

**ESTUDIO DE LOS EFECTOS TERMICOS EN VELOCIDAD Y TIEMPO  
DURANTE LA ETAPA DE COCCIÓN DE LAS ARCILLAS EN SAN JOSÉ DE  
CÚCUTA PARA ESTUDIAR LOS REQUERIMIENTOS ENERGETICOS**

**YEIMY LICETH MORALES PEREZ  
ZULMA PATRICIA NIÑO CACERES**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO- QUIMICAS  
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

**ESTUDIO DE LOS EFECTOS TERMICOS EN VELOCIDAD Y TIEMPO  
DURANTE LA ETAPA DE COCCIÓN DE LAS ARCILLAS EN SAN JOSÉ DE  
CÚCUTA PARA ESTUDIAR LOS REQUERIMIENTOS ENERGETICOS**

**YEIMY LICETH MORALES PEREZ  
ZULMA PATRICIA NIÑO CACERES**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al titulo de  
Ingeniero Químico**

**Director  
QUIMICO JORGE LUIS GROSSO  
Ingeniero**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO- QUIMICAS  
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA  
BUCARAMANGA**

**2006**

*Deseo expresar mi agradecimiento a Dios en primer lugar por brindarme la oportunidad de culminar este sueño con satisfacción.*

*A mi familia que me dio el apoyo necesario para continuar adelante.*

*Y a todas las personas que me rodean, ya que siempre fueron una voz de aliento en los momentos que lo necesitaba.*

*Yeimy*

*A Dios y a mis padres y familiares que siempre me han  
apoyado en cada una de las etapas y  
proyectos de mi vida*

*Zulma*

## **AGRADECIMIENTOS**

**Las autoras expresan sus agradecimientos a:**

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

INGENIERO QUIMICO. Msc JORGE LUIS GROSSO director de este proyecto y docente Universidad Industrial de Santander.

LADRILLERA CASABLANCA, Cúcuta norte de Santander.

LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS, porque nos brindó los medios para realizar la investigación y el desarrollo de la metodología presentada a lo largo de este proyecto.

DR HENAO y al laboratorio de difracción de rayos X de la Universidad Industrial de Santander

A ADOLFO laboratorista de la escuela de química de la Universidad Industrial de Santander

LABORATORIO DE SUELOS. Ingeniería civil Universidad industrial de Santander y a su laboratorista

LABORATORIO DE RESISTENCIA DE MATERIALES Y a su laboratorista Javier Fernando Rincón Gonzáles.

A todas aquellas personas que de una u otra forma contribuyeron a la realización de este proyecto.

## CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1 PROCESO CERÁMICO	3
1.1.1 Preparación de las materias primas	3
1.1.2 Etapa de moldeo	4
1.1.3 Etapa de secado	5
1.1.4 Etapa de cocción	6
1.2 DEFINICIÓN DE LAS ARCILLA	9
1.3 MINERALES ARCILLOSOS	9
1.4 OTROS MINERALES DE LAS ARCILLAS	11
1.4.1 Sílice o cuarzo ( $\text{SiO}_2$ )	11
1.4.2 Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )	11
1.4.3 Minerales de hierro.	11
1.4.3 Yeso $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	11
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	12
2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA	12
2.1.1 Caracterización con la técnica de difracción de rayos x	13
2.1.2 Análisis térmicos	13
2.1.3 Granulometría	13
2.1.4 Plasticidad.	13
2.1.5 Contracción de secado	14
2.1.6 Humedad	14
2.2 SELECCIÓN DE LOS HORNOS MUFLA	14
2.3 DISEÑO DE EXPERIMENTOS	15
2.3.1 Primer diseño factorial de experimentos	16
2.3.2 Segundo diseño factorial de experimentos	17

2.4 FORMULACIÓN DE EXPERIMENTOS	17
2.5 PROCESAMIENTO DE LA ARCILLA	18
2.5.1 Mezclado	18
2.5.2 Moldeo	18
2.5.3 Secado	18
3.6 COCCIÓN	19
2.7 SEGUIMIENTO DE LAS TRANSFORMACIONES EN LA PASTA CERAMICA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	20
2.8 MEDICIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS	21
2.8.1 Módulo de rotura y resistencia a la flexión	21
2.8.2 Absorción de agua.	22
2.8.3 Resistencia al impacto.	22
3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS	23
3.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES	23
3.1.1 propiedades físicas de la arcilla	23
3.1.2 Caracterización de la arcilla	24
3.1.3 Análisis térmicos	24
3.1.4 Seguimiento de las transformaciones durante la cocción en la pasta cerámica mediante difracción de rayos x	24
3.1.5 Análisis físico del diseño de experimentos	26
3.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS	31
3.2.1 Análisis de varianza para primer diseño de experimentos.	31
3.2.2 Análisis de varianza para el segundo diseño de experimentos.	34
3.3 CALCULO DEL CALOR CONSUMIDO EN LA COCCIÓN	37
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	38
5. BIBLIOGRAFIA	41
ANEXOS	43

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1.1 Clasificación minerales arcillosos	10
Tabla 2.1 Configuración del diseño de experimentos	16
Tabla 2.2 niveles 1 <sup>er</sup> Diseño factorial	17
Tabla 3.1 Propiedades físicas de la arcilla	23
Tabla 3.2 Análisis cuantitativo de la arcilla	24
Tabla 3.3 Disposición del primer diseño factorial de experimentos	26
Tabla 3.4 disposición del segundo diseño factorial de experimentos	28
Tabla 3.5 Análisis de varianza para la resistencia a la flexión	32
Tabla 3.6 análisis de varianza para la resistencia al impacto	32
Tabla 3.7 Efectos estimados para la R. Flexión	33
Tabla 3.8 Efectos estimados para la R. impacto	33
Tabla 3.9 Análisis de varianza para la absorción de agua	34
Tabla 3.10 Análisis de varianza para la Resistencia al impacto	35
Tabla 3.11 Análisis de varianza para la resistencia a la flexión	35

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1.1 Diagrama del proceso cerámico industrial.	3
Fig. 1.2 Partículas arcillosas: agua de absorción	4
Fig. 1.3 Partículas arcillosas: presencia inicial de agua libre	
Figura 1.4 horno tipo colmena.	6
Figura 1.5 Curvas de cocción de diferentes tipos de hornos	7
Figura 2.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental	12
Figura 2.2 cazuela de Casagrande	14
Figura 2.3 Configuración grafica del diseño de experimentos	17
Figura 2.4 Moldeo manual pasta cerámica	18
Figura 2.5 Prensado	19
Figura 2.6 estufa para el proceso de secado	19
Figura 2.7 Horno mufla 1	20
Figura 2.8 Horno mufla 2	22
Figura 2.9 Maquina universal AMSLER	21
Figura 2.10 Detalle ensayo de flexión	22
Figura 2.11 Prueba de impacto	22
Figura 3.1 Difractograma de cocción a 450°C.	25
Figura 3.2 Difractograma de cocción a 850°C.	25
Figura 3.3 piezas cocidas a diferentes temperaturas	26
Figura 3.4 Efectos en la resistencia a la flexión de las variables experimentales.	27
Figura 3.5 Efectos en la resistencia al impacto de las variables experimentales	27
Figura 3.6 Efectos en la resistencia a la flexión de las variables experimentales	29
Figura 3.7 Efectos en la resistencia al impacto de las variables experimentales.	30
Figura 3.8 Efectos en el %absorción de agua de las variables experimentales	30
Figura 3.9 Diagrama de pareto para la resistencia flexión	33

Figura 3.10 Diagrama de pareto para la resistencia al impacto	34
Figura 3.11 Diagrama de pareto para Resistencia. Flexión	37
Figura 3.12 Diagrama de pareto para Resistencia impacto	36
Figura 3.13 Diagrama de pareto para Absorción agua	37

## LISTA DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
ANEXO A. TABLA DE LAS REACCIONES EN LA ETAPA DE COCCIÓN EN EL PROCESO CERÁMICO	43
ANEXO B. ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO	44
ANEXO C. LIMITES DE ATTERBERG	46
ANEXO D. CURVA DE CONTRACCIÓN DE SECADO (CURVA DE BIGOT)	47
ANEXO E. CURVA COCCIÓN DE UN HORNO TIPO COLMENA	48
ANEXO F. CURVAS DE COCCIÓN HORNOS MUFLA	49
ANEXO G. DIAGRAMA DE POLVO	50
ANEXO H. ANALISIS DE LA FASE ARCILLOSA	51
ANEXO I. ANALISIS TERMICOS	54
ANEXO J. ANALISIS DE LOS EXPERIMENTOS A TRAVES DE RAYOS X	55
ANEXO K. COMPARACIÓN DE LA INTENSIDAD DE LOS PICOS	62
ANEXO L. TABLA RESUMEN ANÁLISIS DE RAYOS X Y PROPIEDADES FÍSICO – MECÁNICAS PARA CADA EXPERIMENTO	64

## RESUMEN

**TITULO:** Estudio de los efectos térmicos en velocidad y tiempo durante la etapa de cocción de las arcillas en san José de Cúcuta para estudiar los requerimientos energéticos .

**Autor(es)** Yeimy liceth Morales Pérez, Zulma Patricia Niño Cáceres \*\* .

**Palabras clave:** Arcillas, curva de cocción, Reacciones durante la cocción, metacaolín, mullita, difracción de rayos X, propiedades físico-mecánicas.

En la industria cerámica, la cocción de las arcillas generalmente se lleva a cabo de forma empírica, razón por la cual este proceso no cuenta con estándares de operación que permitan obtener mejores características físicas, mecánicas, y estéticas del producto final; motivo por el cual esta industria posee grandes pérdidas de energía, tiempos innecesarios de operación, altos costos y propiedades deficientes

Este trabajo contribuyo a mejorar el conocimiento del proceso cerámico, determinando cuan factible podría resultar llevar a cabo una cocción mas rápida, para lo cual se estudió la importancia de tres variables significativas en esta fase como son temperatura de cocción, tiempo de residencia a determinada temperatura y velocidad de calentamiento, observando la influencia de estas en la estructura cristalina del material y en consecuencia en sus propiedades físico – mecánicas.

La metodología que se utilizó para realizar este trabajo comenzó con la caracterización física, mineralógica y térmica de la muestra de arcilla, seguida de una búsqueda de dos hornos mufla que tuvieran diferentes velocidades de calentamiento a la utilizada en una ladrillera. Posteriormente para la fabricación de las probetas, la arcilla se sometió al siguiente proceso: primero un mezclado manual con 18% de agua determinado a través del límite plástico de Atterberg, en segunda instancia se procedió a moldear las piezas manualmente y luego se sometieron a una presión de aproximadamente 150 bar, finalmente las piezas se dejaron secar inicialmente al aire libre por un periodo de 24 horas a continuación las probetas se llevaron a una estufa a 40°C donde permanecieron un día y en último lugar fueron sometidas a una temperatura de 110°C durante un periodo de tiempo igual.

Para llevara cabo el proceso de cocción se plantearon dos diseños factoriales de experimentos 2<sup>3</sup> para estudiar dos de los principales cambios producidos durante esta etapa; el primero entre los 450-550 °C y el segundo entre los 850-990°C, los factores de respuesta medidos fueron resistencias al impacto, resistencia a la flexión y absorción de agua

Este trabajo comprobó que se pueden disminuir las velocidades de calentamiento si se manejan los tiempos de reacción adecuados para que se generen los compuestos que benefician las diferentes propiedades físico-mecánicas del producto

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de ingenierías físico-químicas, Escuela de Ingeniería Química, Director: GROSSO, Jorge Luis. Ingeniero Químico, Ms.c.

## ABSTRAC

**Title:** Study of thermics effects of time and rate of heating in cooking of clays phase in San Jose de Cucuta to analyses energetic requisite in it\*.

**Authors:** Yeimy Liceth Morales Pérez, Zulma Patricia Niño Cáceres\*\*

**Key words:** Clays, curves of cooking, reactions during cooking of clays, metacaolin, mullita, diffraction of rays X (DRX), physical-mechanical properties.

In the ceramic industry, the cooking of clays generally takes place of empiric way, for this reason the process doesn't have operation standards for allow to obtain physical, mechanical and aesthetic characteristics if the final product better than the present properties.

This work contributed to improve the knowledge if ceramic process , determining how feasible will work a cook of clays more fast than the present ,the importance if three significant variables was study in this phase: temperature if cooking ,time of residence to certain temperature and heating speed ,observing the influence of these in crystalline structure of the sample and its consequence in the physique-mechanical properties.

The methodology used in this project began with the physical, mineralogical and thermal characterization of the sample, followed by a search of two muffle (ovens-muffles), it had different heating speeds than a factory of brick. Subsequently for to produce of tablets, the clay followed this process: first a manual mix with 18% of water determined through the plastic limit of Atterberg, then the pieces were manual model and it underwent a pressure of 150 bar approximately .

Finally the pieces to dry ,initially to ambient for 24 hours and next the tablets were to a stove at 40°C for one day and in the last place were subjected to 110 °C during a same time period. For the cooking process we putting into practice two factorial designs of experiments 2<sup>3</sup> to study two of more important changes of the ceramic tablets ,this changes taken place during this stage; the first between 450-550°C and the second among 850-990°C ,the measured answer factors were :resistence to impact, resistance to flexion and absorption of water .

This work verify than can diminish the heating speeds if the appropriate time of reaction are managed ,for that it generate benefit in the different physical-mechanical properties of the product.

---

\* Work of Degree.

\*\* Faculty(power) of Engineerings Fisicoquímicas. Chemical engineering. The director: GROSSO, Jorge Luis, Chemical Engineer, Ms.c.

## INTRODUCCIÓN

El manejo empírico con el cual se lleva a cabo el proceso de cocción de las arcillas, no ha permitido a los sectores que llevan a cabo dicho proceso generar estándares de operación que les permita favorecer la formación de ciertos compuestos y características que beneficien al producto final.

Razón por la cual los procesos cerámicos generan grandes pérdidas de energía, tiempos innecesarios de operación, que conllevan a un aumento en los costos y en algunos casos a obtener productos con propiedades deficientes.

Con este trabajo de grado se pretendió contribuir al conocimiento del proceso cerámico determinando cuan factible podría resultar llevar a cabo una cocción mas rápida, que disminuyera los tiempos de operación, los consumos energéticos y por consiguiente los costos relacionados con este proceso, para lo cual se estudió la importancia de tres variables significativas en esta fase como son temperatura de cocción, tiempo de residencia a determinadas temperaturas y velocidad de calentamiento, observando la influencia de estas en la estructura cristalina del material y en consecuencia en sus propiedades físico – mecánicas.

Para tener una idea general de cómo se lleva a cabo industrialmente dicho proceso fueron estudiados las cocciones en diferentes tipos de hornos, como el horno pampa, horno túnel, horno tipo colmena entre otros, siendo la cocción en el horno tipo colmena la base de comparación para este proyecto; posteriormente se realizó una caracterización mineralógica y física de la arcilla, la cual aportó su composición y sus propiedades.

Posteriormente se fabricaron las piezas que a continuación fueron cocidas siguiendo las condiciones planteadas en dos diseños de experimentos en los

segmentos de la curva de cocción en los cuales se presentan dos importantes cambios estructurales como son la formación del metacaolín entre 450-550°C y la subsiguiente formación de mullita 850-990°C, dichos cambios fueron seguidos a través de la técnica de difracción de rayos X y posteriormente se procedió a evaluar algunas propiedades físico - mecánicas como la resistencia a la flexión, la resistencia al impacto y la absorción de agua del producto.

De acuerdo a los resultados obtenidos en las condiciones de trabajo es posible establecer que la curva de cocción que favorece las propiedades físicas medidas, es la que posee una baja velocidad de calentamiento, alta temperatura de cocción (990°C) y alto nivel de tiempo de residencia a esta temperatura

Lo cual deja entrever que la cocción industrialmente podría realizarse empleando mayores velocidades de calentamiento, siempre y cuando se garantice el tiempo necesario para que se lleven a cabo las diferentes reacciones en la pasta cerámica que son las responsables de las propiedades físico – mecánicas del producto final.

## 1. MARCO TEÓRICO

En la primera parte del presente capítulo se expone una breve introducción a las etapas del proceso cerámico y el comportamiento de las arcillas en este, posteriormente se dan algunos conceptos básicos físico - químicos sobre las arcillas.

### 1.1 PROCESO CERÁMICO<sup>1</sup>

A continuación se presenta el diagrama de flujo del proceso cerámico llevado a cabo industrialmente y seguidamente se expondrán las etapas más importantes de dicho proceso.

Figura 1.1 Diagrama del proceso cerámico industrial.

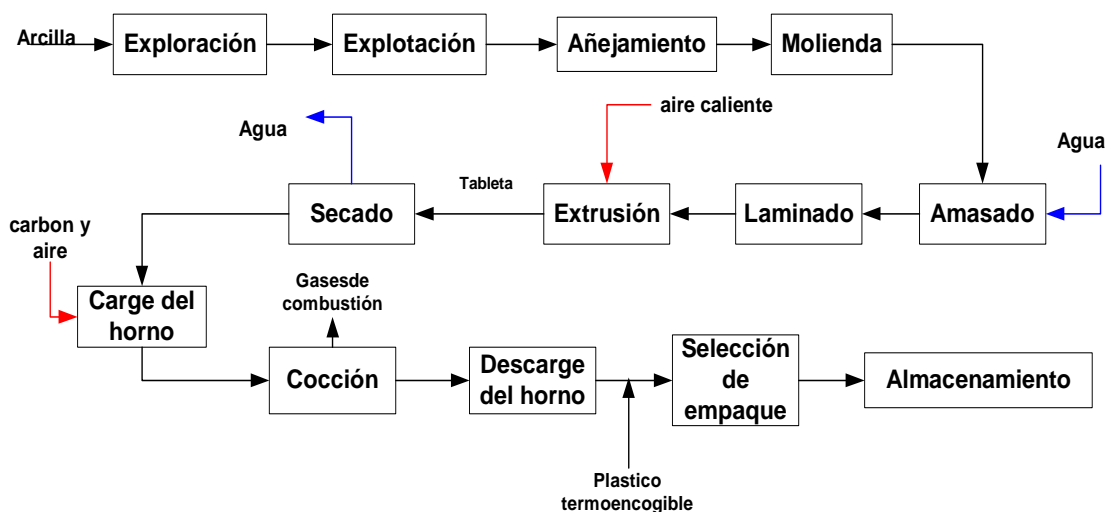


Figura 2.1 Diagrama del proceso cerámico industrial.

**1.1.1 Preparación de las materias primas.** Esta etapa comienza, con la toma de la arcilla de las diferentes canteras, en algunas ocasiones acompañada por un

<sup>1</sup> Diagrama del proceso interno de la ladrillera Casablanca, Cúcuta norte de Santander

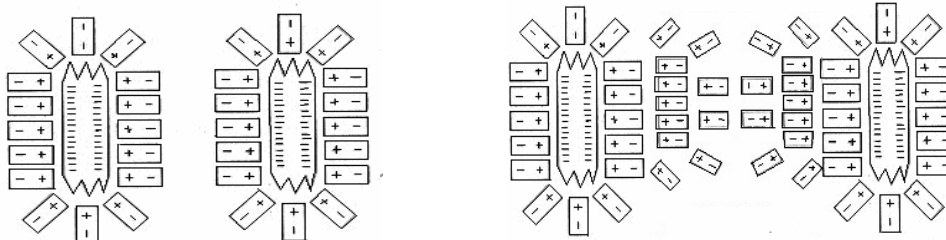
añejamiento procedido por una trituración realizada en desterronadores para luego ser transportada hacia molinos de martillos, donde se obtiene la reducción de tamaño con la granulometría requerida para la siguiente etapa.

**1.1.2 Etapa de moldeo.** Esta fase es de gran importancia, debido a la influencia que tiene sobre las etapas posteriores. Las propiedades físicas de los materiales terminados varían de forma considerable según los métodos empleados, estos dependen en gran parte de la forma del producto, las características de la materia prima y las propiedades deseadas del producto terminado. Los principales métodos de moldeo son: moldeo a mano, mediante plantilla giratoria, por torneado, por prensado, por extrusión; en la industria cerámica moderna el proceso de extrusión es el más utilizado.

