

**OBTENCIÓN DE UN CERÁMICO ABRASIVO Al_2O_3 - SiC POR REDUCCIÓN
CARBOTERMICA DE UNA ARCILLA CAOLINÍTICA**

**DIEGO FERNANDO HERNANDEZ PARDO
ALEXANDER GÉLVEZ SÁNCHEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA METALURGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2009

**OBTENCIÓN DE UN CERÁMICO ABRASIVO Al_2O_3 - SiC POR REDUCCIÓN
CARBOTERMICA DE UNA ARCILLA CAOLINÍTICA**

**DIEGO FERNANDO HERNANDEZ PARDO
ALEXANDER GELVEZ SANCHEZ**

**Trabajo de grado para optar el título de
Ingeniero Metalúrgico**

**Director
Ph.D. ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA METALURGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN DESARROLLO Y TECNOLOGIA DE NUEVOS
MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN MINERALES, BIOHIDROMETALURGICA Y
AMBIENTE
BUCARAMANGA
2009**

Doy gracias a Dios por permitirme terminar la carrera y lograr una de las principales metas que tenía en la vida, dedico este libro a mis mamas GRACIELA y LUCIA por todos y cada uno de los sacrificios que hicieron para poderme dar el estudio. Gracias con toda el alma mamas porque a pesar de todos los problemas e inconvenientes que se me presentaron ustedes siempre me apoyaron y confiaron en mí.

“ Una vez más demostramos que con sacrificio, constancia y fe los sueños se pueden lograr”.

DIEGO FERNANDO HERNANDEZ PARDO

Primero que todo debo darle gracias a mi D D S por darme la sabiduría y conocimiento para lograr un paso tan importante en mi vida, también a mis padres por ser tan maravillosos y buenos conmigo, que siempre estuvieron hay en los momentos difíciles para apoyarme y decirme “Nene, la vida es eso y hay que seguir hacia adelante”; también darle gracias a mis hermanas Alexa y Lore, que de no ser por ellas la vida fuera muy aburrida y sin ningún sentido. Además a mis abuelos, tíos y demás familiares que me apoyaron en todo momento. También debo darle gracias a una persona que aportó grandes cosas y enseñanzas para toda mi vida.

Debo darle gracias a todos mis amigos y compañeros de estudio de toda la carrera (Julián, M^a Margarita, Diego F, Liliana, Diego S, Dianis, Pechi, Mayu, Fabián, Diego D, Rojito y otros) y demás personas que hicieron de mí una gran persona en cuanto a lo académico y lo social, a ellos que estuvieron hay siempre en las buenas y las malas.

Por último, este triunfo obtenido en esta etapa de mi vida se lo debo y se lo dedico a mi madre y mi padre que de no ser por ellos no lo podría haberlo alcanzado.

Alexander Egelvez Sánchez

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a todas las personas que de una forma u otra contribuyeron para terminar este proyecto, en especial:

A la Doctora **Elcy María Córdoba Tuta**, directora de nuestro proyecto, que sin su dedicación, apoyo y confianza no hubiésemos podido llevar a cabo este proyecto, gracias profesora por preocuparse y enseñarnos tantas cosas para la vida.

Profesor **Arnaldo Alonso Baquero**, gracias por los consejos que nos dio cuando más lo necesitábamos, gracias por brindarnos un poco de su conocimiento para ayudarnos a crecer profesionalmente.

A los técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales: **Daniel Garavito, Javier Gaitán, Mario Navarrete, y especialmente, a Ambrosio Carrillo**, por su paciencia y valiosa ayuda a lo largo de nuestra carrera universitaria y realización del proyecto.

Al laboratorio de rayos X, en especial a los químicos **Andelfo y Jose Luís**, por su interés y colaboración para la realización de pruebas.

CONTENIDO

	Pag.
JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO	19
1. OBJETIVOS	21
1.1. OBJETIVO GENERAL	21
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
2. FUNDAMENTO TEORICO	22
2.1. CERÁMICOS	22
2.2. CLASIFICACIÓN DE LOS CERÁMICOS SEGÚN LOS PRODUCTOS	23
2.3. CERÁMICOS ABRASIVOS	25
2.3.1. Carburo de Silicio	26
2.3.2. Alúmina (Al_2O_3)	30
2.4. REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DE ARCILLAS PARA LA OBTENCIÓN DE CERÁMICOS $Al_2O_3 - SiC$	33
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	38
3.1. CARACTERIZACION DE LA ARCILLA	40
3.1.1. Análisis mineralógico por la técnica de Difracción de Rayos X (DRX)	40
3.1.2. Análisis químico elemental por Fluorescencia de Rayos X (FRX)	40
3.2. BENEFICIO DE LA ARCILLA PARA LA ELIMINACIÓN DE HIERRO	41
3.2.1. Separación Magnética de alta intensidad	41
3.2.2. Lixiviación ácida	41
3.3. CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA BENEFICIADA	44
3.4. CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN	44
3.5. OBTENCIÓN DE LOS CERAMICOS $SiC - Al_2O_3$	45
3.6. CARACTERIZACIÓN DEL CERÁMICO OBTENIDO	49
3.6.1. Análisis Mineralógico por Difracción de Rayos X (DRX)	49
3.6.2. Morfología por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y Composición Elemental por Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (EDS).	49
3.6.3. Microdureza Vickers	51

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	53
4.1. CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA ORIGINAL (ARCILLA NEGRA)	53
4.1.1. Análisis mineralógico por la técnica de difracción de rayos X (DRX)	53
4.1.2. Análisis químico elemental por fluorescencia de rayos X (FRX)	54
4.2 BENEFICIO DE LA ARCILLA NEGRA	55
4.2.1. Separación magnética de alta intensidad	55
4.2.2. Lixiviación ácida	57
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA BENEFICIADA	61
4.4 SINTERIZACIÓN DE LOS CERAMICOS SiC – Al ₂ O ₃	63
4.4.1. Efecto del tiempo de molienda de la arcilla en la composición del cerámico	65
4.4.2. Efecto del % carbón en la mezcla arcilla – carbón sobre la composición química del cerámico	67
4.4.3. Efecto del grado de compactación de la mezcla arcilla – carbón en la composición química del cerámico	68
4.4.4 Efecto de la temperatura de sinterización en la composición química del cerámico	71
4.4.5. Efecto del tiempo de sinterización en la composición química del cerámico	74
4.5. MEJORES CONDICIONES PARA LA OBTENCIÓN DEL CERÁMICO (CARBURO DE SILICIO Y ALUMINA)	76
4.6. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y FÍSICA DEL CERÁMICO SiC – Al ₂ O ₃ OBTENIDO	76
4.6.1. Análisis Mineralógico cuantitativo por Difracción de Rayos X (DRX)	76
4.6.2. Morfología por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y Microanálisis químico por Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (EDS).	77
4.6.3. Microdureza Vickers	83
CONCLUSIONES	85
RECOMENDACIONES	87
BIBLIOGRAFIA	88
ANEXOS	92

LISTA DE FIGURAS

	Pag.
Figura 1. Estructuras del carburo de silicio	27
Figura 2. Proceso Acheson para la producción de Carburo de Silicio.	28
Figura 3. Diagrama de Pourbaix para el sistema hierro-oxalato	36
Figura 4. Metodología llevada a cabo para el desarrollo de la investigación.	39
Figura 5. Agitador orbital (SHACKER)	42
Figura 6. Matriz metálica para la compactación de polvos cerámicos	46
Figura 7. Pastillas de las mezclas cerámicas	46
Figura 8. Horno tubular eléctrico para la sinterización de las pastillas cerámicas	47
Figura 9. Molino de atrición	48
Figura 10. Preparación del cerámico para análisis.	50
Figura 11. Equipo para análisis de SEM	50
Figura 12. Baño metálico realizado para análisis SEM y EDS.	51
Figura 13. Microdurómetro Vickers	52
Figura 14. Difractograma de arcilla negra original	54
Figura 15. Efecto de la intensidad de corriente y la adición o no de dispersante en la remoción de hierro	56
Figura 16. Difractograma de material magnético obtenido a 10% sólidos; 0,25 g de pirofosfato de sodio; atrición durante 15 minutos a 1250 rpm, intensidad de corriente de 3 A y un flujo de pulpa de 1L / min.	57
Figura 17. Efecto de la temperatura y concentración ácido oxálico en la disolución de hierro	58
Figura 18. Efecto del tiempo de lixiviación en la disolución de hierro (T = 90°C, [ácido oxálico] = 0.5M, pH = 2.7, %sólidos = 10%)	60
Figura 19. Difractograma arcilla negra lixiviada.	61
Figura 20. Difractogramas de los cerámicos obtenidos con la arcilla molida a diferentes tiempos	66
Figura 21. Difractogramas estudio de porcentaje de carbón	68

Figura 22. Difractogramas estudio grado de compactación en las mezclas	70
Figura 23. Difractogramas estudio de temperatura de sinterización	72
Figura 24. Difractogramas estudio de tiempo de sinterización	75
Figura 25. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 40 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 4 horas.	79
Figura 26. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 4 horas.	80
Figura 27. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1600°C y tiempo de sinterización de 4 horas.	81
Figura 28. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 2 horas.	82
Figura 29. Micrografía de indentación Vickers: a)8, b)13, c)14, d)16	83

LISTA DE TABLAS

	Pag.
Tabla 1. Clasificación de los Cerámicos según los productos.	24
Tabla 2. Condiciones para la lixiviación (% sol = 10%; tiempo: 60 min, pH 2.7)	43
Tabla 3. Relación de variables de estudio	48
Tabla 4. Análisis cuantitativo de la arcilla negra original	53
Tabla 5. Análisis Químico Elemental por Fluorescencia de rayos X para arcilla negra original.	55
Tabla 6. Remoción de hierro de la arcilla separación magnética	56
Tabla 7. Porcentajes de disolución de hierro de la arcilla a diferentes temperaturas de lixiviación y concentraciones de ácido oxálico.	59
Tabla 8. Porcentajes de disolución de hierro de la arcilla a diferentes tiempos	60
Tabla 9. Análisis DRX cuantitativo arcilla negra beneficiada	62
Tabla 10. FRX de la arcilla lixiviada bajo las mejores condiciones	63
Tabla 11. DRX cuantitativo para producto bajo mejores condiciones de lixiviación y sinterización.	77
Tabla 12. Dureza Vickers para los ensayos	84

LISTA DE ANEXOS

	Pag.
Anexo A.PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LIXIVIACIÓN ÁCIDA	93
Anexo B.PROCEDIMIENTO ANÁLISIS INMEDIATO SUSTANCIAL O PROXIMO	94
Anexo C.ANÁLISIS FRX DE LAS MUESTRAS OBTENIDAS POR SEPARACIÓN MAGNETICA	95

RESUMEN

TITULO: OBTENCIÓN DE UN CERÁMICO ABRASIVO Al_2O_3 - SiC POR REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DE UNA ARCILLA CAOLINÍTICA.

AUTORES: HERNANDEZ PARDO, Diego Fernando, y, GELVEZ SANCHEZ, Alexander.

PALABRAS CLAVEZ: Caolinita, Lixiviación, abrasivo, Al_2O_3 , SiC, carbón, reducción carbotérmica.

DESCRIPCIÓN:

La investigación realizada se enfocó en la obtención de un cerámico abrasivo a base de alúmina y carburo de silicio, por medio de la reducción carbotérmica de una arcilla "arcilla negra". Antes de su reducción carbotérmica, la arcilla se beneficio mediante el proceso de lixiviación ácida, para remover la mayor cantidad de hierro posible. Encontrándose que las mejores condiciones de lixiviación son: concentración de ácido oxálico de 0,5M, temperatura de 90°C y durante un tiempo de 2 horas; con las cuales se logro eliminar aproximadamente 70% de hierro de la arcilla.

A partir de la arcilla beneficiada y de un carbón semiantracítico (86 %C), se llevo a cabo el estudio de variables para encontrar las mejores condiciones de obtención del cerámico abrasivo. Este estudio permitió establecer que se debe realizar una molienda de la arcilla durante 4 horas, agregar un porcentaje de carbono en exceso de 10% con respecto al estequiométrico, compactar las mezclas (arcilla – carbón) a 130 MPa y sinterizar a una temperatura de 1500°C durante un tiempo de 4 horas.

El análisis cuantitativo por DRX del cerámico revelo que el 96% de éste corresponde a SiC - Al_2O_3 y el resto a compuestos de hierro y titanio, principales impurezas de la arcilla.

La observación microscópica por SEM del cerámico evidencio la formación de grandes granos de SiC (de hasta 30 μm aproximadamente) dentro de una matriz compuesta de Al_2O_3 y SiC.

Estos resultados permiten concluir que es viable, desde un punto de vista técnico, la producción del cerámico abrasivo Al_2O_3 – SiC a partir de la reducción carbotérmica de arcillas santandereanas.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

Director: Ph.D. Elcy María Córdoba Tuta.

ABSTRACT

TITLE: OBTAINING OF AN ABRASIVE CERAMIC Al_2O_3 - SiC BY CARBOTHERMAL REDUCTION OF A KAOLINITIC CLAY

AUTHORS: HERNANDEZ PARDO, Diego Fernando, y, GELVEZ SANCHEZ, Alexander.

KEY WORDS: Kaolinite, leaching, abrasive, Al_2O_3 , SiC, coal, carbothermal reduction.

DESCRIPTION:

The research was based on the obtaining of an abrasive ceramic compound of alumina and silicon carbide through the carbothermal reduction of a clay, which is named "Arcilla Negra". The clay was beneficiated through an acid leaching process before its carbothermal reduction to eliminate as much iron as was possible. It was found that the best conditions for the leaching are a oxalic acid concentration of 0.5 M, a temperature of 90°C and leaching time of 2 hours, which was eliminated almost 70% of the iron in the clay.

From the beneficiated clay and a semi-anthracitic coal (86% C), it was carried out the study of variables in order to find the best conditions for the obtaining of the abrasive ceramic. This study permitted to establish that is necessary to mill the clay for 4 hours, adding carbon with an excess of 10% with respect to the stoichiometric quantity, to compact the mixtures (clay – coal) at 130 Mpa and to carry out the sinterization at a temperature of 1500°C during a time of 4 hours.

The ceramic quantitative analysis obtained by XRD showed that the 96% of the ceramic corresponds to SiC- Al_2O_3 and the rest corresponds to iron and titanium compounds, main impurities of the clay.

The ceramic microscopic examination by SEM demonstrated the formation of large grains (up to 30 μm approximately) inside a matrix, which is composed of Al_2O_3 and SiC.

These results indicate that the production of the abrasive ceramic Al_2O_3 – SiC by carbothermal reduction of clays of Santander is feasible from a technical standpoint.

*Degree Work.

**Physical-Chemical Engineering Faculty. Metallurgical Engineering and Materials Science School.
Director: Ph.D. Elcy María Córdoba Tuta.

JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

Los fabricantes de abrasivos en Colombia como ABRACOL, PABSA S.A, SENCO Colombiana S.A., entre otras, ofrecen diferentes variedades de abrasivos (lija de agua, telas abrasivas flexibles y resistentes, ruedas de esmeril, discos de pulir y de corte a base de carburo de silicio y alúmina) de gran calidad. No obstante, uno de sus principales inconvenientes es que la materia prima para su fabricación es importada, lo cual los colocan en desventaja con empresas fabricantes de abrasivos de otros países. Se puede mencionar CARBURUNDUM, NORTON, UNICOR que se encuentran en Brasil, SAINT – GOBAIN en México, tales empresas además de ser fabricantes son productores de las materias primas, por tanto los precios de sus productos son más bajos, lo que los hacen más competitivos en el mercado internacional.

Industrias como la metalmecánica, automotriz, cerámica, tratamientos térmicos y en general todas las industrias relacionadas, hacen necesaria la producción de abrasivos que cuenten con grandes propiedades, como alta dureza y resistencia, que se ajusten a los requerimientos técnicos, de calidad y económicos de los compradores.

Por otro lado, Colombia cuenta con una diversidad de yacimientos arcillosos, algunos de los cuales, podrían servir como materias primas para la fabricación de abrasivos sintéticos (como es el caso del compuesto $Al_2O_3 - SiC$). No obstante, se debe realizar un estudio del proceso de obtención del cerámico abrasivo para cada materia prima natural, dado que cada yacimiento es único. En estudios previos [21], se ha comprobado que, por sus características algunas de las arcillas de la vereda Guayabal, del Municipio de Barichara (Santander), tienen potencial

para ser utilizadas en la fabricación de refractarios silico – aluminosos de buena calidad. En este sentido, es posible que también se pueda obtener, a partir de ellas, cerámicos abrasivos $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$, que puedan suplir las necesidades del país. Pero para verificar esto se necesita de un estudio técnico – científico que lo sustente.

Por tal motivo, con el presente trabajo se pretendió evaluar la viabilidad técnica de desarrollar cerámicos $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ por reducción carbotérmica de una arcilla caolinítica.

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

- ✓ Llevar a cabo un estudio del proceso de obtención de un cerámico abrasivo $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ por reducción carbotérmica de una arcilla caolinítica.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Realizar un estudio sobre el beneficio de la arcilla caolinítica, con el fin de obtener una materia prima apta para la obtención del cerámico abrasivo $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ por reducción carbotérmica.
- ✓ Estudiar las transformaciones químicas de la arcilla durante su reducción carbotérmica con carbón, a diferentes condiciones de operación.

2. FUNDAMENTO TEORICO

2.1. CERÁMICOS

Este término viene del griego “keramus”, que significa material quemado [6].

Definición Antigua: artículo sólido formado por la acción del calor sobre materias primas terrosas (arcillas).

Definición Moderna: artículo sólido compuesto en su mayor parte por sustancias inorgánicas no metálicas y endurecidas por la acción del calor.

La tecnología cerámica ha ido evolucionando, desde una época en que todo dependía de las materias primas disponibles en yacimientos de particulares características y con costos de explotación razonables, hasta la situación actual, en que lo fundamental es el proceso cerámico. Las exigencias de calidad de los productos cerámicos hacen necesaria una etapa previa de beneficio de las materias primas, por lo que las tradicionales, usadas en forma masiva, pasan a ser productos industriales básicos (“comodities”), en tanto que, con las cerámicas avanzadas entran en juego materias primas nunca antes utilizadas y de alta pureza (“specialties”).

Los procesos de fabricación se han racionalizado y sistematizado, al punto que puede hablarse de “procesos unitarios cerámicos”, asemejándose esta industria a la industria química.

