cuarzo, así como aluminosilicatos (clorita y silicato de Al) y gibbsita. Por su parte, en la chamota se identificaron las fases mullita, cristobalita y corindón, las cuales provienen de las transformaciones de la arcilla durante su calentamiento, en este material también se identificó cuarzo residual, que no se transformó en cristobalita¹⁵. De acuerdo con las fichas técnicas dadas por el proveedor (Anexo B), la arcilla contiene 51,4% SiO₂, 31,4% Al₂O₃ y 2,3% de TiO₂ como principal impureza. Por su parte la chamota tiene 55,5% SiO₂, 38,5% Al₂O₃ y 2,3%

¹⁵ SCHACHT C. Refractories handbook. CRC Press, 2004.

de TiO₂. De acuerdo con esto, tales materias primas son aptas para fabricar ladrillos refractarios ácidos de arcilla refractaria, y con una refractariedad que estaría cercana a 1600°C.

4.2.3. Práctica 3. Determinación de la plasticidad de materias primas cerámicas a través de los límites de Atterberg. La plasticidad es otro parámetro importante, es la propiedad que presentan las arcillas para dejarse moldear y adoptar una forma estable que perdure a lo largo de todo el proceso cerámico. Por medio de esta práctica se busca determinar la plasticidad de las materias primas de estudio siguiendo los lineamientos de la norma ASTM D4318-05¹⁶ (Anexo A, Práctica 3.). En el Anexo C se aprecian algunas fotografías de las etapas del ensayo de determinación de los límites líquido y plástico. Para el desarrollo de esta práctica se estudiaron tres mezclas: 100% arcilla, 80% arcilla-20% chamota y 60% arcilla-40% chamota. Se realizó el ensayo de plasticidad para cada una de estas mezclas y se obtuvieron los resultados que se muestran en la Tabla 1, en donde se puede observar que la plasticidad de las mezclas va disminuyendo a medida que aumenta el contenido de chamota en estas, lo cual era de esperarse dado que la chamota (arcilla cocida) no tiene las características plásticas de la arcilla, pero le aporta al cerámico mayor resistencia mecánica al disminuir la contracción de la arcilla durante su cocción.¹⁵

Tabla 1. Plasticidad de las mezclas de arcilla-chamota.

Mezclas		Límite Líquido	Límite Plástico	Índice de Plasticidad
A	100% Arcilla	56%	31%	26%
B	80% Arcilla 20% Chamota	45%	24%	20%
C	60% Arcilla 40% Chamota	35%	21%	15%

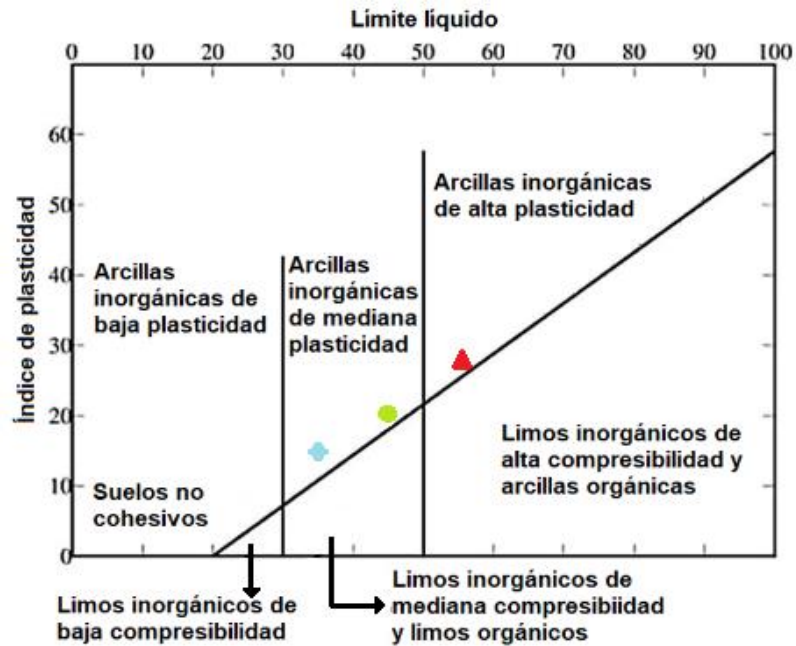
Para determinar si la plasticidad de cada una es alta, media o baja, se ubicaron los resultados obtenidos sobre el diagrama de Casagrande (Ver Figura 3), el cual permite determinar el tipo de arcilla que se está trabajando. La mezcla A se ubica en el rango de arcillas inorgánicas de alta plasticidad, las otras dos mezclas, B y C, se encuentran dentro de las arcillas inorgánicas de mediana plasticidad, con índice de

¹⁶ “Standard Test Methods for Liquid limit, Plastic Limit, and Plasticity index of Soils”, ASTM International. Designation D4318-05.

¹⁵ SCHACHT C. Refractories handbook. CRC Press, 2004.

plasticidad superior a 10%, por lo cual todas las mezclas se pueden considerar como apropiadas para la fabricación de cerámicos por métodos de conformación plásticos como la extrusión¹⁶.

Figura 3. Diagrama de Casagrande (A (▲), B (●), C (◆)).



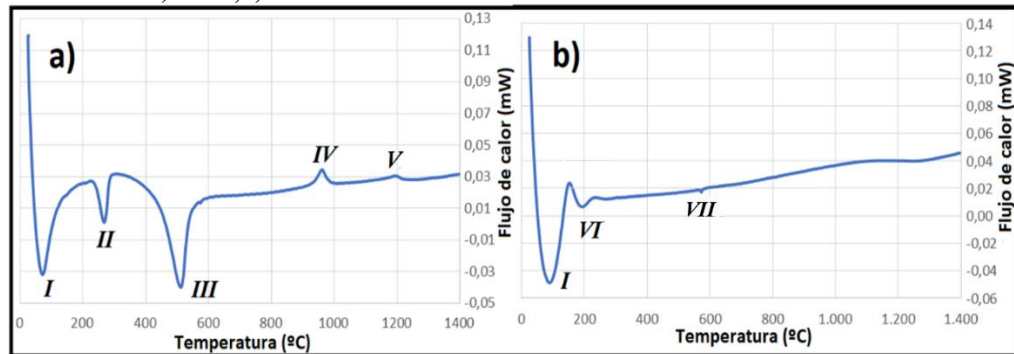
4.2.4. Práctica 4. Determinación del comportamiento termofísico de materias primas cerámicas a través de las técnicas TGA y DSC. El objetivo de esta práctica es determinar el comportamiento de las materias primas al ser sometidas a un ciclo controlado de calentamiento y enfriamiento (Anexo A, Práctica 4.). La importancia de estos análisis se debe a que gracias a ellos se pueden prever diferentes fenómenos térmicos que tienen lugar durante la cocción de las arcillas, como lo son las reacciones en estado sólido, la cristalización de fases, fusión, deshidratación, oxidación, etc¹⁷.

¹⁶“Standard Test Methods for Liquid limit, Plastic Limit, and Plasticity index of Soils”, ASTM International. Designation D4318-05.

¹⁷ AMADO, J. D. S., VILLAFRADES, P. Y. M., & TUTA, E. M. C. Caracterización de arcillas y preparación de pastas cerámicas para la fabricación de tejas y ladrillos en la región de Barichara, Santander. Dyna, 78(167), 50-58. (2011).

Para la realización de esta práctica se hizo uso del Equipo SETSYS Evolution SETARAM, el cual se encuentra a cargo del Grupo de Investigación en Desarrollo y Tecnología de Nuevos Materiales GIMAT. Para entender estos comportamientos, los estudiantes deberán observar y analizar los termogramas y las curvas DSC, reportar las reacciones que ocurren durante el calentamiento de las muestras y los cambios energéticos que sufren las arcillas mediante la lectura de las curvas obtenidas.

Figura 4. Curva DSC de a) Arcilla, b) Chamota.



En la Figura 4 se presentan los resultados de los análisis DSC para las dos materias primas. En los dos DSC se observa un primer pico endotérmico (I), común en las dos materias primas, entre los 70 y 90°C. Estos picos son producto de la pérdida de agua higroscópica, no constitucional o libre¹⁸. En la arcilla se presenta un segundo (II) pico endotérmico a una temperatura de 267°C, el cual se relaciona con la deshidroxilación del hidróxido de aluminio (gibbsite)¹⁷. A la temperatura de 512°C se observa un tercer pico endotérmico (III), esto se debe a que los iones OH⁻ son liberados de la red cristalina en forma de vapor de agua, generando, en el caso de la caolinita, el rompimiento de la estructura cristalina, para dar paso a una fase amorfa llamada metacaolín (Al₂Si₂O₇)¹³. Para el caso de la arcilla, a 965°C se observar un pico exotérmico (IV) relacionado con la formación de sílice amorfa y mullita primaria, una de las fases más importantes en los materiales cerámicos, debido a las propiedades refractarias que le confiere

¹⁸ VIEIRA, C.M.F., SÁNCHEZ, R. AND MONTEIRO, S.N., 22, Issue 5, 781-787, 2008.

¹⁷ AMADO, J. D. S., VILAFRADES, P. Y. M., & TUTA, E. M. C 78(167), 50-58. (2011).

¹³ BARBA, A., BELTRÁN, V., FELIU, C., GRACIA, J., GINES, F., SÁNCHEZ, E. Y SANZ, V. España, 1997.

al material, el quinto pico exotérmico (V) se presenta a una temperatura de 1200°C relacionado con la transformación de la sílice amorfa a la fase cristalina (cristobalita)¹⁸. Mientras que, en la chamota, el pico (VI) ubicado a 198°C se relaciona con la transición de cristobalita, el pico nueve (VII) a 590°C se relaciona con la transformación α - β de cuarzo¹⁹. Por lo anterior, la temperatura mínima de sinterización en la fabricación de los ladrillos refractarios deber ser de 1300°C para garantizar que ocurran las transformaciones.

4.2.5. Práctica 5. Preparación de pastas cerámicas y conformación de ladrillos refractarios por prensado. Por medio de esta práctica se busca hacer la correcta preparación de las pastas cerámicas y la elaboración de los ladrillos refractarios (Anexo A, Práctica 5.) haciendo uso de los resultados obtenidos en las prácticas anteriores. Estos resultados son de importancia a la hora de preparar las pastas cerámicas ya que permiten conocer la cantidad máxima de agua que debe ser agregada a los polvos. Para la conformación de piezas cerámicas por extrusión la adición de agua deber estar entre los límites plástico y líquido, rango en el cual la pasta obtenida es plástica. Sin embargo, como en la actualidad en el laboratorio de Materiales Refractarios sólo se cuenta con una máquina de prensado, la cual es ideal para trabajar con polvos secos o con poca humedad, se tuvieron que realizar varias pruebas para poder determinar el contenido de agua a adicionar a cada una de las mezclas como se muestra en la Tabla 2. Tales valores, se obtuvieron partiendo de los valores de los límites plásticos y disminuyendo el porcentaje de agua hasta encontrar la cantidad con la cual la pasta no se extruyera entre las partes del molde (Ver Figura 6.)

¹⁹ GÓMEZ, M. P., et al. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2007, vol. 46, no 5, p. 259-266.

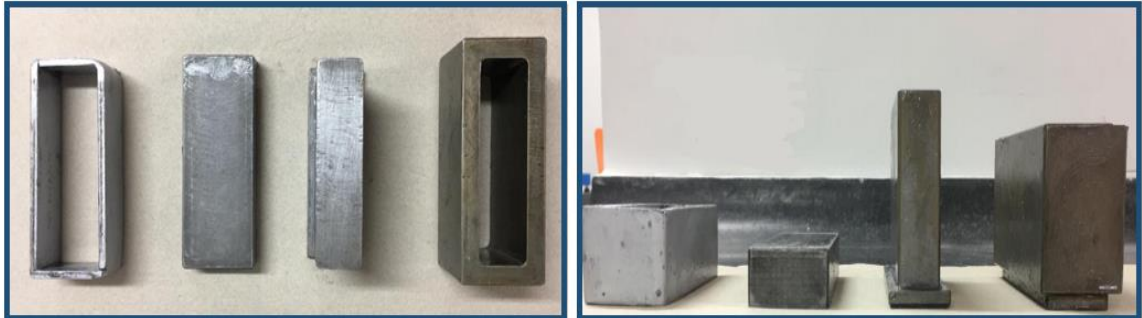
¹⁸ J VIEIRA, C.M.F., SÁNCHEZ, R. AND MONTEIRO, S.N. Construction and Building Materials, 22, Issue 5, 781-787, 2008.

Tabla 2. Contenido de agua para la fabricación de las pastas cerámicas.

Mezcla	Contenido de agua (%)
A	10
B	10
C	5

Para poder fabricar los ladrillos refractarios se diseñó el molde metálico que se muestra en la Figura 5, buscando que cumpliera con las especificaciones que deben tener las probetas según la norma ASTM C133-97²⁰ para el ensayo de flexión. Al fabricar los ladrillos refractarios por el método de prensado se presentaron varias dificultades y se encontraron algunos defectos como se puede observar en la Figura 6, como la extrusión de las pastas por el espacio que queda entre la base y el cuerpo del molde metálico y la expulsión de agua que conformaba las pastas, esto debido al alto contenido de humedad que presentaban las mezclas, causando que la pasta se quedara pegada en el molde lo cual dificultaba el desmonte del pistón y se obtenían ladrillos defectuosos.

Figura 5. Molde metálico para la fabricación de ladrillos refractarios por el método de prensado.



Posterior a la fabricación de los ladrillos por medio de prensado, estos se dejaron secar al aire libre durante un día, después se introdujeron en la estufa por un periodo de 20 horas y finalmente se realizó la sinterización en el horno utilizando una velocidad de calentamiento de 4°C/min hasta llegar a 800°C y con un tiempo de sostenimiento de 1 hora, seguido de un calentamiento de 5°C/min hasta 1500°C y un sostenimiento de 2 horas. En la Figura 7 se observan algunas fotografías de los ladrillos obtenidos.

²⁰ “Standard Test Methods for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories”, ASTM International. Designation C133-97.

Figura 6. Defectos ocasionados por el prensado de las pastas cerámicas a) extrusión de la pasta b) expulsión de agua que conforma la pasta.