Para que el moldeo se lleve a cabo de la forma adecuada es necesario conocer la cantidad apropiada de agua a suministrar, pues esta otorgara plasticidad y determinara la calidad de la pasta cerámica. Durante el período inicial el agua es absorbida por la superficie de las partículas arcillosas formando una capa rígida que se comporta como si fuese una película sólida. Como se muestra en la figura 2.2

Fig. 1.2 Partículas arcillosas: agua de absorción

Fig. 1.3 Partículas arcillosas: presencia inicial de agua libre



A medida que aumenta el número de capas de agua que envuelven a la partícula arcillosa estas van perdiendo rigidez ver figura 2.3 hasta que sobre el 18% de humedad comienzan a aparecer moléculas de agua libres entre partícula y

partícula. Si se continúa agregando agua, la sección de los capilares aumenta y la atracción capilar disminuye, apreciándose un rápido descenso de la consistencia de la arcilla.<sup>2</sup> En esta etapa están incluidos el amasado laminado, y extrusión que garantizan una mejor distribución del agua entre las partículas arcillosas.

**1.1.3 Etapa de secado.** El secado es una de las fases más trascendentales del proceso; además tiene un alto grado de complejidad ya que convergen múltiples factores: la naturaleza de la arcilla, grado de preparación y homogenización, tensiones que pueden haber tenido lugar durante el moldeo, y que han permanecido en el proceso, diseño y formato de las pieza, etc.

En el proceso de secado se pueden diferenciar dos etapas; durante la primera etapa es eliminada, el agua que se encuentra en la superficie de la pieza la cual es arrastrada por el aire del ambiente, en la segunda etapa se expulsa el agua ligada a través de puentes de hidrogeno y fuerzas de Van der Waals a la superficie de las partículas arcillosas, lo que ocasiona que la cantidad de agua evaporada descienda rápidamente a partir de un punto conocido como punto crítico.<sup>3</sup>

Industrialmente existen dos tipos de secado, secado natural y secado artificial, en el secado natural las piezas se secan al aire ambiente en periodos de 2 semanas hasta 1 mes, mientras que en el secado artificial se utilizan diferentes tipos de secaderos los cuales disminuyen considerablemente el tiempo de secado; durante este proceso se retira entre 10 y el 13% del agua de moldeo.

Existen dos parámetros que se deben tener en cuenta a la hora de evaluar el comportamiento de una arcilla en el secado estos son: el revenido y la contracción; *el revenido* o rehidratación de la arcilla es el proceso inverso al

---

<sup>2</sup> Memorias seminario internacional fabricación y control de calidad de los minerales de arcilla cocida. AGEMAC verdes S.A. Colombia

<sup>3</sup> PATIÑO, L. PABON, E. Estudio de la operación de los hornos colmena utilizando combustible liquido fuel – oil en la empresa cerámica Fortres de Ureña estado Táchira Venezuela. Tesis de grado UFPS. San José de Cúcuta. 2001.

secado, y la *contracción* es la responsable de la rotura de las piezas en esta etapa, la relación del cambio en la *contracción* con la humedad se representa mediante las curvas de Bigot. En esta grafica se ven representadas las diferentes etapas del secado, proporcionando información acerca de la velocidad de secado que debe manejarse para evitar sobre todo en la primera parte la aparición de grietas y fisuras debido a las grandes contracciones que se producen en esta.

**1.1.4 Etapa de cocción.** La cocción constituye la fase más importante y delicada del proceso. Confiere a la pieza las propiedades deseadas, al mismo tiempo que pone de manifiesto si las fases precedentes, preparación, moldeo y secado, se han llevado correctamente o no. La acción de calor sobre las arcillas, les proporciona dureza, una mejor apariencia, mayores resistencias mecánicas, menores absorciones de agua, entre otras.

En la industria cerámica existen diversos tipos de hornos los cuales permiten llevar a cabo en diferentes formas el proceso de cocción, el mas utilizado en la industria ladrillera es el horno tipo colmena que opera de forma intermitente y donde la temperatura y la velocidad de calentamiento son controladas con la alimentación de combustible que generalmente se trata de carbón<sup>4</sup>, este horno se presenta en la siguiente figura.

Figura 1.4 horno tipo colmena.

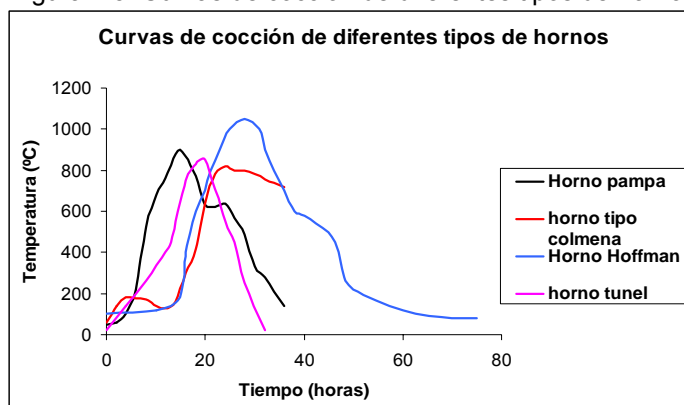


---

<sup>4</sup> MINERCOL - ECOCARBON, hornos ladrilleros a carbón. Editorial ediciones Universidad pontificia Bolivariana. Colombia 1998

Además del horno tipo colmena, el horno pampa opera igualmente de forma intermitente este consiste en cuartos rectangulares, que poseen bóvedas en la parte inferior por las cuales se suministra el material a quemar; los hornos tipo Hoffman operan en forma semicontinua, poseen compartimentos en los cuales la carga permanece estática mientras el fuego avanza de un compartimento al inmediatamente siguiente; y los hornos tipo túnel operan en forma continúa manteniendo la zona de fuego estable y la materia móvil, este horno se divide en tres zonas que son las de precalentamiento, cocción y enfriamiento. Cada uno de estos hornos proporciona una diferente curva de cocción como se muestra en la figura

Figura 1.5 Curvas de cocción de diferentes tipos de hornos

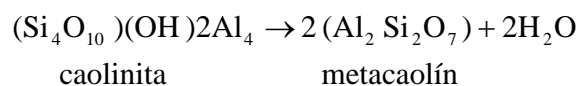


**1.1.4.1 Reacciones durante la cocción.** Durante el calentamiento de las arcillas se producen una serie de reacciones que se manifiestan exteriormente en forma de: absorción y desprendimiento de calor, desprendimiento de gases, dilataciones y contracciones en el anexo 7.1 se presenta las reacciones que ocurren en cada una de las etapas del proceso de cocción.

Para comprender mejor el proceso de cocción de las arcillas, es necesario considerar que en cada uno de los minerales presentes se generan diferentes cambios en función de la temperatura, razón por la cual a continuación se

profundizara en los cambios producidos en los minerales presentes en la muestra de trabajo.

- **Caolinita** Cuando la caolinita es calentada no experimenta ningún cambio hasta alcanzar aproximadamente los 470° C momento en el que los iones OH<sup>-</sup> de la estructura cristalina comienzan a ser eliminados en forma de vapor de agua  $\text{OH}^- + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{O}^{2-}$  esto genera la destrucción de la red cristalina de la caolinita convirtiéndose en un cuerpo amorfo conocido con el nombre de metacaolín;



Este nuevo, material tiene una superficie específica notablemente mayor que la caolinita, su densidad de carga eléctrica es mas alta, y presenta una mayor capacidad de reacción y absorción<sup>5</sup>.

Aproximadamente a los 970 °C, se produce una brusca reacción exotérmica debido a la rotación de los iones de aluminio y silicio que coincide con la formación de una nueva fase cristalina estable denominada mullita, la cual tiene forma de agujas orientadas en las tres direcciones espaciales, que confiere a la pieza cerámica gran dureza, resistencia mecánica y química

- **Illita** A partir de los 400°C experimenta la pérdida del agua de cristalización, pero en este caso a diferencia de la caolinita persiste la estructura cristalina, no obstante aumenta la superficie específica y por lo tanto la reactividad, entre los 900 y los 1000°C se producen cambios cristalográficos y finalmente comienza la vitrificación, donde aparece la mullita aumentando la resistencia mecánica.

- **Cuarzo** Hacia los 573°C el cuarzo cambia su estructura cristalina transformándose de cuarzo α a cuarzo β produciendo cambios de volumen que

---

<sup>5</sup> Memorias 1<sup>er</sup> Curso internacional en procesos de producción cerámica. UFPS, Cúcuta Nov 21-24 del 2005

pueden afectar el producto cerámico debido a la producción de grietas, durante el proceso de enfriamiento a estas mismas temperaturas pueden presentarse contracciones debido a la transformación del cuarzo  $\beta$  a cuarzo  $\alpha$ , este fenómeno puede controlarse disminuyendo la velocidad de calentamiento y enfriamiento en estas temperaturas.

## **1.2 DEFINICIÓN DE LAS ARCILLA**

Las arcillas son rocas sedimentarias producto de la meteorización de los silicatos, de aspecto terroso que poseen tamaños de partícula inferiores a  $2\ \mu\text{m}$  conformadas por un grupo de sustancias cristalinas (minerales arcillosos) que se conocen con el nombre silicatos de aluminio hidratados<sup>6</sup>. Las arcillas contienen además cantidades variables de óxido férrico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), óxido de potasio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de sodio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ) y otros elementos. Mineralógicamente, la mayoría de los minerales arcillosos no se encuentran puros (homolitípicos), sino que están formados por mezclas de estos (heteropolitípicos), en los cuales existe un mineral predominante.

Desde un punto de vista de materiales cerámicos la arcilla es un material que toma un carácter plástico y moldeable al ser mezclada con una cantidad apropiada de agua, se endurece tras el secado y se vitrifica cuando se queman a una temperatura alta y adecuada.

## **1.3 MINERALES ARCILLOSOS**

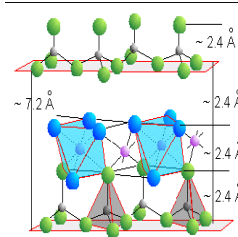
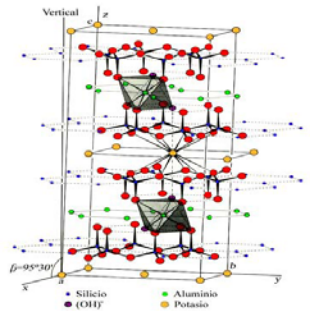
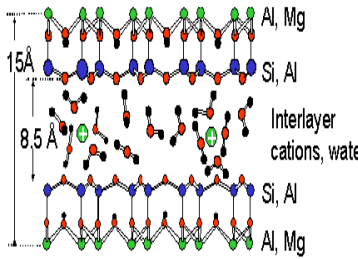
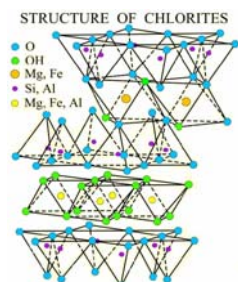
Los principales minerales que constituyen las arcillas cerámicas son filosilicatos, los más importantes son la caolinita, illita, esmectita y clorita. Las estructuras de los minerales arcillosos, corresponden a una repetición de capas compuestas por dos unidades fundamentales, tetraedros (T) y octaedros (O), en donde los tetraedros están constituidos por lo general por un átomo de Si

---

<sup>6</sup> SALMANG, Herman. Los fundamentos físicos y químicos de la cerámica; estructuras químicas y físicas de los silicatos y arcillas. Editorial Reverte. Buenos Aires.1955 Pág. (2-144).

rodeado de cuatro átomos de O y los octaedros por un átomo de Al o Mg rodeado por átomos de O y/o OH<sup>-</sup>. La clasificación de los minerales arcillosos y algunas características se muestran en la tabla siguiente

Tabla 1.1 Clasificación minerales arcillosos

Grupo	minerales	estructura	características
<b>Caolinita</b>	Caolinita Dickita Nacrita Analcita Endellita Haloisita		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Bilaminar</li> <li>• Dioctaédrica</li> <li>• Formada por capa T de Silicio y capa O de Aluminio</li> <li>• Elevado punto de fusión (&gt; 1200°C) ideal para el gres</li> <li>• Baja plasticidad y expansión térmica</li> </ul>
<b>Illita</b>	Moscovita Bravaissita Brommallita Atapulgita Bentonitas ordoviceas Illita		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dioctaédrica de la forma T-O-T</li> <li>• Plasticidad media</li> <li>• Menor punto de fusión que la caolinita por lo que aumenta la capacidad de fundir</li> <li>• En la cocción hay una variación rápida de la porosidad y aumento brusco de la contracción</li> </ul>
<b>Esmeclita</b>	Pirofilita Talco Beidellita Montmorillonita Nontronita Saponita Hectorita Sauconita		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Estructura del tipo T-O-T</li> <li>• Altas propiedades de absorción y adsorción.</li> <li>• Alta plasticidad</li> <li>• Alta resistencia mecánica en seco</li> <li>• Retrasan el proceso de secado debido al gran volumen de agua interlamina que acepta su estructura.</li> </ul>
<b>Clorita</b>	(Mg, Fe) <sub>3</sub> [(Si, Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> ](OH) <sub>2</sub> (Mg, Fe) <sub>3</sub> (OH) <sub>6</sub>		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Altas contracciones en la cocción</li> <li>• Posee una estructura tipo T-O-T más una capa de octaedros llamada capa brucítica</li> <li>• Se caracteriza por tener en la mayoría de los casos Mg o Fe en los octaedros</li> <li>• Debido a su complejidad se han propuesto varias clasificaciones</li> </ul>

## 1.4 OTROS MINERALES DE LAS ARCILLAS

Las arcillas además de minerales arcillosos contiene algunos otros minerales como:

**1.4.1 Sílice o cuarzo ( $\text{SiO}_2$ )** La sílice libre casi siempre se halla en forma de cuarzo. Las partículas de sílice no presentan plasticidad y por eso son usadas comúnmente como antiplástico o desgrasante, en las pastas cerámicas.

**1.4.2 Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )** Ejerce una acción fundente en las pastas cerámicas rebajando la temperatura de cocción, en las pastas crudas actúa como antiplástico, aunque no reduce el encogimiento en el secado tanto como la sílice.

**1.4.3 Minerales de hierro.** Los minerales de hierro que se encuentran comúnmente en las arcillas son: hematita, magnetita, goethita y pirita. Las tres primeras son las principales responsables del color rojo de las arcillas y de sus productos.

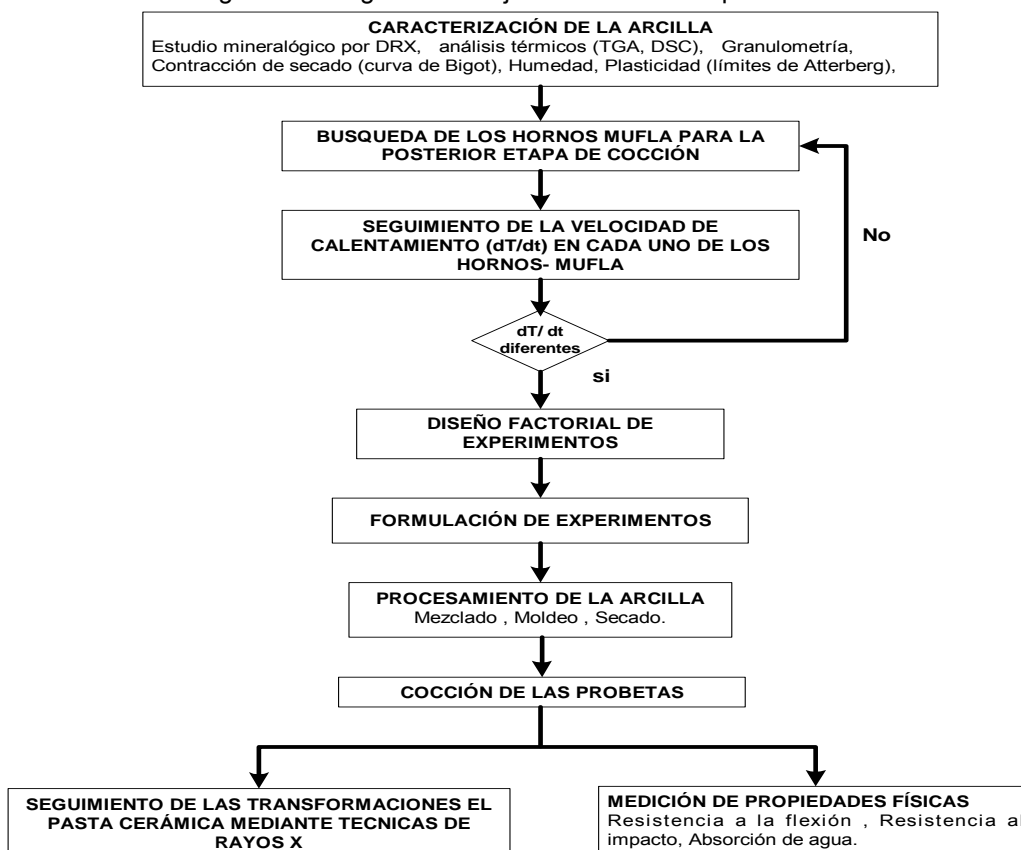
**1.4.3 Yeso  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$**  Es una impureza de la arcilla que puede formar depósitos salinos en los ladrillos crudos, que fácilmente se transforman en manchas superficiales o permanecen dentro de este hasta que por acción de la humedad salen a la superficie formando las eflorescencias.

En este capítulo fueron expuestas las fases básicas del proceso cerámico, dejando entrever los largos tiempos con los cuales trabaja la industria, muchas veces por falta de conocimiento de cada una de las etapas del proceso. Además se hizo una breve revisión del concepto de arcilla y su clasificación.

## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se describirá de forma detallada la metodología adoptada para el desarrollo experimental de este trabajo, en primera instancia se presentará un diagrama de bloques con las diferentes etapas y posteriormente se profundizará en cada una de ellas.

Figura 2.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental



### 2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA

En esta etapa se llevó a cabo un estudio mineralógico y físico de la arcilla con el fin de conocer las propiedades y los componentes de la materia prima a trabajar.

**2.1.1 Caracterización con la técnica de difracción de rayos x.** En esta primera etapa, se llevó a cabo el estudio mineralógico de la arcilla, empleando la técnica de difracción de rayos X, en un difractómetro de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB, esto con el fin de conocer la estructura cristalina de los minerales que la constituyen. Inicialmente se realizó un análisis preliminar (diagrama de polvo) y luego fueron corroborados los resultados a través de la separación de la fase arcillosa<sup>7</sup>.

**2.1.2 Análisis térmicos.** La arcilla fue sometida a técnicas de análisis térmico gravimétrico (TGA) y Calorimetría diferencial de barrido (DSC) con el fin de observar los cambios de peso y energía en la muestra que se presentan durante el calentamiento que evidenciaron posibles zonas de estudio a tratar en el presente trabajo. Posteriormente se realizó la denominada caracterización física, la cual comprende: granulometría, plasticidad, humedad y contracción de secado.