La industria cerámica moderna exige cuatro requisitos fundamentales de las materias primas que utiliza [6]:

- a) Calidad dentro de valores establecidos, y constancia de la misma a lo largo del tiempo, basada en el mantenimiento de la composición química y mineralógica y de las propiedades fisicoquímicas.
- b) Especificaciones y tolerancias rigurosas, con respecto a la concentración mínima de los componentes mineralógicos y químicos deseados y a los porcentajes máximos de otros minerales o elementos no deseados, así como la granulometría.
- c) Cantidades suficientes y suministro ininterrumpido.
- d) Economicidad que permita mantener los costos de producción lo mas bajos posibles.

Estas exigencias se refuerzan actualmente con los sistemas de aseguramiento de la calidad, que exige que la “cadena de la calidad” comience por la materias primas, lo que en la industria de la cerámica representa un importante desafío, dada la inhomogeneidad natural de los yacimientos. De aquí que el procesamiento de las materias primas tenga cada vez mayor importancia [6].

2.2. CLASIFICACIÓN DE LOS CERÁMICOS SEGÚN LOS PRODUCTOS

La importancia de esta clasificación reside en reflejar la realidad industrial, que en cada país es la resultante de un proceso histórico. Los productos cerámicos con aplicaciones específicas que no son de uso masivo, se agrupan bajo el termino general “cerámicas especiales”; los otros grupos corresponden a la cerámica roja, cerámica blanca, refractarios, vidrios, cementos y abrasivos (ver Tabla 1).

Tabla 1. Clasificación de los Cerámicos según los productos.

Denominación	Definición general y ejemplo
Cerámica Roja	Productos de arcilla cocida, generalmente porosos: ladrillos, tejas, bloques, cañerías, revestimientos, objetos artísticos.
Cerámica Blanca	Productos de caolín-feldespato-cuarzo, poroso o no: lozas, porcelanas para vajilla, revestimientos, sanitarios y usos técnicos diversos.
Refractarios	Productos resistentes a temperaturas elevadas: silico-aluminosos, de alta alúmina, básicos, electrofundidos, etc.
Vidrios	Productos no cristalinos, generalmente transparentes o translúcidos: vidrios planos, envases, vajillas, vidrios técnicos, fibras, esmaltes.
Cementos	Productos que presentan características aglomerantes y adhesivas al ser mezclados con agua: cemento Pórtland, cementos aluminosos, yeso, cales, etc.
Abrasivos	Productos de alta dureza usados para cortar y pulir: esmeril, carburo de silicio, diamante, carburo metálico, etc.
Cerámicos especiales	Productos cerámicos no comprendidos en los grupos anteriores

Fuente: Referencia [6]

Cabe señalar que esta clasificación de productos no es definitiva, porque el progreso técnico obliga a su actualización continua, y está sujeta a las organizaciones de normalización nacionales e internacional, la ISO (International Standardization Organization) y el VAMAS (Versailles Advanced Materials and

Standards Project) [6].

2.3. CERÁMICOS ABRASIVOS

Convencionalmente, se define como abrasivo a todo material constituido por una fase de alta dureza, formada por granos con bordes cortantes, incluido en una matriz rígida pero al mismo tiempo con una cierta porosidad que permite la circulación del aire o líquido a través de la estructura, con el propósito de refrigerarlas, dadas las altas temperaturas generadas en el uso. Desde las rocas duras como el esmeril (Al_2O_3) y el diamante en polvo (natural y sintético), se usa una gran variedad de productos para este fin, tanto en forma monolítica como en forma de recubrimiento.

El Carburo de Silicio ha sido uno de los materiales más exitosos, aunque sus granos tienden a fracturarse, y tiene por lo tanto menor vida que la alúmina y otros materiales. La matriz ligante puede ser una resina plástica, un metal u otro material cerámico vítreo o policristalino; lo cual con lleva a una gran variedad de productos. Los superabrasivos son materiales que pueden usarse para moler y cortar piezas de cerámicas extremadamente duras, como el SiC, el Nitruro de Silicio y los Sialones. Existen en el momento solo tres materiales superabrasivos en el orden decreciente de abrasividad:

- ✓ Diamante A: diamante sintético de granos irregulares
- ✓ Diamante B: monocristales de diamante de determinadas características, naturales o sintéticos, para usos especiales.
- ✓ CBN: nitruro de boro cúbico.

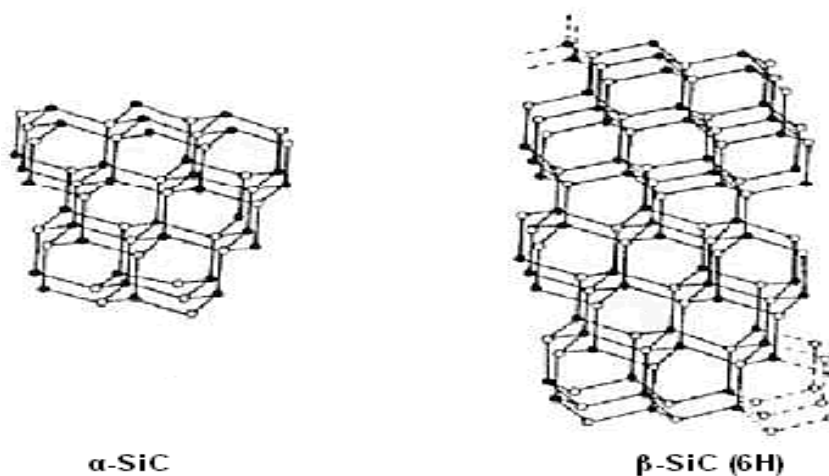
Los materiales cerámicos abrasivos presentan una gran dureza, lo cual los hace muy útiles para ser usados como tales. Estos sirven para cortar, afilar y pulir, siempre, a otros materiales menos duros [6].

2.3.1. Carburo de Silicio

El carburo de silicio es un material con enlaces covalentes, que por sus propiedades se le llama carburo refractario. Entre sus cualidades podemos mencionar: material extremadamente duro y fuerte, resistente al desgaste, se descompone a través de una reacción peritética, densidad $3,2\text{g/cm}^3$, dureza Vickers 2500 Kgf / mm^2 y un punto de fusión entre $2650 - 2950\text{ }^\circ\text{C}$. Es un compuesto no metálico, que muestra propiedades típicas de materiales cerámicos [13] [14].

Se presenta de dos de formas cristalinas polimórficas (figura 1): $\alpha - \text{SiC}$ para las estructuras hexagonales y romboédricas y $\beta - \text{SiC}$ para la forma cubica. La forma alfa es la más estable a temperaturas sobre 2000°C , mientras que el $\beta - \text{SiC}$ cúbico es el producto más común cuando el carburo de silicio se produce a una temperatura más baja. La mayoría del polvo del carburo de silicio ($\alpha - \text{SiC}$) es producido por el proceso de Acheson con reacciones alrededor de los 2400°C y los polvos de carburo de silicio $\beta - \text{SiC}$ también se pueden producir por el mismo método, pero a temperaturas más bajas ($1500 - 1600^\circ\text{C}$) [15].

Figura 1. Estructuras del carburo de silicio

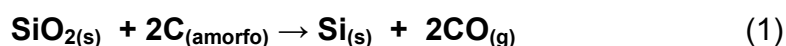


Fuente: Referencia [15]

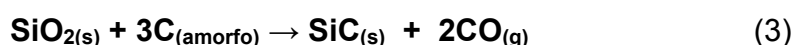
- **Proceso tradicional de obtención del Carburo de Silicio (SiC)**

El proceso de Acheson es el método principal de producción de SiC. Este fue desarrollado en el año 1900 para poder fabricar de una forma económica cerámicos abrasivos. En este proceso las materias primas para la producción de carburo de silicio son arena y carbón.

El carbón se obtiene de coques del petróleo, y las arenas contienen entre 98% y 99.5% de sílice. Las reacciones que se llevan a cabo son:



La reacción total al combinar las dos anteriores es:



La figura 2 muestra el proceso para la obtención del carburo de silicio. La arena y

el carbón se mezclan en una relación molar aproximada de 1:3 y se cargan en el horno. El aserrín si se añade, aumenta la porosidad de la carga y permite la circulación de vapores y el escape del monóxido de carbono producido. El núcleo del horno se calienta hasta 2040°C, pero luego la temperatura cae gradualmente hasta 1600°C. Los bordes exteriores del horno se mantienen aproximadamente a 1370°C. La temperatura no deberá alcanzar valores demasiado elevados, o el carburo de silicio se descompondrá con la volatilización del silicio y la formación de grafito [11].

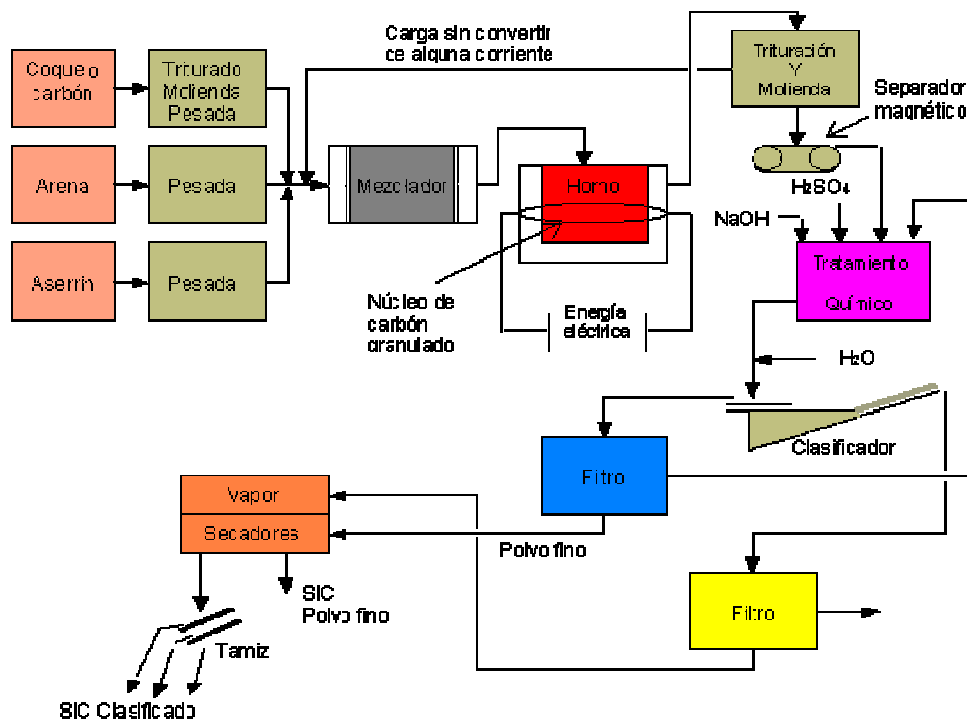


Figura 2. Proceso Acheson para la producción de Carburo de Silicio.
Fuente: Referencia [11]

El tiempo de reacción es de aproximadamente 36 h de calentamiento, y el enfriamiento requiere varios días. Después del enfriamiento, se retiran los cristales de carburo de silicio, con un rendimiento de 11.3 toneladas por 75 toneladas de

carga al horno. Los pedazos más grandes de cristal, se rompen, se lavan y se limpian mediante un tratamiento químico con ácido sulfúrico y soda cáustica. Los cristales se clasifican y se tamizan. La parte exterior de la carga sin reaccionar se combina con la siguiente carga para el horno.

En los últimos años técnicas convencionales de procesamiento tales como reacción solidó - solidó (reducción carbotérmica), reacción gas - solidó (deposición química de vapor), punzado en caliente y sinterización se emplean a menudo para la preparación cerámicos y materiales abrasivos.

Métodos más modernos como el proceso de sol-gel y la técnica de calentamiento por microondas, entre otros, se utilizan para obtener materiales de SiC con una morfología bien definida.

Ramesh y Col. han sinterizado polvo de SiC usando un horno de microondas a 980°C, que es una temperatura relativamente baja. Con diferentes métodos o reactivos, la temperatura de reacción de preparación de SiC varía entre 1000°C a 1800°C. La temperatura de reacción adecuada para la preparación de SiC debe ser probada una por una cuando el método o reactante es cambiado. Estas pruebas masivas de repetición consumen tiempo y energía [10].

La mayor aplicación del carburo de silicio es para desgaste a baja temperatura. Específicamente, tiene aplicaciones en inyectores de chorro de arena, sellos automotores de la bomba de agua, cojinetes, componentes de la bomba y dados de extrusión; tales aplicaciones se benefician de la alta dureza, resistencia a la abrasión y resistencia a la corrosión del carburo del silicio.

En motores la mayor aplicación del SiC es para componentes auxiliares, tales como rotores del turbo, piezas del tren de válvula (para reducir pérdidas por fricción), pernos de la muñeca del pistón, y compartimientos de precombustión.

Gracias a su alta conductividad térmica un uso futuro del SiC puede ser como sustrato para los chips de silicio. La baja densidad del SiC puede también dar lugar a su uso en el espacio, el cual estaría relacionado con los espejos espaciales, ya que las superficies del SiC denso alcanzan un alto grado de pulido.

2.3.2. Alúmina (Al_2O_3)

La alúmina es un material cerámico muy versátil, sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico, además de su relativa facilidad para adaptarse a diversos trabajos y usos.

Es un material abundante y virtualmente inagotable a diferencia de muchas materias primas de aleaciones desarrolladas para aplicaciones especiales. La combinación de una conductividad térmica alta ($26\text{-}35 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$), una resistencia a la compresión elevada ($2200\text{-}2600 \text{ MPa}$) y una expansión térmica baja ($8,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) resultan en una buena resistencia al impacto térmico. Por eso la Alúmina conviene para crisoles utilizables en hornos, tubos y cubiertas de termopares, además de esto es utilizada como fundente en la fusión de aceros especiales.

Alúmina de alta pureza puede ser utilizada hasta 1700C , también ofrece un buen aislamiento eléctrico a altas temperaturas, una buena resistencia al desgaste y una dureza elevada ($1500\text{-}1650 \text{ kgf/mm}^2$) lo que hace de este material el ideal para su empleo como bombas de pistón o herramienta de extracción profunda.

Todas estas propiedades hacen a la alúmina ventajosa para muchas aplicaciones, sin embargo su limitación es la baja resistencia a la fractura (330MPa).

- **Proceso de obtención de la Alúmina**

El proceso principal de obtención de la alúmina es el Bayer, desarrollado industrialmente en Francia al comienzo del año 1890; el cual continúa siendo actualmente el método dominante en la fabricación de alúmina (Al_2O_3). Los cambios operados en el mismo, son básicamente adaptaciones de la tecnología moderna con la finalidad de incrementar la capacidad de producción, mejorar la calidad del producto, así como reducir los consumos de energía [12].

Las materias primas utilizadas en el proceso son [12]:

- ✓ Bauxitas: es el mineral usado en el proceso Bayer, contiene principalmente: óxido de aluminio, óxido de hierro, sílice y óxidos de titanio. Su apariencia varía desde casi blanco a rojizo, dependiendo del contenido de óxido predominante.
- ✓ Soda cáustica: hidróxido de sodio disuelto en agua a una concentración de 50%. Es usada para disolver los óxidos de aluminio presentes en la bauxita.
- ✓ Vapor: el vapor suministra el calor necesario para disolver los óxidos de aluminio. La estación generadora de vapor, produce los requerimientos de vapor de la planta.
- ✓ Caliza: es usada para producir una lechada de cal, la cual favorece la filtración de lodos rojos.
- ✓ Floculante: generalmente se usa almidón, el cual favorece el proceso de sedimentación de lodos rojos.

Aunque las condiciones del proceso son influenciadas por el tipo de bauxita usada, hay 5 etapas principales en todas las plantas. Ellas son:

- 1) *Preparación de la bauxita.*
- 2) *Digestión.*
- 3) *Dilución y separación de residuos.*
- 4) *Precipitación.*

5) *Calcinación.*

El proceso Bayer se basa en la variación de solubilidad que experimenta el óxido de aluminio hidratado con la variación de la soda caústica (NaOH) y la temperatura [12].

En el proceso se plantean básicamente dos estados de equilibrio:

✓ Primer equilibrio:

Se favorece a alta temperatura y alta concentración de NaOH: Se produce la disolución de los hidratos de alúmina de la bauxita, mientras que la mayoría de las impurezas no lo hacen. De manera que se forma una suspensión conteniendo una solución de aluminato de sodio y un residuo insoluble "lodos rojos".

Reacción general:



Donde n= N° de moléculas de agua (1 ó 3).

✓ Segundo equilibrio:

Se favorece a baja concentración de NaOH y baja temperatura: Una vez que los residuos insolubles han sido separados de la solución de aluminato, ésta es mezclada con una carga seminal de alúmina trihidratada, favoreciéndose entonces la velocidad de la reacción anterior en el sentido inverso. Precipitándose un óxido de aluminio trihidratado.

Como alternativas al proceso Bayer, se han desarrollado tecnologías para producir

Al_2O_3 a partir de arcilla, anortosita, alunitas, nephelina, leucita y otros minerales diferentes a la bauxita. Sin embargo, estas tecnologías han resultado más costosas y mayores consumidoras de energía que el proceso Bayer, por lo que aún continúan siendo objeto de estudio [12].

Estos métodos tradicionales de obtención del SiC y Al_2O_3 presentan una serie de desventajas de tipo económico y medioambiental. Los métodos de fabricación a alta presión y de sinterizado suponen un gran consumo energético. Por otra parte, las técnicas de CVD y pirolisis de polímeros generan residuos líquidos y gaseosos que deben ser eliminados, ya que son contaminantes.

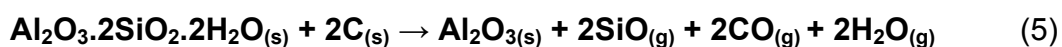
Uno de los grandes inconvenientes de los métodos tradicionales citados es el elevado coste de producción y mecanizado del material. Esto hace que en la actualidad el uso del SiC quede restringido a aquellas aplicaciones en las que el valor añadido del producto final es alto, o donde no hay otra alternativa.

Debido a las desventajas expuestas anteriormente en las últimas décadas se ha intensificado la búsqueda de nuevas vías de producción del SiC, una de ellas es la reducción carbotérmica de arcillas para la obtención de SiC como vía económica y de alta calidad para la producción de estos materiales.

2.4. REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DE ARCILLAS PARA LA OBTENCIÓN DE CERÁMICOS $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$

Debido a las atractivas propiedades mecánicas de la mezcla cerámica $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ es posible su uso en aplicaciones como herramientas de corte y avanzados motores térmicos [2].