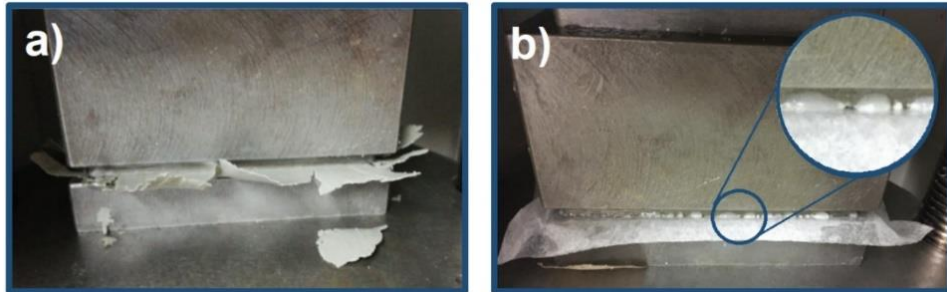
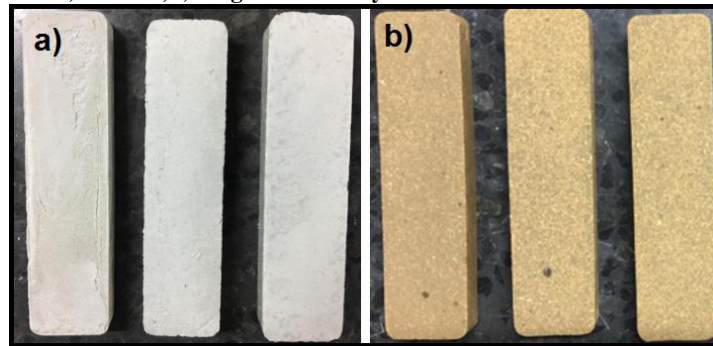
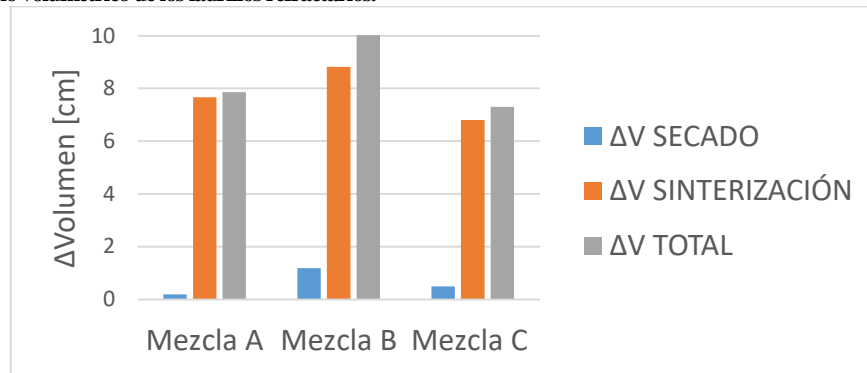


Figura 7. Ladrillos refractarios a) En verde, b) Luego de su secado y sinterización.



En el Anexo D se presentan las variaciones dimensionales de los ladrillos por efecto del secado y la sinterización. Así mismo, en la Figura 8 se puede apreciar el cambio volumétrico de las probetas, calculado a partir de los valores recogidos en las pruebas piloto. Durante el proceso de fabricación de los ladrillos, estos se contraen debido a las reacciones que ocurren durante las etapas de secado y sinterización. Debido a la baja plasticidad que tiene la chamota, a la mezcla C (con mayor contenido de chamota) se le agregó una menor cantidad de agua y por lo tanto la contracción que presentan los ladrillos es menor que para las otras dos mezclas. Esta menor contracción de los ladrillos es benéfica para su resistencia mecánica, dado que implica menores esfuerzos térmicos y menor probabilidad de formación de grietas durante el tratamiento térmico. También se observa para todos los casos, que el cambio de volumen fue mucho mayor durante la etapa de sinterización que durante la de secado, lo cual se relaciona con el hecho de que durante el conformado por prensado se alcanzó niveles muy altos de densificación de las piezas en verde y con las bajas adiciones de agua en las mezclas.

Figura 8. Cambio volumétrico de los ladrillos refractarios.



4.2.6. Práctica 6. Caracterización física de ladrillos refractarios. Determinación de la absorción de agua, porosidad, gravedad específica aparente y densidad real. El objetivo de esta práctica es caracterizar físicamente las piezas cerámicas obtenidas en la práctica anterior, por medio de la determinación de la porosidad, absorción de agua, densidad y gravedad aparente. Estas propiedades sirven para comparar y evaluar la calidad de productos y definir criterios para la selección y uso de los refractarios en gran variedad de aplicaciones industriales²¹ (Anexo A, Práctica 6.). Para esto se siguieron las indicaciones descritas en las Norma ASTM C20-00 y NTC 674²², para lo cual se registraron los pesos de las probetas en seco, saturadas y sumergidas, para posteriormente realizar los cálculos correspondientes.

Para pesar las probetas sumergidas en agua se requirió una balanza de gancho obtenida en el laboratorio de pirometalurgia, ya que el laboratorio de Materiales Refractarios actualmente no cuenta con este tipo de balanza, la cual se hace indispensable adquirir para el correcto desarrollo de la práctica. A manera de ejemplo, en la Tabla 3 se presentan los resultados obtenidos para la mezcla A, los bajos valores de

²¹ “Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water”, ASTM International. Designation C20-00.

²² “Método de ensayo para determinar porosidad aparente, absorción de agua, gravedad específica aparente y densidad aparente por agua en ebullición de ladrillos refractarios y piezas refractarias quemadas”, NTC. Designación 674.

porosidad y absorción de agua indican una alta densificación de los ladrillos, así mismo la gravedad específica hallada es típica de los ladrillos aluminosos ($2,3 \text{ g/cm}^3$) obtenidos a partir de arcillas refractarias.

Tabla 3. Propiedades físicas de los especímenes de prueba para la Mezcla A.

Volumen exterior (cm^3)	Porosidad aparente (%)	Absorción de agua (%)	Gravedad específica aparente	Densidad volumétrica (g/cm^3)
22,49	5,16	2,31	2,35	2,22
23,48	7,41	3,44	2,32	2,15
23,22	7,66	3,52	2,35	2,17
24,1	6,47	3,11	2,22	2,08
22,33	4,88	2,17	2,37	2,25

4.2.7. Práctica 7. Caracterización mecánica de ladrillos refractarios. Determinación del módulo de ruptura. El objetivo de esta práctica es determinar las propiedades mecánicas de los materiales relacionadas con los esfuerzos en los puntos máximos y de rotura (Anexo A, Práctica 7.), la cual se realizó siguiendo las indicaciones dadas en las Normas ASTM C 133-97 y NTC 682²³, para esto se hizo uso de la máquina universal de ensayos Tinius Olsen, modelo H25KS, la cual se encuentra en el Grupo de Investigación en Desarrollo y Tecnología de Nuevos Materiales, GIMAT.

Figura 9. Fractura de las probetas de ensayo.

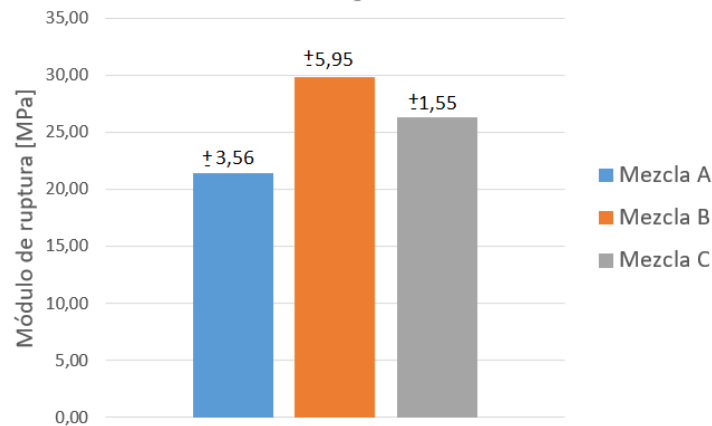


Para las diferentes probetas refractarias, se determinó el módulo de ruptura mediante el ensayo de flexión por tres puntos de apoyo, en donde las probetas refractarias presentaron una fractura frágil como

²³ “Refractarios. Método de ensayo para determinar la resistencia a la compresión en frío y el módulo de ruptura de refractarios”, NTC. Designación 682

se puede observar en la Figura 9, tal como era de esperarse en este tipo de materiales y en términos del módulo de resistencia se aprecia una variación en las probetas con diferentes adiciones de chamota, presentando un mejor comportamiento la mezcla B (80% arcilla y 20% chamota), con el valor más alto en el módulo de resistencia (29,83 MPa), como se muestra en la Figura 10; también se debe indicar que las probetas obtenidas de 100% arcilla presentaban grietas, lo que conllevó a una mayor dispersión de los valores medidos en tales probetas. Sin embargo, los valores de módulo de ruptura encontrados para los tres tipos de refractarios pueden catalogarse como bastante altos, dado que superan ampliamente los valores típicos de los ladrillos refractarios de alta alúmina (14 MPa)²⁴. Este resultado se explica por la alta densificación de los ladrillos (baja porosidad) determinada previamente.

Figura 10. Caracterización mecánica de los ladrillos refractarios obtenidos.



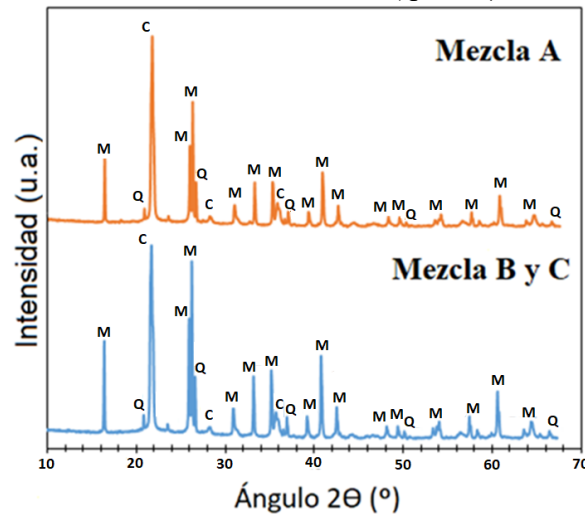
4.2.8. Práctica 8. Caracterización química y mineralógica de ladrillos refractarios por las técnicas DRX y FRX. En esta práctica se busca determinar la composición química y mineralógica de los ladrillos refractarios por medio de las técnicas de DRX y FRX. Para tales análisis los ladrillos refractarios debieron ser triturados, molturados y homogenizados en un mortero de ágata y llevados a un tamaño de partícula menor a 38 μm . Como se mencionó anteriormente, dado que el equipo de FRX de la universidad se encuentra averiado actualmente, sólo fue posible realizar la caracterización por DRX en el difractómetro BRUKER modelo D8 que se encuentra en el Parque Tecnológico Guatiguará.

²⁴ VILLEGAS P., et al. Comparación de la resistencia a la flexión entre una matriz de alumina nanométrica reforzada con un material Scientia et technica, (2007), vol. 13, no 36.

No obstante, se debe recalcar la importancia de obtener el análisis elemental por FRX de los ladrillos refractarios, con miras a evaluar su carácter ácido-básico y la presencia de impurezas que puedan afectar su resistencia a las escorias.

En la Figura 11 se presentan los difractogramas de los ladrillos refractarios, en donde se observa que para las tres mezclas, las fases cristalinas formadas fueron Cuarzo, Mullita y Cristobalita, las cuales son las esperadas en los ladrillos silicoaluminosos²⁵.

Figura 11. Difractograma de los ladrillos refractarios sinterizados a 1500°C. (Q: cuarzo, M: mullita, C: cristobalita).



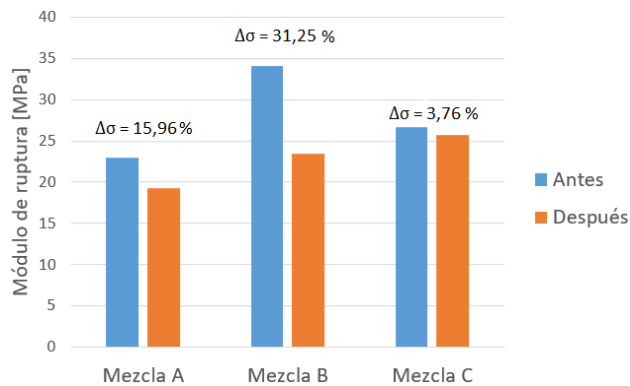
4.2.9. Práctica 9. Evaluación de la resistencia al choque térmico de ladrillos refractarios. El alcance de esta práctica es determinar la resistencia al choque térmico de los ladrillos refractarios (Anexo A, Práctica 9.). Los ensayos se realizaron siguiendo los lineamientos establecidos en la Norma ASTM C1171-16²⁶, en donde se utilizaron 3 probetas de cada una de las mezclas, las cuales se sometieron a un ciclo de calentamiento y enfriamiento y posteriormente se realizó la prueba de flexión para determinar el efecto de este ensayo. En la Figura 12 se pueden apreciar los valores generados por las probetas antes y después de ser expuestas al choque térmico, en donde se observa que

²⁵ CUAIRAN, J. BASTIDA, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica, 1994, vol. 33, no 3.

²⁶ “Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories”, ASTM International. Designation C1171-16.

los valores para las probetas a las cuáles se les realizó el choque térmico son menores con respecto a los demás especímenes de sus mismas características y que no fueron sometidos a ningún ciclo de calentamiento y enfriamiento posterior a la etapa de sinterizado, confirmando la teoría de que el choque térmico genera una disminución en las propiedades físicas de los refractarios. Aunque la mezcla B presenta la mayor resistencia antes del choque térmico, esta tiene una disminución del 31,25% después de ser sometida al ensayo; mientras que los ladrillos refractarios fabricados con la mezcla C presentaron la menor pérdida de resistencia a la flexión, por lo tanto, tienen una mayor resistencia al choque térmico, debido a que la chamota ayuda a reducir las tensiones durante la sinterización, como grietas locales y fallas²⁷.

Figura 12. Caracterización física de los ladrillos cerámicos obtenidos antes y después de realizado el choque térmico.



4.2.10. Práctica 10. Evaluación de la resistencia al ataque por escoria de productos refractarios.

El objetivo de esta práctica es evaluar la resistencia al ataque por escoria de los ladrillos refractarios fabricados anteriormente, para esto se siguió el procedimiento descrito en las Normas ASTM C874-11²⁸ y NTC 1416²⁹ (Anexo A, Práctica 10.); sin embargo, para poder

²⁷ DJANGANG, C. N., et al. Sintering of clay-chamotte ceramic composites for refractory bricks. *Ceramics International*, (2008), vol. 34, no 5, p. 1207-1213.

²⁸ “Standard Test Method for Rotary Slag Testing of Refractory Materials”, ASTM International. Designation C874-11.

²⁹ “Productos Refractarios. Determinación de la resistencia al ataque de escoria”, NTC. Designación 1416.

realizar el agujero en la prueba piloto, se debió realizar durante el proceso de conformado de los mismos, ya que no se cuenta con una broca con punta de diamante, la cual es necesaria para el desarrollo de la práctica. Bajo estas condiciones, actualmente no es posible cumplir con lo especificado en las normas antes mencionadas y calcular así los índices de solubilidad, impregnación y penetración total de la escoria. Para analizar la resistencia al ataque por escoria se utilizó una escoria ácida producto de los ensayos al fuego realizados en el Laboratorio de Pirometalurgia, utilizado para la determinación de oro y plata en minerales. Posteriormente los ladrillos se llevaron al horno a una temperatura de 1200°C y se dejaron a esta temperatura por un periodo de dos horas para dejar interactuar la escoria con el refractario, sin embargo, la temperatura utilizada en la prueba fue muy alta y la escoria no permaneció dentro de agujero como se puede observar en la Figura 13, por lo que la interacción con el interior del refractario no fue la esperada. Para evitar esto, se recomienda no superar en gran medida la temperatura de fusión de la escoria a utilizar en el ensayo. Para su correcto estudio, las muestras debían ser cortadas por la mitad para analizar el comportamiento en el interior del refractario y comprobar si había penetración de escoria dentro de los ladrillos; debido a que en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica no se cuenta con el equipo para cortar este tipo de materiales, se recurrió al Laboratorio de Preparación de Muestras perteneciente a la Escuela de Geología, el cual cuenta con la cortadora Minosecar 2, la cual se hace indispensable para el normal desarrollo de la práctica. También se hace necesaria la adquisición de un microscopio con cámara para realizar la toma de imágenes en la zona de reacción entre el refractario y la escoria. A pesar de que no se pudieron determinar los índices dados por la norma, la corrosión de los refractarios se evaluó a través de un estudio ceramográfico empleando microscopia electrónica de barrido, el cual se presenta en el apartado siguiente.