**2.1.3 Granulometría.** En las materias primas cerámicas es necesario garantizar la existencia de dos diferentes distribuciones granulométricas, una fina (refiriéndose a la fracción arcillosa), y una gruesa (fracción correspondiente a los materiales desgrasantes), las cuales aseguran un mejor empaquetamiento, lo que se traduce en mayores resistencias mecánicas, menores contracciones de secado y cocción y menor capacidad de absorción<sup>8</sup>. Razón por la cual se llevo a cabo este ensayo; conforme a la norma I.N.V.E - 123<sup>9</sup>. Los resultados se reportan en el anexo 7.2

**2.1.4 Plasticidad.** Esta propiedad es de gran importancia en el proceso cerámico, ya que tiene influencia directa en el moldeo, y por ende en las etapas posteriores de secado y cocción, entendiéndose la plasticidad como una propiedad que tienen las arcillas para formar una pasta dúctil con el agua, es necesario determinar la

---

<sup>7</sup> Procedimiento interno laboratorio de rayos x, escuela de química, Universidad Industrial de Santander ,2006

<sup>8</sup> Memorias 1<sup>er</sup> curso internacional en procesos de producción cerámica. Nov 21-24 de 2005. UFPS Cúcuta, Colombia

<sup>9</sup> I.N.V.E – 123 Análisis granulométrico de suelos por tamizado

cantidad de agua para obtener la plasticidad adecuada, para esto se llevó a cabo la determinación de los límites de Atterberg<sup>10</sup> que comprenden el límite líquido (% de humedad que posee un suelo cuando se haya en el límite entre el estado líquido y estado plástico), límite plástico (el límite plástico corresponde a la menor humedad a la cual un suelo se puede moldear, su valor suele ser muy próximo a la humedad de moldeo ideal) e índice de plasticidad (Indica el intervalo de trabajabilidad de la arcilla) los resultados se reportan en el anexo 7.3. Este ensayo se llevó a cabo haciendo uso de la cazuela de Casagrande.

Figura 2.2 cazuela de Casagrande



**2.1.5 Contracción de secado.** Para determinar la contracción de secado se llevó a cabo un seguimiento del cambio de la longitud y peso de las probetas con el tiempo, este procedimiento se conoce como curva de Bigot, dicha prueba fue realizada de acuerdo con el procedimiento interno del Centro tecnológico AITEMIN departamento de materiales España. (Anexo 7.4)

**2.1.6 Humedad.** Se determinó la cantidad inicial de agua de la muestra arcillosa utilizando la norma I.N.V.E. - 122<sup>11</sup>

## 2.2 SELECCIÓN DE LOS HORNOS MUFLA

Ya que la experimentación requería dos diferentes velocidades de calentamiento de los hornos mufla y temperaturas de operación superiores a los 900°C, fue

---

<sup>10</sup> I.N.V.E – 125, 126 Determinación de límite líquido, límite plástico e índice de plasticidad

<sup>11</sup> I.N.V.E – 122, Determinación en laboratorio del contenido de agua (humedad) de suelo, roca y mezclas de suelo-agregado

realizado un seguimiento de la curva de calentamiento de diferentes tipos de estos. Además para que los resultados pudiesen ser útiles a la industria estas velocidades debían ser diferentes a la reportada por el seguimiento interno de la velocidad de calentamiento de uno de los hornos tipos colmena de la ladrillera Casablanca, que reporto entre los 400-988°C 0.38°C/ min. La curva de seguimiento se puede apreciar en el anexo 7.5 Los hornos –mufla que cumplieron con estas condiciones de operación se encuentran reportados en el ítem 3.6

### **2.3 DISEÑO DE EXPERIMENTOS**

Mediante el diseño factorial en dos niveles uno máximo (1) y uno mínimo (0) fueron determinados los experimentos a realizar.

El número de experimentos (n) fue calculado de la expresión:

$$n = 2^K$$

Donde 2 es el número de niveles y K es el número de variables. Debido a la composición de la muestra arcillosa (reportada en el siguiente capítulo), se decidió efectuar un seguimiento a dos de los principales cambios producidos durante la cocción; el primero entre los 450 – 550°C y el segundo entre los 850-990°C, razón por la cual se planteó un diseño factorial de experimentos para cada uno de dichos cambios, las variables que se consideraron influyentes durante estos procesos fueron:

- Temperatura de cocción.
- Tiempo de residencia a una determinada temperatura.
- Velocidad de calentamiento.

Los factores de respuesta medidos fueron: resistencia a la flexión resistencia al impacto, y absorción de agua.

Por lo tanto el diseño factorial en dos niveles con tres factores requiere de:

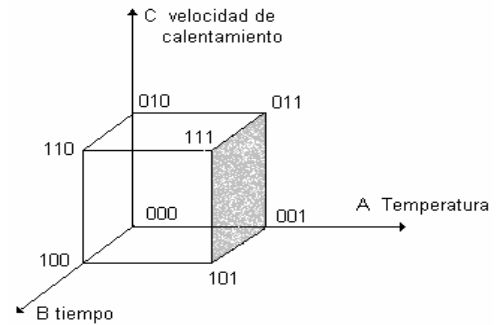
$$n = 2^3 = 8 \text{ experimentos}$$

A continuación se presenta la configuración del diseño de experimentos.

Tabla 2.1 Configuración del diseño de experimentos

Figura 2.3 Configuración grafica del diseño de experimentos

N	T (A)	T(B)	DT/DT (C)
1	0	0	0
2	0	0	1
3	0	1	0
4	1	0	0
5	0	1	1
6	1	0	1
7	1	1	0
8	1	1	1



**2.3.1 Primer diseño factorial de experimentos.** Con este diseño factorial se busca estudiar el primer cambio estructural sufrido por la caolinita en el proceso de cocción originado por su transformación a metacaolín.

Se tomo como nivel bajo de temperatura de cocción, una temperatura que se encontrara por debajo de la reportada por la literatura para el inicio de este cambio<sup>12</sup> y como nivel alto, la temperatura a la cual el análisis de rayos X de la fase arcillosa mostró la transformación total de la caolinita a metacaolín.

Los niveles altos y bajos de tiempo de residencia a una determinada temperatura, se establecieron arbitrariamente, previendo que fueran ligeramente superiores al tiempo real en el que permanece un horno tipo colmena en determinada temperatura (aproximadamente 3 minutos).

Los niveles altos y bajos de la velocidad de calentamiento se ajustaron a los proporcionados por los equipos disponibles.

<sup>12</sup> GALVIS, Juan Bautista. Optimización de la operación de secado de tableta y enfriamiento de tableta y bloque en cerámica tamesis s.a .UFPS. Cúcuta.2002

La siguiente tabla presenta los valores para los niveles de las variables manejadas para el primer diseño de experimentos

Tabla 2.2 niveles 1<sup>er</sup> Diseño factorial

<b>vARIABLE</b>	<b>nIVEL ALTO</b>	<b>NIVEL BAJO</b>
T (°C)	550	450
t (min)	15	5
dT/dt	5.82	1.83

**2.3.2 Segundo diseño factorial de experimentos.** Para el segundo cambio estructural correspondiente a la transformación de metacaolín a mullita, el nivel bajo de temperatura de cocción se tomo arbitrariamente, advirtiendo que esta se encontrara por debajo de la temperatura reportada por la literatura para dicha transformación, y como nivel alto la temperatura en la cual finaliza la etapa de cocción en la ladrillera Casablanca aproximadamente a los 990°C, los niveles altos y bajos de tiempo de residencia a una determinada temperatura, y velocidad de calentamiento fueron implantados con los mismos criterios del primer diseño de experimentos, en la tabla se muestran los valores de los niveles adoptados.

Tabla 2.3 Niveles 2<sup>do</sup> Diseño factorial

<b>vARIABLE</b>	<b>nIVEL ALTO</b>	<b>NIVEL BAJO</b>
T (°C)	990	850
t (min)	15	5
dT/dt	5.82	1.83

## 2.4 FORMULACIÓN DE EXPERIMENTOS

Para el desarrollo de los diferentes experimentos se utilizaron probetas de arcilla roja proveniente de la ladrillera Casablanca, la cual tiene su punto de fabricación en la Via Zulia en Cúcuta Norte de Santander, las probetas se moldearon con 18% de agua de acuerdo al limite plástico de Atterberg, con unas dimensiones de

10 cm de largo, 3 cm de ancho y 2 cm de espesor y con aproximadamente 120 g de peso cada una, todos los experimentos se ejecutaron con las condiciones anteriores y se llevaron a cabo 5 replicas con el fin de obtener un valor representativo de las variables de respuesta.

## 2.5 PROCESAMIENTO DE LA ARCILLA

A continuación se describe de forma detallada el proceso para obtener piezas de arcilla cocida

**2.5.1 Mezclado.** Para conseguir la pasta cerámica fue necesario, mezclar la arcilla con un porcentaje adecuado de agua, el mezclado fue llevado a cabo de forma manual.

**2.5.2 Moldeo.** En esta parte se dio forma a las probetas de arcilla (pasta), para ello se utilizó un molde metálico en lamina  $\frac{3}{4}$  con las dimensiones indicadas anteriormente; para garantizar una distribución homogénea de la pasta dentro del molde y la eliminación de los posibles espacios vacíos este fue sometido a una presión de en una prensa FARREL- BIRMINGHAM, serie B 46088 a aproximadamente 150 bar.

Figura 2.4 Moldeo manual pasta cerámica



Figura 2.5 Prensado



**2.5.3 Secado.** En esta fase del proceso, se produce la eliminación de la mayor parte del agua de moldeo, con el fin de evitar que en la posterior etapa de cocción

se presenten hinchamientos y rompimientos de las piezas, debido al rápido aumento de volumen del agua. Con el fin de evitar estos fenómenos, el secado de las piezas se realizó lentamente, inicialmente se efectuó un secado al ambiente por un periodo de 24 horas; posteriormente las probetas se llevaron a una estufa marca DESPATCH, modelo LEB 1-28 a 40 °C donde permanecieron un día y finalmente fueron sometidas a una temperatura de 110 °C durante un periodo de tiempo igual<sup>13</sup>.

Figura 3.6 estufa para el proceso de secado



### 3.6 COCCIÓN

Esta etapa del proceso fue el objeto de estudio en el presente trabajo de grado, y se llevó a cabo de acuerdo al diseño de experimentos citado anteriormente, para la realización de este fueron utilizados dos hornos mufla con las siguientes especificaciones:

1. Horno – mufla, marca TERRIGENO, modelo 0.8 serie 1499, el cual funciona con electricidad a 220 voltios y una potencia de 2600 vatios, alcanza temperaturas de hasta 1200 °C. con resistencia eléctricas dispuestas en las cuatro paredes de la mufla.
2. Horno – mufla, marca THERMOLYNE , modelo FD 1525M , funciona con electricidad con 120 voltios, 18.5 amperios y 2240 Watts alcanza temperaturas de hasta 1200 °C.

---

<sup>13</sup> Procedimiento interno del Centro tecnológico AITEMIN departamento de materiales España.

Figura 2.7 Horno mufla 1



Figura 2.8 Horno mufla 2



El seguimiento de la velocidad de calentamiento de cada uno de los anteriores hornos mufla (Anexo 7.6) mostró que esta se ajustaba a una función de la temperatura con el tiempo así:

1.  $T(^{\circ}\text{C})=0.0436[t(\text{min.})]^2 + 13.199t(\text{min.}) - 21.49 \quad R^2=0.9932$
2.  $T(^{\circ}\text{C})= 5\text{E}-0.5[t(\text{min.})]^3-0.0335[t(\text{min.})]^2+7.983t(\text{min.})+73.097 \quad R^2=0.9962$

Teniendo en cuenta que el cambio de la temperatura con el tiempo no tiene un comportamiento constante, se decidió ajustar a una función lineal en el segmento de la recta en el cual se efectuaron los experimentos, con el fin de simplificar el tratamiento de los datos.

## **2.7 SEGUIMIENTO DE LAS TRANSFORMACIONES EN LA PASTA CERAMICA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X**

Finalizada la etapa de cocción, se procedió a examinar cada una de las probetas procedentes del diseño de experimentos por la técnica de rayos X con el fin de verificar los diferentes cambios cristalinos que se producen en la pasta cerámica. Este análisis se llevó a cabo en un difractómetro de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB <sup>14</sup> los resultados reportados por este se estudian en el siguiente capítulo.

---

<sup>14</sup> Equipo de Laboratorio de Rayos X ,Escuela de Química ,Universidad de Santander

## 2.8 MEDICIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS

Teniendo en cuenta que durante el proceso de cocción se producen cambios cristalográficos que inciden en las propiedades físico – mecánicas del material se efectuaron ensayos para medir las siguientes propiedades: modulo de rotura y resistencia a la flexión, absorción de agua, y resistencia al impacto.

**2.8.1 Módulo de rotura y resistencia a la flexión.** En esta prueba se empleó la maquina universal AMSLER<sup>15</sup>, tipo 4 DBZF 120, con escala de cargas de 0 – 400 y 0 – 4000 kgf.

Figura 2.9 Maquina universal AMSLER



Figura 2.10 Detalle ensayo de flexión



En este ensayo se someten las probetas a una carga que produce deformaciones graduales hasta que se presenta la falla del material<sup>16</sup>. Para calcular el modulo promedio de rotura y la resistencia promedio a la flexión se utilizan las siguientes expresiones:

$$S = \frac{F * L}{b}$$

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

$F$  = Carga de rotura de flexión (N)

$L$  = espacio entre las varadse soporte (mm)

$S$  = resistencia a la flexión (N)

$h$  = espesor mínimo del espécimen de ensayo, medido después a lo largo del borde

<sup>15</sup> Equipo de laboratorio de resistencia de materiales, Escuela de Ingeniería Civil. Universidad Industrial de Santander

<sup>16</sup> NTC 4121-4 Método de ensayo para determinar el modulo de rotura y la resistencia a la flexión

$b$  = ancho del espécimen de ensayo (mm)      de fractura (mm)  
 $R$  = modulo de rotura (N/mm<sup>2</sup>)

**2.8.2 Absorción de agua.** Este ensayo se llevo a cabo por el método de ebullición para la impregnación del agua, el cual es reportado en la norma técnica colombiana NTC 4321-3, en la cual los especímenes de ensayo se sumergen en agua en ebullición, durante un determinado tiempo con el fin de conocer la penetración del agua en los poros fácilmente llenables<sup>17</sup>.

**2.8.3 Resistencia al impacto.** Para realizar este ensayo se usó la maquina universal AMSLER<sup>18</sup>, tipo 4 DBZF 120, con escala de cargas de 0 – 400 y 0 – 4000 kgf. (Figura 3.9). En esta prueba se mide la energía de impacto que es la resistencia del material a ser penetrado por una carga dinámica, haciendo uso de la norma NTC 4321-5 para la determinación de la resistencia al impacto en baldosas cerámicas.

Figura 2.11 Prueba de impacto



En este capítulo se describió la metodología de cada una de las etapas que hacen parte del desarrollo de la experimentación, y a su vez se expusieron los equipos utilizados para las mediciones respectivas de donde se generaron los datos que analizaran en el siguiente capítulo.

<sup>17</sup> NTC 4321-3 Método de ensayo para determinar la absorción de agua en baldosas cerámicas

<sup>18</sup> Equipo de laboratorio de resistencia de materiales, escuela de ingeniería civil. Universidad Industrial de Santander

### 3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

En este capitulo se consignan y discuten los resultados obtenidos en los diferentes ensayos realizados, su representación grafica y el análisis del diseño factorial de experimentos.

#### 3.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan los resultados obtenidos en cada fase de la experimentación.

**3.1.1 propiedades físicas de la arcilla.** A continuación se presentan los resultados obtenidos durante la caracterización de las propiedades físicas de la arcilla.

Tabla 3.1 Propiedades físicas de la arcilla

	% humedad inicial	5.60%
	% contracción de secado	21%
	Límite líquido	31 %
Plasticidad	Límite plástico	18%
	Índice de plasticidad	13%
	Arenas	11.07 %
Granulometría	finos	88.93 %

Con los datos reportados por la plasticidad se realizo la clasificación del suelo para clasificarlos según la metodología de la clasificación Unificada de Suelos, reportando que la muestra se trataba de una arcilla inorgánica de media a baja plasticidad. El análisis granulométrico muestra que existen dos distribuciones granulométricas que aseguran un mejor empaquetamiento, proporcionando mayores resistencias mecánicas y menores contracciones de secado y cocción, el valor alto de % de contracción de secado es debido a la forma de moldeo de las probetas.

**3.1.2 Caracterización de la arcilla.** El análisis preliminar mostró la posible existencia de caolinita, illita moscovita, halloisita y Cuarzo como se indica en el anexo 7.7, posteriores análisis (mostrados en el anexo 7.8) evidenciaron la presencia únicamente de tres de dichos minerales: caolinita, illita y cuarzo, cuyas cantidades se reportan en la siguiente tabla.

Tabla 3.2 Análisis cuantitativo de la arcilla

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$Al_2(Si_2O_5)(OH)_4$	1-527	Kaolinita	21.39%
	$(K,H_3O) Al_2Si_3AlO_{10}(OH)_2$	26-911	Illita	21.22%
	$SiO_2$	70-3755	Cuarzo	27.47%
Amorfos				29.91%

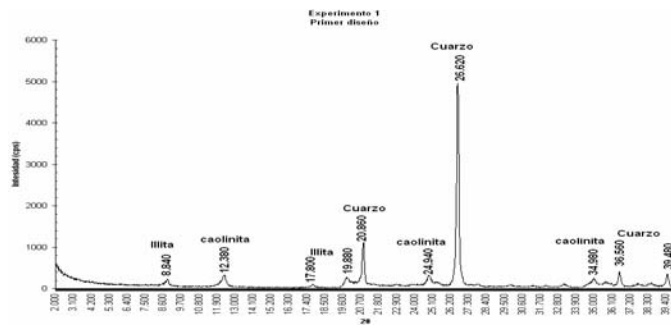
Los resultados se estudiaron haciendo uso del software SEARCH MATCH.

**3.1.3 Análisis térmicos.** Al observar las graficas obtenidas en el TGA y DSC se ponen en evidencias cambios de peso y energía en la zona entre los 400 °C y 600 °C que pusieron de manifiesto la importancia de enfocar el estudio en esta zona ,dichos diagramas son mostrados en el anexo 7.9

**3.1.4 Seguimiento de las transformaciones durante la cocción en la pasta cerámica mediante difracción de rayos x.** Una vez concluida la etapa de cocción se analizó a través de la técnica de rayos X cada una de las probetas que surgieron de los diseños de experimentos; los diferentes difractogramas obtenidos se muestran en el anexo 7.10

En los difractogramas obtenidos a 450 °C se observa la presencia de los picos representativos de: la caolinita, illita cuarzo; en la figura 4.1 se presenta uno de dichos difractogramas, cabe resaltar que los picos característicos de estos minerales no evidencian cambios al trabajar con diferentes velocidades de calentamiento y tiempos de residencia en esta temperatura.

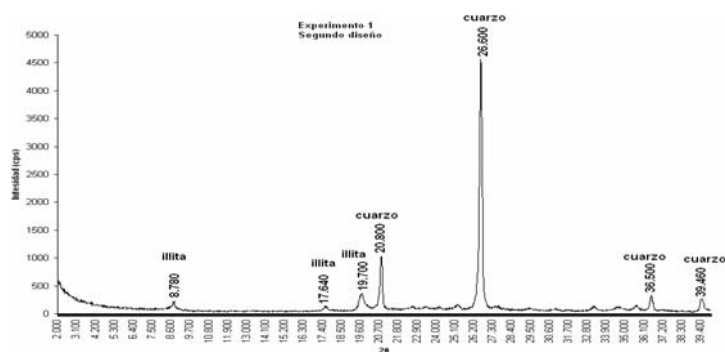
Figura 3.1 Difractograma de cocción a 450°C.



Cuando la cocción se realizó a 550°C el análisis presentó una mínima variación en cuanto a la intensidad de los picos propios de la caolinita indicando el comienzo de la transformación a metacaolín. Comparando los difractogramas con diferentes velocidades de calentamiento en esta temperatura, puede observarse un ligero aumento en la intensidad de los picos propios de la caolinita, indicando la presencia de mayor cantidad de esta debido a una menor transformación a metacaolín en el nivel alto de velocidad de calentamiento; esta información se puede observar con mayor claridad en el anexo 7.11

El análisis a 850°C arrojó la desaparición de todos los picos correspondientes a la caolinita lo que indica su total transformación a metacaolín, en la figura 4.2, pueden observarse los picos de la illita y el cuarzo, los cuales se mantienen en las diferentes condiciones de operación.