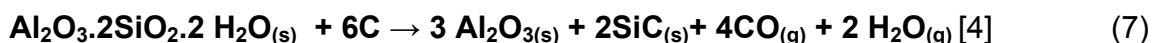
Durante la reducción carbotérmica de una arcilla, esta se descompone en una fase sólida (óxido de aluminio) y una mezcla gaseosa de SiO, CO y H_2O , tal como lo muestra la siguiente reacción:



La fuente de arcilla en la reacción es un caolín. Si hay exceso de carbón el $\text{SiO}_{(g)}$ es reducido a SiC:



De esta forma la reacción general de la reducción carbotérmica para formar la mezcla cerámica de Al_2O_3 -SiC, es:



Debido a que la presencia de hierro en una arcilla puede afectar su reducción carbotérmica, se hace necesaria la mayor extracción de este elemento del material, pues el hierro tiene una gran afinidad con el silicio, formando a alta temperatura Guepeita (Fe_3Si) y Fersilita (FeSi), compuestos que le bajan la calidad al producto obtenido.

La remoción de hierro de arcillas y caolines no es una tarea sencilla, por cuanto este se encuentra fuertemente adsorbido. Numerosos métodos de extracción de hierro de estos minerales han sido investigados, pudiendo clasificarse los mismos en métodos físicos y químicos. Los primeros, hacen uso de técnicas de separación tales como ultraflotación y la separación magnética de alta intensidad. Los segundos, en cambio, hacen uso de agentes lixiviantes. En la actualidad se está investigando métodos de lixiviación mediante microorganismos. [17]

La lixiviación ácida es el método más eficiente para la remoción del hierro de las arcillas, por tal motivo, y dado que es el método usado en el presente proyecto, a continuación se explica los conceptos básicos del mismo.

- **Lixiviación de arcillas caoliníticas**

Los procesos actuales para reducir el contenido de hierro de las materias primas (arcillas y minerales a base sílice) son costosos y generan contaminación ambiental.

La utilización de diferentes compuestos inorgánicos y ácidos orgánicos para la remoción de hierro se ha evaluado en varios estudios:

Algunas industrias usan ácido sulfúrico y otros ácidos inorgánicos para la remoción de hierro de las arcillas y arenas silíceas, sin embargo, este uso es limitado, ya que los ácidos remanentes después del tratamiento pueden contaminar las materias primas.

Con el fin de encontrar una adecuada alternativa, Ambikadevi y Lalithambika (1996), evaluaron la eficacia de varios ácidos orgánicos (como el acético, fórmico, oxálico, cítrico y ascórbico) en la remoción de hierro de arcillas caoliníticas [24]. Encontrando que el ácido oxálico (0,05M - 0,15M) es el mejor eliminador de hierro de una caolinita finamente molida (90% pasante de 2 μ m), debido a su alta acidez, sus buenas características acomplejantes y por ser altamente reductor. En esta investigación la eficiencia de disolución del hierro aumentó con la concentración de ácido en el rango estudiado anteriormente; utilizando un 0,15M de ácido oxálico aproximadamente el 70% de hierro podría ser removido de una pulpa caolinítica (20%w/v) que contenía 0,93% de óxido de hierro a una temperatura de 100°C y durante 90 minutos [24].

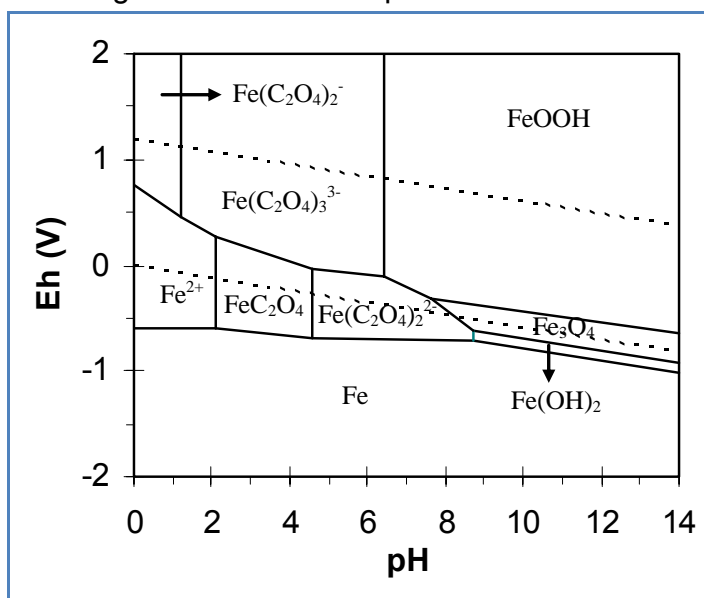
En investigaciones posteriores [18] se ha reportado que la disolución de óxido de hierro en ácido oxálico es lenta en un rango de temperatura de 25°C – 60°C, pero su velocidad de disolución aumenta rápidamente por encima de temperaturas de 90°C.

También se ha encontrado que al aumentar la concentración de ácido oxálico aumenta la disolución de hierro dentro de un rango de pH de 2,5 - 3,0 [18].

Por tanto, variables tales como pH, temperatura, concentración del oxalato, mineralogía del óxido de hierro y su tamaño de partícula determinan la cinética de la reacción [19].

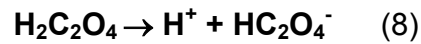
De acuerdo con el diagrama de Pourbaix para el sistema Fe-oxalato (figura 3), el hierro es soluble en ácido oxálico en el rango de pH de 1 a 9, aproximadamente, formando dos complejos: oxalato ferroso, $\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_2^{2-}$, y oxalato férrico, $\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3^{3-}$.

Figura 3. Diagrama de Pourbaix para el sistema hierro-oxalato

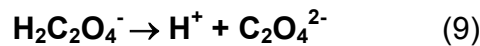


Fuente: Referencia [19]

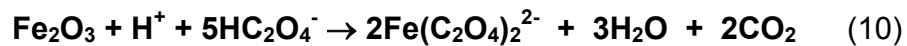
En solución el ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) se disocia liberando el ion bioxalato (HC_2O_4^-)



Por su parte, el bioxalato formado se disocia liberando el ion oxalato ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$):



De estas especies, se considera que el bioxalato es el responsable de la disolución del hierro [10]:



Por tanto, las condiciones en el medio lixiviante deben ser tales que favorezcan la prevalencia del ion HC_2O_4^- .

Algunas ventajas adicionales del ácido oxálico son: éste puede ser obtenido a bajo costo como un subproducto de otros procesos industriales, además, cualquier cantidad remanente de oxalato en los materiales tratados se descompondrá a dióxido de carbono durante su tratamiento térmico a altas temperaturas, lo cual favorece el desarrollo de productos cerámicos de calidad con arcillas así beneficiadas [18].

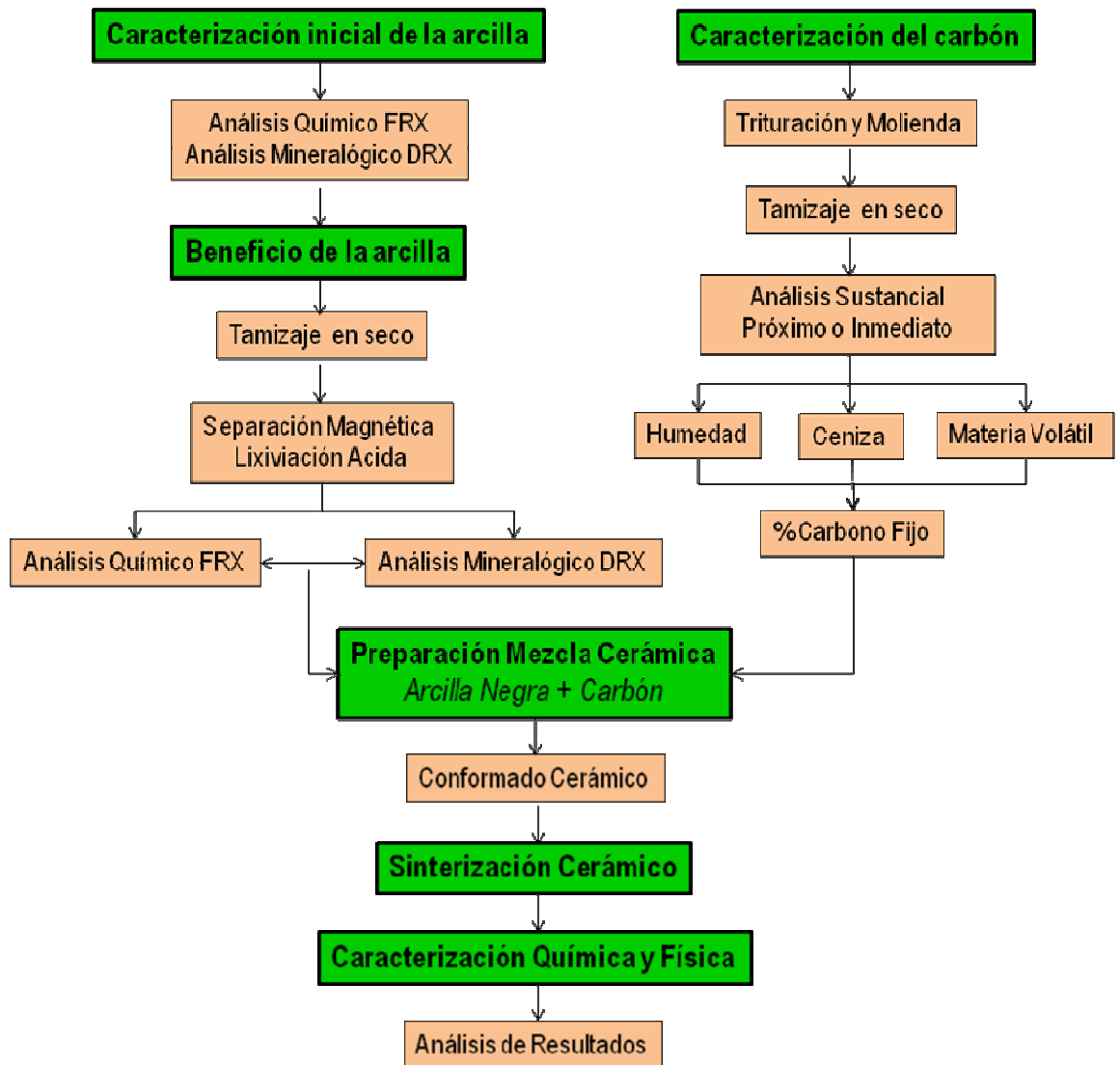
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Basados en los objetivos que se plantearon para este proyecto, a continuación se señalan las actividades que se llevaron a cabo para el cumplimiento de la investigación:

- *Actividad 1:* Marco de referencia.
- *Actividad 2:* Caracterización de la arcilla.
- *Actividad 3:* Beneficio de la arcilla para la concentración de caolinita.
- *Actividad 4:* Obtención, caracterización química y preparación física del carbón.
- *Actividad 5:* Preparación de las mezclas cerámicas.
- *Actividad 6:* Conformado de los cerámicos.
- *Actividad 7:* Sinterización de los cerámicos.
- *Actividad 8:* Caracterización química y física de los cerámicos obtenidos.
- *Actividad 9:* Análisis de los resultados

En la figura 4 se resumen las etapas más importantes del desarrollo experimental del proyecto.

Figura 4. Metodología llevada a cabo para el desarrollo de la investigación.



Fuente: Autor(es) del Proyecto

3.1. CARACTERIZACION DE LA ARCILLA

La arcilla utilizada en esta investigación, denominada “Arcilla Negra”, fue obtenida de la vereda Guayabal (Barichara – Santander); la cual es usada para la fabricación de cerámicos tradicionales de construcción.

Inicialmente la arcilla se sometió a trituración manual y cono y cuarteo para obtener una muestra representativa de ella, con la cual realizar las pruebas de caracterización.

3.1.1. Análisis mineralógico por la técnica de Difracción de Rayos X (DRX)

A la materia prima se le realizó DRX cualitativo, y el difractograma mostró que la arcilla negra tiene como principal constituyente caolinita, así como bajos contenidos de impurezas. Por tal razón, se decidió usarla como materia prima en la obtención del abrasivo SiC – Al₂O₃, seguidamente se hizo un análisis DRX cuantitativo para determinar las proporciones de las especies cristalinas presentes.

3.1.2. Análisis químico elemental por Fluorescencia de Rayos X (FRX)

Se realizó con el fin de determinar los elementos químicos y sus porcentajes en la arcilla. Para realizar el análisis, la muestra se sometió a cono y cuarteo, para tener una muestra representativa de 1g, y se molió en un mortero de ágata hasta pasar toda la muestra por malla Tyler # 200, posteriormente se seco a 100± 5°C en una estufa durante 3 horas.

Los análisis fueron realizados en el Centro de desarrollo Productivo de Joyería (C.D.P) en Bucaramanga, empleándose un Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X Shimadzu EDX 800 HS de energía dispersa.

3.2. BENEFICIO DE LA ARCILLA PARA LA ELIMINACIÓN DE HIERRO

La muestra de arcilla fue sometida a dos procesos diferentes de beneficio, separación magnética y lixiviación ácida, con el fin de elegir cuál era el método viable para la remoción de óxidos metálicos del material, siendo los de hierro las impurezas más perjudiciales en la obtención del cerámico abrasivo.

3.2.1. Separación Magnética de alta intensidad

Se preparó una pulpa con mineral tamizado por debajo de malla Tyler #200, para remover el óxido de hierro magnético presente en el mineral, se hizo pasar por el separador magnético de alta intensidad (Modelo WHIMS-3x4L), del Laboratorio de Beneficio de Minerales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, de la Universidad Industrial de Santander.

Para este ensayo se estableció un flujo de pulpa de 1L / min, donde fue evaluada la intensidad de corriente (1, 3 y 5) y la adición o no de dispersante (pirofosfato de sodio). El material magnético recolectado fue analizado por FRX, para identificar la composición de éste y determinar si estaba constituido en mayor cantidad por óxidos de hierro o mineral arcilloso.

3.2.2. Lixiviación ácida

Estudios relacionados de lixiviación de arcillas [18] [19] [22] [23], han demostrado que la remoción de hierro en arcillas, principalmente en las caoliníticas es dependiente de:

- Agente lixiviante.
- Concentración de agente lixiviante.
- Tamaño de partícula.
- Concentración de sólidos.
- Temperatura del proceso.
- Tiempo de lixiviación.
- pH de la pulpa.

El agente lixiviante utilizado en este proceso de separación fue ácido oxálico, debido a su alta acidez, alta capacidad de reducción y un gran efecto acomplejante [23].

Las variables estudiadas fueron: Concentración de ácido oxálico, temperatura y tiempo. Como punto de partida, se evaluó el efecto de la concentración de ácido oxálico (0.2, 0.35, 0.5M) a diferentes temperaturas de lixiviación (30, 60, 90°C); tamaño de partícula menor a 74 μ m; con un porcentaje de sólidos del 10%; tiempo de lixiviación de 1 hora, pH 2.7 y bajo agitación orbital en un Shacker (figura 5), ésto se resume en la tabla 2. En el anexo A se especifica el procedimiento utilizado para la realización de los ensayos de lixiviación.

Figura 5. Agitador orbital (SHACKER)



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La variable respuesta de este estudio fue el porcentaje de disolución de hierro de la arcilla, determinado del análisis de los lixiviados por la técnica de espectroscopia de absorción atómica. El equipo utilizado para tal fin fue un Espectrofotómetro de Absorción Atómica, Perkin-Elmer, Modelo 2380, perteneciente al GIMBA.

Tabla 2. Condiciones para la lixiviación (% sol = 10%; tiempo: 60 min, pH 2.7)

Nº Ensayo	Concentración de ácido oxálico [M]	Temperatura [°C]
1	0,2	Ambiente
2	0,2	60
3	0,2	90
4	0,35	Ambiente
5	0,35	60
6	0,35	90
7	0,5	Ambiente
8	0,5	60
9	0,5	90

Fuente: Autor(es) del Proyecto

Determinadas las mejores condiciones de lixiviación del ensayo anterior, éstas se mantuvieron constantes para evaluar el efecto del tiempo (10, 30, 60, 90 y 120 minutos) en la eliminación del hierro en la arcilla.

Una vez concluido este ensayo se establecen, de forma general, las mejores condiciones de lixiviación para la arcilla caolinítica.

3.3. CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA BENEFICIADA

Una vez concluido el proceso de lixiviación de la arcilla caolinítica, esta fue caracterizada por la técnica de difracción de rayos X (DRX) y fluorescencia de rayos X (FRX).

Los resultados de esta caracterización permitieron establecer la eficiencia del proceso de lixiviación, hacer la comparación con el proceso de separación magnética y establecer si la materia prima (arcilla negra) es apta para el uso de interés.

3.4. CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN

La reducción carbotérmica de una arcilla caolinítica hace necesaria una mezcla de arcilla - carbón, para dar paso a las reacciones de descomposición de la caolinita y posteriormente a las reacciones de reducción entre el $\text{SiO}_{(g)}$ y el C. Por tal razón se hizo necesario determinar el grado de pureza y demás características del carbón.

El análisis más importante, desde el punto de vista tecnológico, que se le hace a un carbón para indicar su comportamiento en un proceso es el análisis inmediato sustancial o próximo, donde se determina: Humedad de la muestra (ASTM D – 3173), ceniza (ASTM D – 3174), Materia volátil (ASTM D – 3175) y por diferencia en base al 100%, el % carbono fijo.

El carbón utilizado en el presente proyecto fue suministrado por la empresa Carbones de Colombia S.A (Zipaquirá, Cundinamarca).

Las condiciones que se establecieron bajo norma para el análisis inmediato sustancial se presentan en el anexo B.

El carbón contiene aproximadamente 86% de Carbono fijo, 7% de material volátil, 4% de ceniza, 2% humedad y no es aglomerable. Bajo estos parámetros y según la norma ASTM D 388 el carbón se puede clasificar como semiantracito.

La caracterización anterior permitió conocer la cantidad de carbón que debió ser agregado a cada una de las mezclas cerámicas para la formación del abrasivo, teniendo en cuenta que por cada gramo de carbón adicionado se tiene 0.86 g de carbono para la reacción de reducción carbotérmica de la arcilla.

3.5. OBTENCIÓN DE LOS CERAMICOS SiC – Al₂O₃

Las granulometrías de las materias primas usadas en las mezclas arcilla – carbón fue de - 74 μm para la arcilla y - 43 μm para el carbón; usando como base 1 gramo de arcilla para cada una de las mezclas.

Las cantidades correspondientes de arcilla y carbón se mezclaron en presencia de alcohol isopropílico, bajo agitación magnética durante 20 minutos. La mezcla homogénea de arcilla – carbón, así obtenida, se seco a 90 °C, para eliminar el alcohol y poder realizar la compactación.