Figura 13. Ladrillos refractarios después de realizada la prueba de resistencia al ataque por escoria a) vista superior, b) sección transversal.



4.2.11. Práctica 11. Estudio ceramográfico post-mortem de un ladrillo refractario corroído. Por medio de esta práctica se busca que el estudiante analice la afectación sufrida por los ladrillos refractarios a causa de su contacto con la escoria (Anexo A, Práctica 11.). La preparación de las muestras cerámicas para el análisis de SEM se realizó de acuerdo con la American Ceramic Society (ACS) y la ASM International³⁰. El estudio ceramográfico se realizó en el Microscopio Electrónico de Barrido Quanta 650 FEG, usando el detector EDAX APOLO X para realizar análisis EDS y el Software EDX Genesis para información semicuantitativa de los elementos químicos, tal equipo se encuentra ubicado en el Laboratorio de Microscopía del Parque Tecnológico de Guatiguará.

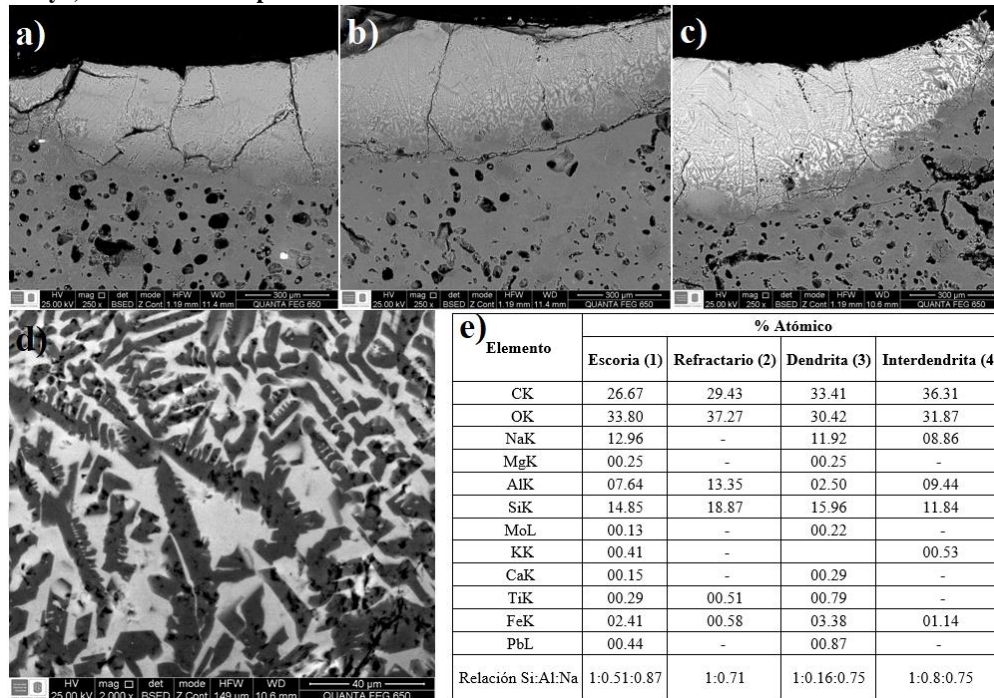
Algunos de los resultados obtenidos del análisis microscópico se presentan en la Figura 14. Se observa un crecimiento dendrítico en la escoria, aunque para cada una de las mezclas el crecimiento fue diferente. En las Figuras 14 (a), (b) y (c) se comparan las micrografías SEM obtenidas a 250X en los frentes de reacción de la escoria con cada uno de los tres refractarios. Para todos los casos, se observa en la zona de disolución (parte clara y superior), la cristalización de fases con microestructura dendrítica. Es evidente que el tamaño de las dendritas aumenta con el incremento en el contenido de chamota en el refractario, lo cual podría explicarse por las diferencias en cuanto a las propiedades termofísicas tales como la conductividad térmica y capacidad calorífica de los ladrillos³¹, las cuales no pudieron medirse dado que no se cuenta con el equipo adecuado, cuya adquisición se sugiere a la escuela.

³⁰ CHINN R. Ceramography: preparation and analysis of ceramic microstructures. ASM International, 2002.

³¹ NASCIMENTO J., et al. Transmisión de Calor y Materia con Reducción de Volumen Durante el Secado de Ladrillos de Cerámica. Información tecnológica, 2006, vol. 17, no 6, p. 125-132.

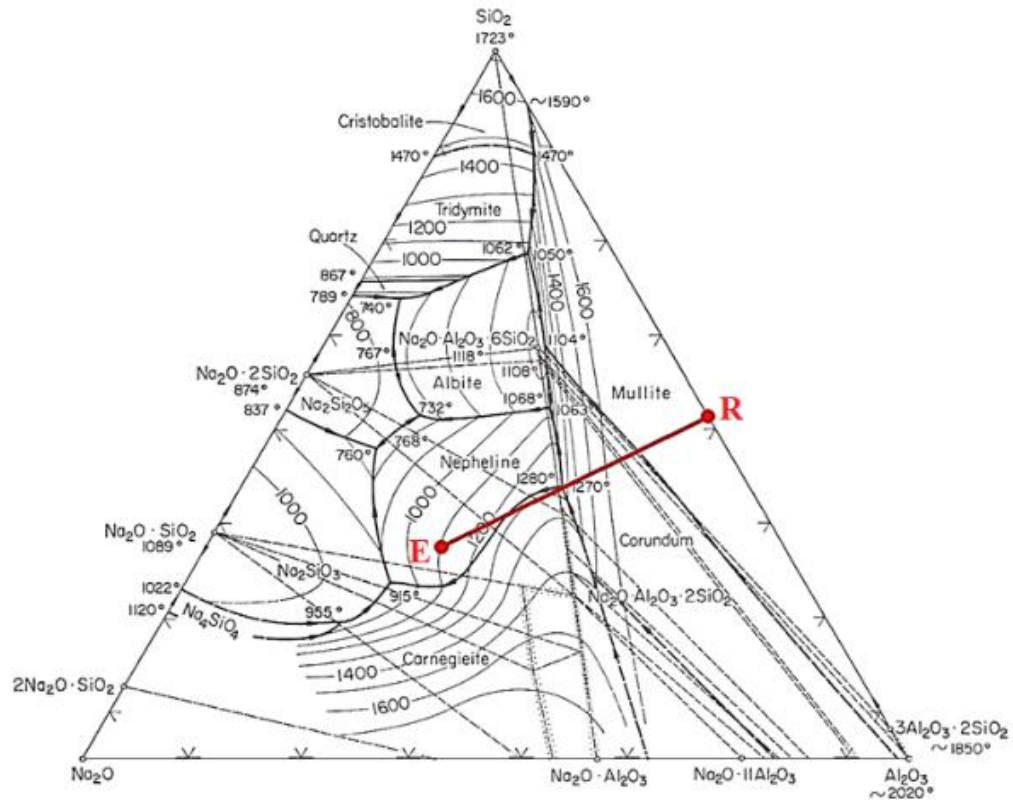
En la Figura 14 (e) se presentan los resultados de los microanálisis EDS obtenidos para para la Mezcla C, los puntos específicos de análisis son los marcados como 1,2,3 y 4 en las micrografías de las Figuras 14 (c) y (d), esta última corresponde a una ampliación de la 14 (c) y permite ver en mayor detalle la morfología de la estructura dendrítica de la zona de reacción del ladrillo. El análisis 1, realizado en el refractario no corroído, indica una mínima presencia de impurezas (Ti y Fe), es decir una alta calidad de las materias primas refractarias utilizadas para la fabricación de los ladrillos silicoaluminosos. Así mismo, la relación atómica Si:Al es 1:0,71, valor bastante más bajo que el teórico para la mullita ($3Al_2O_3 \bullet 2SiO_2$), es decir 1:3, tal resultado es concordante con los difractogramas de los ladrillos (Ver Figura 11.), en el sentido de que las fases cristalinas encontradas con cuarzo, cristobalita y mullita. Por su parte, la zona disuelta por la escoria (análisis 2) evidencia presencia de diversos metales en la escoria, principalmente sodio, siendo la relación atómica Si:Al:Na de 1:0,51:0,87.

Figura 14. Micrografías SEM obtenidas para los refractarios de a) 100% arcilla, b) 80% arcilla-20% chamota y c) y d) 60% arcilla-40% chamota y e) microanálisis EDS para el ladrillo 60% arcilla-40% chamota.



La alta concentración de Na (metal alcalino) en la escoria (14,45%) es sin duda la causa del fuerte ataque del refractario, dada su alta reactividad con todo tipo de óxidos³². Ahora bien, el análisis 3, realizado en una dendrita muestra una relación Si:Al:Na de 1:0,8:0,75, mientras que dicha relación en la zona interdendrítica (análisis 4) es 1:0,16:0,75, lo que indicaría que en dicha zona la escoria se empobreció en aluminio por efecto de la cristalización de la fase dendrítica. Para predecir las reacciones y transformaciones que ocurrieron durante el ataque es necesario hacer uso del diagrama ternario $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (Figura 15.) [33]. En tal diagrama el punto R corresponde a la composición del refractario y el punto E al de la escoria, por tanto la línea de unión entre los dos puntos permite predecir las fases productos de la reacción refractario-escoria.

Figura 15. Sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$.



³² ACENA V. Compatibility of sodium with ceramic oxides employed in nuclear reactors; Compatibilidad del sodio con óxidos cerámicos utilizados en reactores nucleares. 1981.

El mecanismo de corrosión del refractario inicia con la disolución de la mullita y principalmente de las fases de sílice por su reacción con el óxido de sodio presente en la escoria, formándose albita ($\text{Na}_2\text{O} \bullet \text{Al}_2\text{O}_3 \bullet 6\text{SiO}_2$) y liberándose alúmina desde la mullita. Al proseguir la reacción con la escoria se forma la fase nefelina ($\text{Na}_2\text{O} \bullet \text{Al}_2\text{O}_3 \bullet 2\text{SiO}_2$), a partir de la albita y la alúmina. Posteriormente se forman los silicatos de sodio ($\text{Na}_2\text{O} \bullet 2\text{SiO}_2$ y $\text{Na}_2\text{O} \bullet \text{SiO}_2$) en las zonas más cercanas a la escoria. Ahora bien, retomando los microanálisis EDS de la zona dendrítica mostrada en la Figura 14 (d), se podría inferir que la fase dendrítica corresponde a nefelina, dado que en ella la relación Si:Al:Na es 1:1:1, y la relación encontrada desde el análisis fue 1:0,8:0,75. Tal conclusión es coherente con la trayectoria de la corrosión del refractario y la temperatura a la cual se realizó el ensayo (1200°C), dado que a tal temperatura es estable la fase nefelina. La presencia de Na_2O es peligrosa y causa un gran ataque dentro de los refractarios debido a que promueve la formación de líquido a temperaturas tan bajas como 732°C .

4.3. INVENTARIO Y PROPUESTA DE INVERSIÓN

Se realizó un diagnóstico de la planta física del laboratorio de Materiales Refractarios, en donde se determinó que el mismo cuenta con las instalaciones requeridas para el desarrollo de las practicas (ver anexo E), pero se evidencio la necesidad de instalar un sistema de aire acondicionado y un par de extractores de aire cuando no se esté usando el sistema de refrigeración con el fin de crear un ambiente de confort para los estudiantes teniendo en cuenta el número aproximado de personas presentes en el laboratorio al momento de realizar las practicas. También se pudo constatar la ausencia de letreros o señales visuales en las diferentes áreas de trabajo con el fin de que las personas que se encuentren dentro del laboratorio puedan saber la ubicación de los implementos de seguridad en caso de emergencia. Se realizó un inventario de todos los equipos, materiales y elementos de seguridad que se encuentran en el laboratorio de Materiales Refractarios (Anexo F.) con el fin de reconocer el estado y la disponibilidad de cada uno de ellos, en donde se determinó el buen estado de cada uno de ellos debido a que fueron adquiridos recientemente y por lo tanto se encuentran en buenas condiciones.

Al momento de realizar cada una de las prácticas, se pudo evidenciar el déficit y la falta de algunos elementos dentro del laboratorio para poder completar de manera adecuada los objetivos de cada una de las guías y que los procedimientos y ensayos planteados se puedan ejecutar, por lo cual se realizó

una lista de los elementos que son necesarios y con los cuales el laboratorio de Materiales Refractarios debe contar y que actualmente no se encuentran disponibles, la cual se encuentra en el Anexo G.

5. CONCLUSIONES

Se diseñaron once guías de prácticas para el laboratorio de Materiales Refractarios, incluyendo la caracterización física, química, mineralógica y térmica de dos materias primas silicoaluminosas (arcilla refractaria y chamota), la conformación de ladrillos refractarios por el método de prensado y su tratamiento térmico en dos etapas, secado y sinterización. Así mismo entre las guías diseñadas se incluyó la caracterización física, química, mineralógica y termomecánica de los ladrillos refractarios, así como su resistencia a la corrosión por escorias.

Para la materialización de estas guías se realizaron pruebas piloto de las prácticas las cuales permitieron observar y predecir algunas de las falencias que se pudiesen presentar y de esta forma optimizar el tiempo y la calidad de la práctica. De esta forma se ajustaron los procedimientos propuestos, asegurando así el cumplimiento de los objetivos de cada una de ellas.

Se elaboró una lista de materiales y equipos de los cuales carece el laboratorio de Materiales Refractarios y que son necesarios para el desarrollo de las prácticas, para ello se tuvo en cuenta el número de estudiantes que cursan la asignatura semestralmente. Dentro de este diagnóstico, también se incluyó el estado actual y las necesidades en cuanto a la planta física y la seguridad en el laboratorio.

6. RECOMENDACIONES

Se recomienda realizar pruebas piloto de las prácticas de laboratorio utilizando diversas materias primas refractarias, específicamente de carácter básico, y hacer los ajustes a las prácticas de tal forma que se puedan implementar tanto para refractarios ácidos como básicos.

De acuerdo al desarrollo del trabajo de grado, se recomienda a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales realizar la compra de los equipos y materiales indicados para poder realizar de forma óptima cada una de las guías de laboratorio diseñadas.

BIBLIOGRAFÍA

ACENA V. Compatibility of sodium with ceramic oxides employed in nuclear reactors; Compatibilidad del sodio con oxidos ceramicos utilizados en reactores nucleares. 1981.

AMADO, J. D. S., VILLAFRADES, P. Y. M., & TUTA, E. M. C. Caracterización de arcillas y preparación de pastas cerámicas para la fabricación de tejas y ladrillos en la región de Barichara, Santander. Dyna, 78(167), 50-58. (2011).

ANGIOLANI A., Introducción a la química industrial: fundamentos químicos y tecnológicos. Andres Bello (1960).

BARBA, A., BELTRÁN, V., FELIU, C., GRACIA, J., GINES, F., SÁNCHEZ, E. Y SANZ, V. Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas. Instituto de Tecnología Cerámica, Castellón, España, 1997.

