

UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS
FACULTAD DE CIENCIAS PURAS Y NATURALES
CARRERA DE CIENCIAS QUÍMICAS



TRABAJO PARA OPTAR AL GRADO DE LICENCIADO EN CIENCIAS QUÍMICAS

**ESTANDARIZACIÓN DE MATERIALES EN ETAPA
BIZCOCHO EN LA PRODUCCIÓN DE CERÁMICOS EN
EL CENTRO INTEGRAL DE FORMACIÓN Y
DESARROLLO MICAYA**

POR: ANGELICA LOURDES MENDOZA MAMANI

TUTORES: Ph.D. SAÚL CABRERA MEDINA

Dr. JAVIER GUSTAVO GARCÍA MENDOZA

LA PAZ – BOLIVIA

Enero, 2020

DEDICATORIA

A mi hija Analucia Angelica Bautista Mendoza a quien amo, es mi motivo de superación y alegría día tras día, espero que este trabajo le sirva de ejemplo para su vida profesional.

AGRADECIMIENTOS

Son muchas las personas que han contribuido al proceso y conclusión de este trabajo, por ello quiero expresar el más sincero agradecimiento a todos quienes me ayudaron a llegar hasta este punto de mi formación académica.

En primer lugar, a Dios por todas las bendiciones y oportunidades que me brinda día tras día.

A toda mi familia, en especial a mis padres Justiniano Félix Mendoza Torrez, Sandra Angelica Mamani Guzmán y a mi hija Analucia por su apoyo incondicional paciencia, comprensión y amor.

A mis tutores PhD. Saúl Cabrera Medina y Dr. Javier Gustavo García Mendoza por todas y cada una de sus enseñanzas, por todo el apoyo y conocimiento brindado, sin duda me hace muy feliz ser parte de este grupo de trabajo y de la investigación de la Química Inorgánica.

A las autoridades y a los productores artesanales del Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya, por abrirme sus puertas y enseñarme sus técnicas de producción de cerámicos.

Este proyecto no hubiera sido posible sin la colaboración de las siguientes instituciones, el Instituto de Investigaciones Químicas (IIQ), un agradecimiento al Dr. Luis López; el Instituto de Investigaciones Geológicas y del Medio Ambiente (IGEMA), agradezco al Ing. Mario Blanco por su constante apoyo en la caracterización estructural y en el manejo de diferentes técnicas y equipos; el Laboratorio de Materia Condensada (LMC) agradezco al Dr. Eduardo Palenque por la ayuda con todas las pruebas físicas, finalmente al Instituto de Investigaciones en Metalurgia y Materiales (IIMETMAT), agradezco al Doc. Ing. Rodny Balanza por toda la colaboración brindada.

Agradezco a los investigadores M.Sc. Alejandra Quispe, M.Sc. Max Vargas, M.Sc. Dayana Capcha por todo su apoyo desinteresado a lo largo del proceso de este trabajo.

A todos mis docentes, auxiliares y amigos de la Carrera de Ciencias Químicas muchas gracias.

ÍNDICE

DEDICATORIA	2
AGRADECIMIENTOS	3
ÍNDICE	4
INDICE DE FIGURAS	9
INDICE DE TABLAS	12
RESUMEN.....	13
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	14
INTRODUCCIÓN	15
CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES.....	17
ANTECEDENTES.....	18
2.1. DEPÓSITOS MINERALES INDUSTRIALES DE LA REGIÓN SUR DE LA PAZ - BOLIVIA	18
2.2. UBICACIÓN Y ACCESOS AL ÁREA DE ESTUDIO.....	18
2.3. CARACTERÍSTICAS GEOLÓGICAS Y MINERALÓGICO DE LA CAOLINITA, SEDIMENTOS DEL YACIMIENTO DE MICAYA.....	21
2.4. MÉTODO ARTESANAL DE EXTRACCIÓN Y PREPARACIÓN DE LA ARCILLA EN EL CENTRO INTEGRAL DE FORMACIÓN Y DESARROLLO MICAYA PARA LA PRODUCCIÓN DE CERÁMICOS.....	24
2.4.1. Método de extracción.....	24
2.4.2. Conformado de la pasta y pieza cerámica.....	25
2.4.3. Proceso de secado de las piezas	27
2.4.4. Proceso de cocción de las piezas.....	27
CAPÍTULO 3. IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA, HIPÓTESIS Y OBJETIVOS	29
IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA, HIPÓTESIS Y OBJETIVOS.....	30
3.1. IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.....	30
3.2 HIPÓTESIS	30
3.3 OBJETIVOS.....	30