Para la compactación de las muestras se utilizó una matriz metálica (figura 6), diseñada y adaptada bajo la norma ASTM B -925, prácticas estándar para la preparación y producción de polvos metalúrgicos.

Figura 6. Matriz metálica para la compactación de polvos cerámicos



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Previo a la sinterización las pastillas (figura 7) se secaron en una mufla a 100°C durante 12 horas, y posteriormente se llevaron hasta la temperatura de sinterización en un horno tubular eléctrico (Distent Detrost) a una velocidad de calentamiento de 10°C / minuto y bajo un flujo de argón de 0,7 litros por minuto, para mantener una atmósfera inerte en todo el proceso (figura 8).

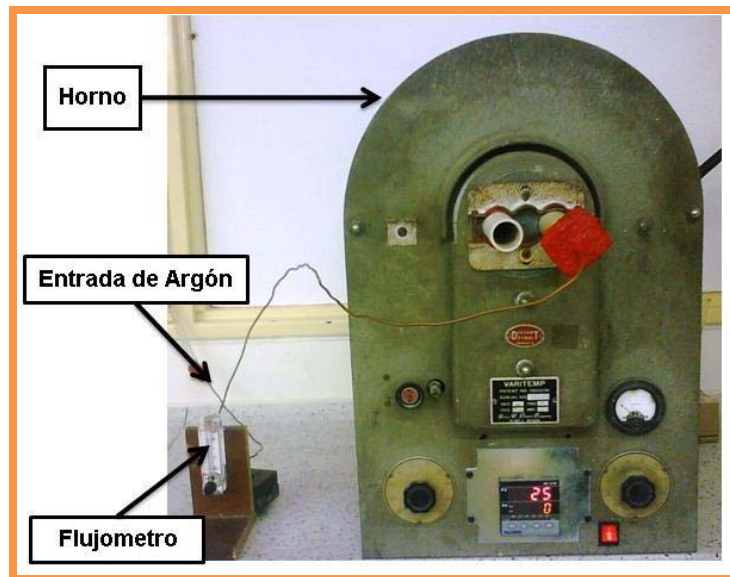
Figura 7. Pastillas de las mezclas cerámicas



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La tabla 3, recoge las condiciones a las cuales fueron realizados cada uno de los ensayos, para el estudio de las variables que influyen en el proceso de sinterización, para la obtención del abrasivo a base de carburo de silicio y alúmina.

Figura 8. Horno tubular eléctrico para la sinterización de las pastillas cerámicas



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La variable respuesta de cada uno de los ensayos fue la composición química (DRX cualitativo).

Como se muestra en la tabla 3, las variables estudiadas fueron: tiempo de molienda de la arcilla, % carbón en la mezcla, presión de conformado, temperatura de sinterización y tiempo de sinterización. Se estudio una variable por vez, utilizando para el siguiente estudio las mejores condiciones operacionales encontradas en los estudios previos.

Los DRX cualitativos permitieron establecer las condiciones más favorables en la obtención del carburo de silicio y alúmina.

Tabla 3. Relación de variables de estudio

Variablen en Estudio	Número de Ensayo	Tiempo de Molienda [h]	% Carbón en Mezcla	Presión de Conformado [Mpa]	Temperatura Sinterización [°C]	Tiempo Sinterización [h]	Variable Respuesta
(I) Tiempo de Molienda de la arcilla [h]	1	0	10 % Exceso	40	1500	4	Composición Química.
	2	2					
	3	4					
(II) % Carbón en Mezcla	4	Mejor del estudio (I)	10 % Exceso	40	1500	4	Composición Química.
	5		Estequiométrico				
	6		60% del Estequiométrico				
(III) Presión de Conformado [Pa]	7	Mejor del estudio (I)	Mejor del estudio (II)	0	1500	4	Composición Química.
	8			40			
	9			60			
	10			100			
	11			130			
(IV) Temperatura Sinterización [°C]	12	Mejor del estudio (I)	Mejor del estudio (II)	Mejor del estudio (III)	1400	4	Composición Química.
	13				1500		
	14				1600		
(V) Tiempo Sinterización [h]	15	Mejor del estudio (I)	Mejor del estudio (II)	Mejor del estudio (III)	Mejor del estudio (IV)	1	Composición Química.
	16					2	
	17					4	

Fuente: Autor(es) del Proyecto

Para realizar la molienda de la arcilla negra lixiviada se utilizó un molino de atrición, con bolas cerámicas de Zirconia de 3 milímetros, el cual es mostrado en la figura 9.

Figura 9. Molino de atrición



Fuente: Autor(es) del Proyecto

3.6. CARACTERIZACIÓN DEL CERÁMICO OBTENIDO

El cerámico compuesto SiC – Al₂O₃ obtenido bajo las mejores condiciones, así como algunas de las otras probetas fueron caracterizadas mineralógica, morfológica y físicamente, tal como se explica a continuación.

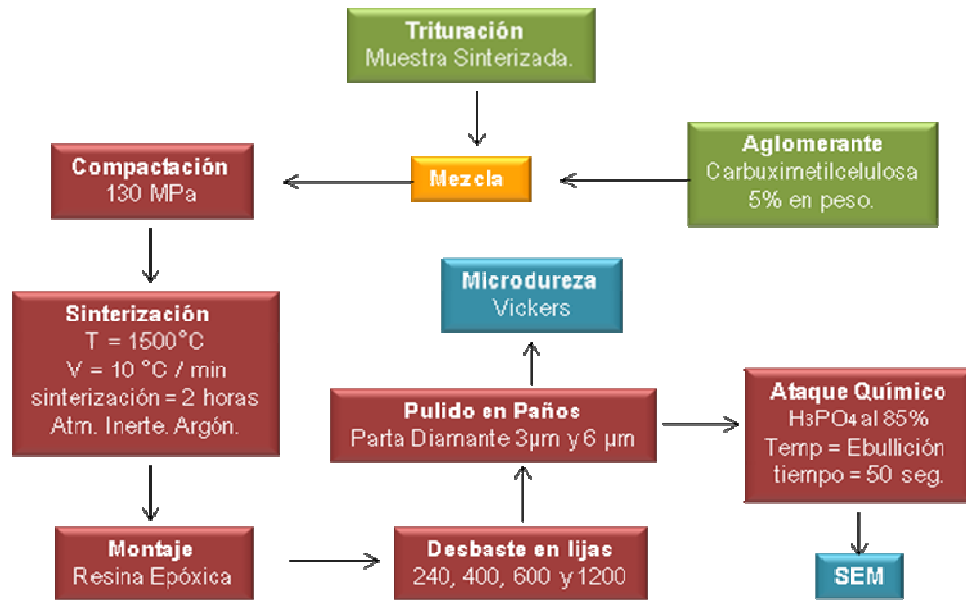
3.6.1. Análisis Mineralógico por Difracción de Rayos X (DRX)

Al cerámico obtenido bajo las mejores condiciones se le realizó un análisis de DRX cuantitativo, con el fin de determinar la proporción de las fases cristalinas presentes en éste.

3.6.2. Morfología por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y Composición Elemental por Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (EDS).

Para este estudio se hizo necesaria la preparación de los cerámicos obtenidos, como se indica en la figura 10.

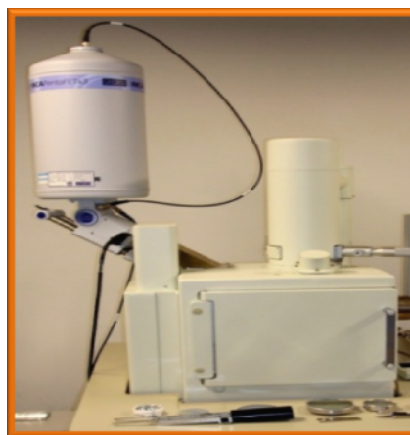
Figura 10. Preparación del cerámico para análisis.



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Los ensayos fueron realizados empleando el *Scanning Electron Microscope* JEOL JSM-6490LV (figura 11), del laboratorio de Análisis Microestructural adscrito a la Universidad de Antioquia.

Figura 11. Equipo para análisis de SEM



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Para el análisis por SEM, las muestras fueron recubiertas con oro para incrementar la conductividad en la superficie. En la figura 12 (a, b), se presenta las muestras con y sin el recubrimiento de oro respectivamente.

Figura 12. Baño metálico realizado para análisis SEM y EDS.



(a)

(b)

Fuente: Autor(es) del Proyecto

3.6.3. Microdureza Vickers

En un intento por determinar la dureza de los productos obtenidos, se realizaron pruebas de microindentación Vickers en un Microdurómetro Zwick Intentec Roell ZHV – HV (figura 13), con diferentes cargas de aplicación (20Kg, 50Kg y 100Kg) y un indentador piramidal de diamante.

Las medidas de las diagonales de indentación fueron realizadas en el video microscopio digital 3D HIROX KH770, del Centro de Biomateriales, adscrito a la escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Industrial de Santander.

Figura 13. Microdurómetro Vickers



Fuente: Autor(es) del Proyecto

El grado de dureza Vickers ($\text{kg}_f / \text{mm}^2$) fue determinado, por medio de la expresión indicada a continuación:

$$\text{HV} [\text{kg}_f / \text{mm}^2] = 1.8544 \frac{P_{\text{Kg}}}{(\text{dmm})^2} \quad (1)$$

Donde:

P_{Kg} = Carga aplicada en kilogramos.

$(\text{dmm})^2$ = Promedio de las diagonales de la huella del indentador.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA ORIGINAL (ARCILLA NEGRA)

4.1.1. Análisis mineralógico por la técnica de difracción de rayos X (DRX)

El análisis cuantitativo obtenido de la arcilla negra se presenta en la tabla 4 y el difractograma es mostrado en la figura 14.

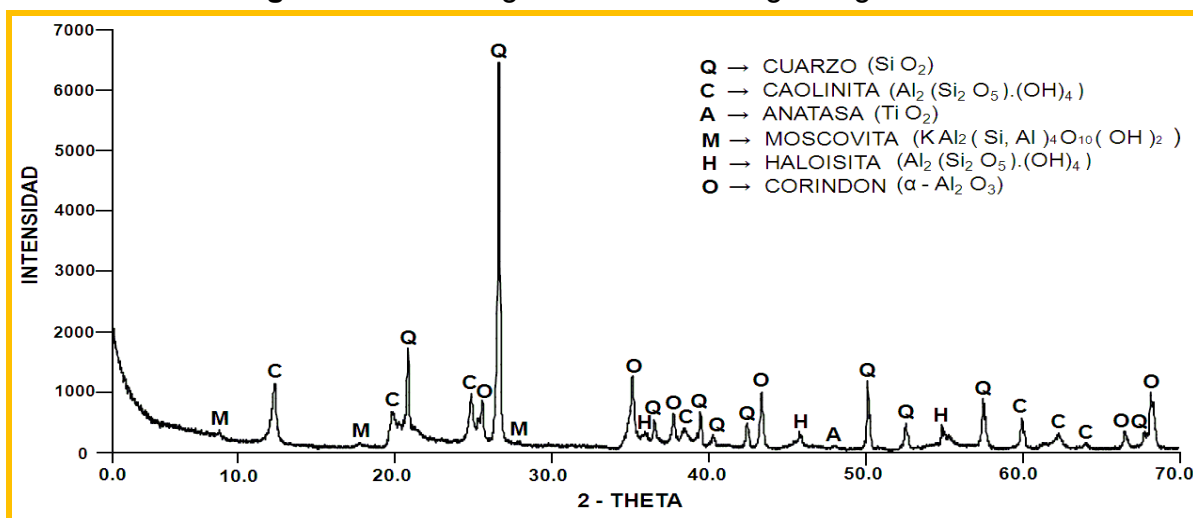
Tabla 4. Análisis cuantitativo de la arcilla negra original

NOMBRE	COMPOSICIÓN QUÍMICA	CANTIDAD (%)
Cuarzo	SiO_2	31,4
Caolinita	$\text{Al}_2 (\text{Si}_2\text{O}_5) (\text{OH})_4$	40,1
Anatasa	TiO_2	1,6
Cristobalita	SiO_2	2,2
Moscovita	$\text{K Al}_2 (\text{Si,Al})_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_2$	9,8
Haloisita	$\text{Al}_2 (\text{Si}_2\text{O}_5) (\text{OH})_4$	N.D
Amorfos y otros		14,9
N.D = No detectable		

Fuente: Autor(es) del Proyecto

La arcilla presenta como principales fases cristalinas cuarzo y caolinita, lo que la hace una materia prima viable para la obtención del cerámico abrasivo, especialmente de carburo de silicio por su alto contenido de sílice, también se puede notar que no se detectaron óxidos de hierro en la arcilla lo que indico que su presencia en la arcilla debió estar en muy bajas proporciones, ó en un estado amorfo.

Figura 14. Difractograma de arcilla negra original



Fuente: Autor(es) del Proyecto

4.1.2. Análisis químico elemental por fluorescencia de rayos X (FRX)

El análisis químico elemental fue empleado en cada uno de los procesos de beneficio de la arcilla, por tal razón fue necesaria la caracterización por esta técnica de la muestra inicial, para tener un parámetro de evaluación de la eficiencia de cada proceso de beneficio.

La tabla 5 indica los elementos encontrados por FRX para la arcilla negra, incluyendo aquellos elementos que se encuentran en proporciones menores al 0,1%.

Este análisis evidencia la presencia de óxido de hierro (3,9 %Fe₂O₃), por tal razón se hizo necesario el beneficio de la arcilla negra para removerlo en la mayor cantidad posible, teniendo en cuenta que perjudica la reducción carbotérmica de la arcilla, pues el hierro tiene una gran afinidad con el silicio, formando a alta temperatura Guepeita (Fe₃Si) y Fersilita (FeSi), compuestos que le bajan la calidad al producto obtenido.

Tabla 5. Análisis Químico Elemental por Fluorescencia de rayos X para arcilla negra original.

Analito	Resultado	Analito	Resultado
SiO ₂	54,269%	CaO	0,0220%
Al ₂ O ₃	29,690%	SrO	0,013%
Fe ₂ O ₃	3,926%	Rb ₂ O	0,006%
K ₂ O	1,448%	ZnO	0,004%
TiO ₂	1,236%	Y ₂ O ₃	0,003%
SO ₃	1,034%	Na ₂ O	0,000%
MgO	0,142%	CO ₂	6,11%
P ₂ O ₅	0,037%	H ₂ O	2,03%
ZrO ₂	0,031%		

Fuente: Autor(es) del Proyecto

4.2 BENEFICIO DE LA ARCILLA NEGRA

Con esta etapa experimental se busca eliminar el mayor contenido de hierro en la arcilla.

4.2.1. Separación magnética de alta intensidad

Los resultados de los análisis FRX (anexo C) realizados a cada una de las muestras recolectadas de la separación magnética, señalaron que el “material magnético” removido, contiene un bajo contenido de hierro (menor a 20% Fe₂O₃) y por el contrario una alta concentración de silicio y aluminio.

Como se puede observar en la tabla 6 y la figura 15 la remoción de hierro por separación magnética es muy baja ($\leq 5\%$). No obstante, vale la pena resaltar que dicha remoción de hierro fue ligeramente superior con dispersante que sin éste, como cabría de esperarse dado que el pirofosfato de sodio estabiliza la

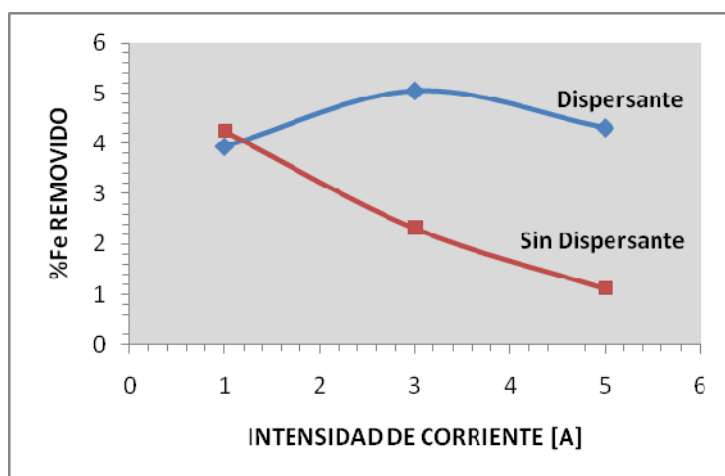
suspensión, es decir favorece la separación de las partículas y, por tanto, su concentración magnética.

Tabla 6. Remoción de hierro de la arcilla separación magnética

Pirofosfato de sodio (g)	Intensidad de corriente (A)	Remoción %Fe
0.25	1	3,93
0.25	3	5,05
0.25	5	4,31
-----	1	4,25
-----	3	2,32
-----	5	1,12

Fuente: Autor(es) del Proyecto

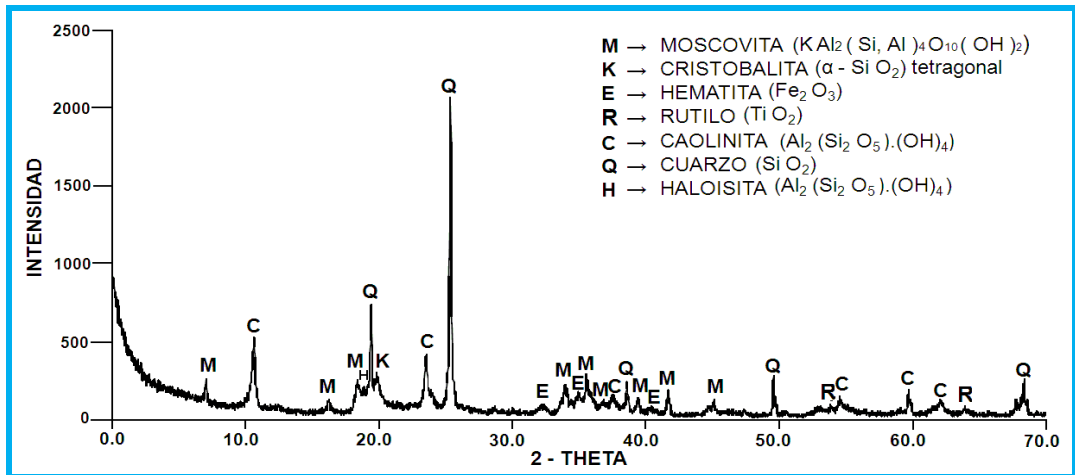
Figura 15. Efecto de la intensidad de corriente y la adición o no de dispersante en la remoción de hierro



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Para corroborar los análisis anteriores, se realizó un análisis DRX cualitativo (figura 16) a una de las muestras, permitiendo observar que las principales especies cristalinas son Cuarzo y Caolinita debido a la alta intensidad que presentan sus picos con respecto a las otras especies (Hematita y Rutio) .