CUAIRAN, J. BASTIDA, et al. Materias primas para refractarios silicoaluminosos en la provincia de Teruel. IL Características mineralógicas y tecnológicas. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 1994, vol. 33, no 3.

CHINN R. Ceramography: preparation and analysis of ceramic microstructures. ASM International, 2002.

DJANGANG, C. N., et al. Sintering of clay-chamotte ceramic composites for refractory bricks. Ceramics International, (2008), vol. 34, no 5, p. 1207-1213.

GARCÍA VERDUCH A., Cerámica tradicional y no tradicional. 1994.

GÓMEZ, M. P., et al. Utilización de técnicas acopladas de análisis térmico TG-DSC-QMS-FTIR en la caracterización de arcillas y composiciones cerámicas utilizadas en la fabricación

de baldosas cerámicas. Cuantificación de compuestos de carbono. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2007, vol. 46, no 5, p. 259-266.

GONZÁLEZ, J., GARCÍA F., MARTÍNEZ J., La arcilla como material cerámico. Características y comportamiento. Cuadernos de Prehistoria y Arqueología de la Universidad de Granada, 1983, vol. 8, p. 479-490.

GÜETO J. M., Tecnología de los materiales cerámicos. Ediciones Díaz de Santos, 2005.

GUTIERREZ M., BARBÉS F., GOÑI G. A., PARRA R., & VERDEJA L., “Los ensayos de corrosión de refractarios en laboratorios y el MDN”; VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandía 2002.

INGARAMO O. E., Indicadores físicos de la degradación de suelo. 2003.

KOSTORZ G, HERMAN H. Phase diagrams in advanced Ceramics. Elsevier, 1995.

LORENTZ B., et al. Characterization of Florida kaolin clays using multiple-techniques approach. Applied Clay Science, 2018, vol. 161, p 326-333.

“Método de ensayo para determinar porosidad aparente, absorción de agua, gravedad específica aparente y densidad aparente por agua en ebullición de ladrillos refractarios y piezas refractarias quemadas”, NTC. Designación 674.

NASCIMENTO J., et al. Transmisión de Calor y Materia con Reducción de Volumen Durante el Secado de Ladrillos de Cerámica. Información tecnológica, 2006, vol. 17, no 6, p. 125-132.

NEIRA P. C., Refractarios: un aspecto clave en la industria del cemento. Materiales de Construcción, 1985, vol. 35, no 199, p. 13-25.

“Productos Refractarios. Determinación de la resistencia al ataque de escoria”, NTC. Designación 1416.

“Refractarios. Método de ensayo para determinar la resistencia a la compresión en frío y el módulo de ruptura de refractarios”, NTC. Designación 682

REDAOUI D., et al. Thermal decomposition kinetics of Algerian Tamazarte kaolinite by thermogravimetric analysis. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2017, vol. 27, no 8, p 1849-1855.

SCHACHT C. Refractories handbook. CRC Press, 2004.

SOLAZ J. J. Una práctica con el péndulo transformada en investigación. Revista Española de Física, V-4, N° 3, (1990), págs. 87-94.

“Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water”, ASTM International. Designation C20-00.

“Standard Test Methods for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories”, ASTM International. Designation C133-97.

“Standard Test Methods for Liquid limit, Plastic Limit, and Plasticity index of Soils”, ASTM International. Designation D4318-05.

“Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories”, ASTM International. Designation C1171-16.

“Standard Test Method for Rotary Slag Testing of Refractory Materials”, ASTM International. Designation C874-11.

“Standard Test Method for Specific Gravity of Fired Ceramic Whiteware Materials”, ASTM International. Designation C329-88.

SUÁREZ J. D. A., & MENDOZA M. A. M., Guía de elaboración de un manual de prácticas de laboratorio, taller o campo: asignaturas teórico prácticas (2006).

VETTER PARODI L., et al. Los hornos metalúrgicos del sitio Inca de Curamba (Perú): estudio por DRX, espectroscopia Mössbauer y datación por métodos de luminiscencia. Bulletin de l'Institut français d'études andines, 2008, no 37 (3), p. 451-475.

VIEIRA, C.M.F., SÁNCHEZ, R. AND MONTEIRO, S.N. Characteristics of clays and properties of building ceramics in the state of Rio de Janeiro, Brazil, Construction and Building Materials, 22, Issue 5, 781-787, 2008.

VILLEGAS P., et al. Comparación de la resistencia a la flexión entre una matriz de alúmina nanométrica reforzada con un material amorfo tipo $\text{La}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$: con un producto dental de óxido de aluminio infiltrado. Scientia et Technica, (2007), vol. 13, no 36.

WERKE AG. “Materiales Refractarios y sus Características”. Ed. Didier-Universidad de Oviedo, Escuela Superior de Ingenieros de Minas, Laboratorio de cementos Curso 2004-2005

ANEXOS

Anexo A. Libro de guías para el laboratorio de Materiales Refractarios.

PRÁCTICA No 1.

PREPARACIÓN FÍSICA DE MATERIAS PRIMAS CERÁMICAS PARA LA FABRICACIÓN DE LADRILLOS Y DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL POR EL MÉTODO DEL PICNÓMETRO

OBJETIVO

- Determinar el análisis granulométrico a las materias primas (arcilla y chamota) para la fabricación de refractarios sílico aluminosos.
- Determinar la densidad real de las muestras de arcilla y chamota.

INTRODUCCIÓN

Las arcillas son la principal materia prima para la fabricación de cerámicos de construcción y algunos refractarios sílico aluminosos. Éstas aparecen en todo tipo de formación rocosa, desde la más antigua a la más reciente, y en formaciones ígneas y sedimentarias de todo tipo [1]. La distribución granulométrica es una variable de suma importancia, pues de ella va a depender el grado de empaquetamiento de las partículas, y a su vez, las propiedades físico-mecánicas de los cerámicos (absorción de agua, resistencia a la flexión, porosidad, etc.). La distribución granulométrica también permite predecir el carácter plástico o desgrasante de la arcilla, sabiendo que el material arcilloso tiene tamaños de partículas pequeños, alrededor de unas pocas micras, mientras que la parte arenosa o desgrasante tiene un tamaño de partícula mucho mayor [2]. Por su parte la chamota es cerámica cocida, molida y reducida a granos según distintas clasificaciones. Para su elaboración se emplean a modo industrial arcillas refractarias, aunque como artesanos podemos utilizar simplemente las piezas defectuosas. La chamota tiene la característica de no contraerse al mezclarse con la pasta, ya que ha eliminado en la cocción toda el agua de su composición.[3]

Su función es de desengrasante, para dar textura y expresión a la pasta, quitar un exceso de plasticidad, etc.

Los materiales terrosos están compuestos de diferentes partículas las cuales varían en su composición y en su densidad. La densidad de un material particulado está definida como la masa total de los sólidos dividida por el volumen total de ellos. Los valores típicos en materiales terrosos varían de 2.5 a 2.8 g/cm³, siendo 2.65 g/cm³ el valor representativo de muchos suelos. La densidad de las partículas no proporciona información acerca de los procesos físicos del material particulado. Sin embargo, es un valor muy útil que participa en el cálculo de sus propiedades como la porosidad y la distribución del tamaño de las partículas. El método experimental más utilizado para medir tal densidad de los sólidos o gravedad específica, es el método del picnómetro, que consiste en un pequeño frasco de vidrio de cuello estrecho, cerrado con un tapón esmerilado, hueco y que termina por su parte superior en un tubo capilar con graduaciones de tal manera que un volumen puede obtenerse con gran precisión. Esto permite medir la densidad de un fluido, en referencia a la de un fluido de densidad conocida como el agua

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Análisis granulométrico de materiales particulados.
- Propiedades de la arcilla y la chamota.
- Influencia de la distribución de tamaño de partículas de la materia prima en las propiedades de los materiales cerámicos producidos a partir de ella.

Parte A. Molienda y ajuste de la distribución granulométrica.

EQUIPO Y MATERIALES

- Muestras de arcilla y chamota (300g)
- Balanza
- Espátula

- Recipiente de mezclado
- Bandeja
- Analizador de tamaño de partículas por difracción láser MASTERSIZER 3000

Figura 1. Analizador de tamaño de partículas por difracción láser MASTERSIZER 3000.



PROCEDIMIENTO

1. Tomar una muestra homogénea de arcilla y chamota con un muestreador automático o en su defecto utilizar el método de cono y cuarteo.
2. Tomar 10 g de la muestra para ser analizada por la técnica de análisis de distribución de tamaño de partículas por difracción de rayos láser en medio húmedo con agua (Dispersante) con la unidad HYDRO EV en el equipo MASTERSIZER 3000.
3. Seleccionar la opción de medida manual y asegurarse que esté conectada la celda HYDRO.
4. Encender el equipo y abrir el software MASTERSIZER 3000.
5. Limpiar la celda HYDRO.
6. Ingresar los datos e información del análisis de la muestra en la opción Configuración de Medida Manual.
7. Hacer click en la opción Inicializar Instrumento para iniciar el análisis.
8. Añadir la muestra de arcilla o chamota hasta que la obscuración esté en el rango.
9. Observar la gráfica de distribución de tamaño hasta que la curva se estabilice y dejar unos minutos

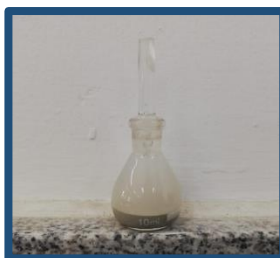
10. Seleccionar la opción de Medida de la Muestra y dejar que el equipo tome las muestras. Si las diferencias entre los datos son mayores a 5% se puede repetir la toma de datos.
11. Al terminar el ensayo seleccionar la opción Guardar y Nombrar el archivo.
12. En el área de trabajo, seleccionar la ventana de informes, Informe de Resultados, Distribución Tamaño de Partícula.
13. Hacer click en la opción Imprimir Informe en forma de PDF, Aceptar y Nombrar el archivo.
14. Limpiar la celda HYDRO para realizar una nueva toma de datos.

Parte B. Determinación de la densidad real

EQUIPO Y MATERIALES

- Balanza analítica
- Cápsula de porcelana
- Estufa
- Desecador
- Espátula
- Picnómetro Capilar
- Termómetro
- Agua preferiblemente destilada

Figura 2. Picnómetro



PROCEDIMIENTO

1. Secar 1 Kg de muestra a una temperatura de $110\pm 5^{\circ}\text{C}$. La granulometría del mineral debe ser $<4.75\text{mm}$.
2. Pesar el picnómetro vacío (Mf), previamente limpio y seco (secar en estufa de laboratorio).
3. Introducir dentro del picnómetro el mineral en estudio (ocupando entre la mitad y las $\frac{3}{4}$ partes del volumen del picnómetro) y pesar.
4. Restar la masa del picnómetro vacío (Mf), para poder determinar el peso de la muestra seca (Mo) (para muestras con partículas de tamaño Max de 2mm el peso min de la muestra es de 20g, para tamaños máximos de 4.75mm son 100g).
5. Añadir líquido para humectar completamente el sólido y sacar todas las burbujas de aire que están presentes. El líquido elegido debe humectar completamente el mineral de tal forma que penetre fácilmente en el interior de los poros y además no presente ninguna reacción con el sólido.
6. Completar con el líquido hasta llenar el picnómetro (tener en cuenta la tapa y el capilar) y pesar, Mb.
7. Vaciar el picnómetro y limpiarlo.
8. Llenar el picnómetro con el líquido elegido y pesar, Ma.
9. Introducir el termómetro en el agua y registrar la temperatura, con 0.5°C de precisión.
10. Registrar los datos en la tabla 1, y realizar los cálculos necesarios para la determinación de la densidad real de las arcillas dadas.

Tabla 1. Determinación de la densidad real de una muestra de arcilla

MUESTRA	Mp (g)	Mo (g)	Ma (g)	Mb (g)	DR (g/cm³)	PROMEDIO	DIFERENCIA

Cálculo de la Densidad Real

$$\rho = (M_o * \rho_l) / [M_o + (M_a - M_b)]$$

Donde ρ : Densidad real del mineral
 M_o : Peso de la muestra sólida seca
 ρ_l : Densidad del líquido
 M_a : Peso del picnómetro lleno de agua
 M_b : Peso del picnómetro con agua más muestra

PREGUNTAS

1. ¿Cuál es la clasificación granulométrica establecida para la industria ladrillera y de refractarios?
2. ¿Cuál es la influencia de las fases gruesa y fina de la materia prima para la fabricación de un producto cerámico?
3. De los resultados obtenidos con las materias primas analizadas, determine para qué clases de productos cerámicos son adecuadas.
4. Analice las gráficas de distribución de tamaño obtenidas.
5. ¿Qué importancia tiene la distribución granulométrica de la materia prima utilizada para la fabricación de cerámicos?
6. Mencione que otros factores se deben tener en cuenta en el cálculo de la densidad de las arcillas, explique.
7. ¿Qué otros métodos existen, para la determinación de la densidad real en sólidos?

BIBLIOGRAFÍA

[1] BARBA, A., BELTRÁN, V., FELIU, C., GRACIA, J., GINES, F., SÁNCHEZ, E. Y SANZ, V. Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas. Instituto de Tecnología Cerámica, Castellón, España, 1997.

[2] AMADO, JOSÉ DARÍO SANTOS; VILAFRADES, PEDRO YESID MALAGÓN; TUTA, ELCY MARÍA CÓRDOBA. Caracterización de arcillas y preparación de pastas cerámicas para la fabricación de tejas y ladrillos en la región de Barichara, Santander. *Dyna*, 2011, vol. 78, no 167, p. 50-58.

[3] DONALD MACY LIDDELL. Handbook of Chemical Engineering, Volume 1. McGraw-Hill book Company, Incorporated, 1922. the University of Michigan.

PRÁCTICA No 2.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE MATERIAS PRIMAS CERÁMICAS PARA LA FABRICACIÓN DE LADRILLOS REFRACTARIOS POR LAS TÉCNICAS DRX Y FRX

OBJETIVO

- Determinar la composición mineralógica y química de diferentes de arcillas por medio de las técnicas de difracción de rayos x y fluorescencia de rayos x.

INTRODUCCIÓN

Existen varios criterios para clasificar las materias primas minerales y ceramicas, éstos pueden ser por su origen geológico, por su composición, por sus propiedades (color, plasticidad, punto de fusión, etc) o bien de acuerdo a su uso. En este sentido, es importante realizar una caracterización química de tales materiales mediante Fluorescencia de Rayos X, y una caracterización mineralógica mediante Difracción de Rayos X, pues a partir de estos dos métodos se puede hacerse una idea acerca de los componentes principales que los conforman, así como de sus impurezas, ya que en gran medida de esto depende su aplicación.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Técnicas o Métodos de difracción de rayos

- Ley de Bragg
- Equipos de difracción de rayos x
- Método de fluorescencia de rayos x

EQUIPOS Y MATERIALES

- Difractómetro de rayos X, para método de polvo
- Balanza analítica
- Mortero de Ágata
- Tamiz de 38 micrones
- Espátula
- Espectrómetro de fluorescencia de rayos X.
- Horno de Mufla

PROCEDIMIENTO

1. Tomar una muestra de estudio (arcilla y chamota), triturlarla con el mortero de ágata lo más fino posible, hasta una granulometría de máximo 38 micrones.
2. Tomar 5 g de la muestra triturada y llevarla a un portamuestra, introduciendo el material de forma lateral hasta que sea cubierto en su totalidad y quede compactado dentro del portamuestra.
3. Ubicar el portamuestra en el equipo de difracción de rayos X.
4. Someter la muestra al haz de rayos X.
5. Analizar los difractogramas obtenidos con ayuda de un software especializado para la identificación de las fases cristalinas presentes en las muestras.
6. Compactar el restante de las muestras en una prensa.
7. Llevar las pastillas prensadas al Espectrómetro de fluorescencia de rayos X.
8. Analizar los resultados obtenidos

Nota: Se utilizará un detector de Centello (elementos pesados) y Flujo (elementos livianos). Con una fuente de rayos X generada por un tubo de Rodio (Rh).