3.3.1.	Objetivo General	30
3.3.2.	Objetivos Específicos.....	31
CAPÍTULO 4. METODOLOGÍA		32
METODOLOGÍA		33
4.1.	Caracterización estructural de la materia prima (arcilla blanca).....	33
4.1.1.	Georreferenciación del yacimiento y muestreo adecuado de arcilla blanca. ...	33
4.1.2.	Método de cuarteo.....	33
4.1.3.	Difracción de Rayos X (DRX).....	34
4.1.4.	Separación gravimétrica de las fases de arcilla.....	35
4.2.	Parámetros físicos estandarIZADOS para la obtención de pasta cerámica. 36	
4.2.1.	Absorción de la cantidad adecuada de agua.....	36
4.2.2.	Plasticidad	36
4.2.2.1.	Límite líquido	37
4.2.2.2.	Límite plástico	38
4.3.	Parámetros físicos para la etapa de secado de la pasta cerámica a través del método de probeta.	39
4.3.1.	Conformado de las piezas de arcillas “probetas”	39
4.3.1.1.	Densidad Aparente.....	40
4.3.1.2.	Pérdida de peso y contracción por secado a Temperatura Ambiente y por cocción hasta T=100°C.....	41
4.3.2.	Caracterizaciones físicas después del tratamiento térmico	41
4.3.2.1.	Dureza.....	41
4.3.2.2.	Resistencia a la fractura	42
4.4.	Evolución estructural cristalológica de la materia prima hasta su etapa biscocho en función del tratamiento térmico por técnicas espectroscópicas.	43

4.4.1.	Rampas de calentamiento de la cocción de las probetas cerámicas.....	43
4.4.2.	ATG – DSC.....	44
4.4.3.	Área superficial específica por BET	45
4.5.	Documento de la metodología estandarizada de obtención de cerámica blanca hasta su etapa biscocho.....	46
CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y DISCUSIONES		47
RESULTADOS Y DISCUSIONES		48
5.1.	Caracterización estructural de la materia prima.....	48
5.1.1.	Georreferenciación del yacimiento y puntos de muestreo de arcilla blanca. ...	48
5.1.2.	Caracterización de la arcilla blanca sin tratamiento mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX).	49
5.1.3.	Separación gravimétrica de las fases de arcilla.....	50
5.1.4.	Parte estructural.....	53
5.1.4.1.	Cuarzo.....	53
5.1.4.2.	Kaolinite	54
5.1.4.3.	Moscovita	56
5.2.	Parámetros físicos estándares para la obtención de pasta cerámica.....	58
5.2.1.	Absorción de la cantidad adecuada de agua.....	58
5.2.2.	Plasticidad	63
5.3.	Parámetros físicos para la etapa de secado de la pasta cerámica a través del método de probeta.	64
5.3.1.	Conformado de las piezas de arcillas “probetas”	64
5.3.2.	Caracterizaciones físicas después del secado.....	67
5.4.	Evolución estructural cristalológica de la materia prima hasta su etapa biscocho en función del tratamiento térmico por técnicas espectroscópicas.	68
5.4.1.	Rampas de calentamiento de la cocción de las probetas cerámicas.....	68