Figura 16. Difractograma de material magnético obtenido a 10% sólidos; 0,25 g de pirofosfato de sodio; atrición durante 15 minutos a 1250 rpm, intensidad de corriente de 3 A y un flujo de pulpa de 1L / min.



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Los resultados anteriores permitieron concluir que este método de beneficio no es apto para la remoción de hierro en la arcilla (arcilla negra), dado que el hierro en la arcilla no es magnético o porque hace parte molecular de la arcilla

4.2.2. Lixiviación ácida

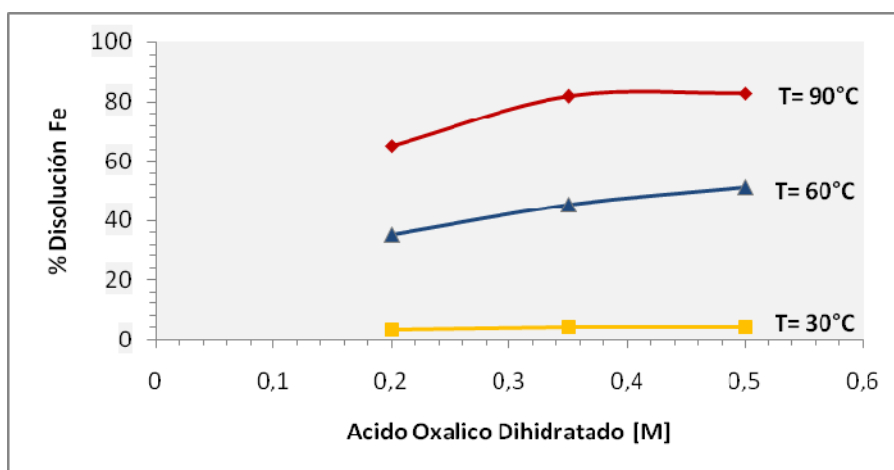
Teniendo en cuenta que la separación magnética no fue una buena vía de eliminación de hierro, se hizo necesaria la realización de la etapa de lixiviación ácida.

Como se había indicado en el marco teórico, el agente lixiviante utilizado fue ácido oxálico, por poseer una alta acidez, buenas características complejantes y ser un potente reductor [24].

➤ **Efecto de la concentración de ácido oxálico y la temperatura lixiviación en la disolución de hierro**

Como se puede observar en la tabla 7 y figura 17, a temperaturas de 30°C los porcentajes de disolución de hierro son bajos (menores a 5%) y las variaciones de concentración de ácido oxálico, tuvieron poca influencia en el proceso de remoción de hierro, indicando que el proceso de lixiviación a temperaturas cercanas al ambiente no es eficiente y es independiente de los aumentos de concentración que se hagan por encima de 0,2M de agente lixivante.

Figura 17. Efecto de la temperatura y concentración ácido oxálico en la disolución de hierro



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Por otro lado los ensayos realizados a temperaturas de 60°C y 90°C presentaron los máximos porcentajes de disolución de hierro (51,29%, 67,75% respectivamente) a concentraciones de ácido oxálico de 0,5M; la variación de la concentración de agente lixivante en el rango de 0,2M a 0,35M presentó un aumento significativo en el porcentaje de extracción de hierro y por encima de la concentración de 0,35M la disolución aumento ligeramente.

Tabla 7. Porcentajes de disolución de hierro de la arcilla a diferentes temperaturas de lixiviación y concentraciones de ácido oxálico.

Ácido oxálico [M]	Temperatura [°C]	Remoción %Fe
0,2	Ambiente	3,39
0,35	60	35,32
0,5	90	65,18
0,2	Ambiente	4,26
0,35	60	45,43
0,5	90	64,73
0,2	Ambiente	4,26
0,35	60	51,29
0,5	90	67,75

Fuente: Autor(es) del Proyecto

Estos resultados indican que para aumentar la eficiencia de disolución de hierro en la arcilla, el proceso debe ser activado térmicamente.

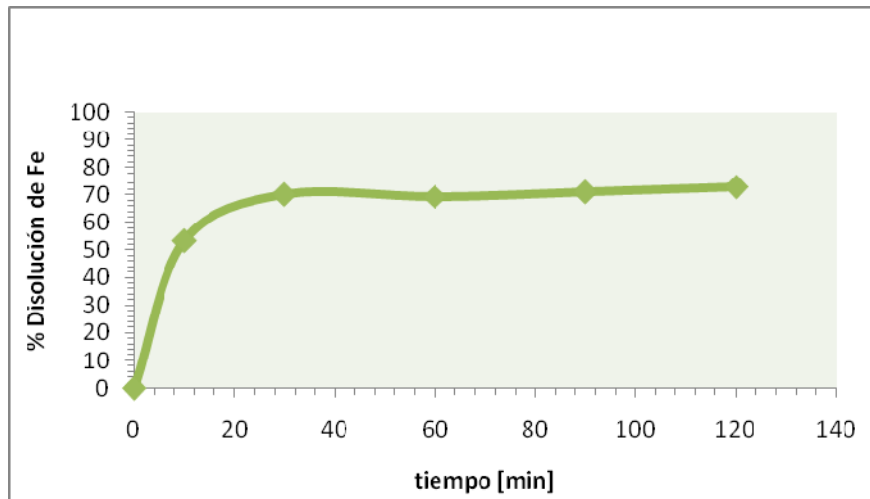
➤ **Efecto del tiempo de lixiviación en la disolución de hierro**

Teniendo en cuenta las mejores condiciones de temperatura y concentración de ácido oxálico encontradas en el estudio anterior: 90 °C y 0.5M respectivamente. Se evaluó el efecto del tiempo de lixiviación en la remoción de hierro de la arcilla.

De la figura 18 y tabla 8 es evidente la presencia de dos zonas con cinética diferentes, la primera durante los primeros 15 minutos, con cinética rápida, mientras que a tiempos mayores la disolución cesó. Es decir, ocurre la pasivación de la superficie, posiblemente por la formación de una capa de FeC_2O_4 , que es la

especie sólida que se forma a los valores de pH estudiados, tal como lo indica el diagrama de Pourbaix (figura 3).

Figura 18. Efecto del tiempo de lixiviación en la disolución de hierro (T = 90°C, [ácido oxálico] = 0.5M, pH = 2.7, %sólidos = 10%)



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La formación de oxalato férrico es favorecida por la liberación del ion oxalato a medida que se consumen los iones H^+ (reacción 10), además de la acumulación de Fe^{2+} cerca de la interface de reacción. Lee y Col, 2006, observaron un comportamiento parecido durante la lixiviación de hematita pura, concluyendo que la cinética está controlada por la difusión a través de una capa de productos.

Tabla 8. Porcentajes de disolución de hierro de la arcilla a diferentes tiempos

Tiempo [min]	Remoción %Fe
10	53,2331
30	70,1894
60	69,4201
90	69,7133
120	72,8263

Fuente: Autor(es) del Proyecto

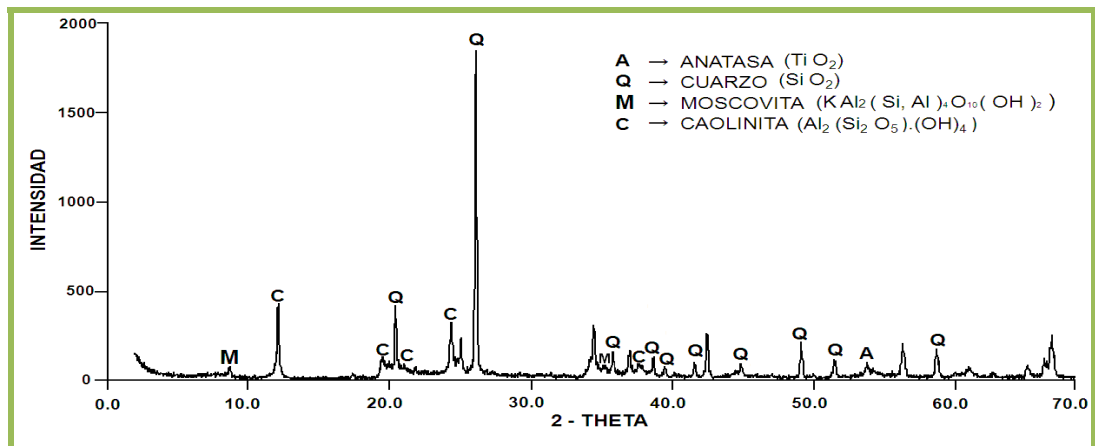
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA BENEFICIADA

El producto sólido de lixiviación a las mejores condiciones ($T = 90^{\circ}\text{C}$, [ácido oxálico] = 0.5M y tiempo = 60 minutos) fue caracterizado por FRX y DRX. A continuación se presentan dichos resultados.

- **Análisis mineralógico por la técnica de difracción de rayos X (DRX cuantitativo)**

De acuerdo con las especies cristalinas presentadas en el difractograma de la figura 19 y tabla 9 del análisis cuantitativo realizado, la hematita no pudo ser cuantificada en la muestra de arcilla beneficiada, debido a su bajo contenido (< 1%).

Figura 19. Difractograma arcilla negra lixiviada.



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La máxima remoción de hierro fue del orden de 70%, aproximadamente, alcanzada después de 60 minutos de lixiviación.

Tabla 9. Análisis DRX cuantitativo arcilla negra beneficiada

FASE	No. TARJETA	NOMBRE	CUANTITATIVO	
	PDF-2			
Cristalinos	Ti O ₂	010-75-2547	Anatasa	1.7 % (D.E = 0.1)
	Si O ₂	000-33-1161	Cuarzo	33.9 % (D.E = 0.5)
	Fe ₂ O ₃	010-72-6230	Hematita	N.D.
	KAl ₂ (Si, Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₂	000-58-2035	Moscovita	19.8 % (D.E = 0.6)
	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	000-58-2004	Caolinita	27.0 % (D.E = 0.8)
	Total cristalinos			82.4 %
Total Amorfos			17.6 %	

N.D. = No Detectable **D.E** = Desviación estándar

Fuente: Autor(es) del Proyecto

El análisis cuantitativo de las fases encontradas, se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado, habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Corindón – Oxido de aluminio, -100 mallas, 99%. Corindon, fase α . Aldrich No. 23,474-5) correspondiente al 20%.

- **Análisis por Fluorescencia de rayos X (FRX)**

En la tabla 10 que se presenta el análisis elemental por FRX de la arcilla beneficiada. Comparando el contenido de Fe de este material con el de la arcilla original (tabla 5) se confirma la eliminación de hierro, que de acuerdo a estos resultados sería del 65% aproximadamente, valor que está cercano al obtenido por las medidas de concentración de hierro en solución (69,42%).

Teniendo en cuenta, que se pudo eliminar una gran parte del hierro de la arcilla por lixiviación, para la producción del cerámico se utilizó la arcilla lixiviada con solución 0,5 M de ácido oxálico a 90 °C, durante una hora.

Tabla 10. FRX de la arcilla lixiviada bajo las mejores condiciones

Analito	Resultado	Analito	Resultado
SiO ₂	67,45%	ZrO ₂	0,04%
Al ₂ O ₃	27,29%	V ₂ O ₅	0,03%
K ₂ O	1,53%	P ₂ O ₅	0,02%
TiO ₂	1,50%	SrO	0,01%
Fe ₂ O ₃	1,35%	Rb ₂ O	0,01%
MgO	0,66%	Y ₂ O ₃	0,00%
SO ₃	0,11%	Na ₂ O	0,00%

Fuente: Autor(es) del Proyecto

4.4 SINTERIZACIÓN DE LOS CERAMICOS SiC – Al₂O₃

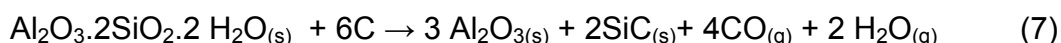
Una vez preparadas las probetas cilíndricas de las mezclas arcilla beneficiada – carbón, se procedió a su sinterización, bajo las condiciones relacionadas en la tabla 3.

La relación estequiométrica arcilla / carbón se determinó de la siguiente forma:

1 g de arcilla negra (27,3% Al₂O₃) → 0,273 g Al₂O₃ PM Al₂O₃ = 102 g/mol

$$\text{moles Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,273 \text{ g Al}_2\text{O}_3}{102 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ Al}_2\text{O}_3} = 2,68 \times 10^{-3} \text{ mol Al}_2\text{O}_3$$

Asumiendo que toda la alúmina está presente como caolinita, la estequiometria de la reacción es:



$$\text{moles C para la caolinita} = \frac{2,68 \times 10^{-3} \text{ mol Al}_2\text{O}_3 \times 6 \text{ moles C}}{1 \text{ mol Al}_2\text{O}_3} = 0,01607 \text{ moles C}$$

Pero como la arcilla hay SiO₂ libre, hay que tener en cuenta la reacción de ésta con el carbón para formar SiC, entonces:

$$1 \text{ g de arcilla negra (67,5\% SiO}_2) \rightarrow 0,675 \text{ g SiO}_2 \quad \text{PM SiO}_2 = 60,1 \text{ g/mol}$$

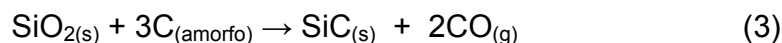
$$\text{moles SiO}_2 = \frac{0,675 \text{ g SiO}_2}{60,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ SiO}_2} = 0,01123 \text{ mol SiO}_2$$

De acuerdo con la estequiometria de la caolinita, en ésta por cada mol de Al₂O₃ hay 2 de SiO₂, entonces:

$$\text{moles SiO}_2 \text{ en caolinita} = 2(2,68 \times 10^{-3} \text{ moles}) = 5,36 \times 10^{-3} \text{ moles}$$

$$\text{moles SiO}_2 \text{ libre} = 0,01123 - 5,36 \times 10^{-3} = 5,87 \times 10^{-3} \text{ moles}$$

La reacción de la sílice con el carbón es:



$$\text{moles C para la SiO}_2 \text{ libre} = \frac{5,87 \times 10^{-3} \text{ mol SiO}_2 \times 3 \text{ moles C}}{1 \text{ mol SiO}_2} = 0,01761 \text{ moles C}$$

Entonces, las moles totales de carbono necesario para reaccionar con 1gramo de arcilla son 0,03368 moles.

$$0,03368 \text{ moles C} \times \frac{12,011 \text{ g C}}{1 \text{ mol C}} = 0,40453 \text{ g C}$$

Como el carbón tiene 86,32 % de carbono:

$$0,40453 \text{ g C} \times \frac{100\% \text{ Carbón}}{86,32 \% \text{ C}} = 0,4686 \text{ g Carbón} \rightarrow \text{Cantidad estequiométrica}$$

Tomando como base que la relación másica estequiométrica arcilla:carbón es 1: 0,4686, se prepararon las mezclas relacionadas en la tabla 3.

A continuación se presentan los resultados de los cinco estudios de evaluación de variables.

4.4.1. Efecto del tiempo de molienda de la arcilla en la composición del cerámico

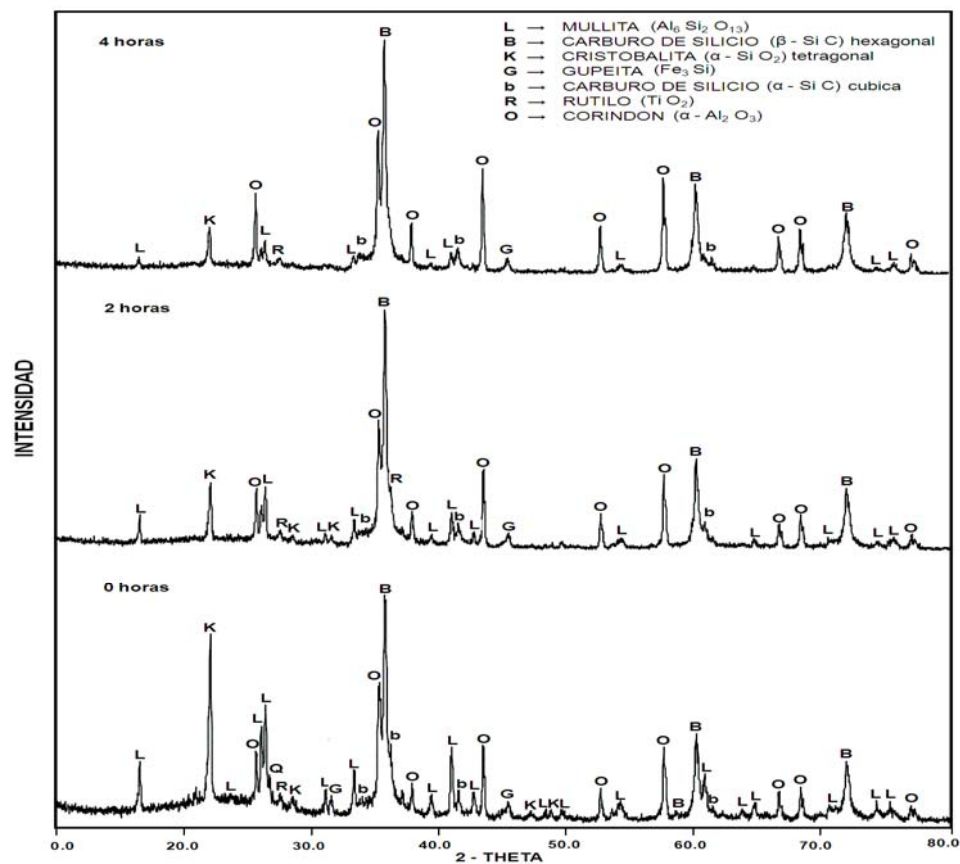
Para este estudio, se obtuvieron probetas de arcilla (molida a diferentes tiempos) – carbón, utilizando el 10% en exceso de la cantidad estequiométrica de carbón, y con una presión de compactación de 40 MPa. Por su parte la sinterización se llevó a cabo a 1500°C, con un tiempo de permanencia a esta temperatura de 4 horas.

Como se puede observar en los difractogramas presentados en la figura 20, a medida que se prolonga el tiempo de molienda de la arcilla, se aprecia un incremento en la intensidad de los picos de carburo de silicio y de corindón (Al_2O_3); caso contrario ocurre con los de mullita y cristobalita (SiO_2), lo cual indica que al crearse una mayor superficie de contacto entre las partículas de arcilla y carbón, debido a la reducción de tamaño de grano de la primera, el $\text{SiO}_{(g)}$ (producido por la reacción 5) tiene mayor oportunidad de reaccionar con el carbono, promoviéndose así la formación del carburo de silicio y de la alúmina.