PREGUNTAS

1. Haga una comparación de los difractogramas obtenidos.
2. Según los resultados, ¿qué cerámicos considera que se pueden fabricar a partir de estas materias primas? y por qué?

BIBLIOGRAFÍA

MARTÍN J. D. SANFELIU T. GÓMEZ D. Mineralogía de arcillas cerámicas: El Permo-trías de Castelló., Universitat Jaume I. 2005.

MOELLER, T. MOELLER C. y BELTRÁN J. Química inorgánica. Tercera edición. Reverté, 1995.

PRÁCTICA No 3.

DETERMINACIÓN DE LA PLASTICIDAD DE MATERIAS PRIMAS CERÁMICAS A TRAVÉS DE LOS LÍMITES DE ATTERBERG

OBJETIVO

- Determinar la plasticidad de diversas muestras arcillosas aplicando el método de los límites de Atterberg.

INTRODUCCIÓN

Existen suelos que, al ser moldeados cambiando su contenido de agua, si es necesario, adoptan una consistencia característica, que se ha denominado Plástica. La plasticidad es en este sentido, la propiedad que presentan las arcillas de dejarse moldear y adoptar una forma estable que perdure a lo largo de todo el proceso cerámico [1]. Depende directamente del grado de humedad de la arcilla y es una propiedad controlable. Otros factores que influyen en la plasticidad de la arcilla son: la granulometría de sus componentes mineralógicos, así como la posible presencia de materia orgánica. La plasticidad de las arcillas comprende propiedades, tales como: cohesión, maleabilidad, poder ligante y viscosidad.

Según su plasticidad, se consideran dos grupos importantes de arcillas:

Arcilla grasa: tipo de arcilla muy plástica y poco consistente. Si hay pérdida de humedad puede llegar a agrietarse fácilmente. Casi siempre es necesario añadirle desengrasante con el fin de aumentar su consistencia.

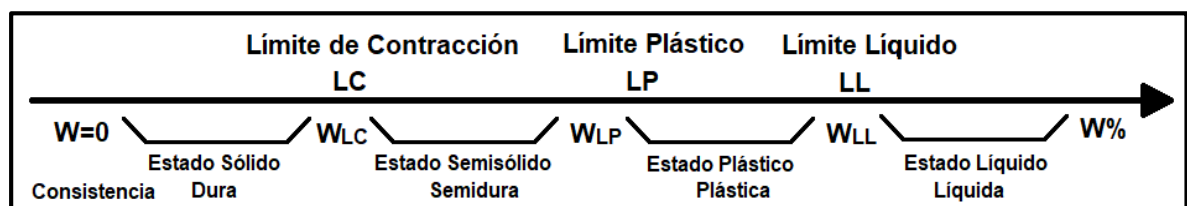
Arcilla magra: tipo de arcilla poco plástica, cuando pierde humedad experimenta gran reducción de volumen y puede romperse con facilidad. Es necesario mezclarla con arcilla grasa para hacerla más plástica.

Según su contenido de agua, un suelo susceptible de ser plástico puede estar en cualquiera de los siguientes estados de consistencia:

1. Estado líquido, con las propiedades y apariencia de una suspensión.
2. Estado plástico, el suelo se comporta plásticamente.
3. Estado semisólido, en el que el suelo tiene la apariencia de un sólido, pero aun disminuye de volumen al estar sometido a secado.
4. Estado sólido, el volumen del suelo no varía con el secado.

El contenido de humedad que produce el pase de un estado a otro, es distinto para diferentes suelos arcillosos, por lo cual se creó la necesidad de definir límites, a los cuales se denominó; Límites de Atterberg, estos límites permiten separar la consistencia de los terrenos arcillosos en cuatro estados, como se observa en la figura 1 [2].

Figura 1. Diagrama de consistencia de suelos finos de Atterberg.



De acuerdo con esto, los límites de Atterberg, son; Límite Líquido (LL), Límite Plástico (LP), Límite de retracción de Contracción (LC). La determinación de estos límites se realiza

solamente sobre elementos finos que pasan por un tamiz de malla cuadrada de 0,5 mm, según normas internacionales, como la ASTM.

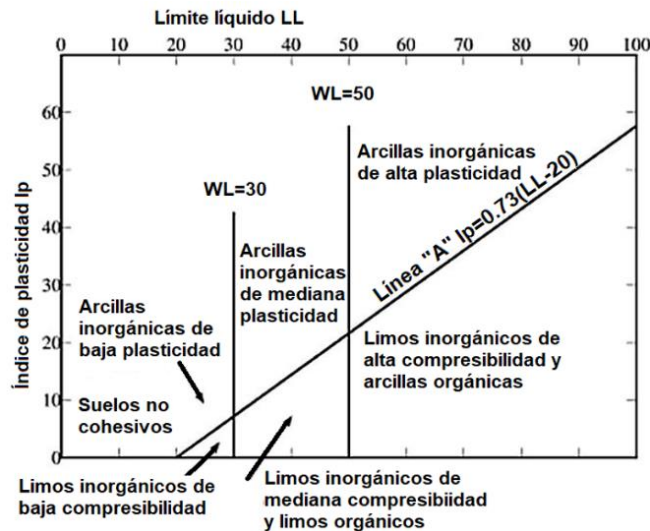
Estos límites se suelen relacionar para cuantificar la plasticidad de las arcillas. La consistencia en el estado plástico, se puede considerar pastosa, blanda o firme, según vaya reduciéndose su grado de humedad.

Índice de plasticidad: el rango de contenido de agua sobre el cual un suelo se comporta plásticamente.

$$I_p = LL - LP$$

Muchas de esas relaciones se representan en el gráfico de plasticidad de Casagrande, expuesto en la figura 2.

Figura 2. Diagrama de plasticidad de Casagrande.



TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Técnicas para determinar la plasticidad de las arcillas.
- Norma ASTM D 4318. Standard Test Methods for Liquid Limit, Plastic Limit, and Plasticity Index of Soils

- Límites de Atterberg.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Aparato Casagrande
- Tamiz de 425 micras
- Calibrador
- Agua destilada
- Acanalador
- Plato de evaporización
- Recipiente tarado
- Espátula

PROCEDIMIENTO

Se prepararán mezclas de arcilla-chamota en la siguiente relación:

- A. 100% Arcilla
- B. 80 % Arcilla y 20% Chamota
- C. 60% Arcilla y 40% Chamota

I. DETERMINACIÓN DEL LIMITE LIQUIDO (L. L)

1. Pesar entre 150 y 200 g de arcilla, que pasen por el tamiz de 425 micras (Malla Tyler No 40).
2. Ajustar el aparato Casagrande:
 - a. Verificar que el aparato de Casagrande se encuentre en buen estado, que la cazuela y la base estén limpias y secas.
 - b. Ajustar la altura de la caída de la cazuela, girando la manivela hasta que ésta se eleve a su mayor altura.
 - c. Con ayuda del calibrador, verificar que la distancia entre el punto de contacto entre la cazuela y la base sea de 10 mm. Si el ajuste es correcto se escuchará un ligero

campanilleo producido por la leva al golpear el tope de la cazuela; si ésta se levanta sobre el calibre o no se escucha ningún sonido debe realizarse un nuevo ajuste.

3. Mezclar la muestra de arcilla en un plato de evaporación, agregando la cantidad de agua necesaria hasta obtener una mezcla homogénea.
4. Curar la muestra durante el tiempo necesario para que las fases líquidas y sólidas se mezclen homogéneamente.¹
5. Al obtener la consistencia requerida, suministrar aproximadamente de 15 a 35 golpes para cerrar la ranura y tomar una porción de la mezcla ligeramente mayor a la cantidad que se someterá al ensayo.
6. Colocar la porción de muestra en la cazuela, ésta debe quedar centrada sobre el punto de apoyo de la cazuela con la base. Comprimir y extender la muestra con la espátula, evitando concentrar burbujas de aire en la mezcla.
7. Aplanar y nivelar a 10 mm de profundidad en el punto más grueso. Conservar el material excedente en el plato de evaporación o recipiente de mezclado.²
8. Dividir la pasta cuidadosamente, pasando el acanalador a lo largo del diámetro que pasa por el eje de simetría de la cazuela, hasta formar una ranura bien delineada y de dimensiones definidas. La formación de la ranura se debe realizar con el mínimo número de pasadas, limpiando el acanalador después de cada una de ellas y evitando el desmoronamiento de la pasta.
9. Girar la manivela levantando y dejando caer la cazuela con una frecuencia, aproximadamente de dos golpes por segundo, hasta que las paredes de la ranura entren en contacto en el fondo del surco a lo largo de un tramo de 13 mm. Registrar el número de golpes, N, requeridos para cerrar la ranura.
10. Retirar el material acumulado en el fondo del surco, colocarlo en un recipiente y determinar su humedad inmediatamente después de terminado el ensayo.
11. Repetir el proceso mínimo tres veces.
12. Introducir los recipientes en la estufa de secado a 110°C por dos horas.

NOTA:

1 En suelos de alta plasticidad este plazo no debe ser menor que 24 horas. En suelos de baja plasticidad este plazo debe ser mucho menor y en ciertos casos puede eliminarse.

2 El nivelado a 10 mm implica un volumen de material de aproximadamente 16 mm^3 y una longitud de surco, medida sobre la superficie nivelada de aproximadamente 63 mm.

II. DETERMINACIÓN DEL LIMITE PLÁSTICO (L.P)

MÉTODO MANUAL:

1. Seleccionar ± 20 g. del material preparado anteriormente para el ensayo de Límite Líquido.
2. Reducir el contenido de humedad amasando con las manos, hasta que se logren formar esferas de arcilla.
3. Tomar una porción de muestra de aproximadamente 1,5 g a 2 g.
4. Amasar la muestra con las manos y luego hacerla rodar con las palmas hasta formar un cilindro que se apoye sobre una superficie preferiblemente de vidrio y apisonarla solo con el peso de la mano; cuando el cilindro alcance un diámetro de aproximadamente 3 mm, amasar nuevamente y volver a conformar el cilindro.
5. Repetir la operación hasta que el cilindro se disgregue o forme fisuras y no se pueda llegar a un diámetro de aproximadamente 3.2 mm.³
6. Reunir las porciones del cilindro disgregado y colocarlas en un recipiente tarado para determinar y registrar su humedad.
7. Repetir las etapas anteriores con dos porciones más de la muestra de ensayo.⁵
8. Introducir los recipientes en la estufa de secado a 110°C por dos horas.

NOTA:

3 Si esta disgregación se produce cuando se alcanza un diámetro mayor a 3 mm, puede considerarse como un punto final satisfactorio, siempre y cuando el material haya podido conformar previamente un cilindro de 3 mm.

Tabla 1. Determinación del límite líquido

LÍMITE LÍQUIDO

CAPSULA No	NUMERO DE GOLPES	PESO CAPSULA	PESO CAPSULA + SUELO HUMEDO	PESO CAPSULA + SUELO SECO	PESO DEL AGUA	PESO SUELO SECO	CONTENIDO DE AGUA
		g	g	g	g	g	%

Tabla 2. Determinación del límite plástico

LÍMITE PLÁSTICO

PREGUNTAS

1. Graficar el % de humedad (W) Vs. Log de número de golpes (N), en una escala semilogarítmica, y determinar el límite líquido de las arcillas.
2. Construir la curva de flujo en el diagrama de plasticidad de Casagrande, y de acuerdo a éste, determinar la plasticidad de las arcillas estudiadas.
3. Calcular el límite plástico y el índice de plasticidad de las arcillas.
4. ¿Los resultados obtenidos en la determinación del índice de plasticidad de la muestra son coherentes con los esperados, teniendo en cuenta la composición mineralógica de las arcillas? Justifique su respuesta.
5. ¿Qué problemas conlleva una baja y alta plasticidad de las arcillas en la obtención de cerámicos?

BIBLIOGRAFÍA

[1] VILLALAZ, Carlos Crespo. *Mecánica de suelos y cimentaciones*. Editorial Limusa, 2004.

[2] RODRÍGUEZ, Alfonso Rico. *Mecánica de suelos*. Editorial Limusa, 1974. Pag 129

ASTM D 4318-05. American Society for Testing Materials, Standard Test Methods for Liquid limit, Plastic Limit, and Plasticity index of Soils.

PRÁCTICA No 4.

DETERMINACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TERMOFÍSICO DE MATERIAS PRIMAS CERÁMICAS A TRAVÉS DE LAS TÉCNICAS TGA Y DSC

OBJETIVO

- Determinar el comportamiento termofísico de las materias primas cerámicas al ser sometidas a un ciclo controlado de calentamiento y enfriamiento.

INTRODUCCIÓN

En el análisis térmico se agrupan una serie de técnicas en las cuales se sigue una propiedad de la muestra, cuando dicha muestra se somete a un programa en una atmosfera controlada, o bien en función de la temperatura, o bien en función del tiempo; esto puede consistir en calentar o enfriar a una determinada velocidad, o mantener la temperatura constante, o una combinación de ambas, en un determinado tiempo.

Los efectos del calor sobre los materiales pueden ser varios y producir cambios en muchas de sus propiedades, los cambios de peso se pueden observar mediante la termogravimetría (TGA), mientras que la medida de los cambios de energía es determinada por la calorimetría diferencial de barrido (DSC). Así, por ejemplo, la termogravimetría dice cuándo una muestra pierde o gana peso y cuánto, la representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo o de la temperatura se denomina termograma o curva de descomposición térmica;

mientras que el DSC dice si una reacción o cambio físico es endotérmico o exotérmico, y a menudo es capaz de medir la variación de calor.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Análisis termogravimétrico (TG)
- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

EQUIPOS Y MATERIALES

- Balanza.
- Analizador térmico SETSYS Evolution SETARAM.
- Equipo INDUSTRIAL CHILLER CW-6000.

Figura 1. Equipo SETSYS Evolution SETARAM y unidad industrial CHILLER CW-6000



PROCEDIMIENTO

1. Seleccionar entre 10 mg a 20 mg de la muestra, teniendo en cuenta que tenga un tamaño de partícula inferior a 4mm y esté completamente homogenizada.
2. Tarar el equipo con los crisoles puestos y sin muestra.

3. Ajustar la diferencia entre el peso sin tara y el peso sin tara. Enfocarse en el peso sin tara adicionando esferas de plomo en el contra peso buscando que el valor medido esté entre -5 y +5 mg.
4. Pesar la muestra en el crisol en una balanza y apuntar el valor. Tener cuidado de que la cantidad de muestra adicionada no supere la mitad del crisol.
5. Colocar el crisol con la muestra en el portamuestras del equipo.
6. Programar la prueba ajustando los valores de temperatura inicial y final, velocidad de calentamiento y tiempo de sostenimiento.
7. Abrir las válvulas de las botellas de los gases de la muestra y del horno (Argón de alta pureza) y encender el Chiller.
8. Abrir las válvulas de los gases y activar la válvula del flujo de agua en el software Calisto del equipo.
9. Esperar a que se estabilice la balanza y el flujo de gas.
10. Iniciar la prueba.
11. Al finalizar la prueba cerrar las válvulas de los gases y apagar el Chiller.