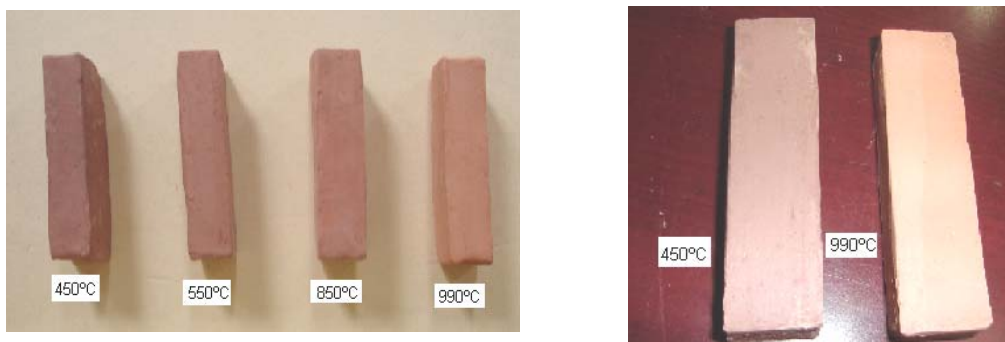
Figura 3.2 Difractograma de cocción a 850°C.



Finalmente cuando se trabajaron temperaturas de 990°C no se evidencian aun picos de la mullita. Sin embargo se considera que ésta se encuentra en formación existiendo en muy pequeñas cantidades, lo que favorece que sus picos representativos puedan ser confundidos con ruido del equipo.

Además de las transformaciones internas generadas durante el proceso de cocción se pueden apreciar cambios notorios en la apariencia de las probetas cocidas a diferentes temperaturas como se muestra en la siguiente figura.

Figura 3.3 piezas cocidas a diferentes temperaturas



**3.1.5 Análisis físico del diseño de experimentos.** A continuación se reporta el análisis y resultados de las pruebas físico-mecánicas obtenidas en cada uno de los experimentos

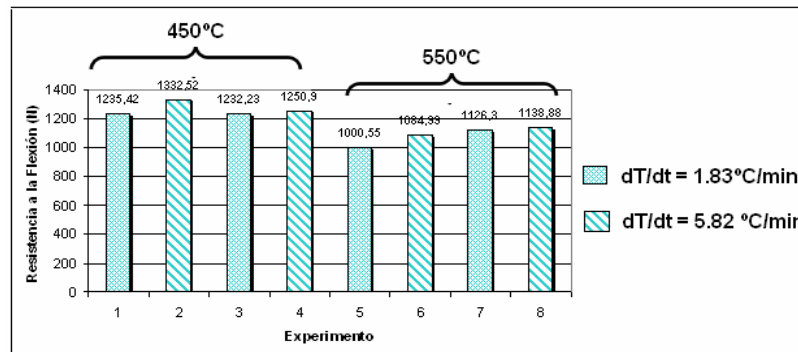
- **Primer diseño factorial de experimentos**

Tabla 3.3 Disposición del primer diseño factorial de experimentos

Experimento	T (°C)	t (min.)	Velocidad de calentamiento (°C/min.)	Resistencia a la flexión (N)	Resistencia al impacto (Kgf*m)	Absorción de agua (%)
1	450	5	1.83	1235.42	0.089	-
2	450	5	5.82	1332.52	0.140	-
3	450	15	1.83	1232.23	0.141	-
4	450	15	5.82	1250.90	0.157	-
5	550	5	1.83	1000.55	0.108	-
6	550	5	5.82	1084.99	0.206	-
7	550	15	1.83	1126.30	0.131	-
8	550	15	5.82	1138.88	0.205	-

**Resistencia a la flexión** Los resultados obtenidos en la medición de esta propiedad en probetas cocidas son mostrados en la siguiente grafica.

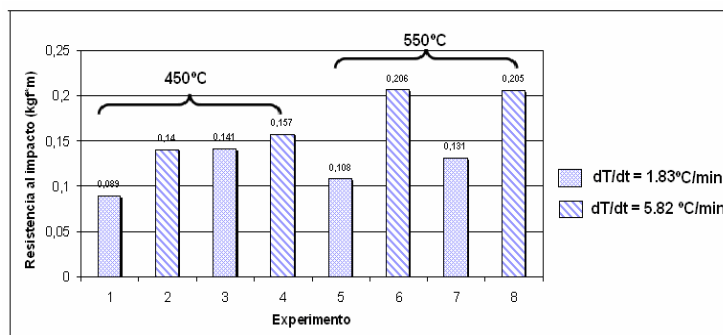
Figura 3.4 Efectos en la resistencia a la flexión de las variables experimentales.



Como se observa en la grafica, los experimentos realizados a mayor temperatura, poseen una menor resistencia a la flexión, esto debido al comienzo de la transformación de la caolinita a una distribución amorfa conocida como metacaolín, la cual al no poseer una estructura ordenada, resulta menos resistente al aplicar una fuerza. También se puede notar que el trabajar con velocidades de calentamiento mayores puede disminuir un poco el efecto del metacaolín en la pasta cocida.

**Resistencia al impacto:** En el siguiente diagrama se pueden observar los resultados obtenidos en las mediciones de resistencia al impacto

Figura 3.5 Efectos en la resistencia al impacto de las variables experimentales.



Al trabajar con velocidades de calentamiento superiores, la transformación caolinita metacaolín se ha llevado a cabo en menores proporciones, debido a que estas brindan menores tiempos de reacción comparados con los tiempos ofrecidos por velocidades de calentamiento inferiores; razón por la cual la resistencia al impacto en estas condiciones aumenta debido a la presencia aun de gran cantidad de caolinita, como se observa en el grafico.

La prueba de absorción de agua no pudo reportarse debido a que las probetas cocidas a estas temperaturas, presentan una excesiva absorción, y por tanto se destruyeron durante dicho ensayo. Sin embargo pudo observarse que al aumentar la temperatura de cocción las probetas presentaban menor tendencia a la destrucción.

- **Segundo diseño de experimentos**

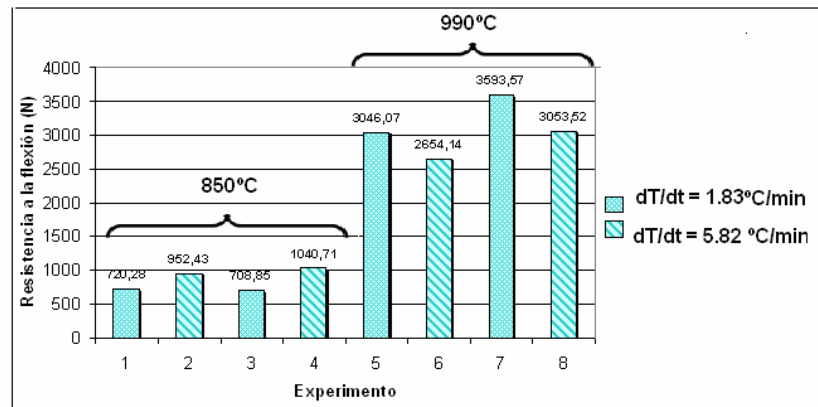
Tabla 3.4 disposición del segundo diseño factorial de experimentos

Experimento	T (°C)	t (min.)	rata de calentamiento (°C/min.)	Resistencia a la flexión (N)	Energía de impacto (Kgf*m)	Absorción de agua (%)
1	850	5	1.83	720.28	0.202	12.5
2	850	5	5.82	952.43	0.236	12.7
3	850	15	1.83	612.56	0.192	12.3
4	850	15	5.82	1040.71	0.210	12.6
5	990	5	1.83	3046.07	0.358	11.3
6	990	5	5.82	2654.14	0.372	12.1
7	990	15	1.83	3593.57	0.749	10.6
8	990	15	5.82	3053.52	0.547	11.8

## Resistencia a la flexión

A continuación se presenta la grafica que recopila los datos obtenidos en el ensayo de resistencia a la flexión para el segundo diseño de experimentos.

Figura 3.6 Efectos en la resistencia a la flexión de las variables experimentales

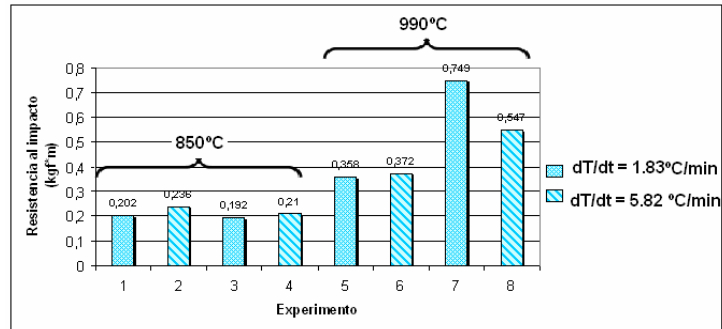


Las probetas que fueron cocidas a 850 °C poseen una muy baja resistencia a la flexión, debido a que a dicha temperatura toda la caolinita fue transformada a metacaolín, el cual por su naturaleza amorfa genera que el material falle con mayor facilidad. Sin embargo los experimentos con nivel alto de velocidad de calentamiento a esta temperatura, presentan resistencias ligeramente mayores debido a que a estas velocidades la reacción no ha tenido el tiempo suficiente para producir la transformación completa, por lo que aun pueden existir pequeñas cantidades de caolinita que hacen que la resistencia a la flexión no se vea tan reducida.

Cuando la cocción alcanza los 990°C la resistencia sufre un gran aumento originado posiblemente por el comienzo de la transformación del metacaolín a mullita la cual posee una estructura de agujas que al ir creciendo se entrelazan brindándole mayor resistencia al material, al trabajar con el nivel bajo de velocidad de calentamiento y mayores tiempos de residencia a dicha temperatura, parece favorecerse la transformación a mullita y por tanto la resistencia del material.

**Resistencia al impacto:** En la grafica que se presenta a continuación se muestran los resultados del ensayo para medir la energía de impacto en las probetas cocidas.

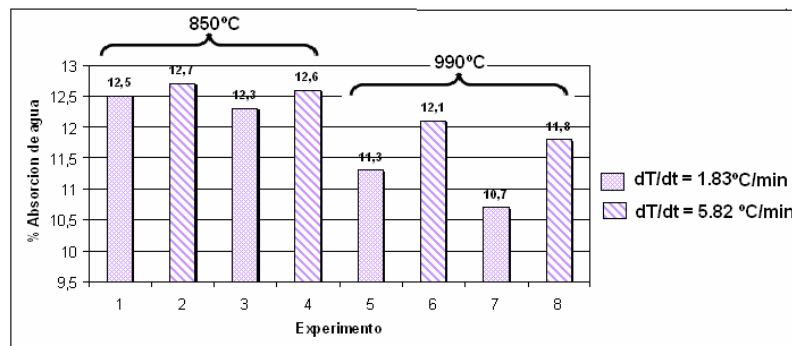
Figura 3.7 Efectos en la resistencia al impacto de las variables experimentales.



En la resistencia al impacto puede notarse la misma tendencia que se observo en los ensayos de resistencia a la flexión, en la grafica podemos ver que el experimento realizado en condiciones de baja velocidad de calentamiento y alto tiempo de residencia a la temperatura mas elevada de cocción favorece las resistencias al impacto y a la flexión.

**Absorción de agua:** Los efectos obtenidos para los diferentes experimentos en la prueba de absorción de agua se exhiben en la siguiente grafica.

Figura 3.8 Efectos en el %absorción de agua de las variables experimentales



La absorción de agua disminuye conforme la temperatura de cocción aumenta pues a bajas temperaturas la presencia de metacaolín en la pieza genera mayores absorciones de agua debido a que éste posee una mayor superficie específica presentando una mayor capacidad de reacción y absorción. La absorción de agua tomó su valor más bajo cuanto se trabajó con la velocidad de calentamiento menor y el mayor tiempo de residencia a la mayor temperatura de cocción, ya que puede haberse favorecido la transformación de metacaolín a mullita y por tanto el agua no podrá penetrar tan fácilmente debido a la estructura de esta última.

En el anexo 7.12 se presenta una tabla resumen de los minerales arcillosos y las propiedades físico mecánicas en cada uno de los experimentos trabajados

### **3.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS**

Para realizar este análisis se utilizó un paquete estadístico. La estadística presentada consiste en:

- Análisis de varianza que mide la variabilidad de las propiedades físico mecánicas medidas y el efecto que tienen las variables sobre estas.
- Modelo estadístico que correlacione los factores de respuesta con las variables.

Para llevar a cabo un análisis estadístico confiable se realizó una replica de cada experimento sin embargo para el tratamiento de los datos se trabajo con un promedio de los resultados obtenidos

**3.2.1 Análisis de varianza para primer diseño de experimentos.** Las siguientes tablas prueban la significancia estadística de cada efecto por comparación de los cuadrados medios y la estimación del error experimental.

Las distintas cantidades evaluadas en el análisis de varianza se disponen a continuación.

Tabla 3.5 Análisis de varianza para la resistencia a la flexión

Fuente de variación	Suma de cuadrados	G.L	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A; temperatura	61311,3	1	61311,3	11363,17	0,0060
B: tiempo	1124,09	1	1124,09	208,33	0,0440
C: velocidad calentamiento	5659,95	1	5659,95	1048,99	0,0196
AB	8741,73	1	8741,73	1620,15	0,0158
AC	43.9453	1	43.9453	8,14	0,2146
BC	2823.39	1	2823.39	523,27	0,0278
Total error	5.39561	1	5.39561		
Total (corr)	79709.8	7			

R-cuadrado =99.9932 %

R- cuadrado (ajustado por G.L)=99.9526%

En este caso 5 efectos tienen p valores menores a 0.05, indicando que son significativamente diferentes de cero en un 95% de confianza. El R-cuadrado indica que el modelo fijado tiene un 99.9932% de variabilidad en la resistencia a la flexión El R-cuadrado ajustado, es conveniente para compara modelos con diferentes números de variables independientes con un valor de 99.9526%

Tabla 3.6 análisis de varianza para la resistencia al impacto

Fuente de Variación	Suma de cuadrados	G.L	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A; temperatura	0.00190653	1	0.00190653	133.22	0.0550
B: tiempo	0.000979031	1	0.000979031	68.41	0.0766
C: velocidad calentamiento	0.00711028	1	0.00711028	496.83	0.0285
AB	0.000274951	1	0.000274951	19.21	0.1428
AC	0.00135981	1	0.00135981	95.02	0.651
BC	0.000436601	1	0.000436601	30.51	0.1140
Total error	0.0000143113	1	0.0000143113		
Total (corr)	0.0120815	7			

R-Cuadrado = 99.8815%

R- Cuadrado (ajustado por G. L)= 99.1708%

En este caso solo 1 efecto es significativamente diferente de cero en un 95% de confianza.

- **Efectos de las variables para el primer diseño de experimentos** Los efectos estimados para la resistencia al impacto y a la flexión son los siguientes

Tabla 3.7 Efectos estimados para la R. Flexión

	Efectos	Errores estándar
Promedio	= 1175,22	+/- 0,82125
A:temperatura	= - 175,087	+/- 1,6425
B:tiempo	= 23,7075	+/- 1,6425
C: Velocidad calentamiento	= 53,1975	+/- 1,6425
AB	= 66,1125	+/- 1,6425
AC	= - 4,6875	+/- 1,6425
BC	= -37,5725	+/- 1,6425

Tabla 3.8 Efectos estimados para la R. impacto

	Efectos	Errores estándar
Promedio	= 0,147163	+/- 0,0013375
A:temperatura	= 0,030875	+/- 0,002675
B:tiempo	= 0,022125	+/- 0,002675
C: Velocidad calentamiento	= 0,059625	+/- 0,002675
AB	=-0,011725	+/- 0,002675
AC	= -0,026075	+/- 0,002675
BC	= - 0,014775	+/- 0,002675

Los errores estándar están calculados con 7 grados de libertad.

Con los datos anteriores se realizó el diagrama de pareto que cada uno de los factores de respuesta.

Figura 3.9 Diagrama de pareto para la R. flexión

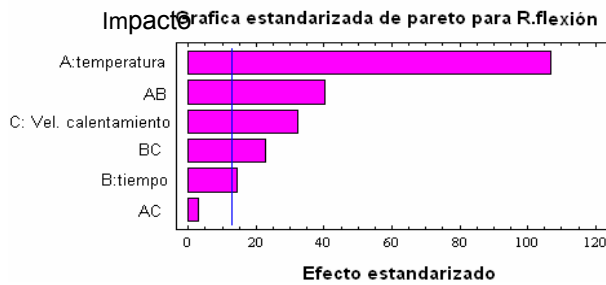
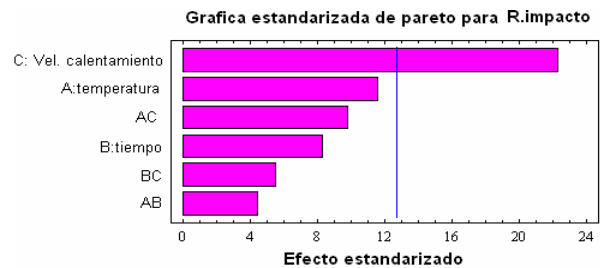


Figura 3.10 Diagrama de pareto para la R. impacto



La línea vertical representa el límite de significancia de los efectos de las variables en los factores de respuesta. A la derecha se encuentran aquellos que son relevantes en el modelo estadístico y a la izquierda los de importancia despreciable. Es pues el grafico de pareto un análisis de tipo cualitativo y el modelo estadístico uno de tipo cuantitativo para el estudio de los efectos.

Para el caso de la resistencia a la flexión varios de los efectos son significantes sin embargo puede notarse que el efecto de la temperatura tiene mayor relevancia en este factor de respuesta; mientras que para el caso de la resistencia al impacto el efecto con mayor significancia es la velocidad de calentamiento.

**3.2.1.2 Modelo estadístico.** Las siguientes son las ecuaciones de regresión del modelo estadístico en las cuales se muestran la relación entre factor de respuesta y las variables que influyen en este.

$$R. \text{ Flexión} = 2.33641 * \text{temperatura} + 23.0648 * \text{tiempo} + 21.5026 * \text{velocidad calentamiento} + 3.94928 * \text{temperatura tiempo} + 23.1155 * \text{tiempo rata de calentamiento} + 21.4519$$

$$Resistencia \text{ al impacto} = 0.0149436 * \text{velocidad de calentamiento} - 0.0864968$$

En los anteriores modelos estadísticos solo fueron considerados los efectos que tenían significancia sobre la variable de respuesta en el intervalo de trabajo.

**3.2.2 Análisis de varianza para el segundo diseño de experimentos.** En las siguientes tablas se presentan cantidades calculadas en el análisis de varianza para los tres factores de respuesta.

Tabla 3.9 Análisis de varianza para la absorción de agua

Fuente de Variación	Suma de cuadrados	G.L	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A; temperatura	2.25781	1	2.25781	165,86	0,0493
B: tiempo	2.221113	1	2.221113	16,24	0,1548
C: velocidad calentamiento	0,726013	1	0,726013	53,33	0,0866
AB	0,0528125	1	0,0528125	3,88	0,2991
AC	0,248512	1	0,248512	18,26	0,1464
BC	0,0210125	1	0,0210125	1,54	0,4314
Total error	0,0136125	1	0,0136125		
Total (corr)	3,54089	7			

R-Cuadrado = 99.6156 %;

R- Cuadrado (ajustado por G. L)= 97,3089 %

En este caso solo el efecto de la temperatura tiene un valor de p menor de 0.05 lo que indica que este efecto es el más significativo como se observa en el diagrama de Pareto reportado en el siguiente ítem

Tabla 3.10 Análisis de varianza para la Resistencia al impacto

Fuente de Variación	Suma de cuadrados	G.L	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A: temperatura	0,175825	1	0,175825	34,68	0,1071
B: tiempo	0,0350595	1	0,0350595	6,91	0,2313
C: Velocidad calentamiento	0,0022378	1	0,0022378	0,44	0,6267
AB	0,0451802	1	0,0451802	8,91	0,2058
AC	0,007188	1	0,007188	1,42	0,4447
BC	0,00676284	1	0,00676284	1,33	0,4543
Total error	0,00507025	1	0,00507025		
Total (corr)	0,277323	7			

R-Cuadrado = 98,1717 %; R- Cuadrado (ajustado por G. L)= 87,202 %

Como puede notarse en la tabla anterior, ningún efecto posee valores de p menores de 0.05, indicando que ninguno de estos es significativo en el intervalo de estudio, lo cual también está representado en el diagrama de Pareto.