Teniendo en cuenta las observaciones hechas sobre los DRX, se concluye que no realizar una molienda previa de la arcilla implica altos contenidos de mullita y

crystalita en el cerámico; por el contrario, al realizar moliendas durante tiempos de 2 y 4 horas, aumenta la intensidad de los picos de carburo de silicio y alúmina, comparados con el resto de las especies cristalinas, favoreciendo los objetivos de la investigación.

Figura 20. Difractogramas de los cerámicos obtenidos con la arcilla molida a diferentes tiempos



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Estos resultados pueden ser comparados con los encontrados por los investigadores Bingqiang Han y Nan Li (2005) [5], quienes reportan que al disminuir el tamaño de partícula de la arcilla, los contenidos de alúmina y carburo de silicio aumentan, a expensas de la reducción que sufre la mullita.

Una vez conocida la necesidad de disminuir el tamaño de partícula de la arcilla, se establece como mejor condición de esta etapa de estudio, 4 horas de molienda.

4.4.2. Efecto del % carbón en la mezcla arcilla – carbón sobre la composición química del cerámico

Para este estudio, las probetas fueron desarrolladas utilizando la arcilla molida durante 4 horas y cantidades variables de carbón, la presión de conformado fue nuevamente de 40 MPa y la temperatura y tiempo sinterización de 1500°C y 4 horas respectivamente.

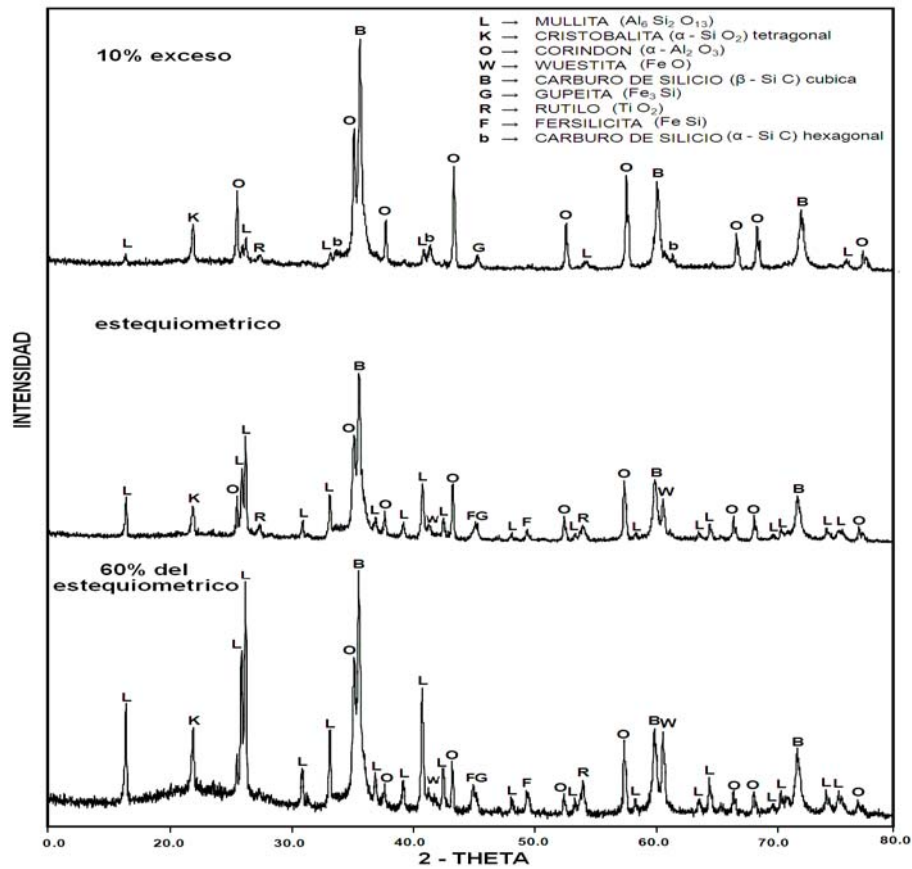
Los análisis DRX de la figura 21 muestran claramente el efecto favorable del exceso de carbón. A agregar un exceso de carbón del 10%, disminuye la formación de mullita y cristobalita, mientras que aumentan notablemente la de SiC y alúmina (especialmente la del primero).

Estas observaciones indicarían que un exceso de carbono es necesario para favorecer la reacción (6), entre el SiO_(g) (producto de la descomposición de la arcilla) con el carbono, para la formación del SiC:



Los resultados obtenidos de este estudio pueden ser comparados con los encontrados por los investigadores Bingquiang Han y Nan Li (2005) [5], donde señalan que al aumentarse el % en exceso de carbón antracita (10 – 15 %) aumentan los contenidos de carburo de silicio y alúmina, mientras ocurre una reducción gradual de la mullita; sin embargo, dichos autores no lograron evitar la formación de mullita. La mayor reactividad de la arcilla utilizada en el presente proyecto, puede deberse a la molienda de alta energía realizada sobre ella en el molino de atrición.

Figura 21. Difractogramas estudio de porcentaje de carbón



Fuente: Autor(es) del Proyecto

De acuerdo con los resultados encontrados en el presente estudio se estimó como mejor condición para la continuación de la investigación un contenido de carbón en la mezcla de 10% en exceso.

4.4.3. Efecto del grado de compactación de la mezcla arcilla – carbón en la composición química del cerámico

Para el estudio de esta variable se utilizaron las siguientes condiciones: arcilla molida durante 4 horas, mezcla arcilla – carbón con 10% de éste último, presión

de conformado de las probetas variable, temperatura y tiempo de 1500°C y 4 horas respectivamente.

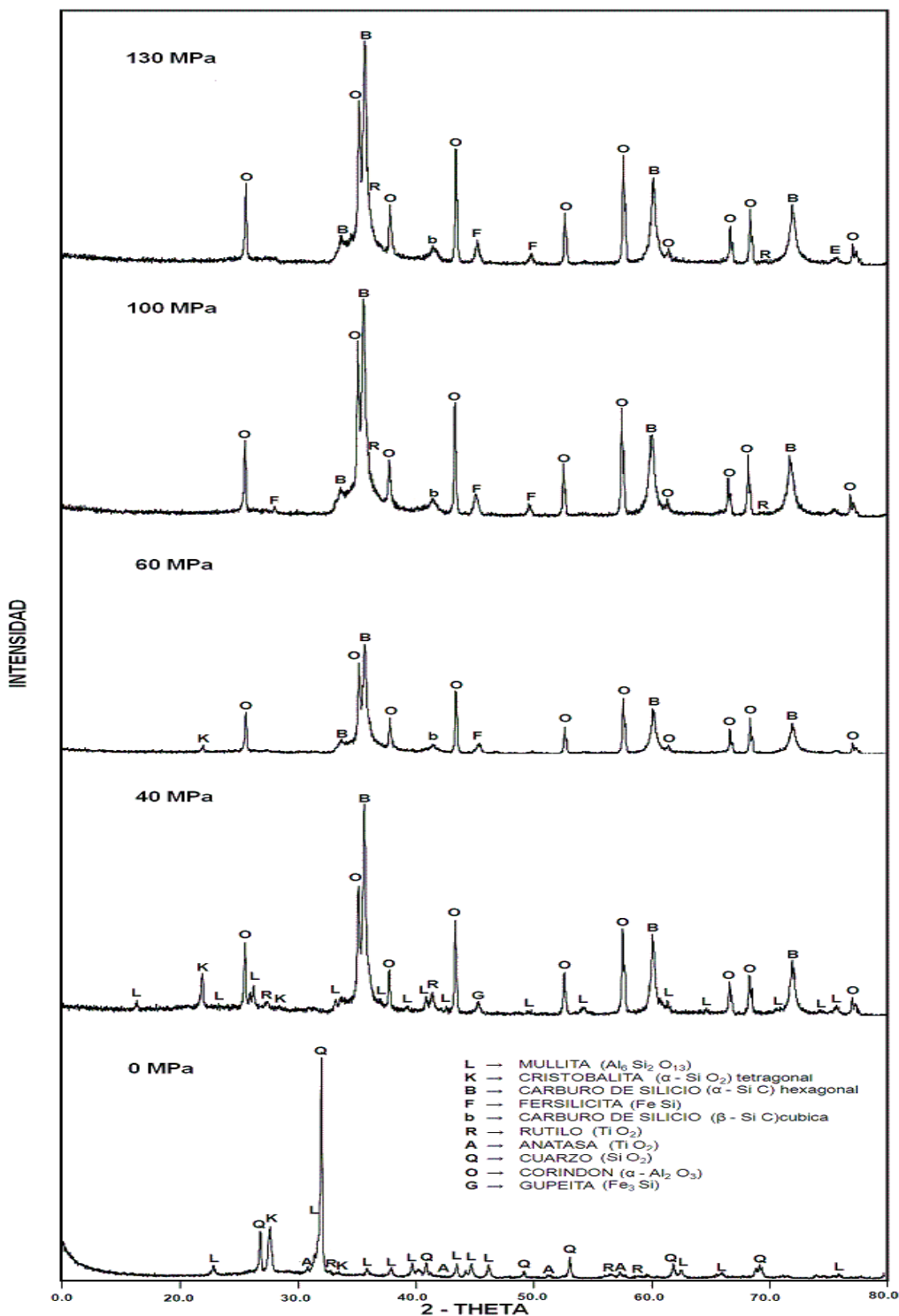
Es evidente, en los difractogramas de este estudio (figura 22), que el aumento de la compactación de las materias primas favorece notablemente la formación de carburo de silicio y alúmina. Tan importante es esta variable, que al realizar la sinterización de la mezcla sin compactar no se obtuvo carburo de silicio ni alúmina. Produciéndose las fases típicas de descomposición de la arcilla a altas temperaturas y en ausencia de carbón, es decir: mullita y sílice [10].



Para los otros ensayos (con polvos compactados), la intensidad de los picos de SiC y Al_2O_3 aumenta con el aumento de la presión aplicada durante la compactación, a la vez que disminuye la formación de mullita y cristobalita.

Para los otros ensayos (con polvos compactados), la intensidad de los picos de SiC y Al_2O_3 aumenta con el aumento de la presión aplicada durante la compactación, a la vez que disminuye la formación de mullita y cristobalita.

Figura 22. Difractogramas estudio grado de compactación en las mezclas



Fuente: Autor(es) del Proyecto

La compactación de los polvos favorece la formación de SiC y Al₂O₃ por dos motivos: aumenta el contacto entre las partículas de arcilla y carbón lo cual promueve su reacción. Por otro lado, evita la pérdida del SiO_(g) generado de la reacción entre la arcilla y el carbón (reacción 5), ya que a partir de la reacción de este compuesto gaseoso con el carbón se forma el carburo de silicio (reacción 6)

Cavus Falamaki y Touradj Ebadzadeh (2002) [2], señalan que al aumentar el grado de compactación de 30MPa a 90MPa de la mezcla arcilla - carbón se genera una mayor superficie de contacto que incentiva la reacción de reducción de la mullita y aumenta el contenido de carburo de silicio y alúmina en el producto final, pero aun observándose a 90MPa presencia de mullita, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en la presente investigación.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la presente investigación se estableció la necesidad de realizar compactación de las mezclas a 130 MPa para generar la reducción total de la mullita, y así aumentar la eficiencia en la obtención del carburo de silicio y la alúmina.

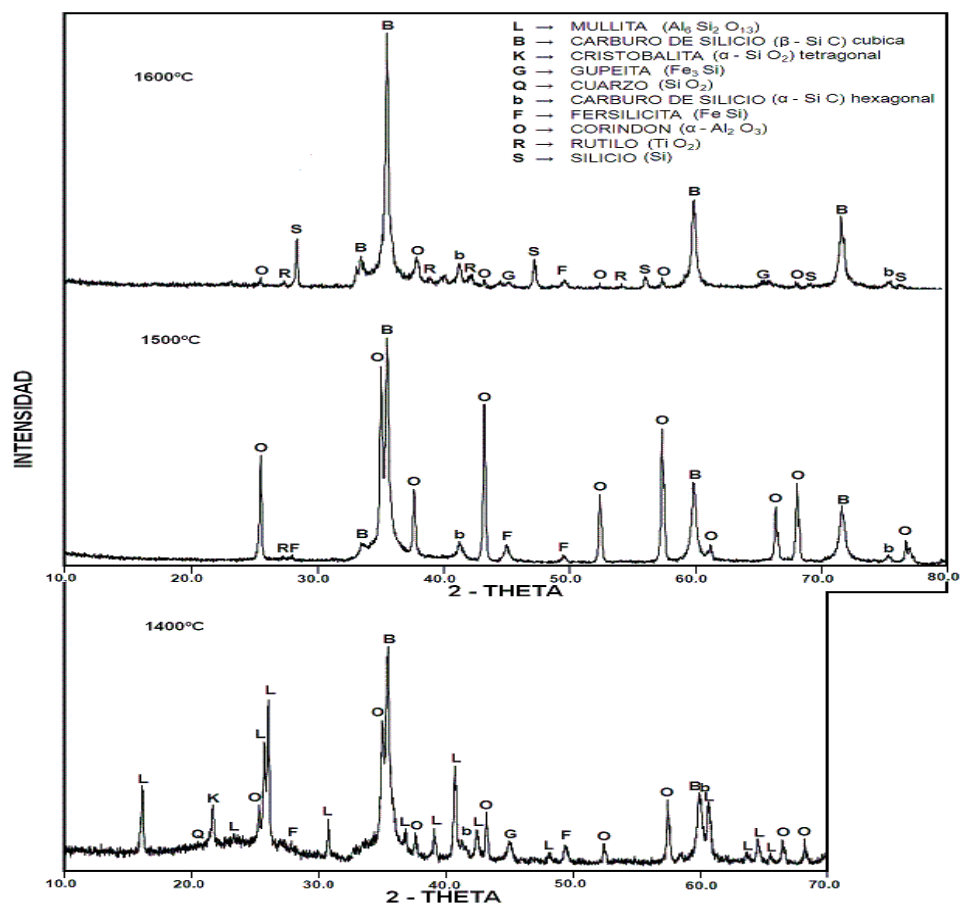
4.4.4 Efecto de la temperatura de sinterización en la composición química del cerámico

El estudio de la influencia de la temperatura de sinterización se llevo a cabo teniendo en cuenta las condiciones operacionales previamente establecidas: arcilla molida durante 4 horas, 10% en exceso de carbón en la mezcla, y presión de compactación de los polvos de 130 MPa, manteniendo el tiempo de sinterización en 4 horas.

Los difractogramas presentados en la figura 23, para el estudio de la temperatura de sinterización, permiten inferir que una temperatura de 1400°C no es suficiente para la descomposición de la mullita. Algunos investigadores del tema han

concluido que la temperatura de descomposición de la mullita se encuentra en un rango estrecho entre 1500°C y 1550°C [18] [19], lo cual concuerda con los resultados aquí obtenidos.

Figura 23. Difractogramas estudio de temperatura de sinterización



Fuente: Autor(es) del Proyecto

A 1500°C se observó la descomposición total de la mullita y la cristobalita para dar lugar a la formación de alúmina y carburo de silicio, esto se refleja en el difractograma correspondiente, pues los únicos picos presentes fueron los de carburo de silicio y alúmina exceptuando las especies correspondientes a impurezas.

Al aumentar la temperatura a 1600 °C, en los difractogramas se aprecian picos de silicio elemental, lo que sugieren la reducción de la cristobalita de acuerdo a la siguiente reacción:



Normalmente la reacción presentada anteriormente se da a temperaturas superiores a los 1800°C [27], por lo que su presencia en el cerámico obtenido a 1600 °C podría deberse a un efecto catalizador de la molienda de alta energía del mineral en el molino de atrición.

La descomposición total de la mullita a 1500°C, para dar lugar a la formación de carburo de silicio y alúmina, implica la desintegración física de la probeta.

Mientras la probeta sinterizada a 1400 °C era compacta, gracias a la presencia de la fase vítrea que mantiene unidas las partículas, el producto obtenido, luego de la sinterización de la probeta a 1500 °C fue un polvo (SiC – Al₂O₃), producto de la descomposición total de la materia prima y la no presencia de fase vítrea.

Algunos autores ([3] y [5]) señalan en sus investigaciones que a 1500°C comienza la descomposición de la mullita, permitiendo que la cristobalita que resulta de esta descomposición reaccione con el carbono y se transforme a carburo de silicio. No obstante, también concluyen que a esta temperatura el contenido de mullita es considerable, pero al realizar un calentamiento a 1600°C la mullita es poca y la principales fases detectadas son carburo de silicio y alúmina. En este sentido, se puede señalar que la presente investigación permitió establecer que una sinterización realizada a 1500°C y bajo las condiciones señaladas anteriormente, son suficientes para reducir totalmente la mullita y generar la reacción total de la cristobalita a carburo de silicio y, por tanto, obtener en el producto final carburo de silicio y alúmina.

Teniendo en cuenta estos resultados se concluye que la temperatura de sinterización más adecuada es de 1500°C.

4.4.5. Efecto del tiempo de sinterización en la composición química del cerámico

Para el estudio de esta última variable, las condiciones operacionales fueron: arcilla molida durante 4 horas, 10% de exceso de carbón, presión de compactación de las probetas de 130 MPa, temperatura de sinterización de 1500°C, y tiempo de sostenimiento a dicha temperatura variable.

Los difractogramas mostrados en la figura 24, señalan la evolución de las especies cristalinas a medida que aumenta el tiempo de sinterización.