PREGUNTAS

1. Realice la interpretación de las curvas del termograma y del análisis DSC y de acuerdo a ello, describa las transformaciones y reacciones ocurridas en las muestras analizadas.

BIBLIOGRAFÍA

SURINACH, Santiago, et al. La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la Ciencia de Materiales. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 1992, vol. 31, num. 1, p. 11-17, 1992.

Isel Cáceres, Vivianne, Sánchez-Molina, Jorge, Chaparro-García, Amanda Lucía, Evaluación de arcillas caoliniticas-illiticas provenientes de la formación guayabo del Área Metropolitana de Cúcuta, Norte de Santander, Colombia. *Revista ION [en línea]* 2017, 30 (Enero-Junio)

PRÁCTICA No 5.
PREPARACIÓN DE PASTAS CERÁMICAS Y CONFORMACIÓN DE
LADRILLOS REFRACTARIOS POR PENSADO Y EXTRUSIÓN.

OBJETIVO

- Fabricar en el laboratorio un material refractario con todas sus propiedades inherentes.

INTRODUCCION

Pueden existir diversas maneras de definir lo que se entiende por un material refractario. Así, según la Real Academia de la Lengua se define material refractario como aquel cuerpo que resiste la acción del fuego sin cambiar de estado ni descomponerse. Por tanto, se considera como material refractario a todo aquel compuesto o elemento que es capaz de conservar sus propiedades físicas, químicas y mecánicas a elevada temperatura. La norma española UNE (150 R836-68) define a los materiales refractarios como a aquellos productos naturales o artificiales cuya refractariedad es igual o superior a 1500 °C. Es decir, resisten esas temperaturas sin fundir o reblandecer. Una definición “ampliada”, que hace mención al hecho de que no es solo la resistencia a la temperatura lo que se exige a un material refractario, es la siguiente: Materiales capaces de resistir temperaturas elevadas conservando al mismo tiempo buenas propiedades operativas frente a las sollicitaciones presentes en hornos y reactores industriales. A partir de esta definición se puede dar una definición tecnológica como sigue: todo material capaz de soportar, a temperaturas elevadas, las condiciones del medio en que está inmerso, durante un periodo de tiempo económicamente rentable, sin deterioro excesivo de sus propiedades fisicoquímicas.

EQUIPO Y MATERIALES

- Arcilla caolinítica - Chamota
- Balanza
- Molde metálico

- Prensa hidráulica
- Bandejas
- Espátula
- Antiadherente para el molde y la mezcla arcillosa
- Horno eléctrico 1500°C

PROCEDIMIENTO

I. PREPARACIÓN DE LAS MEZCLAS CHAMOTA-ARCILLA

1. Se prepararán mezclas de chamota - arcilla en la siguiente relación:

- D. 100% Arcilla
- E. 80 % Arcilla y 20% Chamota
- F. 60% Arcilla y 40% Chamota

2. Homogenizar los polvos y agregar agua hasta que la mezcla alcance su estado plástico.

Nota: La plasticidad de la pasta será obtenida a partir de la experiencia realizada en la práctica No 3.

II. CONFORMADO.

1. Agregar silicona sobre las caras internas de los moldes en acero. Con eso se facilita el desmoldeo de la pieza.
2. Introducir la pasta en el molde y con ayuda de la prensa aplicar una presión de prueba a 6400 psi.
3. Desmoldar la pieza y medir cada una de las probetas, registrar los valores en la siguiente tabla.

Tabla 1. Dimensiones probetas en verde

PROBETA No	ALTO	ANCHO	LARGO

Nota: Las muestras de prueba deben ser rectangulares de 25,4 mm de ancho x 12,7 mm de alto x 114 mm de alto según la norma ASTM C 674 -13 teniendo en cuenta la caracterización mecánica posterior.

III. SECADO

1. Exponer la muestra conformada al ambiente, preferiblemente en una parte seca), a temperatura de 25°C por 24 horas.
2. Introducir las muestras en la estufa a 40°C durante 4, pasado este tiempo subir la temperatura a 60°C y mantener por 4 horas, finalmente dejar por 12 horas más a 80°C.
3. Registrar las dimensiones de las probetas.

Tabla 2. Dimensiones probetas secas

PROBETA No	ALTO	ANCHO	LARGO

IV. SINTERIZACIÓN

1. Mediante una mufla que alcance los 1500 °C, realizar el proceso de cocción bajo las siguientes condiciones:

Tabla3. Parámetros sinterizado

Parámetro	1. Rampa de Calentamiento	2. Rampa de Calentamiento
Velocidad de calentamiento	4°C/min	5°C/min
Temperatura de cocción	800°C.	1500°C.
Tiempo de residencia	1 hora.	2 horas.

2. Dejar enfriar dentro del horno.
3. Sacar las probetas del horno y llevarlas de inmediato al desecador, para someterlas a posteriores ensayos.
4. Registrar las dimensiones de los cerámicos.
5. Identificar las diferencias de textura y color entre las diferentes probetas cerámicas.

Tabla 1. Dimensiones probetas sinterizadas

PROBETA No	ALTO	ANCHO	LARGO

PREGUNTAS

1. Realizar una clasificación de los materiales refractarios y mencione algunas aplicaciones.
2. ¿De qué manera se caracterizan los materiales refractarios?, explique las propiedades físicas, mecánicas, la refractariedad y la resistencia al choque térmico.
3. Graficar la curva % contracción Vs T (°C). Describa el comportamiento de la curva de acuerdo a los resultados obtenidos.
4. ¿Qué influencia tiene el porcentaje de chamota en los refractarios?

BIBLIOGRAFÍA

MORALES GÜETO, J. Tecnología de los materiales cerámicos. Ediciones Díaz de Santos, 2005.

HARBINSON; WALKER. Handbook of Refractory Practice.

NORMA ASTM C 674 – 13 Standard Test Methods for Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials

PRÁCTICA No 6

CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE LADRILLOS REFRACTARIOS. DETERMINACIÓN DE ABSORCIÓN DE AGUA, POROSIDAD, GRAVEDAD ESPECIFICA APARENTE Y DENSIDAD REAL

OBJETIVO

- Caracterizar físicamente las piezas cerámicas obtenidas en la práctica anterior, por medio de la determinación de absorción de agua, porosidad, gravedad específica y densidad real.

INTRODUCCIÓN

Las propiedades físicas de absorción de agua, densidad real, porosidad y densidad aparente constituyen unos de los principales parámetros de determinación del grado de densificación (sinterización) de un cerámico.

Durante la sinterización las partículas se unen, reduciendo en forma gradual el volumen de los espacios o poros entre ellas. **El Grado de Sinterización** o densificación de un cerámico depende de factores como la densidad inicial, la temperatura, el tiempo, el mecanismo de sinterización, el tamaño promedio de partícula y la distribución de tamaños de las partículas.

La densificación de un cerámico se determina con la siguiente relación:

$$\% \text{ densificación} = \frac{\rho_{\text{aparente}}}{\rho_{\text{real}}} \times 100$$

Donde: ρ_{aparente} es la densidad aparente

ρ_{real} es la densidad real.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- NORMA ASTM C 373 – 88. Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products.
- ASTM C 20 – 00 (Reaprovada 2005) Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water

EQUIPO Y MATERIALES

- Balanza analítica
- Estufa
- Vasos de precipitados de 500mL
- Agua destilada
- Pinzas
- Placa de calentamiento
- Alambre
- Trozo de lino o algodón
- Probetas que presenten pocos defectos y en lo posible no contengan grietas.

PROCEDIMIENTO

1. Secar la probeta en una estufa, a una temperatura de 105 a 150 °C, por un tiempo de tres horas.
2. Extraer la probeta de la estufa y llevar al desecador hasta que alcance la temperatura ambiente, y posteriormente pesar con una precisión de 0.01 g. registrar este peso como D.
3. Colocar la probeta en un vaso de precipitado evitando que toque el fondo y las paredes del mismo. Verter la suficiente agua destilada, hasta que la probeta sea cubierta totalmente.
4. Hervir por dos (2) horas, teniendo en cuenta que en todo momento el nivel de agua debe cubrir a la probeta.
5. Luego de la ebullición, dejar hundida la probeta durante 24 horas.
6. Sacar la probeta del recipiente y pesarla suspendida en agua, es decir, mida su peso en el agua mediante una rejilla, canasta o un alambre enrollado sobre ella. Tomar este dato como S con una precisión de 0.01 g.
7. Moje una lanilla con agua destilada y exprimirla hasta que quede ligeramente húmeda.
8. Sacar la probeta del agua y envolverla ligeramente en la lanilla húmeda por corto tiempo, de tal forma que no escurra agua. Luego pesarla obteniendo el dato M con una aproximación de 0.01 g.
9. Los resultados se calculan según especificaciones de la norma ASTM C373.

CÁLCULOS

- Masa seca, D, (g).
- Masa, S \pm 0.01g. Después de impregnar la probeta de ensayo.
- Masa saturada, M, (g).
- Volumen exterior , V, (cm³):

$$V = M - S$$

- Volumen de poros abiertos V_{op} y porción impenetrable V_{ip} en centímetros cúbicos:

$$V_{op} = M - D$$

$$V_{ip} = D - S$$

- Porosidad aparente, P , expresada como porcentaje: Es la relación del volumen de los poros abiertos de la probeta con el volumen exterior.

$$P = \left(\frac{M - D}{V} \right) \times 100$$

- Absorción de agua, A , expresada como porcentaje, entre la masa de agua absorbida y la masa de la probeta seca.

$$A = \left(\frac{M - D}{D} \right) \times 100$$

- Gravedad aparente específica, T , de la proporción de la probeta de ensayo que es impenetrable al agua.

$$T = \left(\frac{D}{D - S} \right)$$

- Densidad volumétrica, B , en gramos por centímetro cúbico de una probeta, es el cociente de la masa seca dividida por el volumen exterior, incluyendo poros.

$$B = \left(\frac{D}{V} \right)$$

PREGUNTAS

1. Realizar los cálculos respectivos para determinar las propiedades físicas de los cerámicos.

2. ¿Cuáles son las especificaciones de absorción de agua para la fabricación de ladrillos, tejas y baldosas de arcilla cocida? ¿Los cerámicos obtenidos cumplen con dichas condiciones?

BIBLIOGRAFÍA

NORMA ASTM C 373 – 88 Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products.

PRÁCTICA No 7

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LADRILLOS REFRACTARIOS. DETERMINACIÓN DEL MÓDULO DE RUPTURA

OBJETIVO

- Determinar la resistencia a la flexión de las piezas cerámicas obtenidas en la práctica anterior.

INTRODUCCIÓN

Un parámetro directamente relacionado con la resistencia a la flexión es el módulo de ruptura que indica la tensión máxima que un espécimen de prueba rectangular puede soportar en una prueba de flexión hasta que se rompe, expresado en N/mm² o MPa.

Para su determinación las muestras, ya sean cilíndricas o rectangulares, se apoyan en los soportes dentro de un espacio adecuado y una carga es aplicada en el punto medio entre los apoyos de manera uniforme hasta que la rotura se produce.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- NORMA ASTM C 674 – 13 Standard Test Methods for Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials

- NORMA ASTM C 1424 – 10 Standard Test Method for Monotonic Compressive Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature

EQUIPO Y MATERIALES

- Máquina universal de ensayos mecánicos.
- Probetas cerámicas rectangulares (25,4 x 12,7 x 114) milímetros aproximadamente.

PROCEDIMIENTO:

1. Colocar la probeta sobre los soportes, a espacio 4,0 pulgadas (102 mm) entre los centros, dejando un espacio en los extremos de por lo menos 0,25 pulgadas (6,4 mm).
2. Aplicar la carga a un ángulo recto, a 1 pulgada (25,4 mm) de la superficie de la probeta y a la mitad del largo entre los bordes. Romper las muestras en una sola parte.
3. Aplicar la carga de manera uniforme a razón de 1000 ± 150 libras (454 ± 68 kg) / min, hasta la ruptura.
4. Medir el ancho y el espesor en la parte más cercana a la ruptura (0,001 pulgadas [0,0254 mm]).
5. Calcular el módulo de ruptura de cada una de las probetas rectangulares, de la siguiente forma:

$$M = 3PL / 2bd^2$$

Donde: M = módulo de rotura, psi (o MPa);
 P = carga de ruptura, lb-f (o N);
 L = distancia entre apoyos, cm (o mm);
 b = anchura de la muestra, cm (o mm)
 d = espesor de la muestra, cm (o mm).

PREGUNTAS

1. Realizar los cálculos respectivos para determinar las propiedades mecánicas de los cerámicos.
2. Registrar los Datos del módulo de rotura calculada para cada muestra, el promedio ajustado da el valor del módulo de ruptura (descartando los valores de las barras que en la inspección muestran defectos evidentes).
3. Graficar los resultados en función de las variables del procesamiento cerámico evaluadas.
4. Relacionar los resultados de caracterización físico-mecánica con los difractogramas y concluir.

BIBLIOGRAFÍA

NORMA ASTM C 674 – 13 Standard Test Methods for Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials.

PRÁCTICA NO 8.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LADRILLOS REFRACTARIOS POR LAS TÉCNICAS DRX Y FRX

OBJETIVO

- Determinar la composición mineralógica y química de los cerámicos por la técnica de difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X.

INTRODUCCIÓN

La caracterización mineralógica permite obtener una descripción precisa de la estructura química de los cerámicos y conocer las fases formadas por las temperaturas de cocción.

EQUIPO Y MATERIALES

- Difractómetro de rayos X, para método de polvo marca RIGAKU

- Balanza analítica
- Mortero de Ágata
- Tamiz de 38 micrones
- Espátula
- Espectrómetro de fluorescencia de rayos X.
- Fluxer
- Horno de Mufla

PROCEDIMIENTO

1. Moler en mortero de ágata un trozo del cerámico, hasta una granulometría de máximo 38 micrones (Malla Tyler No. 400)
2. Preparar la muestra y obtener su difractograma siguiendo el procedimiento descrito en la práctica 2.
3. Repetir el procedimiento con los otros cerámicos.

PREGUNTAS

1. Comparar los resultados de los análisis mineralógicos y químicos de las materias primas (practica 2) con los obtenidos para los ladrillos refractarios. Explicar las reacciones o transformaciones de fase ocurridas durante la sinterización.
2. Relacionar los resultados de caracterización físico-mecánica con los difractogramas y concluir.

BIBLIOGRAFÍA

MARTÍN-MARTÍN, J. D.; SANFELIU, T.; GÓMEZ-GRAS, D. Mineralogía de arcillas cerámicas. El Permo-Trías de Castelló. Athenea 13. 2005.

MOELLER, T. MOELLER C. y BELTRÁN J. Química inorgánica. Tercera edición. Reverté, 1995.

PRÁCTICA No 9.
EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO
DE LADRILLOS REFRACTARIOS

OBJETIVO

- Evaluar la resistencia al choque térmico de ladrillos refractarios.