Tabla 3.11 Análisis de varianza para la resistencia a la flexión

Fuente de variación	Suma de cuadrados	G.L	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A: temperatura	9,95702E6	1	9,95702E6	1296,92	0,0177
B: tiempo	131003,0	1	131003,0	17,06	0,1512
C: Velocidad calentamiento	16925,2	1	16925,2	2,20	0,3773
AB	94619,0	1	94619,0	12,32	0,1767
AC	279748,0	1	279748,0	36,44	0,1045
BC	292,941	1	292,941	0,04	0,8772
Total error	7677,46	1	7677,46		
Total (corr)	1,04873E7	7			

R-Cuadrado = 99,9268 %; R- Cuadrado (ajustado por G. L)= 99,4875 %

De la tabla se puede observar que solo la temperatura tiene un efecto significativo en la resistencia como se demuestra en el diagrama de Pareto (figura 4.8)

- **Efectos de las variables para el segundo diseño de experimentos**

Los efectos estimados para los factores de respuesta resistencia al impacto, a la flexión y absorción de agua son:

Tabla 3.12 Efectos estimados para la Abs.agua

	Efectos	Errores estándar
Promedio	= 11.9988	+/- 0.04125
A:temperatura	= - 1,0625	+/- 0.0825
B:tiempo	= -0,3325	+/- 0.0825
C:velocidad calentamiento	= 0.6025	+/- 0.0825
AB	= -0.1625	+/- 0.0825
AC	= -0.3525	+/- 0.0825
BC	= 0.1025	+/- 0.0825

Tabla 3.13 Efectos estimados para la R. impacto

	Efectos	Errores estándar
Promedio	=0.35835	+/- 0.025175
A:temperatura	= 0.2965	+/- 0,05035
B:tiempo	= 0.1324	+/- 0,05035
C:velocidad calentamiento	= -0.03345	+/- 0,05035
AB	= 0.1503	+/- 0,05035
AC	= -0,05995	+/- 0,05035
BC	= -0.05815	+/- 0,05035

Tabla 3.14 Efectos estimados para la R. flexión

	Efectos	Errores estándar
Promedio	= 1971,2	+/- 30,9787
A:temperatura	= 2231,26	+/- 61,9575
B:tiempo	= 255,932	+/- 61,9575
C:velocidad calentamiento	= -91,9925	+/- 61,9575
AB	= 217,507	+/- 61,9575
AC	= -373,998	+/- 61,9575
BC	= -12,1025	+/- 61,9575

Con estos datos fue posible graficar los diagramas de pareto para las tres variables de respuesta que son mostrados a continuación

Figura 3.11 Diagrama de pareto para R. Flexión

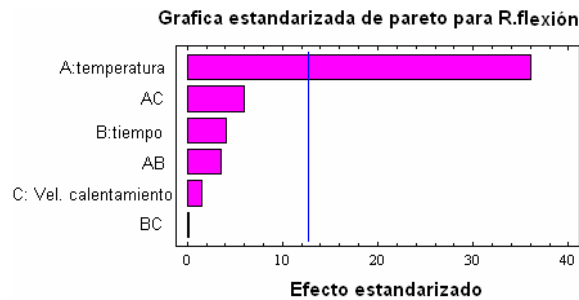


Figura 3.12 Diagrama de pareto para R. impacto

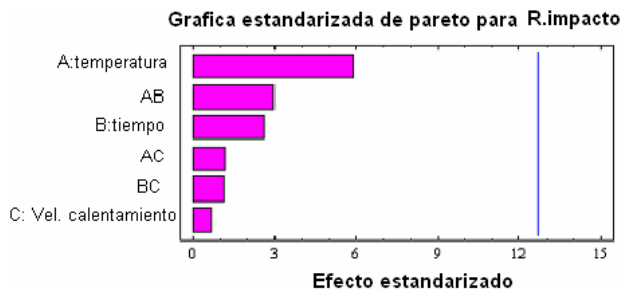
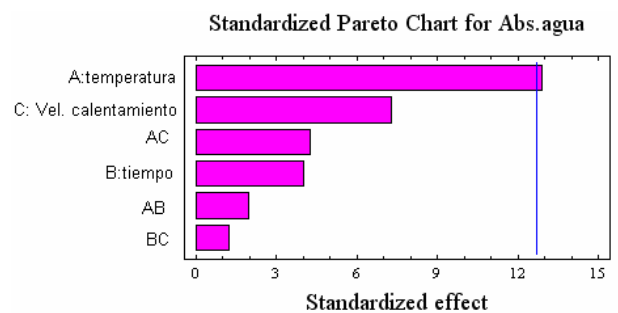


Figura 3.13 Diagrama de pareto para Abs. agua



**3.2.2.2 Modelo estadístico.** Las siguientes son las ecuaciones de regresión del modelo estadístico en las cuales se muestran la significancia de los efectos de las variables en los factores de respuesta en el intervalo de trabajo.

$$R. \text{ flexión} = 15.9376 * \text{Temperatura} - 13587,1$$

$$\text{Absorción de agua} = -0.007589 * \text{Temperatura} + 18.7358$$

### 3.3 CALCULO DEL CALOR CONSUMIDO EN LA COCCIÓN

En el proceso de cocción es importante conocer la cantidad de calor consumida durante toda esta etapa, en este caso se calculo el calor consumido por el horno-mufla de menor velocidad de calentamiento y mayor tiempo de residencia en la temperatura mas alta, ya que según los resultados reportados en este capítulo el experimento que se llevo a cabo bajo estas condiciones, presento las mejores propiedades físicas.

Según las especificaciones del horno mufla ítem 3.4.4 tenemos que:

$$Q = \frac{P}{t}$$

Donde Q= calor (julios)

P=potencia consumida (Watt=Julios/segundo)

t= tiempo total de cocción (segundos)

$$Q = \frac{2240 \text{watts}}{20917.8 \text{seg}} = 0.1070 \text{julios}$$

En este capítulo se analizaron los efectos de la velocidad de calentamiento, la temperatura y el tiempo de residencia en dicha temperatura en la etapa de cocción de las arcillas y la incidencia de estas variables sobre algunas propiedades físico-mecánicas del material.

#### 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- La etapa de cocción puede efectuarse utilizando velocidades de calentamiento del orden  $1.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . las cuales son mayores a las empleadas en la industria ( $0.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .) ya que bajo estas condiciones se obtuvieron mejores resultados en las propiedades físico mecánicas.
- El trabajar con velocidades de  $1.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$  no solo mejora las propiedades físico-mecánicas sino que además reduce los tiempos de cocción y los costos por consumo de combustible actualmente empleados.
- Mediante la experimentación se puede concluir que si se desea obtener las mejores propiedades físico-mecánicas en las dos zonas de trabajo  $450\text{-}550^{\circ}\text{C}$  y  $850\text{-}990^{\circ}\text{C}$  debe operarse con velocidades de calentamiento altas ( $5.82^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .) para la primera zona y velocidades de calentamiento bajas ( $1.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .) para la segunda, ya que en esta zona esa velocidad favorece la formación de una estructura mas ordenada denominada mullita
- Los mejores resultados de las propiedades físico –mecánicas como son resistencia a la flexión, resistencia al impacto, y absorción de agua permiten concluir que la etapa de cocción puede efectuarse utilizando velocidades de calentamiento del orden  $1.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . las cuales son mayores a las a las empleadas en la industrial ( $0.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .). De esta manera se reduce el tiempo y los costos por consumo de combustible actualmente empleados. siempre y cuando se mantenga una buena distribución del calor dentro del equipo utilizado y reduzcan las pérdidas de calor hacia el ambiente por conducción, convección y radiación.

- Cuando se trabajo la velocidad de calentamiento de  $1.83^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , temperaturas de  $990^{\circ}\text{C}$  y un tiempo de residencia de 15 minutos las propiedades de resistencia al impacto , a la flexión y absorción de agua mejoraron considerablemente en comparación con el resultado obtenido al manejar una velocidad de calentamiento de  $5.82^{\circ}\text{C}/\text{min}$  , con las mismas condiciones para las variables restantes (temperatura y tiempo), debido a que se proporciona un mayor tiempo de reacción, favoreciendo la formación de una estructura mas ordenada denominada mullita.
- Se recomienda llevar a cabo un estudio detallado de las condiciones óptimas de secado, con el fin de evitar rompimientos e hinchamientos en la posterior etapa de cocción.
- En la etapa final de cocción se recomienda realizar un estudio con mayores tiempos de residencia a determinada temperatura con el fin de observar el avance en la transformación del metacaolín a mullita y su influencia en las propiedades físicas del material.
- Debido a los altos contenidos de cuarzo en la muestra, resultaría de gran importancia desarrollar un estudio de los efectos de este, en el proceso cerámico.
- Se recomienda el diseño de un equipo que pueda simular de de forma mas cercana el proceso industrial que permita una mejor evaluación de las transformaciones en la pasta cerámica.
- Se sugieren realizar estudios de los efectos en las propiedades generados con diferentes patrones del flujo de calor dentro de los hornos.

- Se recomienda llevar a cabo el estudio de la cinética de las reacciones que se producen en las diferentes zonas del proceso de cocción de las arcillas

## 5. BIBLIOGRAFIA

1. BOX, G, HUNTER, W, HUNTER, S. Estadística para investigadores Introducción al diseño de experimentos, análisis de datos y construcción de datos y construcción de modelo. Editorial Reverte S.A. España.1993 Cáp. 10
2. CAMACHO J, CAMARGO Esperanza. Estudio de mezclas del norte de Santander para fabricar materiales de construcción. Tesis UIS. Bucaramanga 1986.
3. CAMACHO, H. FUENTES, L. FUENTES, M. E. GARCIA, A, PEREZ, A . Evolución de la distribución de las tensiones en un cuerpo cerámico durante la cocción. Parte 2 calculo de los perfiles. Boletín sociedad española de cerámica y vidrio. Vol. 42, num. 6, Pág. 353-356. 2003.
4. CARDENAS, Gabriel. Propiedades ingenieriles de los suelos. 1 ed. Universidad nacional de Colombia. Medellín 1982. (cap 6)  
Estados Unidos. 1952. Cap 1-3, 11 – 13.
5. GARCIA, R. VILLAR, M. P Comportamiento de mullitas a alta temperaturas: Estudio mediante difracción de Rayos X. Boletín sociedad española de cerámica y vidrio, Vol. 43, num. 2 .Pág. 135-137. 2004
6. GARCIA-GUINEA, J. PITALUA, F. Observación de deshidrataciones y contracciones de una arcilla por difracción de rayos x y microscopia electronica a temperatura y humedad controladas. Boletín sociedad española de cerámica y vidrio. Vol. 43, num. 1, Pág. 26-29. 2004.
7. GRIMM, Ralph. Applied Clay mineralogy. Editorial Mc Graw-Hill. Estados
8. GRIMM, Ralph. Clay mineralogy. Editorial Mc Graw-Hill. Estados Unidos. 1953. Cap. 1-5, 9
9. IBAÑEZ,A. SANDOVAL,F. La cocción rápida. Boletín sociedad española de cerámica y vidrio, Vol. 35, Num. 6 .Pág. 433-438. 1996
10. KINGERY, W.D. Introduction to ceramics. Editorial John Wiley & Sons, Inc. Estados unidos de América. 1967 Cap 4

11. Memoria primer curso internacional en procesos de producción cerámica. Universidad Francisco de Paula Santander .Noviembre 21 al 24. Cúcuta Colombia. 2005
12. Memorias del seminario internacional de la fabricación y control de calidad de los materiales de arcilla cocida. AGEMAC VERDES COLOMBIA, S.A.
13. Memorias del seminario técnicas y rutinas para la caracterización de las arcillas. Facultad de ciencias Universidad Nacional de Medellín. Ingeominas-Ademinas. Octubre 22-23 Medellín, 1992.
14. Memorias Tercer encuentro nacional de la arcilla y la cerámica. SENA. Agosto 8 al 10. Cúcuta Colombia.1991
15. MINERCOL-. Hornos ladrilleros a carbón, Editorial Universidad Pontificia Bolivariana. 1998. Pag. (9-17)
16. MOORE, Duane. REYNOLDS, Robert. X-ray diffraction and the Identification and analysis of clay minerals. 2ª Edition. Oxford University Press. Estados Unidos. 1997. Cap 10 – 11.
17. NORTON, F. H. Elements of ceramic. Editorial Addison Wesley. Unidos. 1962. Cap. 1- 3
18. NORTON, F. H. Refractarios. 1ª edición. Editorial Blume. España 1972
19. REED, James S. Principles of ceramics processing. Editorial Jhon Wiley & Sons, Inc. Estados unidos de América. 1995. Pág. 86 – 89
- ROSENTHAL, Ernest. Alfarero y cerámica. Editorial reverté S.A. Barcelona. 1958. Cap 3
20. SALMANG, Herman. Los fundamentos físicos y químicos de la cerámica; estructuras químicas y físicas de los silicatos y arcillas. Editorial Reverte. Buenos Aires.1955 Pág. (2-144).
21. VAN OLPHEN, FRIDIAT, J. J. Data handbook for clay materials and other non-metallic minerals. 1 ed. Pergamon Press, New York 1979.

**ANEXOS**  
**ANEXO A. TABLA DE LAS REACCIONES EN LA ETAPA DE COCCIÓN EN EL PROCESO CERÁMICO**

Temperatura	Reacción
± 100°C	Eliminación del agua por desecación
± 350°	empieza una descarbonatación
350 – 500 °C	$2FeS_2 \rightarrow 2FeS$
450 - 500°C	Eliminación aguas higroscópicas, micelar y de Cristalización.
± 500°C	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot H_2O \rightarrow Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 2H_2O$
500 - 800°C	$2FeS + O_2 \rightarrow 3/2Fe(SiO_4)_3$
+ 560°C	$2Fe_2O_{3(s)} + (H_2) \delta(CO_2) \rightarrow 2Fe_3O_{4(s)} + (H_2O/CO_2)$ $Fe_3O_{4(s)} + (H_2) \delta(CO_2) \rightarrow 3FeO_{4(s)} + (H_2O/CO_2)$ $FeO_{(s)} + (H_2) \delta(CO_2) \rightarrow Fe_{(s)} + (H_2O/CO_2)$
560 - 775°C	$2FeSO_4 + 3/2O_2 \rightarrow Fe_2O_3 + SO_4$
850°	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \rightarrow \gamma Al_2O_3 + SiO_2$
± 900°	$\gamma Al_2O_3 + SiO_2 \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$
925 °C	$2(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) \rightarrow 2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 + SiO_2$
~600°C- 900°C	$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$ $MgCO_3 \rightarrow MgO \text{ (periclasa)} + CO_2$
1100 °C	$2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 \rightarrow 2(Al_2O_3 \cdot SiO_2) + SiO_2$ Seudomollita
1400°C	$(Al_2O_3 \cdot SiO_2) \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 5SiO_2$
1100°C	$3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O + Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O \rightarrow 2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_3$
Ó 1100°C	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + SiO_2$

**Etapa de caldeo**

**Etapa de precocido**

**Etapa de cocción**

**Etapa de vitrificado**

**etapa de enfriamiento**

## ANEXO B. ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
ESCUELA DE INGENIERIA CIVIL  
LABORATORIO DE SUELOS Y PAVIMENTOS  
ENSAYO DE GRANULOMETRIA INV E- 123**

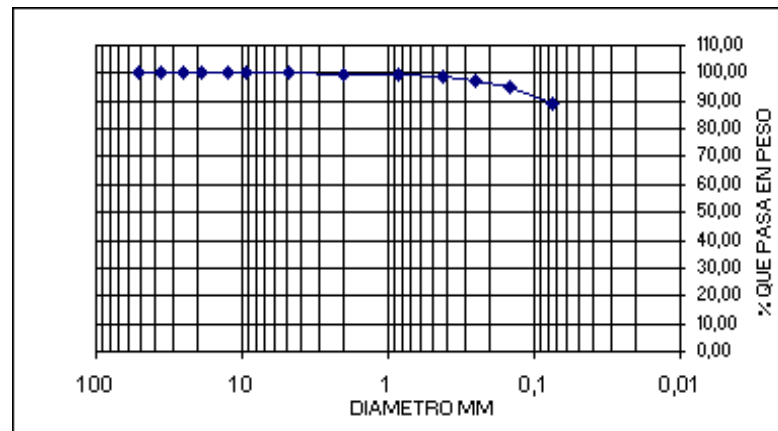
PESO INICIAL DE LA MUESTRA kg: 0,600

PESO DESPUES DE LAVADO kg: 0,068

PORCENTAJE DE ERROR %: 88,93

MALLA No	ABERTURA	PESO SUELO RETENIDO	PORCIENTO RETENIDO PARCIAL	% QUE PASA LA MALLA	MALLA No	ABERTURA	PESO SUELO RETENIDO	PORCIENTO RETENIDO PARCIAL	% QUE PASA LA MALLA
****	mm	Kg	%	%	****	mm	Kg	%	%
2"	50,8	0,0000	0,00	100,00	10	2	0,0007	0,12	99,88
1 1/2"	36,1	0,0000	0,00	100,00	20	0,84	0,0038	0,63	99,25
1"	25,4	0,0000	0,00	100,00	40	0,42	0,0049	0,82	98,43
3/4"	19,05	0,0000	0,00	100,00	60	0,25	0,0060	1,00	97,43
1/2"	12,7	0,0000	0,00	100,00	100	0,149	0,0136	2,27	95,17
3/8"	9,52	0,0000	0,00	100,00	200	0,074	0,0374	6,23	88,93
No 4	4,75	0,0000	0,00	100,00	PASA 200	*****	0,0000		
SUMA	*****	0,0000	0,00		SUMA	*****	0,0664	11,07	
					<b>TOTAL</b>		<b>0,0664</b>		

GRAVAS= 0,00 %  
ARENAS = 11,07 %  
FINOS= 88,93 %



## ANEXO C. LIMITES DE ATTERBERG



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**  
**ESCUELA DE INGENIERIA CIVIL**  
**LABORATORIO DE SUELOS Y PAVIMENTOS**  
**LIMITES DE ATTERBERG INV E- 125-126**

### LIMITE LIQUIDO

CAPSULA No	NUMERO DE GOLPES	PESO CAPSULA gr	PESO CAPSULA + SUELO + SUELO HUMEDO gr	PESO CAPSULA + SUELO SECO gr	PESO DEL AGUA gr	PESO SUELO SECO gr	CONTENIDO DE AGUA %
13	45	7,13	46	37,55	8,45	30,42	27,78%
22	30	7,28	45,87	36,85	9,02	29,57	30,50%
9	22	7,23	45,49	36,52	8,97	29,29	30,62%
30	14	6,82	45,63	35,8	9,83	28,98	33,92%

### LIMITE PLASTICO

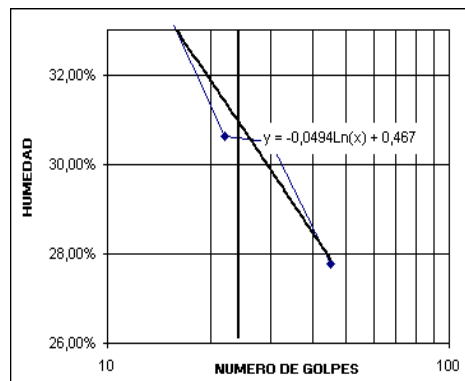
4		7,15	11,64	10,97	0,67	3,82	17,54%
10		7,33	12,42	11,65	0,77	4,32	17,82%