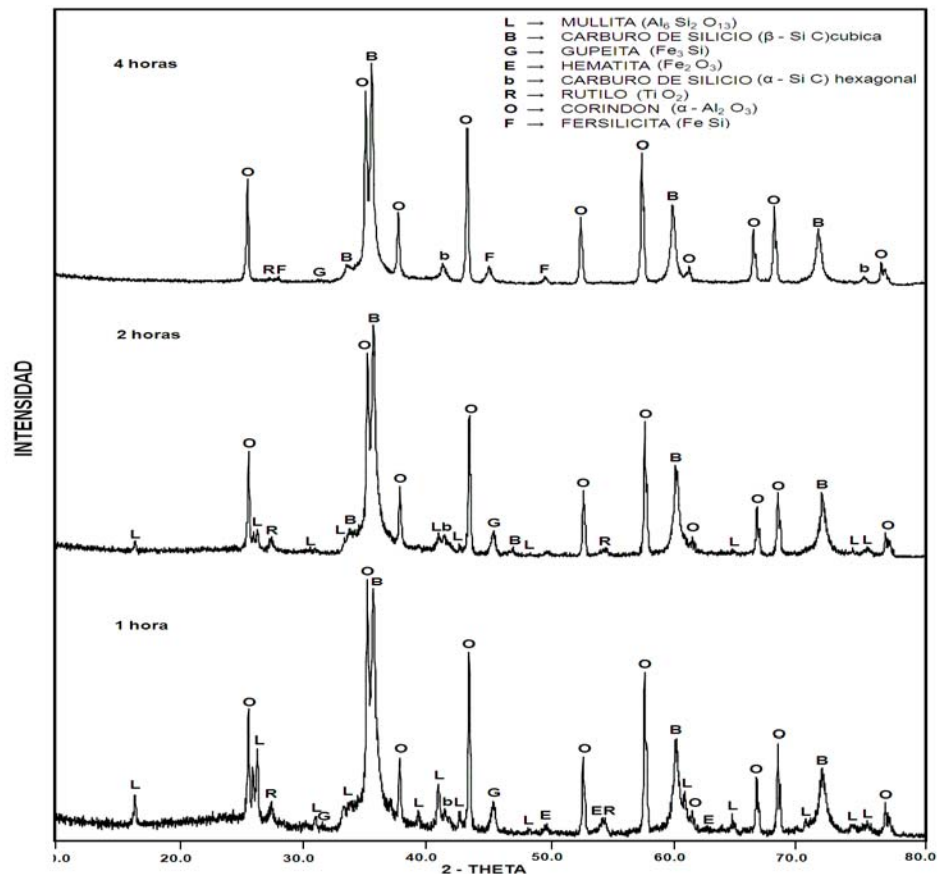
Es evidente que a 2 horas no es suficiente para la descomposición completa de la mullita, mientras que después de 4 horas de sinterización, sí se logra la transformación total de esta a alúmina y carburo de silicio.

Bingqiang Han y Nan Li (2005) realizaron el estudio del efecto del tiempo de sinterización (3, 4 y 5 horas) en la obtención del carburo de silicio y alúmina, llegando a la conclusión que al prolongar los tiempos de sinterización se induce una mayor reducción de la mullita, permitiendo establecer que a una temperatura de sinterización de 1600°C y 5 horas de sinterización, el producto obtenido estará compuesto de poca mullita y grandes cantidades de carburo de silicio y alúmina.

En este sentido, la presente investigación indica una diferencia importante con respecto al estudio realizado por estos autores, pues permite establecer que para obtener como fases principales carburo de silicio y alúmina sin presencia de

mullita basta realizar la sinterización a una temperatura de 1500 °C durante 4 horas, posiblemente por el efecto de la molienda de la arcilla.

Figura 24. Difractogramas estudio de tiempo de sinterización



Fuente: Autor(es) del Proyecto

Teniendo en cuenta los resultados anteriores, se establece 4 horas como el tiempo de sinterización más adecuado para la obtención del cerámico a base de carburo de silicio y alúmina.

4.5. MEJORES CONDICIONES PARA LA OBTENCIÓN DEL CERÁMICO (CARBURO DE SILICIO Y ALUMINA)

De acuerdo con los resultados del estudio de variables, presentado en el apartado anterior, se concluye que las mejores condiciones para la obtención del cerámico son:

- ❖ Tiempo de molienda de la arcilla lixiviada: 4 horas
- ❖ % carbón en exceso : 10%
- ❖ Presión de compactación: 130Mpa
- ❖ Temperatura de sinterización: 1500°C
- ❖ Tiempo de sinterización: 4 horas

4.6. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y FÍSICA DEL CERÁMICO SiC – Al₂O₃ OBTENIDO

4.6.1. Análisis Mineralógico cuantitativo por Difracción de Rayos X (DRX)

Este análisis se realizó con el objetivo de cuantificar las especies cristalinas presentes en el cerámico obtenido bajo las mejores condiciones.

Los resultados, presentados en la tabla 11, corroboran la calidad, en cuanto a composición, del producto de la reducción carbotérmica de la arcilla, indicando que el sinterizado obtenido contiene, aproximadamente, 57.3% de carburo de silicio (β y α), 39.4% de alúmina (corindón) y menos del 4% de impurezas de hierro y titanio, los cuales fueron eliminados durante la etapa de beneficio.

Tabla 11. DRX cuantitativo para producto bajo mejores condiciones de lixiviación y sinterización.

NOMBRE	COMPOSICIÓN QUIMICA	CANTIDAD (%)
Carburo de silicio	β - SiC	35.2
Carburo de silicio	α - SiC	22.1
Gupeita	Fe ₃ Si	0.5
Hematita	Fe ₂ O ₃	N.D
Rutilo	TiO ₂	1.3
Fersilicita	FeSi	1.5
Corindon	Al ₂ O ₃	39.4

Fuente: Autor(es) del Proyecto

4.6.2. Morfología por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y Microanálisis químico por Espectroscopia de Dispersión de Energía de rayos X (EDS).

En las figuras 25 a 28 se muestran las micrografías SEM de los cerámicos obtenidos bajo diferentes condiciones, así como los mapeos de dichas micrografía obtenidas por microanálisis EDS, donde las zonas coloreadas corresponden a las regiones ricas en cada uno de los elementos (C, O, Al, Si).

La micrografía de la figura 25 corresponde al cerámico obtenido a baja presión de conformado (40 MPa). Se observan la formación de granos de SiC de hasta 30 μ m, dentro de una matriz compuesta por finos granos de alúmina y cristobalita. En estas imágenes no se alcanza a diferenciar los granos de mullita, típicamente aciculares, dado su bajo contenido en el cerámico.

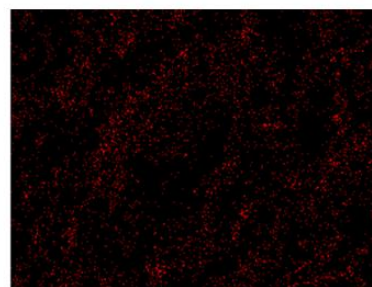
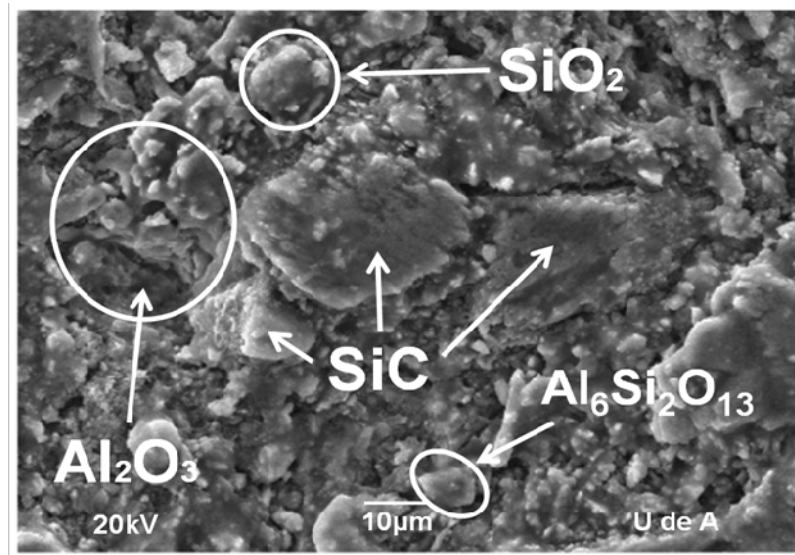
La figura 26 corresponde al cerámico obtenido bajo las mejores condiciones, y señala nuevamente la formación de grandes granos de carburo de silicio dentro de una matriz compuesta por pequeños granos de alúmina y de carburo de silicio. Es

evidente del mapeo del silicio, para este cerámico, un gran contenido de SiC que le obtenido a bajas compactaciones (figura 25). Lo cual corrobora lo demostrado por los difractogramas correspondientes (figura 22).

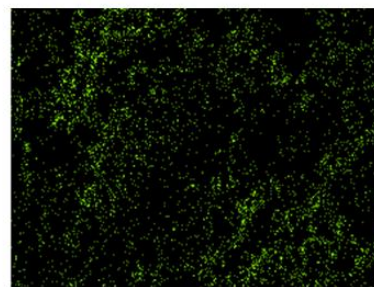
Por su parte, a 1600 °C (figura 27) se aprecia una notoria diferencia con respecto a las micrograffías anteriores, pues en este caso ya no se aprecian los grandes granos de SiC, sino una distribución más homogénea de carburo de silicio, alúmina y silicio elemental en todo el cerámico.

Finalmente, en la figura 28, corresponde al cerámico obtenido con un tiempo corto de sinterización (2 horas), se aprecia que los granos de SiC son mucho más pequeños (10 μm) que los obtenidos a 4 horas (hasta de 30 μm) (figura 25). El mapeo del aluminio evidencia un gran enriquecimiento de toda la superficie en dicho elemento, correspondiente a la alúmina y mullita (ver difractograma en la figura 24), aunque los cristales aciculares de esta última fase no son distinguibles gracias a su bajo contenido en el cerámico.

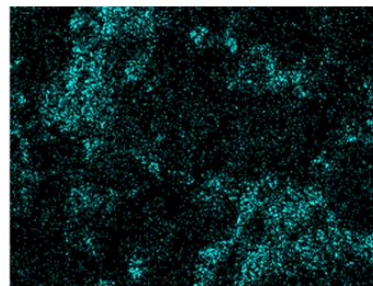
Figura 25. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 40 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 4 horas.



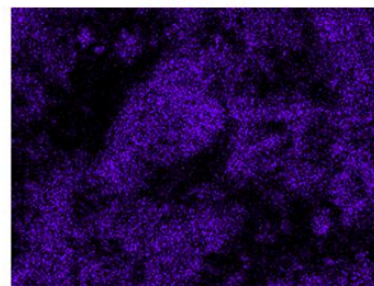
CARBONO



OXIGENO



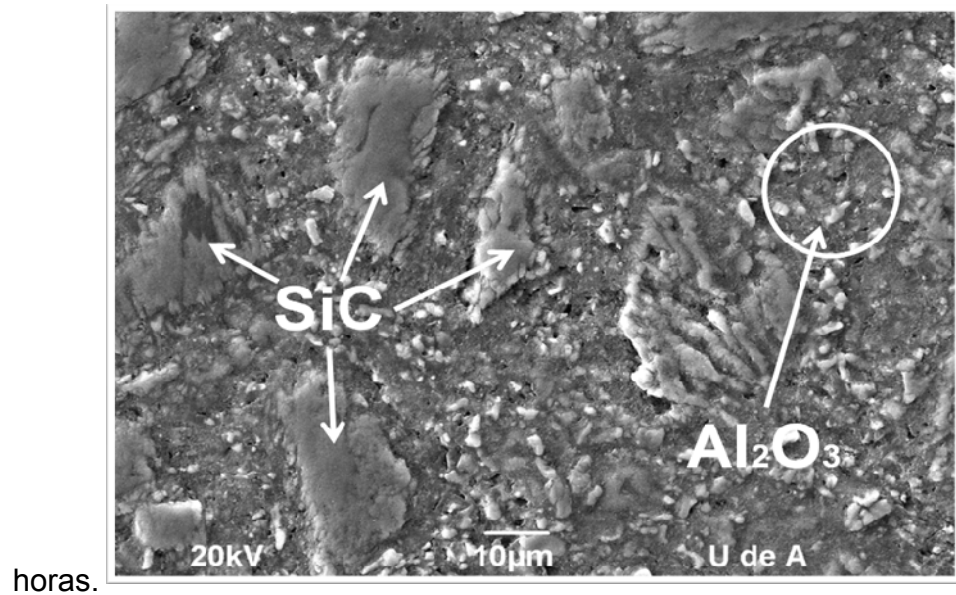
ALUMINIO



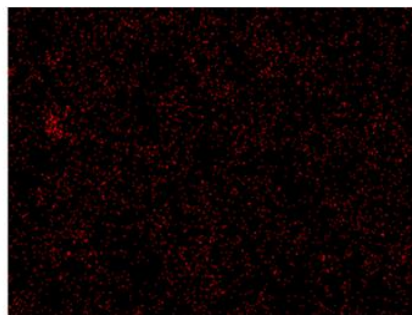
SILICIO

Fuente: Autor(es) del Proyecto

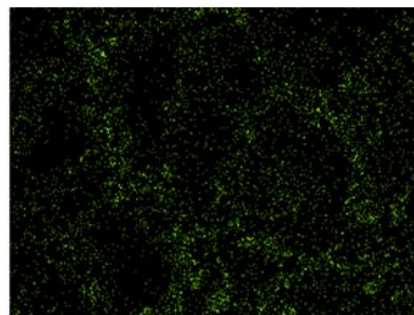
Figura 26. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 4



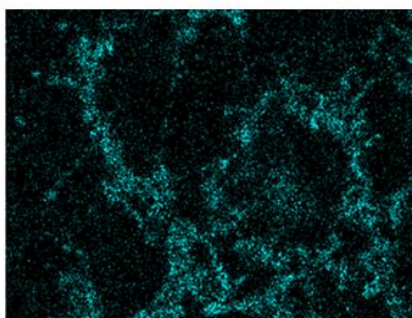
horas.



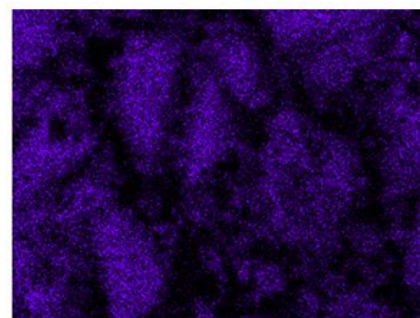
CARBONO



OXIGENO



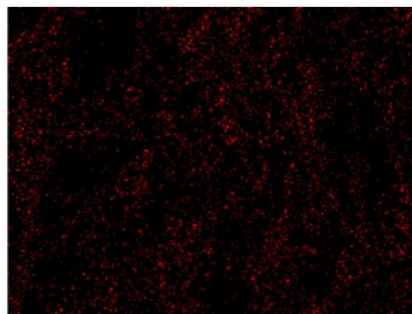
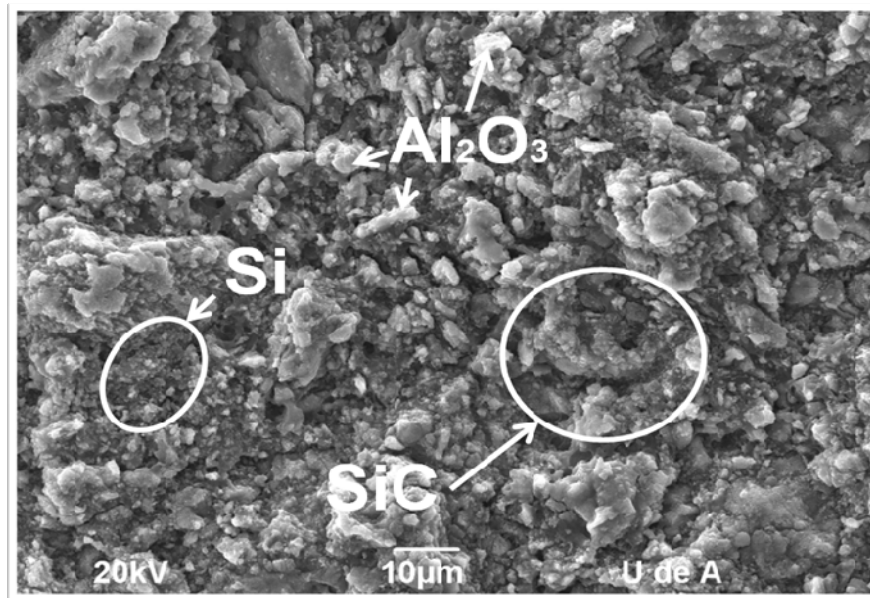
ALUMINIO



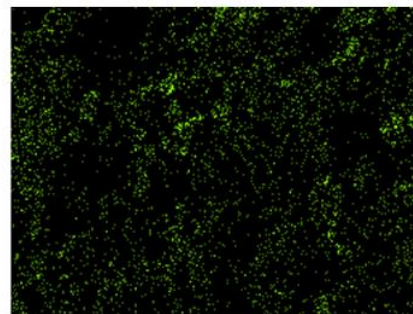
SILICIO

Fuente: Autor(es) del Proyecto

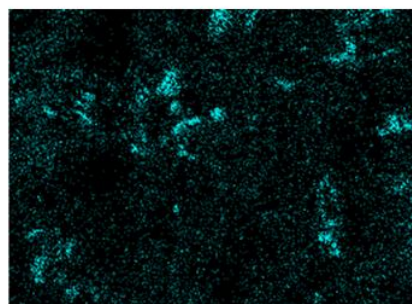
Figura 27. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1600°C y tiempo de sinterización de 4 horas.