INTRODUCCIÓN

Los materiales refractarios pueden sufrir roturas o pérdidas de material por choque térmico cuando aparece un gradiente de temperatura en el material. El agrietamiento o rotura debido al choque térmico es un fenómeno que aparece asociado a cambios bruscos de temperatura. El calor al que es sometida una probeta cerámica cuando se calienta, puede originar un calentamiento brusco que obligue a dilatar el material cerámico, generando tensiones que lo deterioren o lo rompan. Este fenómeno es conocido como choque térmico, es importante en muchos casos que el material cerámico soporte cambios bruscos de temperatura sin sufrir agrietamientos, roturas o pérdida de su resistencia mecánica. El estudio del choque térmico es de gran importancia en la industria refractaria, ya que muchos de estos materiales han de experimentar en servicio cambios térmicos bruscos [1].

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Norma ASTM C 1171. Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories.
- Módulo de ruptura
- Norma NTC 1432. Materiales Refractarios. Determinación de la resistencia al choque térmico

EQUIPOS Y MATERIALES

- Horno capaz de mantener una temperatura constante de 1200°C
- 2 probetas de 76.2mm x 50.8mm x 25.4mm

- Pinzas metálicas
- Máquina de prueba de resistencia
- Guantes protectores
- Máscara de seguridad

PROCEDIMIENTO

1. Introducir las probetas en el horno frío.
2. Calentar el horno de forma gradual hasta 1500°C, a una velocidad de 4°C/min.
3. Sacar con las pinzas previamente calentadas las probetas del horno, colocarlas sobre refractarios fríos¹ y dejarlas enfriar por 10 min.
4. Introducir nuevamente las probetas en el horno por 10 min. Al pasar este tiempo se sacan del horno y se vuelven a dejar enfriar, completando así un ciclo de calentamiento y enfriamiento.
5. Introducir nuevamente las probetas en el horno, llevando la misma secuencia, asegurando periodos de calentamiento y enfriamiento similares.
6. Examinar las probetas y reportar cualquier rotura o pérdida de esquinas al finalizar cada periodo de enfriamiento.
7. El ensayo termina cuando las probetas se rompan² o cuando se complete el número de ciclos mínimos establecidos en las especificaciones del producto.
8. Realizar un ensayo de flexión a las probetas una vez terminado el choque térmico y comparar con los resultados obtenidos del ensayo de flexión anterior (practica 7).

NOTA:

¹ Se debe tener disponibilidad de suficientes ladrillos de apoyo, con el fin de utilizar ladrillos diferentes en cada ciclo para asegurar que siempre se dispone de una superficie fría.

² Registrar el ciclo en el que aparecen las primeras grietas sobre las probetas.

PREGUNTAS

1. Indicar el número de ciclos completos de calentamiento y enfriamiento realizados, o el de los requeridos para provocar la fractura. Describir la naturaleza de la falla.
2. Para cada tipo de ladrillo, determinar la pérdida de resistencia mecánica por efecto del choque térmico.

BIBLIOGRAFÍA

[1] OLMOS, L. Ferrer. Resistencia de los materiales cerámicos a los cambios bruscos de temperatura. *Bol. Soc. Española Cerámica*, 1964, vol. 3, no 6.

Norma ASTM C 1171. Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories.

Norma NTC 1432. Materiales Refractarios. Determinación de la resistencia al choque térmico

PRÁCTICA No 10.

EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA AL ATAQUE POR ESCORIA DE PRODUCTOS REFRACTARIOS

OBJETIVO

- Determinar la resistencia al ataque por escoria de los productos refractarios.

INTRODUCCIÓN

La corrosión de los materiales refractarios por escorias es uno de los temas de mayor importancia económica, ya que es uno de los factores que más contribuye a la disminución de la vida útil de estos materiales. El resultado del ataque de un material refractario por una escoria, es la disolución de éste en el líquido corrosivo. El proceso de disolución depende de varios factores: la temperatura, la composición de la escoria, la composición de todas las fases refractarias y de la presión y atmósfera del horno.

Los refractarios presentan generalmente unas fases que son más susceptibles a la corrosión que otras, y tienen poros interconectados que permiten la penetración del líquido, la cual puede iniciar en la superficie del refractario o bien por una penetración del líquido a través de los bordes de grano o los poros, lo que lleva a un desprendimiento de partículas del sólido.

En la selección de un refractario es imprescindible tener en cuenta la naturaleza de la escoria con la cual se va a estar en contacto dentro del horno, ya que hay una compatibilidad entre el refractario y la escoria:

- Las fases minerales compatibles pueden coexistir juntas en equilibrio sin reaccionar.
- Los refractarios ácidos son compatibles con las escorias ácidas y los refractarios básicos con las escorias básicas.
- Los refractarios ácidos son atacados por las escorias básicas y los refractarios básicos por las escorias ácidas.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- Norma NTC 1416. Productos Refractarios. Determinación de la resistencia al ataque de escoria.

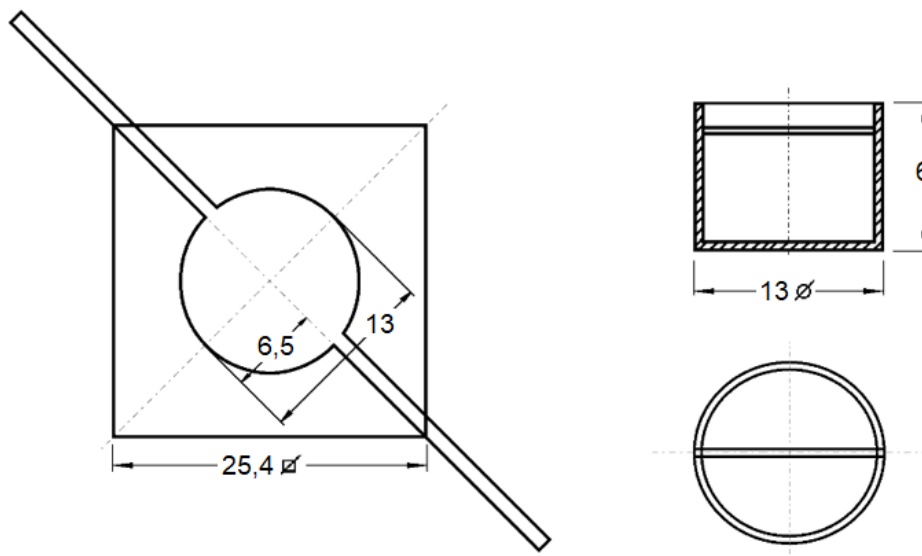
EQUIPOS Y MATERIALES

- Horno de alta temperatura.
- Cortadora de ladrillo o piezas refractarias.
- Taladro con broca de punta de diamante de 3/8” de diámetro.
- Probeta de ladrillo o pieza refractaria.
- Material reactivo (escorias metalúrgicas ácidas y básicas)

PROCEDIMIENTO

1. Cortar la probeta de ladrillo o pieza refractaria, de acuerdo a las siguientes especificaciones: 25,4 mm ancho x 114 mm largo x 12,7 mm alto.
2. Trazar unas diagonales sobre la probeta y marcar el centro.
3. Realizar un agujero de 13 mm de diámetro y 6 mm de profundidad con ayuda de un taladro en el centro de la probeta, como se muestra en la Figura 1.
4. Tomar 50g de escoria finamente pulverizada, hasta una granulometría de 250 μ m (tamiz No. 60).
5. Adicionar los 50g de escoria al crisol y llevarlo al horno, sometiéndolo a calentamiento hasta la temperatura indicada¹ y dejarlo allí por 2 horas.
6. Retirar la probeta del horno y cortar el crisol diagonalmente², de tal forma que el eje del cilindro se encuentre en el plano de corte.
7. Observar la superficie del refractario disuelta en la escoria y la impregnada por la misma.
8. Colocar un papel transparente sobre la superficie de corte del crisol y dibujar las superficies disueltas o impregnadas por la escoria.
9. Trasladar las líneas dibujadas anteriormente a una hoja de papel milimetrado.

Figura 1. Dimensiones de la probeta.



NOTA:

¹ La temperatura del horno se fija de acuerdo con la temperatura de trabajo del material que se esté utilizando.

² Conservar la probeta para realizar el análisis ceramográfico.

CÁLCULOS

I. Cálculo de solubilidad

En la Figura 2 se muestran todas las distancias que son necesarias para realizar los cálculos correspondientes.

1. Medir las distancias a_1 , h_1 y d_1 en cm.
2. Calcular F_1 por medio de la siguiente ecuación:

$$F_1 = h_1 \times d_1$$

Donde:

F_1 , Superficie disuelta (rayada en trazos) más la superficie ABHC de la sección del crisol.

d_1 , Diámetro medio de la superficie disuelta (rayada en trazos) más la superficie ABHG de la sección del crisol.

a_1 , Distancia de la línea A' ABB' al fondo del crisol GH.

h_1 , Altura media de la superficie disuelta más la superficie ABGH de la sección del crisol.

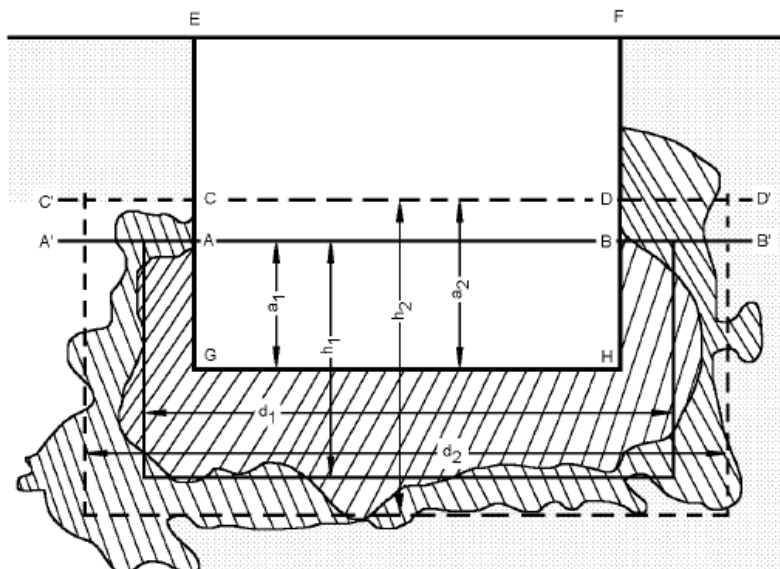
d_2 , Diámetro medio de la superficie total atacada (superficie total rayada) más la superficie CDHG del agujero abierto con el taladro.

a_2 , Distancia de la línea C' CDD' al fondo del crisol GH.

h_2 , Altura de la superficie total atacada (superficie total rayada) más la superficie CDHG del agujero.

d_3 , Diámetro inicial de la perforación.

Figura 2. Esquemas y símbolos de la probeta.



3. Calcular por medio de la Figura 3. el volumen de la parte de la probeta destruida por disolución más el volumen del crisol por debajo de la línea AD, (V_1), localizando el valor de la superficie F_1 sobre la escala vertical derecha y siguiendo en línea horizontal hasta interceptar la línea oblicua que marque el diámetro d_1 ; y a partir de este punto, se busca el valor del volumen V_1 en la abscisa.
4. Determinar el valor del volumen del crisol, por debajo de la línea AB (J_1), de la Tabla 1, con el valor de a_1 medido anteriormente.

Tabla 1. Determinación del valor del volumen del crisol J

a (cm)	J (cm ³)	a (cm)	J (cm ³)
0,1	1,5	1,8	27,4
0,2	3,0	1,9	28,9
0,3	4,6	2,0	30,4
0,4	6,1	2,1	31,9
0,5	7,6	2,2	33,5
0,6	9,1	2,3	35,0

0,7	10,6	2,4	36,5
0,8	12,2	2,5	38,0
0,9	13,7	2,6	39,5
1,0	15,2	2,7	41,1
1,1	16,7	2,8	42,6
1,2	18,2	2,9	44,1
1,3	19,8	3,0	46,6
1,4	21,3	3,1	47,1
1,5	22,8	3,2	48,7
1,6	24,3	3,3	50,2
1,7	25,9	3,4	51,7
		3,5	53,2

5. Calcular el valor de la solubilidad (Sv) y el coeficiente de solubilidad (S) por medio de las siguientes ecuaciones:

$$Sv = V_1 - J_1$$

$$S = \frac{V_1 - J_1}{20}$$

Donde:

Sv, Solubilidad, en cm³.

S, Coeficiente de solubilidad, en porcentaje en volumen.

II. Cálculo de la impregnación

1. Medir las distancias a₂, h₂ y d₂ en cm.
2. Calcular F₂ de la siguiente ecuación:

$$F_2 = h_2 \times d_2$$

Donde:

F₂, Superficie total atacada (solubilidad + impregnación, superficie total ° rayada) más superficie CDHG del agujero abierto con el taladro.

3. Calcular el volumen de la parte de la probeta disuelta e impregnada más el volumen del crisol, por debajo de la línea CD, (V_2), por medio de las Figuras 3 y 4, en forma similar a como se calculó V_1 , pero utilizando F_2 y d_2 .
4. Encontrar el volumen del crisol por debajo de la línea Cd, (J_2), utilizando la Tabla 1, con el valor a_2 .
5. Calcular el valor de la impregnación (Iv) y el coeficiente de impregnación (I) por medio de las siguientes ecuaciones:

$$Iv = V_2 - Sv - J_2$$

$$I = \frac{V_2 - Sv - J_2}{20}$$

Donde:

Iv , Impregnación, en cm^3 .

I , Coeficiente de impregnación en porcentaje, referido al volumen de un ladrillo normal de 2000 cm^3 .

III. Cálculo simplificado de la penetración total

1. Medir las distancias d_2 , d_3 , h_2 y a_2 .
2. Calcular la penetración (P), a través de la siguiente ecuación:

$$P = \frac{\pi d_2^2}{4} x h_2 - \frac{\pi d_3^2}{4} x a_2$$

Donde: P , Penetración total, en cm^3 .

PREGUNTAS

1. ¿Cuál es la penetración total de escoria?
2. Calcular el valor de la solubilidad y el coeficiente de solubilidad.
3. ¿Cuál es la cantidad total de escoria impregnada?
4. Adjuntar las gráficas de los perfiles obtenidos en las probetas, después del corte diagonal.
5. Indicar la clase y la composición de la escoria utilizada para el ataque.

BIBLIOGRAFÍA

Norma NTC 1416. Productos Refractarios. Determinación de la resistencia al ataque de escoria.

DE AZA, ANTONIO H. Corrosión de materiales refractarios por escorias y vidrios fundidos. *Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio*, 1996, vol. 35, no 2, p. 87-101.

PRÁCTICA No 11.

ESTUDIO CERAMOGRAFICO *POST-MORTEM* DE UN LADRILLO REFRACTARIO CORROÍDO

OBJETIVO

- Realizar un estudio ceramográfico post-mortem de los ladrillos corroídos con el fin de evaluar los mecanismos de reacción entre el ladrillo y la escoria.