LIMITE LIQUIDO : 31%

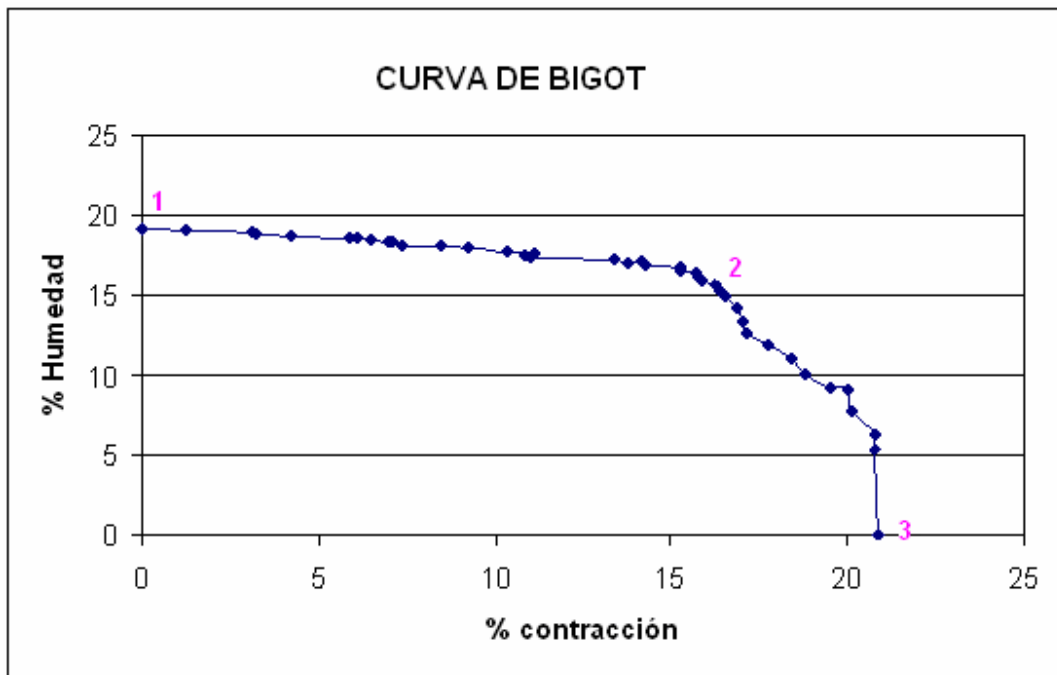
LIM. PLASTICO : 18%

IND. DE PLASTI. : 13%

CLASIFICACION : CL



## ANEXO D. CURVA DE CONTRACCIÓN DE SECADO (CURVA DE BIGOT)



**1 – 2 primera fase de secado** eliminación del agua interpuesta entre partícula y partícula, Altos % de contracción aumentando las posibilidades de aparición de grietas y figurasen la pieza

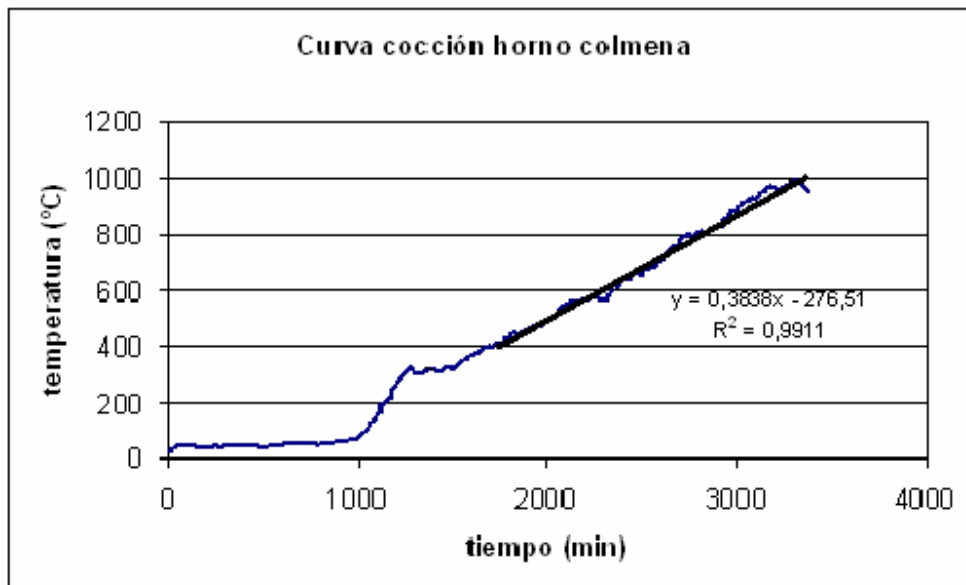
**2. punto crítico del secado** punto en el cual las partículas entre en contacto disminuyendo la contracción notablemente

**2 – 3 fase final del secado** eliminación del agua contenida en los poros de la pieza, ya que en esta etapa se producen menores contracciones se puede llevar a cabo a mayores velocidades

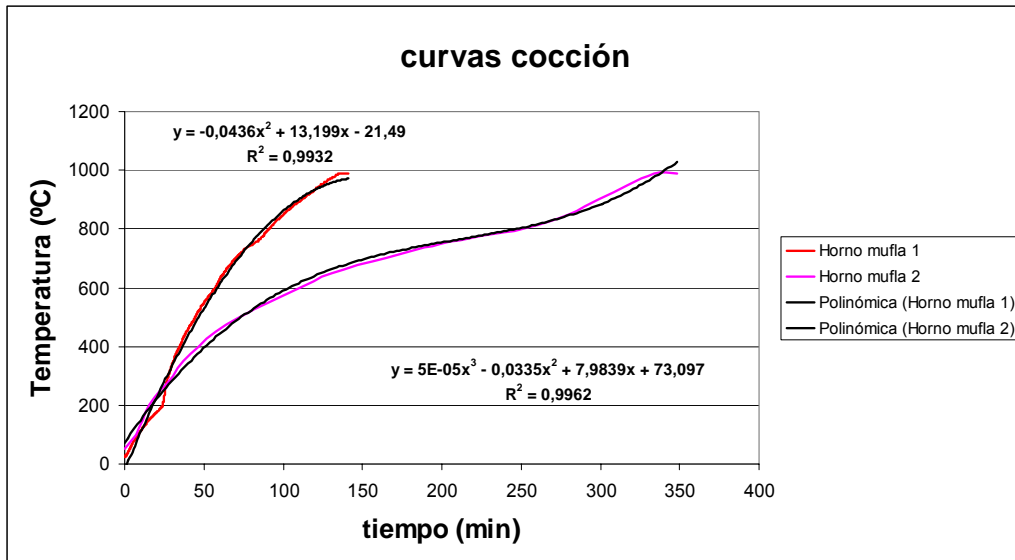
**El porcentaje de contracción total de las probetas de arcilla fue de:**

**% contracción: 21 %**

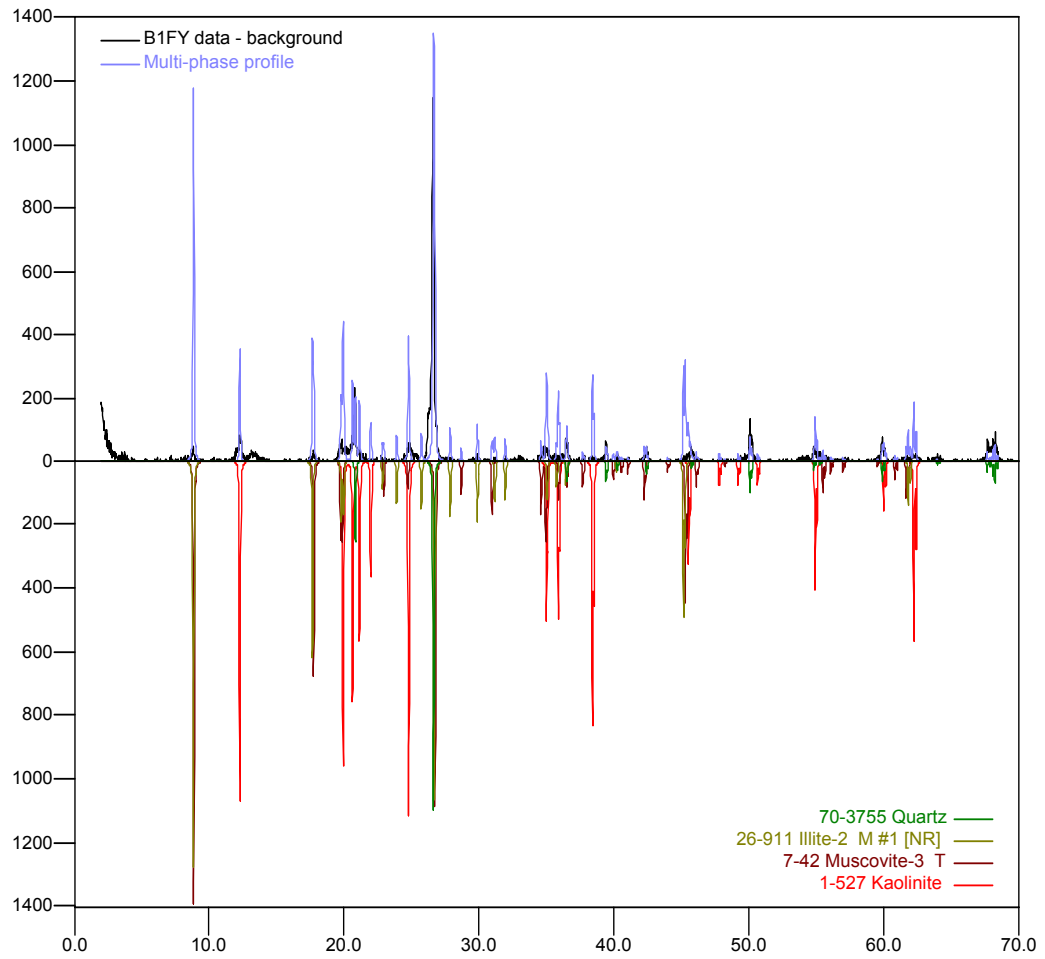
## ANEXO E. CURVA COCCIÓN DE UN HORNO TIPO COLMENA



## ANEXO F. CURVAS DE COCCIÓN HORNOS MUFLA



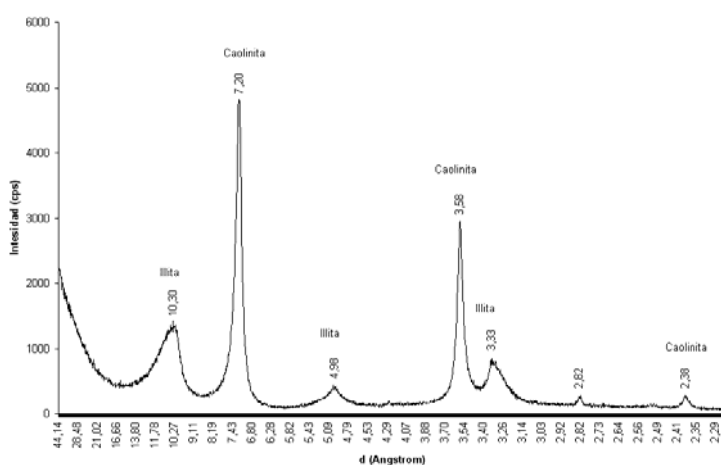
## ANEXO G. DIAGRAMA DE POLVO



## ANEXO H. ANALISIS DE LA FASE ARCILLOSA

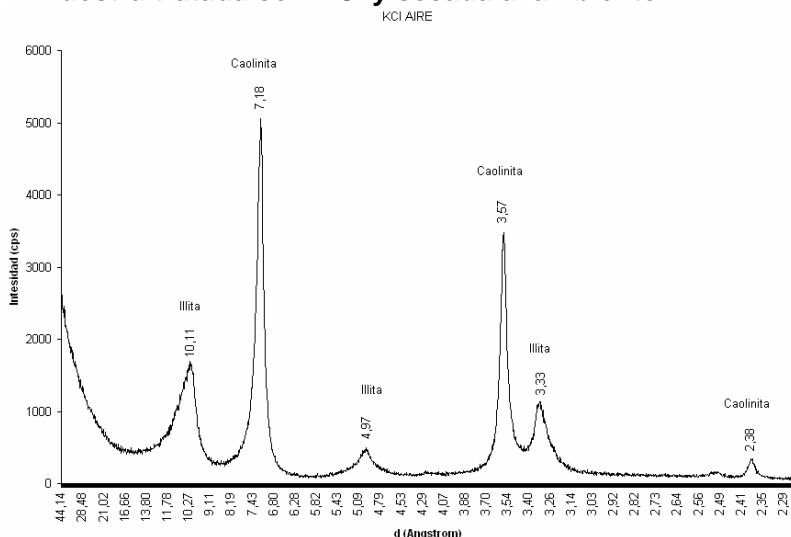
Con el fin de que los picos de los minerales arcillosos presentes fueran más evidentes, se llevo a cabo una sedimentación para retirar la mayor cantidad de cuarzo posible y los sólidos en suspensión se filtraron y fueron sometidos a los siguientes tratamientos.

### 1. Secado al aire



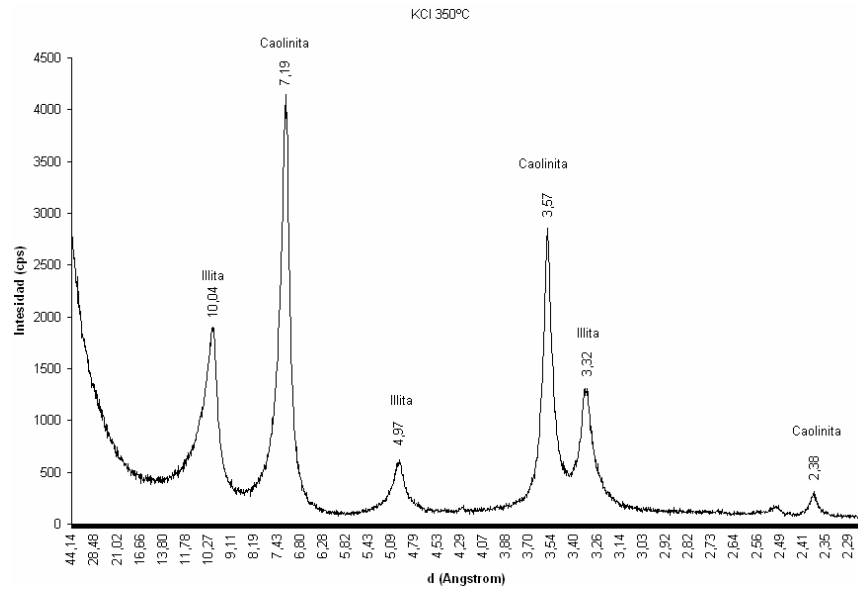
El difractograma de la muestra seca al ambiente evidencia los picos característicos de los minerales arcillosos presentes.

### 2. Muestra tratada con KCl y seca al ambiente



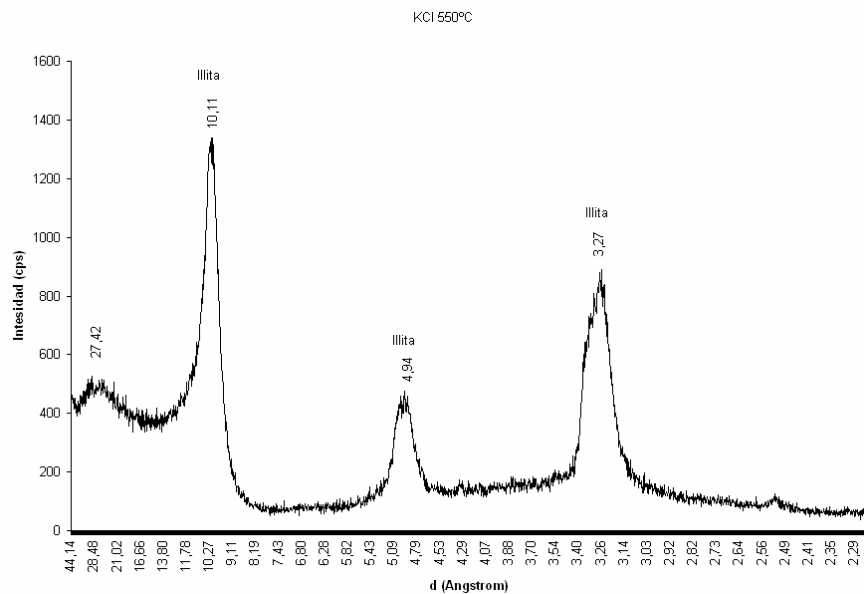
El difractograma de este tratamiento corrobora la presencia de los minerales arcillosos, caolinita e illita.

## 2. Muestra tratada con KCl y secada a 350°C



Al ser tratada la muestra bajo estas condiciones, No rediferencian picos de minerales diferentes a los mostrados en los anteriores difratogramas.

## 3. Muestra tratada con KCl y secada a 550°C por 1 hora.

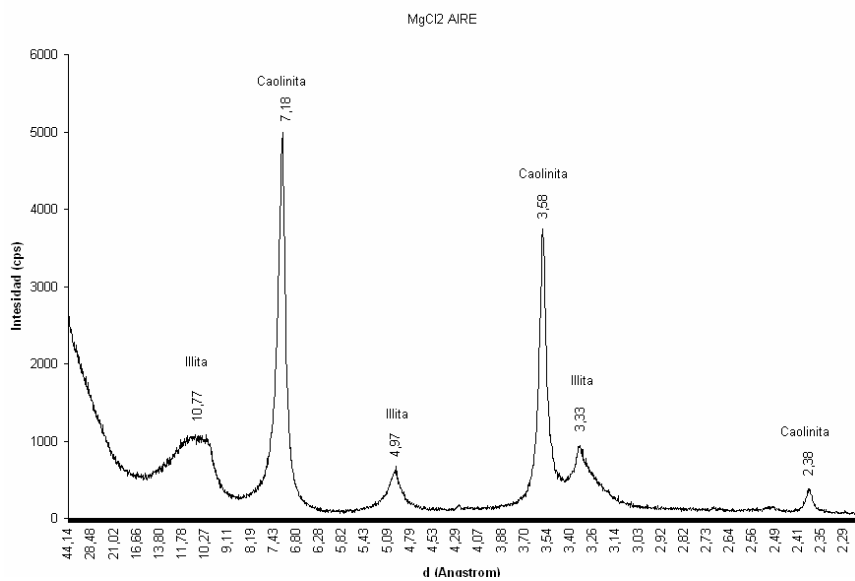


En este diagrama solo esta presente los picos de la illita ya que a esta temperatura la caolinita se ha transformado completamente a metacaolín, (sustancia amorfa no

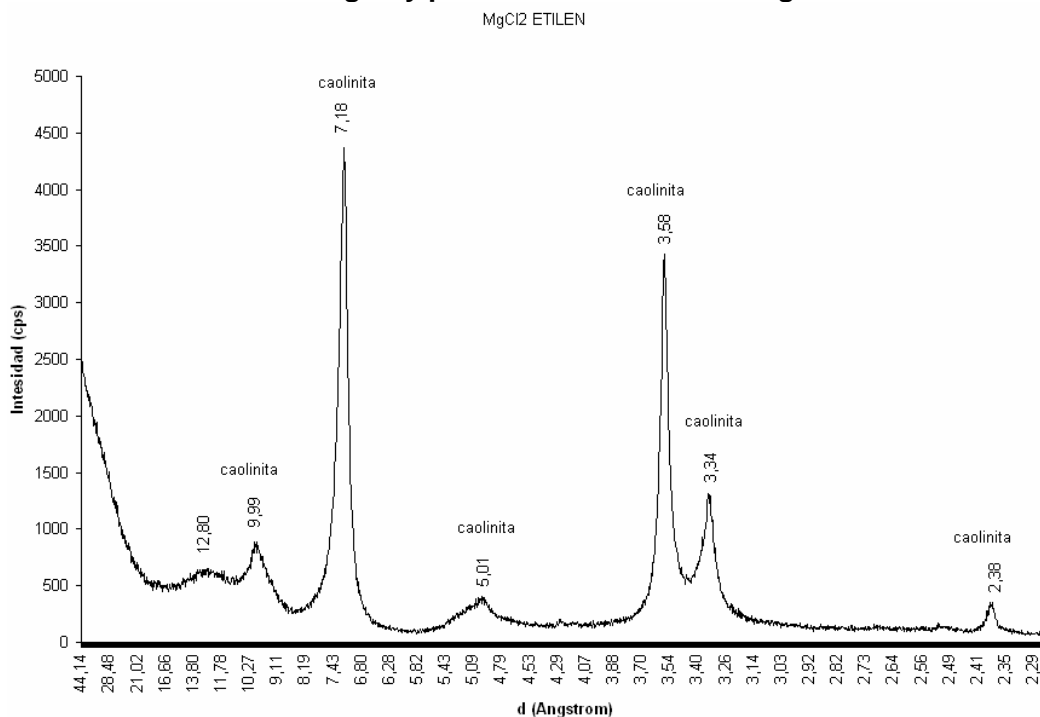
detectada a través de rayos X), lo cual corrobora nuevamente la presencia de Caolinita e illita como únicos minerales arcilloso presentes.