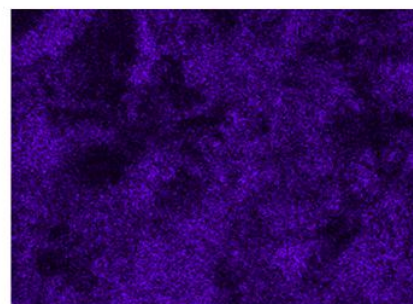
CARBONO



OXIGENO



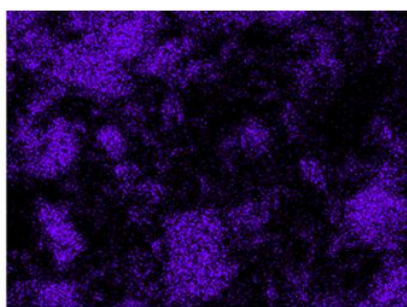
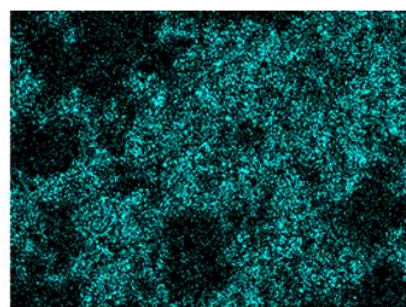
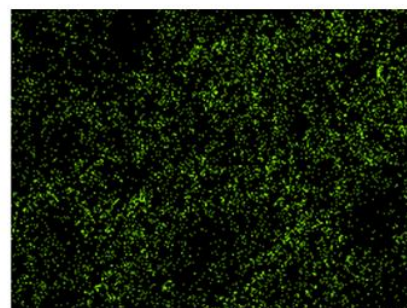
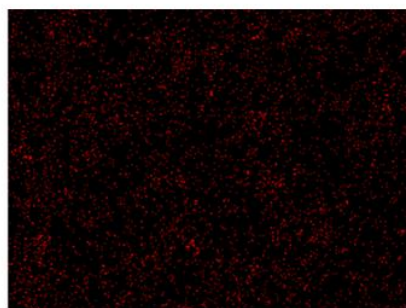
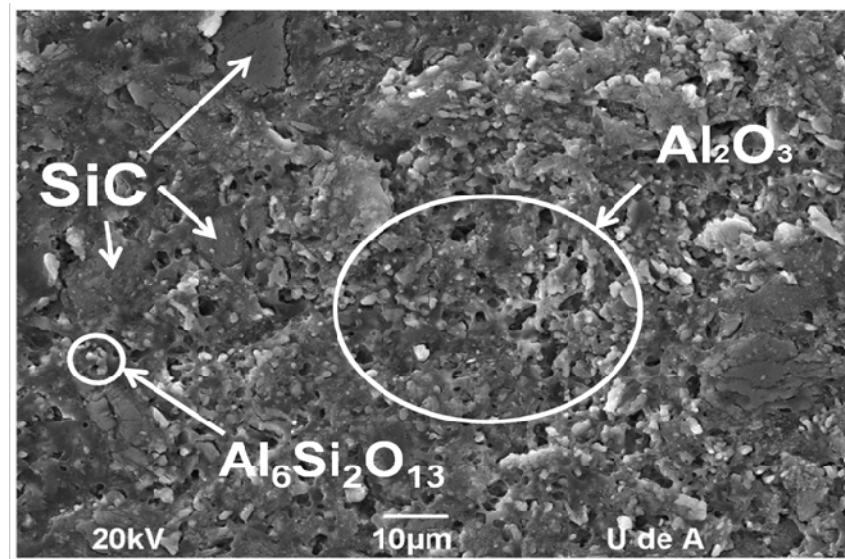
ALUMINIO



SILICIO

Fuente: Autor(es) del Proyecto

Figura 28. Micrografía SEM y mapeo de elementos por EDS del cerámico obtenido a tiempo de molienda de 4 horas, Carbón en exceso de 10%, presión de conformado de 130 Mpa, Temperatura de sinterización de 1500°C y tiempo de sinterización de 2 horas.



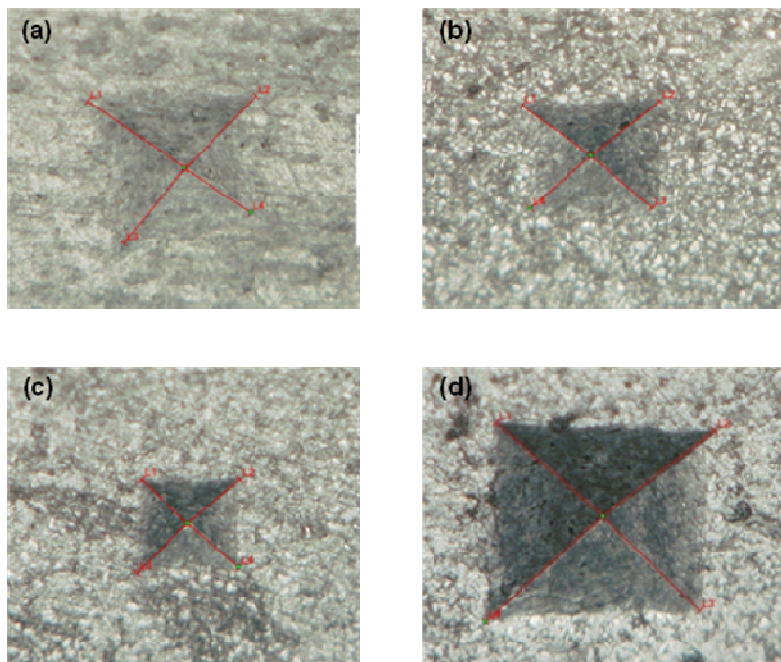
Fuente: Autor(es) del Proyecto

4.6.3. Microdureza Vickers

Con esta prueba se intentó determinar la dureza de los productos obtenidos bajo diferentes condiciones. Para lo cual las muestras obtenidas de algunos ensayos (números 8, 13, 14 y 16 en la tabla 3) fueron aglomerados con carboxil – metilcelulosa, compactadas a 130Mpa y finalmente sinterizadas a 1500°C en atmosfera inerte de argón (Ver metodología).

En la figura 29 se muestran las huellas (a 100 aumentos) dejados por el indentador en cada una de las muestras al aplicar una carga de 20 Kg. Por su parte, en la tabla 12 se especifican los valores de microdureza calculados para las muestras, de acuerdo a las huellas anteriores.

Figura 29. Micrografía de indentación Vickers: a)8, b)13, c)14, d)16



Fuente: Autor (es) del Proyecto

Estos valores de dureza son excesivamente bajos (29 a 128 kg_f / mm²), comparables con los de aleaciones de magnesio (135 kg_f / mm²) y oro puro (70 kg_f / mm²). Mientras que los valores correspondientes al carburo de silicio y alúmina son del orden de 2500 kg_f / mm² y 1058 kg_f / mm² respectivamente [26]. Estos bajos valores de dureza son debido al pobre grado de densificación de las probetas obtenidas luego de la sinterización a 1500°C de los polvos de SiC – Al₂O₃, previamente obtenidos a diferentes condiciones.

Por tanto, dichos valores no representan las durezas reales de los materiales sinterizados. Para tal fin, se necesitaría de un nanoindentador, que permita medir la dureza de cada fase del material.

Tabla 12. Dureza Vickers para los ensayos

ENSAYO	$(d_{mm})^2$	$P_{(kg)}$	HV[kg _f / mm ²]
8	0,666	20	55,65
13	0,4383	20	84,58
14	0,289	20	127,94
16	1,277	20	29,03

Fuente: Autor(es) del Proyecto

CONCLUSIONES

- Se pudo determinar de la etapa de beneficio, que la lixiviación con ácido oxálico 0,5M durante un tiempo de 60 minutos y a 90°C, es el mejor método para la remoción de hierro de la arcilla, pues éste se redujo de 3,94% a 1,25%.
- La fina molienda de la arcilla en molina de atrición, durante 4 horas favorece la cinética de obtención del cerámico abrasivo.
- Un exceso de carbón (10%) con respecto al estequiométrico se hace necesario, para garantizar la completa reducción de la arcilla, para formar SiC y Al₂O₃.
- Un alto grado de compactación (130 Mpa) de la mezcla arcilla – carbón favorece la formación del abrasivo SiC – Al₂O₃, pues con ello además de crearse mayor superficie de contacto entre las partículas, también se evita la pérdida de SiO_(g), el cual debe reaccionar con el carbón para formar el carburo de silicio.
- Para la obtención del cerámico abrasivo SiC – Al₂O₃ se hace necesario sinterizar a una temperatura de 1500°C y durante 4 horas, ya que con estas condiciones se garantiza la descomposición total de la mullita y las reacciones de sinterización para la formación del carburo de silicio y alúmina.

- Finalmente, se concluye que es técnicamente viable la obtención del cerámico abrasivo ($\text{SiC} - \text{Al}_2\text{O}_3$) a partir de una arcilla caolinítica, el cual puede tener aplicaciones en la industria metalmecánica como recubrimientos de dispositivos de corte, lijas de agua, telas abrasivas flexibles y resistentes, ruedas de esmeril y discos de pulir entre otros.

RECOMENDACIONES

- Determinar la dureza real del abrasivo obtenido, mediante un nanoindentador que permita ensayar sobre cada una de las fases presentes (SiC – Al₂O₃).
- Realizar un estudio de obtención de recubrimientos por proyección térmica con el producto obtenido de la presente investigación; para poder estimar, sobre ellos, el grado de abrasividad de la mezcla de carburo de silicio y alúmina, por métodos tales como Standard test Method for Wear Testing with a Pin – on – Disk Apparatus (ASTM G 99) o el Standard Test Method for Measuring Abrasion Usingg the Dry Sand / Rubber Wheel Apparatus (ASTM G 65)
- Realizar un análisis térmico DSC y TGA en una atmosfera de argón de la mezcla para determinar las temperaturas de las transformaciones de la mezcla arcilla – carbón.

BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Amroune, G.Fantozzi, J. Dubois, J.P. Deloume, B. Durand, R. Halimi, Formation of $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ powder from andalusite and carbon, *Materials Science and Engineering* (2000) 11 – 15.
- [2] Falamaki Cavus, Ebadzadeh Touradj, Kinetic investigation of the carbothermal reduction of an Iranian clay, *Ceramic International* (2002) 887 – 892.
- [3] F.N.Elias, H.G.A.Ruth, Kiminami, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ powders synthesized by microwave – assisted carbothermal reduction of kaolin, *Ceramics International* (2001) 815 – 819.
- [4] F.J. Narciso Romero, F. Rodriguez Reinoso, M. A. Diez, Influence of the carbon material on the synthesis of silicon carbide, *Carbon* (1999) 1771 – 1778.
- [5] H. Bingqiang, L. Nan, Preparation of $\beta - \text{SiC} / \text{Al}_2\text{O}_3$ composite from kaolinite gangue by carbothermal reduction, *Ceramic International* (2005) 227 – 231.
- [6] Mari. Eduardo A. (1998). *Los materiales cerámicos*. Editorial Alsina. Buenos Aires-Argentina. P. 53-54-16-17-352-353
- [7] N. Behmanesh, S. Heshmati Manesh, A. Ataie, Role of mechanical activation of precursors in solid state processing of nano- structures phase, *Journal of alloys and compounds* (2008) 421 – 425.
- [8] P.K. Panda, L. Mariappan, T.S. Kannan, Carbothermal reduction of Kaolinite under nitrogen atmosphere, *Ceramic international* (2000) 455 – 461.

[9] Z. Tatli, A. Demir, R. Yilmaz, F. Caliskan, Ali O Kurt, Effects of processing parameters on the production of β – SiAlON powder from kaolinite.

[10] Z.Yong, Z.Ying, W. Rong, W. Kemei, Direct determination of carbothermal reduction temperature for preparing silicon carbide from the vacuum furnace thermobarogram, Vacuum(2008) 336 – 339.

[11] [En línea] <http://plantasquimicas.iespana.es/Inorganicos/pi65.htm>

[12] [En línea] <http://www.monografias.com/trabajos14/proceso-bayer/proceso-bayer.shtml# PROCINNDUSTR>.

[13] J. Salas, J. García, M. Briceño, (2009). Deposición y caracterización de recubrimientos de carburo de silicio depositados sobre un acero inoxidable por la técnica de ablación láser. Universidad de los Andes, Merida, Venezuela.

[14] [En línea] <http://www.goodfellow.com/s/carburodesilicio.htm> [En línea]

[15] [En línea] <http://www.textoscientificos.com/quimica/ceramicas-avanzados/carburo-silicio>

[16] M. Pesas Mata, (2004). Microestructura y propiedades mecánicas de SiC biomorfo. Universidad Politécnica de Madrid, España.

[17] J. A. González, E. Perino, M. del C. Ruiz, (2003). Blanqueado de arcillas mediante la eliminación de hierro en la etapa de quemado. Instituto de investigaciones en Tecnología Química – CONICET – UNSL. San Luis, Argentina.

- [18] S. Oh Lee, T. Tran, Y. Yang Park. Study on the kinetics of iron oxide leaching by oxalic acid, *International Journal of Mineral Processing* (2006) 144 – 152.
- [19] S. Oh Lee, T. Tran, B. Hi Jung. Dissolution of iron oxide using oxalic acid, *Hydrometallurgy* (2007) 91 – 99.
- [20] [En línea] http://www.textoscientificos.com/quimica/ceramicas_vanzados/caracteristicasceramica-carbuo_de_silicio.
- [21] G. Pérez Ayala, Y. Vargas Rodríguez, (2009). Desarrollo de cerámicos refractarios sílico-aluminosos a partir de arcillas caoliníticas de Barichara (Santander). Universidad Industrial de Santander.
- [22] S. Mandal, P. Banerjee. Iron leaching from China clay with oxalic acid: effect of different physico-chemical parameters, *Int. J. Miner. Process* (2004) 263– 270.
- [23] N. Saikia, D. Bharali, P. Sengupta. Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam, India, *Applied Clay Science* (2003) 93– 103.
- [24] Ambikadevi, V.R., Lalithambika, M., 2000. Effect of organic acids on ferric iron removal from iron – stained kaolinite. *Appl. Clay Sci.* P.16, 133–145.
- [25] O. Borreo, A. Ortiz, F. Guiberteau. Propiedades mecánicas a temperatura ambiente de cerámicos de SiC sinterizado con fase líquida de $Y_2O_3 - Al_2O_3$. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 22 – 25 junio 2005.
- [26] Richard E. Chinn. CERAMOGRAPHY preparation and Analysis of Ceramic Microstructures. ASM internacional. p. 160 – 161 – 162 – 163.

[27] M. Abdyukhanov, M. A. Abdyukhanov, Yu. A. Kuz'min, and V. M. Merkuskin., Production of metallurgical silicon of enhanced quality for land- based solar cells. Metal Science and Heat treatment. P. 246.

[28] [En línea]

http://www.elprisma.com/apuntes/ingenieria_mecanica/alumina/default3.aspINDICE.

ANEXOS

Anexo A

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LIXIVIACIÓN ÁCIDA

- 1.** Prepara la solución con la concentración indicada
- 2.** Medir 100 ml de solución.
- 3.** Pesar 10 g de arcilla negra.
- 4.** Poner 100 ml de la solución en un matraz (limpio y seco).
- 5.** Pesar matraz +solución (matraz limpio por fuera).
- 6.** Introducir el matraz con la solución en un SHACKER a temperatura indicada.
- 7.** Verificar la temperatura cada 5 minutos.
- 8.** Agregar la arcilla rápidamente, alcanzada la temperatura de la solución.
- 9.** Dejar el tiempo establecido.
- 10.** Sacar el matraz y pesar.
- 11.** Agregar el agua hasta completar el peso inicial + 10 g de la arcilla negra.
- 12.** Agitar para homogenizar y dejar decantar.
- 13.** Tomar muestra del lixiviado.

Anexo B

PROCEDIMIENTO ANÁLISIS INMEDIATO SUSTANCIAL O PROXIMO

- 1.** % humedad; peso 1 gr de carbón, tiempo de sostenimiento de 1 hora a 110°C, enfriada en un desecador hasta temperatura ambiente y posteriormente pesada.
- 2.** % cenizas; peso 1 gr de carbón, llevado a un horno a una velocidad de calentamiento de 12.5 °C / minuto y un tiempo de sostenimiento de 1 hora, retirada del horno, enfriamiento hasta temperatura ambiente y posteriormente pesada.
- 3.** % Materia Volátil; peso 1gr de carbón, llevado a un horno que se encontraba a una temperatura de 910°C, durante un tiempo de sostenimiento de 7 minutos, posteriormente fue retirado rápidamente del horno, enfriada a temperatura ambiente y posteriormente pesada.
- 4.** El carbón fijo es hallado sumando los porcentajes de los 3 análisis anteriores y restándoselos a un total de 100%.

14.

Anexo C

ANÁLISIS FRX DE LAS MUESTRAS OBTENIDAS POR SEPARACIÓN MAGNETICA

1. Material magnético obtenido a 10% sólidos; 0,25 g de pirofosfato de sodio; atrición durante 15 minutos a 1250 rpm, intensidad de corriente de 1 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	56,901%
Al ₂ O ₃	18,105%
Fe ₂ O ₃	15,444%
SO ₃	2,769%
TiO ₂	2,399%
CaO	2,074%
K ₂ O	1,200%
MgO	0,447%
P ₂ O ₅	0,268%
ZrO ₂	0,186%
V ₂ O ₅	0,061%
MnO	0,050%
Y ₂ O ₃	0,040%
ZnO	0,035%
SrO	0,016%
Rb ₂ O	0,004%

2. Material magnético obtenido a 10% sólidos; 0,25 g de pirofosfato de sodio; atrición durante 15 minutos a 1250 rpm, intensidad de corriente de 3 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	46,138%
Al ₂ O ₃	22,936%
Fe ₂ O ₃	19,839%
SO ₃	2,675%
TiO ₂	2,648%
CaO	2,623%
K ₂ O	1,520%
P ₂ O ₅	0,662%
MgO	0,629%
ZrO ₂	0,106%
V ₂ O ₅	0,084%
Y ₂ O ₃	0,042%
ZnO	0,038%
MnO	0,035%
SrO	0,018%
Rb ₂ O	0,005%
NbO	0,003%

3. Material magnético obtenido a 10% sólidos; 0,25 g de pirofosfato de sodio; atrición durante 15 minutos a 1250 rpm, intensidad de corriente de 5 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	57,376%
Al ₂ O ₃	17,709%
Fe ₂ O ₃	16,908%
TiO ₂	2,708%
SO ₃	1,746%
K ₂ O	1,281%
CaO	1,015%
P ₂ O ₅	0,402%
MgO	0,390%
ZrO ₂	0,250%
V ₂ O ₅	0,094%
Y ₂ O ₃	0,046%
MnO	0,025%
ZnO	0,022%
SrO	0,017%
Rb ₂ O	0,007%
NbO	0,005%

4. Material magnético obtenido a 10% sólidos; intensidad de corriente de 1 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	54,777%
Al ₂ O ₃	22,317%
Fe ₂ O ₃	16,691%
TiO ₂	2,280%
SO ₃	1,518%
K ₂ O	1,157%
CaO	0,542%
MgO	0,223%
P ₂ O ₅	0,219%
ZrO ₂	0,116%
V ₂ O ₅	0,072%
Y ₂ O ₃	0,029%
ZnO	0,026%
MnO	0,022%
SrO	0,011%

5. Material magnético obtenido a 10% sólidos; intensidad de corriente de 3 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	51,104%
Al ₂ O ₃	36,284%
Fe ₂ O ₃	9,107%
K ₂ O	1,014%
TiO ₂	0,978%
MgO	0,883%
CaO	0,294%
SO ₃	0,105%
P ₂ O ₅	0,100%
ZrO ₂	0,056%
V ₂ O ₅	0,053%
Y ₂ O ₃	0,013%
SrO	0,008%

6. Material magnético obtenido a 10% sólidos; intensidad de corriente de 5 A° y un flujo de pulpa de 1L / min.

Analito	Resultado
SiO ₂	68,933%
Al ₂ O ₃	24,094%
Fe ₂ O ₃	4,364%
TiO ₂	0,982%
MgO	0,674%
K ₂ O	0,557%
CaO	0,213%
P ₂ O ₅	0,101%
ZrO ₂	0,041%
V ₂ O ₅	0,029%
ZnO	0,009%
Y ₂ O ₃	0,005%