INTRODUCCIÓN

Para tener control sobre los procesos de síntesis y sinterización de materiales cerámicos es necesario contar con técnicas de caracterización que permitan conocer la evolución del material cerámico al ser sometido a estos procesos. Entre los métodos de caracterización utilizados para analizar estos sistemas, se destaca la caracterización microestructural utilizando la microscopía SEM y TEM, debido a su bajo costo respecto a otras técnicas. La ceramografía es el arte y la ciencia de la preparación, el examen y la evaluación de las microestructuras cerámicas [1]. Debido a la naturaleza de las imágenes, la extracción manual de los parámetros microestructurales implicaría largos tiempos de análisis, limitaciones en el tratamiento de datos estadísticos y el empleo de un criterio poco objetivo en las medidas, lo que conlleva a poca precisión. En realidad, el observador se puede distraer fácilmente de lo que es importante, por detalles triviales de la imagen, sumado al cansancio visual, tenderá a hacer suposiciones que pueden falsear la medida, por esa razón se hace necesario el desarrollo

e implementación de un sistema automático de medida, basado en el procesamiento de imágenes digitales, el cual permita determinar los parámetros microestructurales de interés.

TEMAS DE INVESTIGACIÓN

- *The American Ceramic Society (ACS)*

EQUIPOS Y MATERIALES

- Microscopio óptico
- Microscopio electrónico de barrido
- Lijas para desbaste
- Paños de pulido
- Spray de partículas de diamante para pulido de 6, 3 y 1 μm .
- Resina epóxica
- Moldes de teflón para montaje con resina epóxica
- Baño de ultrasonido
- Acetona
- Alcohol isopropílico

PROCEDIMIENTO

1. Preparar las muestras refractarias de la práctica anterior para su análisis.
2. Realizar el montaje de las muestras en resina epóxica.
3. Realizar el descaste con papel abrasivo de carburo de silicio No. 80, 240, 320, 400, 600 y 1200.
4. Hacer una limpieza ultrasónica en alcohol isopropílico y acetona, durante 15 minutos cada uno.
5. Pulir las muestras con pasta de diamante de 6 y 3 μm .
6. Hacer una limpieza ultrasónica en alcohol isopropílico y acetona, durante 15 minutos cada uno.
7. Realizar el estudio ceramográfico en un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

8. Registrar y analizar resultados

PREGUNTAS

1. Compare las micrografías obtenidas para los diferentes ladrillos, discuta las diferencias microestructurales encontradas entre ellas y para cada una, entre las diferentes zonas de reacción ladrillo-escoria.
2. Discuta y compare los resultados de los microanálisis EDS obtenidos para los ladrillos refractarios corroídos.
3. Con ayuda del diagrama de fases ternario apropiado, evalúe los mecanismos (o etapas) de corrosión de los ladrillos por la escoria.

BIBLIOGRAFÍA

[1] CHINN, Richard E. Ceramography: preparation and analysis of ceramic microstructures. ASM International, 2002.

ANTONIO H. DE AZA. Corrosión de materiales refractarios por escorias y vidrios fundidos. Instituto de Cerámica y Vidrio (iCV), CSIC. Ctra. de Valencia km. 24,300, 28500 Arganda del Rey, Madrid

Anexo B. Ficha técnica de la arcilla y chamota.

Edited by Foxit PDF Editor
Copyright (c) by Foxit Software Company, 2004 - 2007
For Evaluation Only.



ARCILLA RIONEGRO MOLIDA

Análisis Químico %

Al ₂ O ₃	31.4
SiO ₂	51.4
Fe ₂ O ₃	2.1
TiO ₂	2.3
CaO	0.2
MgO	0.4
Alcalis	0.7
PPC	11.3

Cono Pirométrico Equivalente (PCE) 32

Temperatura equivalente °C 1717
NTC -706, ASTM C - 24

Retenido en malla Tyler 250 (%) Máximo 6



CHAMOTE ESPECIALIDADES

Análisis Químico %

Al ₂ O ₃	38.5
SiO ₂	55.5
Fe ₂ O ₃	2.2
TiO ₂	2.3
CaO	0.2
MgO	0.4
Álcalis (Na ₂ O + K ₂ O)	0.6
Cono Pirométrico Equivalente (PCE)	32
Temperatura equivalente (°C) NTC -706, ASTM C-24	1683

Granulometría (porcentaje acumulado en seco)

Tamaño (mm)	+M8	+M10	+M16	+M28	-M150	-M250	-M325
(0-1)	-----	-----	0-5	15-35	15-35	-----	-----
(0-3)	Máx. 10	20-30	-----	55-65	Máx. 20	-----	-----
Fino	-----	-----	-----	Máx. 1.5	Min 55	Min. 35	Min 15

BSG (Bulk specific gravity)	2.20 Mín.
Porosidad (%)	17.0 Máx.

Anexo C. Fotografías del procedimiento con la cazuela Casagrande.



Anexo D. Variaciones dimensionales de los ladrillos durante su tratamiento térmico.

MEZCLA ARCILLA : CHAMOTA	ESTADO DE LOS LADRILLOS																	ΔV TOTAL (cm ³)
	EN VERDE					SECOS					SINTERIZADOS					ΔV2 PROM (cm ³)		
	ALTO (mm)	LARGO (cm)	ANCHO (cm)	VOLUMEN (cm ³)	ΔV1 (cm)	ALTO (cm)	LARGO (cm)	ANCHO (cm)	VOLUMEN (cm ³)	ΔV1 (cm)	ALTO (cm)	LARGO (cm)	ANCHO (cm)	VOLUMEN (cm ³)	ΔV2 (cm ³)			
100:0	1	1,27	10,04	2,57	32,75	1,26	10,04	2,57	32,40	0,35	1,12	8,94	2,30	23,05	9,34	7,56		
	2	1,25	10,01	2,55	31,82	1,24	10,00	2,54	31,59	0,23	1,11	9,04	2,31	23,17	8,42			
	3	1,26	10,01	2,54	31,97	1,26	10,00	2,53	31,79	0,18	±	1,17	9,07	2,65	28,05	3,74	7,75	
	4	1,27	10,01	2,56	32,60	1,27	10,00	2,56	32,42	0,17	0,12	1,15	9,10	2,35	24,71	7,71		
	5	1,28	10,00	2,53	32,26	1,27	9,99	2,54	32,25	0,01	1,14	9,05	2,30	23,69	8,57			
80:20	1	1,24	10,02	2,57	31,94	1,20	9,99	2,55	30,58	1,36	1,07	9,07	2,32	22,42	8,16	7,63		
	2	1,23	10,02	2,57	31,75	1,19	9,99	2,54	30,27	1,48	1,08	9,13	2,32	22,90	7,37			
	3	1,23	10,04	2,57	31,74	1,19	10,00	2,55	30,40	1,35	±	1,07	9,14	2,32	22,78	7,62	8,82	
	4	1,23	10,04	2,56	31,57	1,20	9,99	2,55	30,59	0,98	1,10	9,16	2,33	23,44	7,15			
	5	1,23	10,02	2,57	31,65	1,21	9,99	2,56	30,84	0,81	0,28	1,09	9,11	2,32	22,99	7,85		
60:40	1	1,22	10,04	2,55	31,27	1,21	10,04	2,53	30,73	0,54	0,49	1,12	9,29	2,35	24,41	6,32	6,32	
	2	1,23	10,05	2,56	31,53	1,21	10,03	2,54	30,79	0,74	1,13	9,44	2,39	25,57	5,22			
	3	1,22	10,04	2,54	31,05	1,20	10,02	2,54	30,67	0,37	±	1,10	9,29	2,36	24,12	6,56	6,81	
	4	1,21	10,04	2,55	31,08	1,21	10,03	2,54	30,79	0,29	1,10	9,31	2,35	24,10	6,68			
	5	1,21	10,03	2,56	31,13	1,20	10,02	2,55	30,64	0,50	0,17	1,09	9,27	2,36	23,82	6,81		

Anexo E. Fotografías de la planta física del laboratorio de Materiales Refractarios.



Anexo F. Inventario de los elementos, equipos y elementos de seguridad disponibles en el Laboratorio de Materiales Refractarios.

Item	Elemento	Cantidad
1	Probetas plásticas de 1000 ml	9
2	Probetas plásticas de 500 ml	10
3	Peras pipeteadoras de 3 vías marca Kartell	30
4	Frasco lavador en polietileno de 250 ml	10
5	Cajas de tapa bocas	100
6	Lanillas	20
7	Brochas de 3 pulgadas	3
8	Brochas de 1 pulgadas	3
9	Bolsas plásticas con cierre hermético de 6 cm x 5 cm	200
19	Bolsas plásticas con cierre hermético de 10 cm x 8 cm	200
11	Bolsas plásticas con cierre hermético de 20 cm x 18 cm	200
12	Bolsas plásticas con cierre hermético de 30 cm x 25 cm	100
13	Recipientes plásticos con tapa capacidad 10 L	2
14	Recipientes plásticos con tapa capacidad 5 L	2
15	Recipientes plásticos con tapa capacidad 1 L	2
16	Pistola secadora	1
17	Bandeja refractaria para secado en vidrio pirex, tamaño aproximado 20 cm x 20 cm x 6 cm	6
18	Cajas de guantes	4
19	Vidrio reloj de 100 mm	20
20	Tasa de porcelana pequeña	5
21	Probetas de vidrio de 25 ml	5
22	Probetas de vidrio de 50 ml	7
23	Probetas de vidrio de 100 ml	5
24	Bureta llave recta, 25:0,05 ml clase A	2
25	Balón aforado de 25 ml clase A	6
26	Balón aforado de 50 ml clase A	13
27	Balón aforado de 100 ml clase A	15
28	Balón aforado de 250 ml clase A	15
29	Balón aforado de 500 ml clase A	10
30	Balón aforado de 1000 ml clase A	10
31	Pipetas volumétricas de 5 ml clase A	15

32	Pipetas volumétricas de 10 ml clase A	15
33	Pipetas volumétricas de 20 ml clase A	15
34	Pipetas volumétricas de 50 ml clase A	15
35	Vaso forma baja 10 ml	20
36	Vaso forma baja 25 ml	25
37	Vaso forma baja 50 ml	25
38	Vaso forma baja 100 ml	25
39	Vaso forma baja 250 ml	20
40	Vaso forma baja 600 ml	15
41	Embudo de vidrio de 100 ml de diámetro vástago corto	5
42	Barra magnética, varilla agitadora de 30x6 mm	20
43	Barra magnética, varilla agitadora de	2
44	Barra magnética, varilla agitadora de 15x4,5 mm	13
45	Barra magnética, varilla agitadora de 20x6 mm	15
46	Barra magnética, varilla agitadora de 40x8 mm	20
47	Pinzas de acero grandes	2
48	Bandejas de acero inoxidable con tapa	10
49	Pipeteador de cremallera de 25 ml rojo marca Kartell	5
50	Termómetro rango de medida de -10°C a 225° C	4
51	Pistilo cabeza tosca	1
52	Mortero sin vitrificar	1
53	Soporte para bureta	4
54	Base para bureta	4
55	Pinzas	4
56	Escurreidor para material de laboratorio	1
57	Bolsas plásticas	
58	Cucharas grandes	5
59	Cucharas medianas	10
60	Cucharas pequeñas	10
61	Silica gel con indicador de humedad 1 Kg	1
62	Ácido clorhídrico 2,5 L	1
63	Ácido sulfúrico 2,5 L	1
64	Ácido acético 1 L	1
65	Hidróxido de sodio 1 Kg	1

66	Acetona 2,5 L	1
67	Etanol 2,5 L	1
68	Alcohol isopropílico	2
69	Chamote especialidades, bulto 25 Kg Erecos	4
70	Arcilla rionegro, bulto 25 Kg Erecos	4
71	CANBC 80, bulto 25 Kg Erecos	4
72	Erplax 80, bulto 25 Kg Erecos	4
73	Ladrillo refractario IFB 2800	20
74	Ladrillo refractario IFB 2300	20
75	Ladrillo refractario BA 85	20
76	Ladrillo refractario BA 60	20
77	Ladrillo refractario BA 40	20

Item	Equipo	Cantidad
1	Mufla Nabertherm GmbH. Bahnhofstrasse 20	1
2	Prensa manual estándar Carver Bench Top Modelo 3851-0	1
3	Estufa Binder Modelo FD 23	1
4	Balanza Ohaus Scout Pro SP6001	1
5	Balanza electrónica Ohaus PA523	1
6	Equipo de Ultrasonido Elma Modelo Elmasonic S 30 H	1
7	Cazuela Casagrande eléctrica digital Pinzuar PS 111	1
8	Cazuela Casagrande Manual Pinzuar PS 11	1

Item	Elemento de seguridad	Cantidad
1	Guantes para altas temperaturas	2
2	Caretas faciales para trabajo en alta temperatura	4
3	Caretas faciales para trabajo en alta temperatura con filtro UV	2
4	Pechera de cuero	3

Anexo G. Listado de los equipos y materiales que se requieren en el laboratorio de Materiales Refractarios.

Item	Elemento	Cantidad
1	Picnómetro con termómetro de 50 mL	6
2	Mortero sin vitrificar de gran capacidad	10
3	Martillo de goma	3

4	Embudo	6
5	Espátula-Cuchara	10
6	Superficie de goma	10
7	Balanza digital con peso colgante	5
8	Balanza Ohaus Scout Pro SP6001	5
9	Prensa manual estándar Carver Bench Top Modelo 3851-0	1
10	Estufa Binder Modelo FD 23	1
11	Bandeja refractaria de alúmina	10
12	Broca de punta de diamante de 3/8''	3
13	Cortadora Buehler Minosecar 2	1
14	Cazuela Casagrande eléctrica digital Pinzuar PS 111	3
15	Difractometro de rayos X	1
16	Fotosedimentador	1
17	Microscopio optico	1
18	Pinzas para altas temperaturas	3
19	Guantes de carnaza	10
20	Tapabocas con filtro para material particulado	100
21	Mufla Nabertherm GmbH. Bahnhofstrasse 20	2
22	Calibrador digital	4
23	Suspensión diamantada PRESI Reflex Concept LDP 3 μ	5
24	Suspensión diamantada PRESI Reflex Concept LDP 6 μ	5
25	Resina y catalizador PRESI Mécaprex con moldes	5
26	Taladro de banco industrial	1
27	Silicona en aerosol	5
28	Vaselina	5
29	Papel mantequilla	5
30	Juego de moldes de prensado en acero	2
31	Máquina universal de ensayos mecánicos	1
32	Ducha lavaojos de emergencia	1
33	Botiquín	1
34	Extintor	1
35	Extractor de aire	1
36	Aire acondicionado	1
37	Computador	1
38	Señalización de seguridad	1

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

BARROW G. Química física para las ciencias de la vida. Reverte, 1977. BROWN F. C. Física de los sólidos. Reverte, 2004.

DE AZA A., Corrosión de materiales refractarios por escorias y vidrios fundidos. *Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio*, 1996, vol. 35, no 2, p. 87-101.

KLEIN C. HURLBUT C.S. DANA J.D. Manual de mineralogía. Cuarta edición. Reverte, 2006.

MARTÍN-MARTÍN, J. D.; SANFELIU, T.; GÓMEZ-GRAS, D. Mineralogía de arcillas cerámicas. El Permo-Trías de Castelló. *Athenea* 13. 2005.

MINGARRO M. Degradación y conservación del patrimonio arquitectónico. Editorial Complutense, 1996.

OLMOS, L. Resistencia de los materiales cerámicos a los cambios bruscos de temperatura. *Bol. Soc. Española Cerámica*, 1964, vol. 3, no 6.

REFRATORIES, Harbison-Walker. Handbook of Refractory Practice. *Harbison-Walker Refractories Company*, 2005.