Con los dos siguientes tratamientos se confirma la presencia de caolinita e illita

## 6. Muestra tratada con $MgCl_2$ y secada al aire

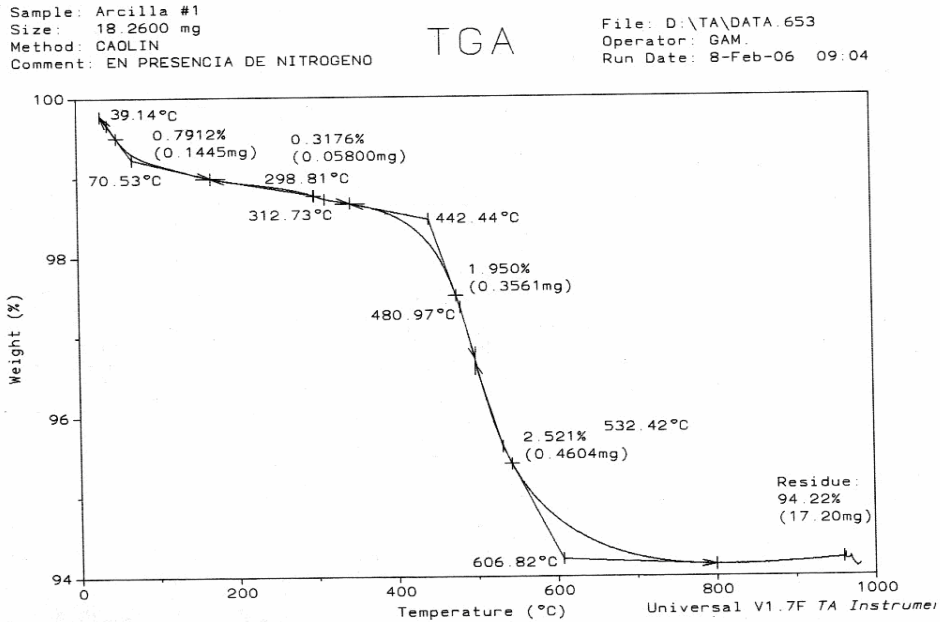


## 7. muestra tratada con $MgCl_2$ y posteriormente con etilenglicol

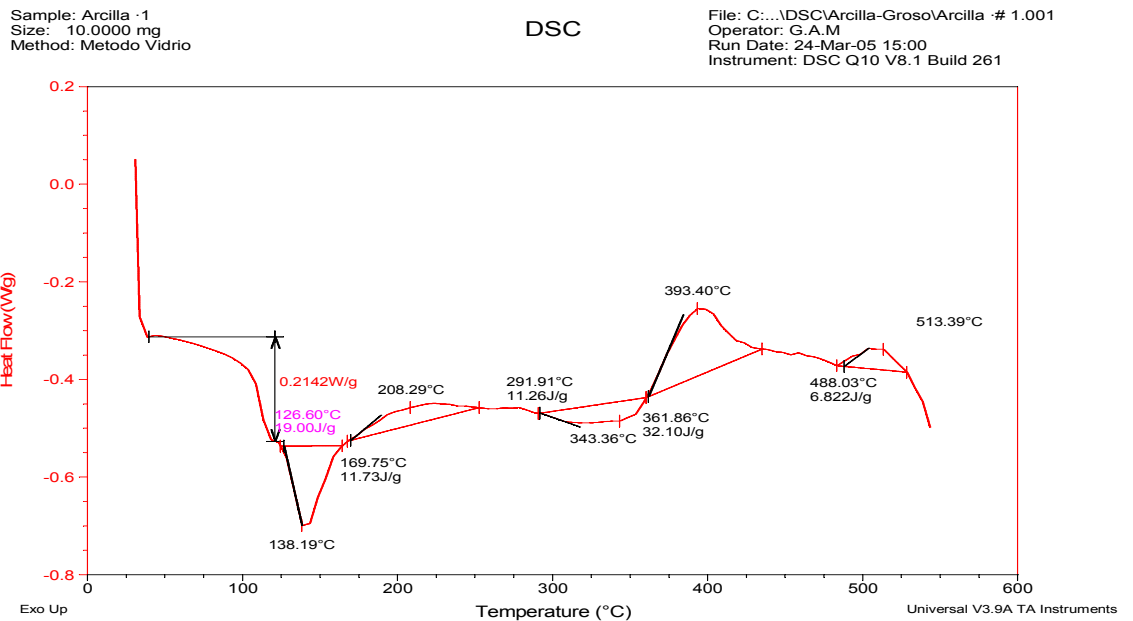


## ANEXO I. ANALISIS TERMICOS

### Análisis termogravimétrico (TGA)



### Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC)



## ANEXO J. ANALISIS DE LOS EXPERIMENTOS A TRAVES DE RAYOS X

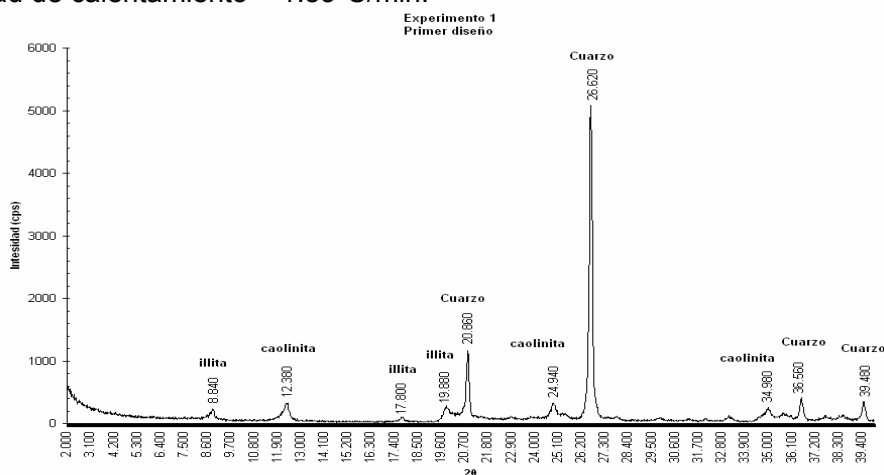
### A. Difractogramas primer diseño factorial de experimentos

#### Condiciones de operación:

Temperatura= 450°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83°C/min.

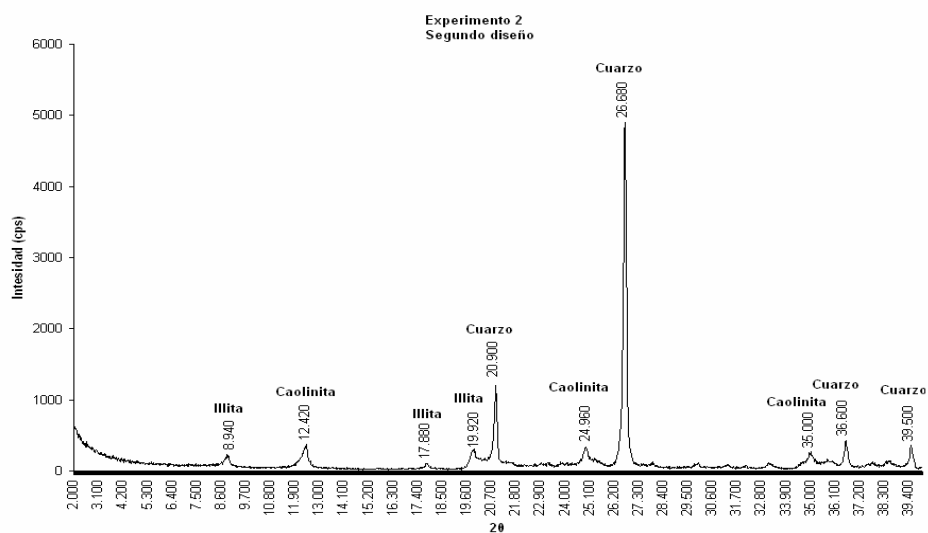


#### Condiciones de operación:

Temperatura= 450°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82°C/min.

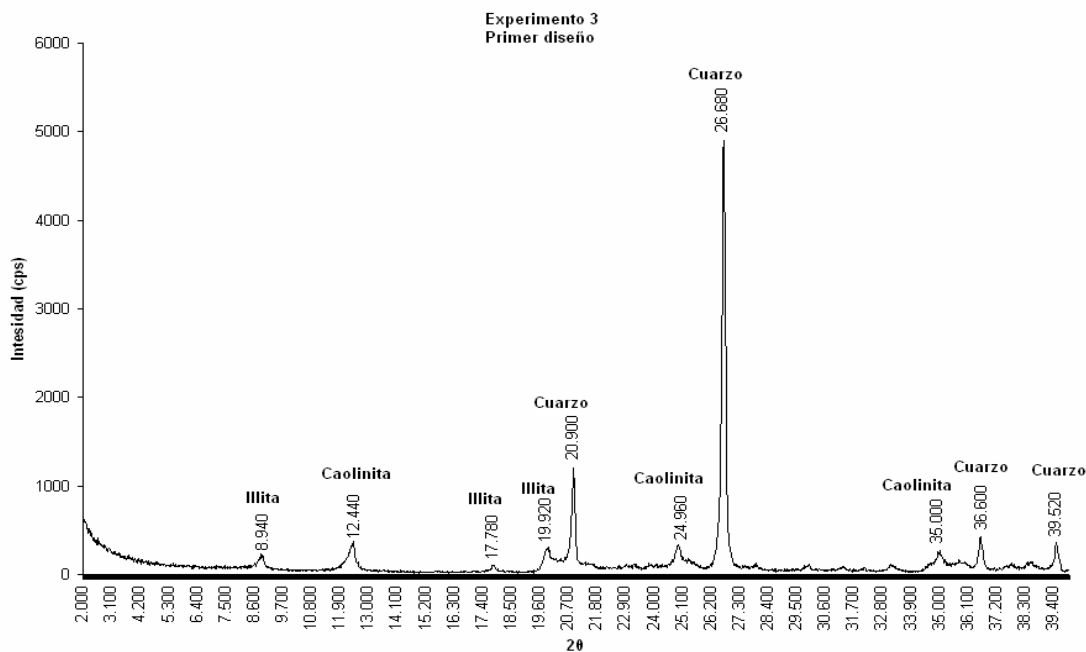


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 450°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83°C/min.

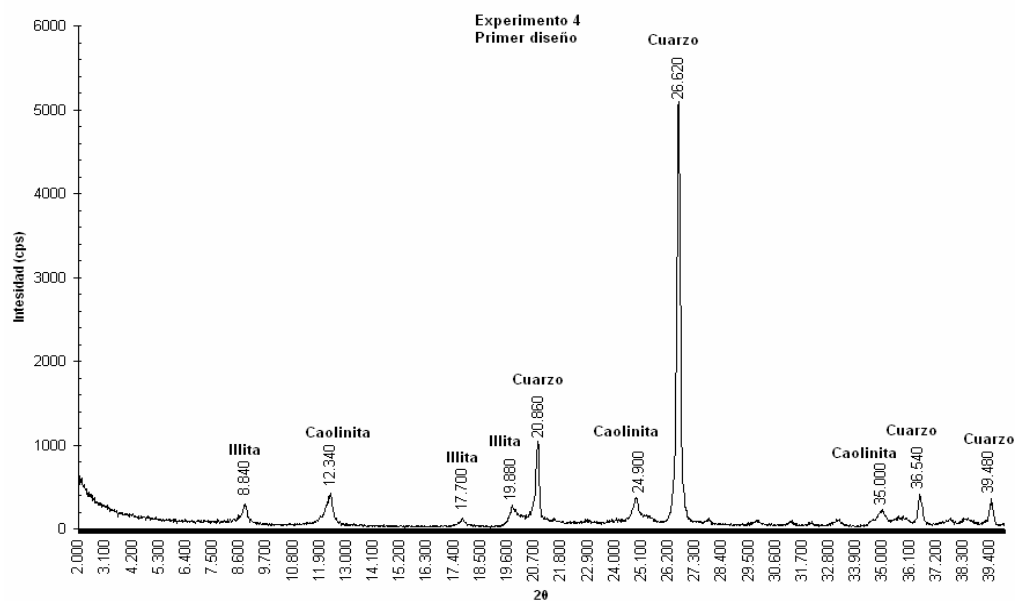


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 450°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82°C/min.

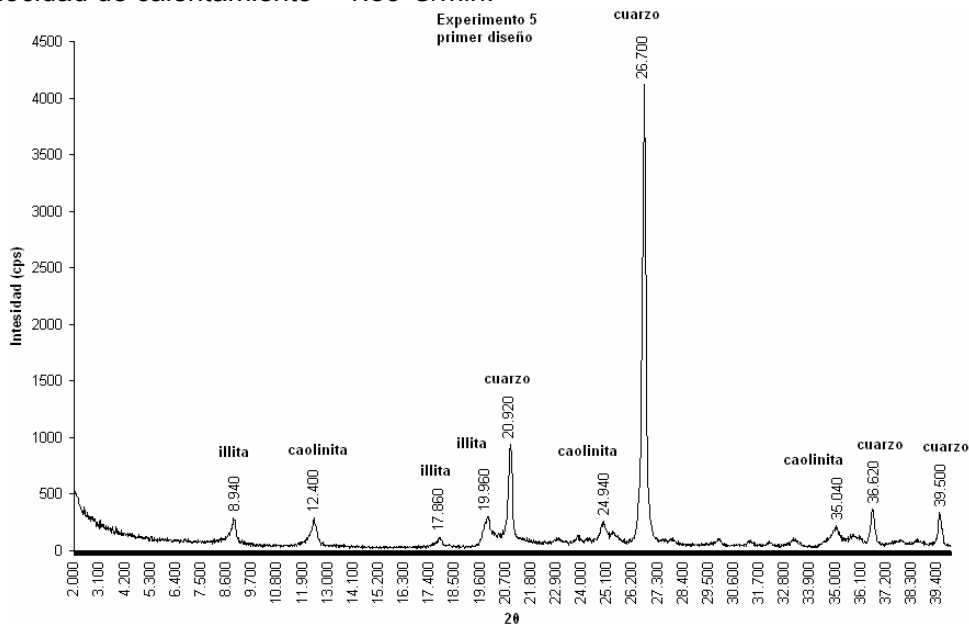


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 550°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83°C/min.

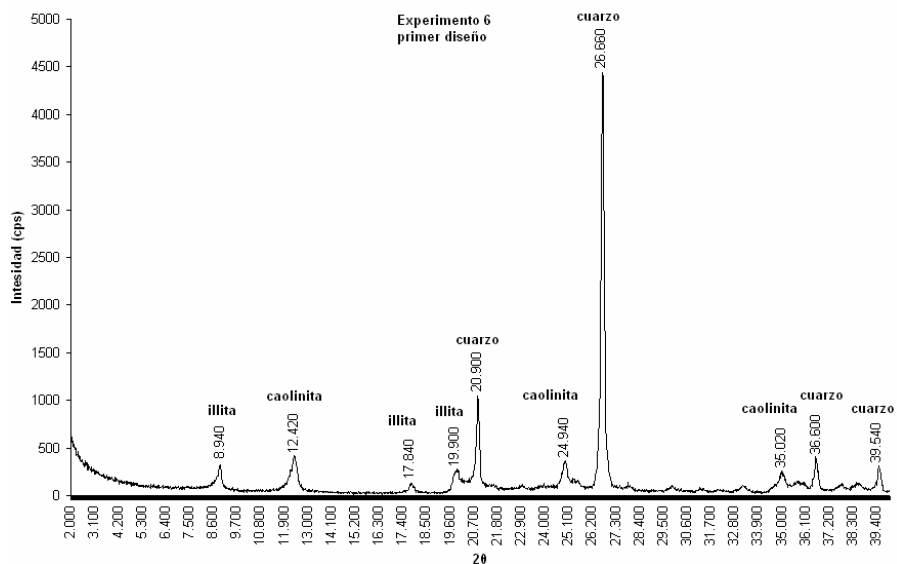


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 550°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82 °C/min.

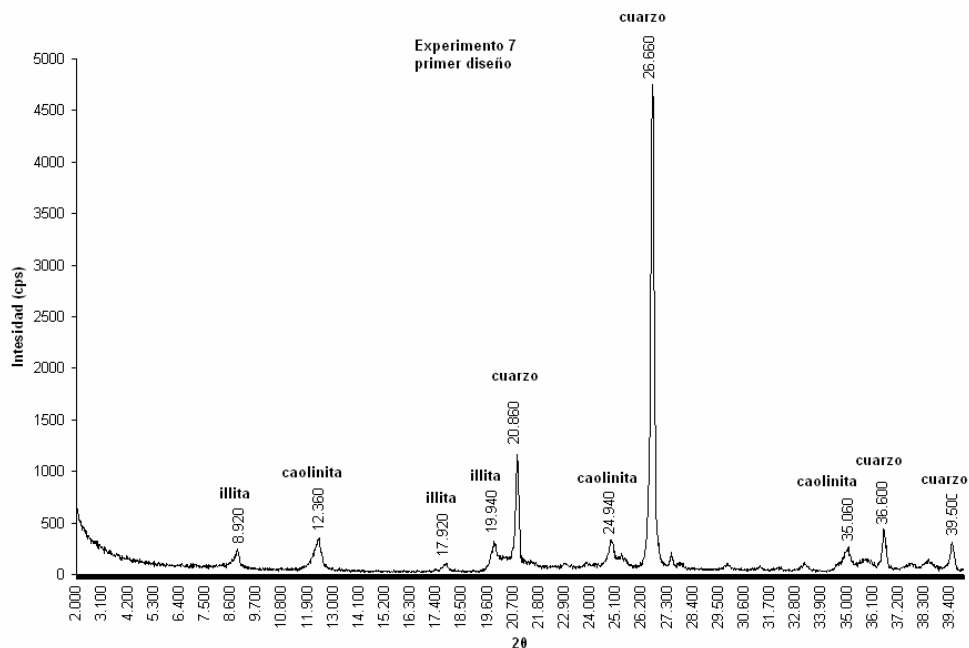


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 550°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83 °C/min.

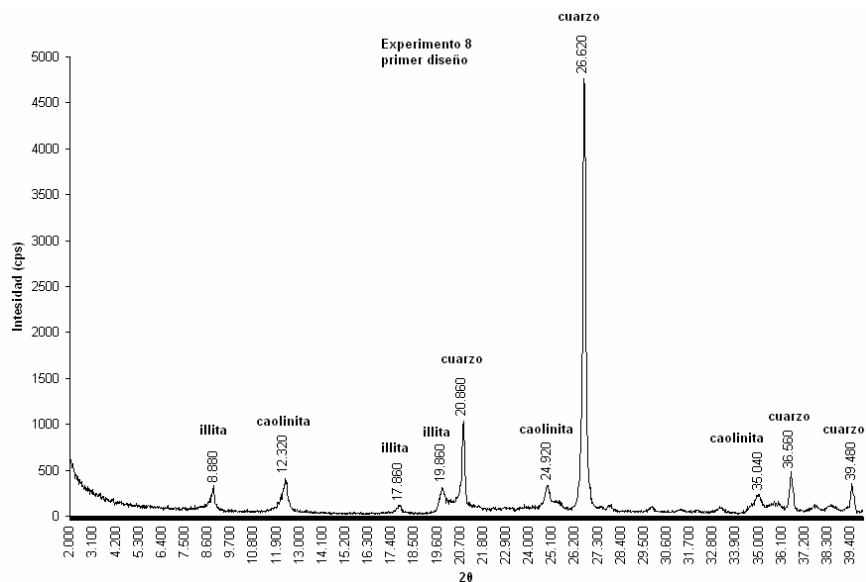


**Condiciones de operación:**

Temperatura= 550°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82 °C/min.



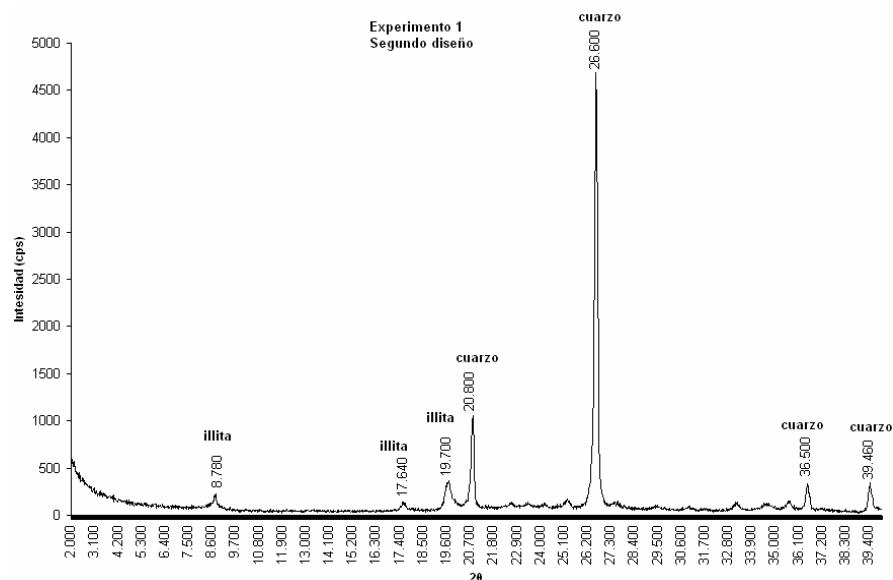
## B. Difractogramas segundo diseño factorial de experimentos

### Condiciones de operación

Temperatura = 850°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83 °C/min.



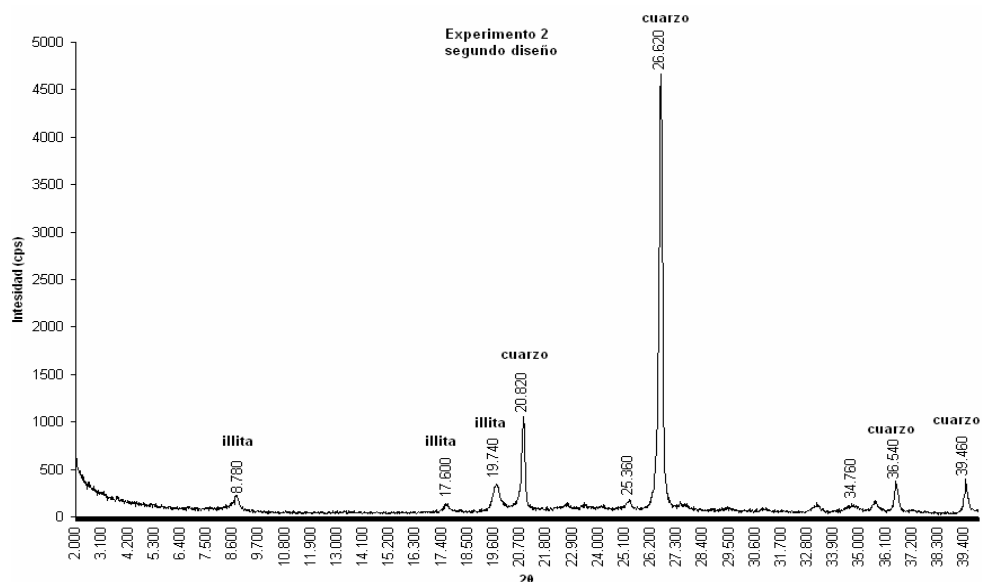
Nótese que el anterior difractograma no presenta los picos característicos de la caolinita ya que a esta temperatura se ha transformado totalmente a metacaolín.

### Condiciones de operación

Temperatura = 850°C

Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82 °C/min.

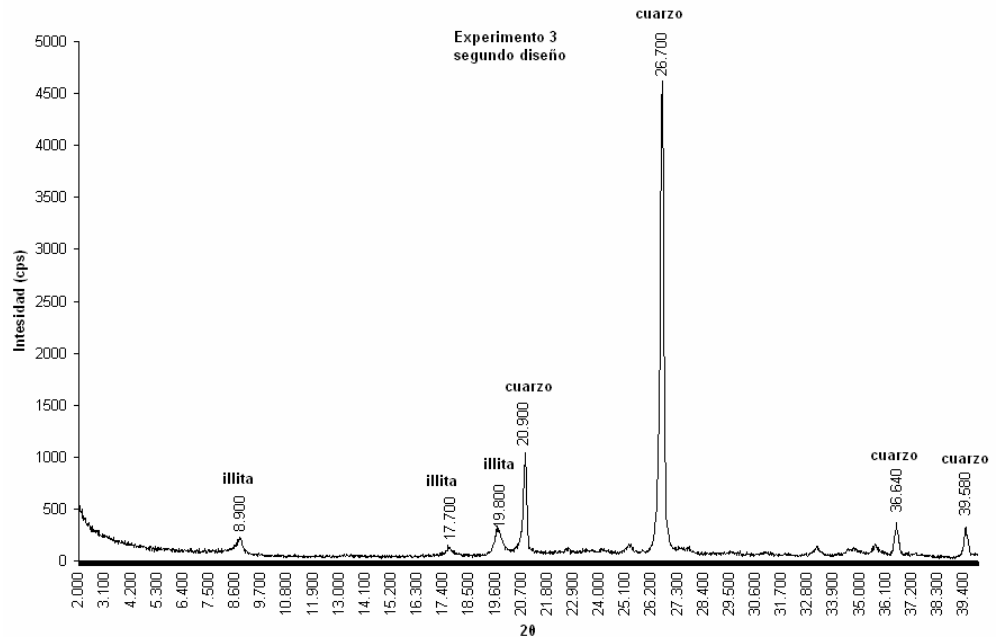


### Condiciones de operación

Temperatura = 850°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 1.83 °C/min.

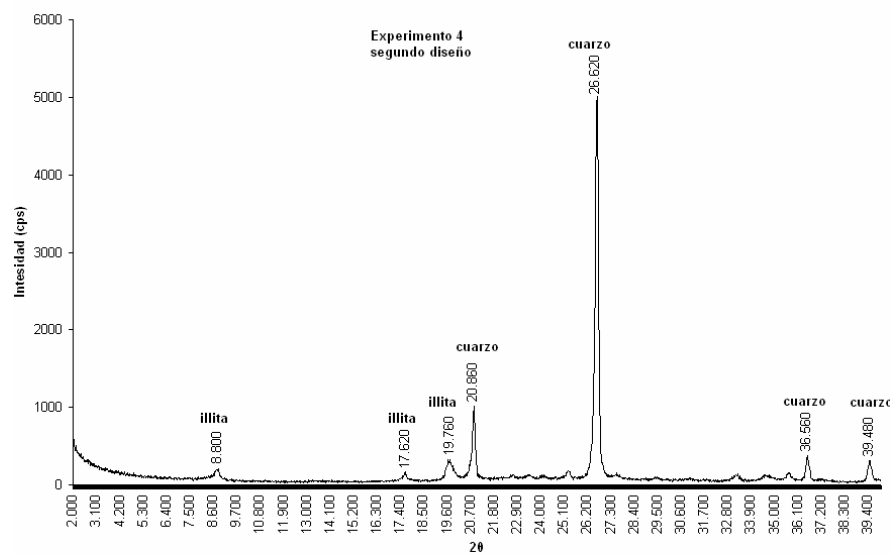


### Condiciones de operación

Temperatura = 850°C

Tiempo = 15 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82 °C/min.

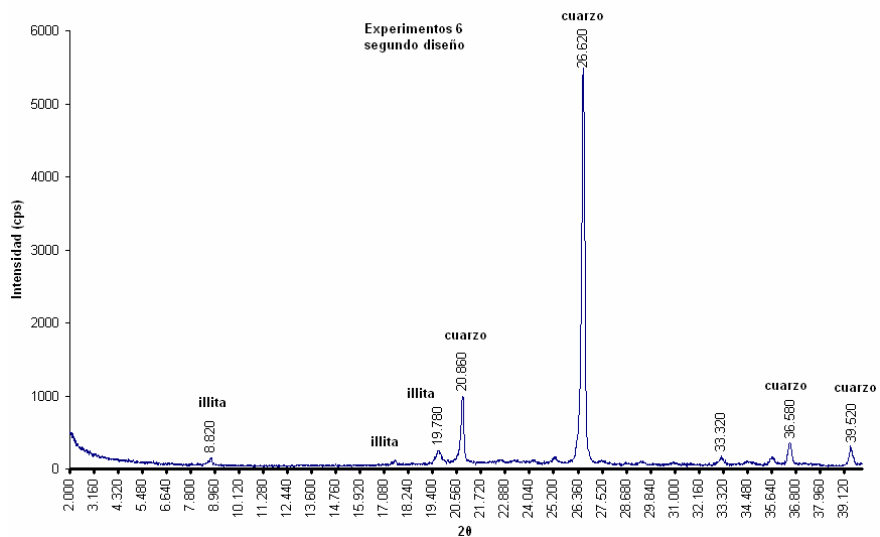


### Condiciones de operación

Temperatura = 990 °C

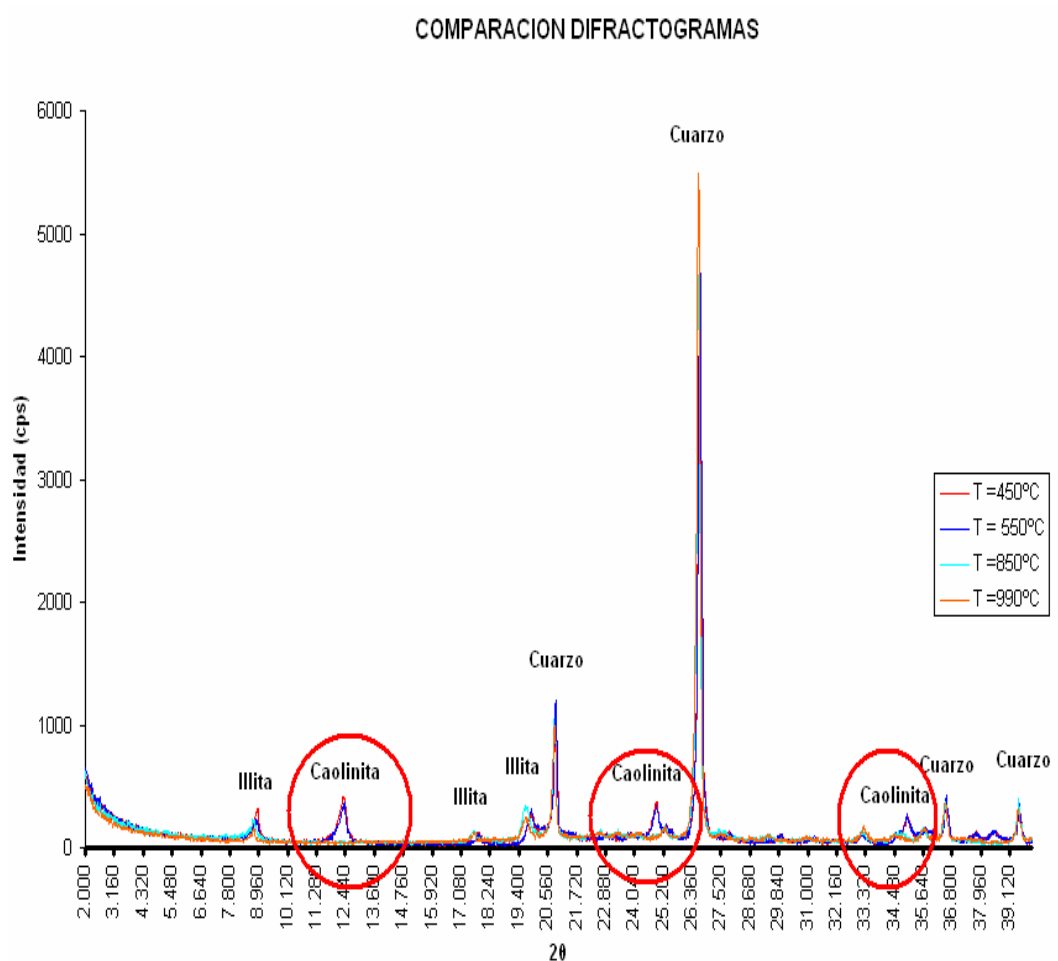
Tiempo = 5 minutos

Velocidad de calentamiento = 5.82 °C/ min.



Debido a que en los experimentos anteriores los difractogramas no presentaron cambios significativos al variar el tiempo de residencia a determinada temperatura y la velocidad de calentamiento no se llevaron a cabo los análisis a los experimentos restantes.

## ANEXO K. COMPARACIÓN DE LA INTENSIDAD DE LOS PICOS



Al comparar los difractogramas de cada una de las temperaturas trabajadas en los dos diseños de experimentos, es evidente la gradual disminución y posterior desaparición de los picos de la caolinita, debido a la ya mencionada transformación a metacaolín, además podemos ver que la illita también presenta una reducción en la intensidad de sus picos indicando el posible inicio de su transformación a mullita.

**a. Tabla picos de difracción de rayos x primer diseño de experimentos primer diseño de experimentos**

Exp	T (°C)	T (min.)	dT/dt (°C/min)	observaciones	Ubicación pico (2θ)	Intensidad pico (cps)
1	450	5	1.83	Caolinita	12.38 / 24.940 / 34.98	325 / 289 / 252
				Illita	8.84 / 17.800 / 19.880	235 / 93 / 243
				Cuarzo	20.860 / 26.620 / 36.560 / 39.480	1087 / 5089 / 366 / 351
2	450	5	5.82	Caolinita	12.420 / 24.960 / 35.000	326 / 330 / 276
				Illita	8.940 / 17.880 / 19.920	192 / 76 / 314
				Cuarzo	20.900 / 26.680 / 36.600 / 39.500	1167 / 4907 / 392 / 361
3	450	15	1.83	Caolinita	12.440 / 24.960 / 35.000	287 / 307 / 276
				Illita	8.940 / 17.780 / 19.920	192 / 99 / 314
				Cuarzo	20.900 / 26.680 / 36.600 / 39.520	1167 / 4907 / 392 / 307
4	450	15	5.82	Caolinita	12.340 / 24.900 / 35.000	427 / 359 / 216
				Illita	8.840 / 17.700 / 19.880	271 / 110 / 231
				Cuarzo	20.860 / 26.620 / 36.540 / 39.480	990 / 5094 / 389 / 307
5	550	5	1.83	Caolinita	12.400 / 24.940 / 35.040	295 / 261 / 220
				Illita	8.940 / 17.860 / 19.960	274 / 121 / 301
				Cuarzo	20.920 / 26.700 / 36.620 / 39.500	943 / 4118 / 359 / 344
6	550	5	5.82	Caolinita	12.420 / 24.940 / 35.020	380 / 365 / 248
				Illita	8.940 / 17.840 / 19.900	322 / 110 / 253
				Cuarzo	20.900 / 26.660 / 36.600 / 39.540	1004 / 2567 / 372 / 281
7	550	15	1.83	Caolinita	12.360 / 24.940 / 35.060	334 / 306 / 266
				Illita	8.920 / 17.920 / 19.940	201 / 65 / 287
				Cuarzo	20.860 / 26.660 / 39.500 / 36.600	1158 / 4730 / 314 / 392
8	550	15	5.82	Caolinita	12.320 / 24.920 / 35.040	405 / 322 / 232
				Illita	8.880 / 17.860 / 19.860	278 / 75 / 301
				Cuarzo	20.860 / 26.620 / 36.560 / 39.480	856 / 4759 / 453 / 316

Como puede verse en la tabla anterior al comparar las intensidades de los picos a las diferentes condiciones del primer diseño de experimentos, evidentemente estas disminuyen debido a la transformación gradual de caolinita en metacaolín.

**b. Tabla picos de difracción de rayos x segundo diseño de experimentos primer diseño de experimentos**

Exp	T (°C)	t (min)	dT/dt (°C/min)	observaciones	Ubicación pico (2θ)	Intensidad pico (cps)
1	850	5	1.83	Illita	8.780 / 17.640 / 19.700	197/129/370
				Cuarzo	20.800 /26.600 /39.460/ 36.500	990/4683/333/324
2	850	5	5.82	Illita	8.780/17.600/19.740	213 /126/315
				Cuarzo	20.820/26.620/39.460/36.540	105/4661/399/330
3	850	15	1.83	Illita	8.900 /17.700/19.800	158/112/245
				Cuarzo	20.900/26.700/36.640/39.580	827/2976/186/155
4	850	15	5.82	Illita	8.800/17.620/19.760	177/164/255
				Cuarzo	20.860/26.620/36.560/39.480	1017/4925/362/316
6	990	5	5.82	Illita	8.820/17.9/19.78	114/59/215
				Cuarzo	20.860/26.620/36.580/39.520	974/5488/315/229
7	990	15	1.83	Illita		
				Cuarzo		
8	990	15	5.82	Illita		
				Cuarzo		

Al comparas los picos que aparecen en el segundo diseño de experimentos podemos ver que la caolinita ya no se encuentra entre estos, y que la intensidad de los picos de la illita disminuye, sin embargo aun no se aprecian picos característicos de la mullita haciéndonos creer que esta se encuentra en muy pequeñas cantidades y se puede confundir aun con ruido del equipo, sin embargo existe una clara mejoría en las propiedades físico – mecánicas.

**ANEXO L. TABLA RESUMEN ANÁLISIS DE RAYOS X Y PROPIEDADES FÍSICO – MECÁNICAS PARA CADA EXPERIMENTO**

Condiciones

Minerales arcillosos

Propiedades

T (°C)	t (min.)	dT/dt (°C/min)	Caolinita	Illita	Metacaolín	Mullita	R. flexión(N)	R. impacto (Kg <sup>f</sup> m)	Abs. Agua (%)
450	5	1.83	X	X			1235.42	0.0893	-
450	5	5.82	X	X			1332.52	0.1403	-
450	15	1.83	X	X			1232.23	0.1406	-
450	15	5.82	X	X			1250.90	0.1567	-
550	5	1.83	X	X	X		1000.55	0.1085	-
550	5	5.82	X	X	X		1084.99	0.2063	-
550	15	1.83	X	X	X		1126.30	0.1310	-
550	15	5.82	X	X	X		1138.88	0.2046	-
850	5	1.83		X	X		720.28	0.2019	12.50
850	5	5.82		X	X		952.43	0.2362	12.73
850	15	1.83		X	X		708.85	0.1918	12.31
850	15	5.82		X	X		1040.71	0.2105	12.58
990	5	1.83		X	X	X	3046.07	0.3577	11.33
990	5	5.82		X	X	X	2654.14	0.3728	12.10
990	15	1.83		X	X	X	3593.57	0.7489	10.65
990	15	5.82		X	X	X	3053.52	0.5470	11.79

En la tabla anterior se muestra la incidencia que tiene las condiciones de operación en la transformación de los minerales arcillosos y el efecto de estos sobre las propiedades físicas – mecánicas del material.