5.4.2.	ATG – DSC.....	71
5.4.2.1.	Comparación de los ATG para las 3 rampas:	71
5.4.2.2.	Comparación de los DSC para las 3 rampas:.....	71
5.4.3.	Difracción de Rayos X (DRX).....	72
5.4.3.1.	Rampa de calentamiento 1: $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$	73
5.4.3.2.	Rampa de calentamiento 2: $v=5^{\circ}\text{C}/\text{min}$	73
5.4.3.3.	Rampa de calentamiento 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$	74
5.4.4.	Área superficial específica por BET	76
5.5.	Documento de la metodología estandarizada de obtención de cerámica blanca hasta su etapa biscocho.....	77
CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		79
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		80
6.1.	CONCLUSIONES	80
6.2.	RECOMENDACIONES.....	82
ANEXOS		83
ANEXOS		84
1.	Documento de la metodología estandarizada de obtención de cerámica blanca hasta su etapa biscocho	84
1.1.	Conformado de la pasta y pieza cerámica.....	84
1.2.	Proceso de secado de las piezas	84
1.3.	Proceso de cocción de las piezas.....	85
2.	Método de Cuarteo.....	87
3.	PRUEBAS FÍSICAS (COMPLEMENTO).....	87
a)	Plasticidad	87
	- Límite líquido.....	88
	- Límite plástico.....	90

b)	Capacitor de Placas Paralelas.....	91
c)	Autoinducción-Magnetismo.....	92
d)	Dureza	93
e)	Resistencia a la fractura	93
4.	Método BET de SINGLE POINT (UN punto)	94
	REFERENCIAS	96

INDICE DE FIGURAS

Figura 1 Ubicación del área de estudio	18
Figura 2 Mapa geológico de Micaya (modificado a partir de la Hoja Geológica de Calamarca, N°5943, Esc 1:100000).....	20
Figura 3 Imágenes del sedimento portador de caolinita: A) Aglomeraciones de cristales de caolinita son visibles (luz de polarización plana); B) Cristales de cuarzo y muscovita son visibles (luz de polarización cruzada).	21
Figura 4 A) Patrón de DRX de la ocurrencia de la caolinita del noreste (unidad Sica Sica). B) Patrón de DRX de la presencia de caolinita en el suroeste (unidad Vila Vila).....	22
Figura 5 Imágenes SEM de los sedimentos portadores de caolinita del suroeste del depósito de Micaya. A) Plaquetas de moscovita B) Bordes irregulares en las placas de caolinita.	23
Figura 6 Extracción de material arcilloso del yacimiento.....	24
Figura 7 Mezclado de arcilla con agua	25
Figura 8 Conformado de piezas artesanales.....	26
Figura 9 Conformado de piezas bajo moldes de Yeso.....	26
Figura 10 Proceso de secado de las Piezas Cerámicas.....	27
Figura 11 Piezas artesanales terminadas hasta la etapa bizcocho	28
Figura 12 A) Vista del depósito de arcilla blanca. B) Puntos de muestreo.....	33
Figura 13 Obtención de muestras representativas por el método de cuarteo	34
Figura 14 Difractómetro de Rayos X, PANalytical Empyrean.....	34
Figura 15 Esquema de separación gravimétrica.....	35
Figura 16 A) Pasta cerámica comprimida en el casa grande B) ranura previo ensayo	37
Figura 17 Diagrama ilustrativo del ensayo de límite líquido.....	37
Figura 18 Ensayo límite plástico.....	39
Figura 19 Dimensiones de la probeta utilizada	39
Figura 20 Conformado de las probetas cerámicas	40
Figura 21 Medición de las dimensiones de la probeta	40
Figura 22 Secado de las probetas en estufa hasta 100 °C	41
Figura 23 Determinación de la Dureza por el método de Mohs	42
Figura 24 Ensayo de Ruptura (o MOR).....	42

Figura 25 Tratamiento térmico en horno, rampas de calentamiento.....	43
Figura 26 Tratamiento térmico en STA, rampas de calentamiento.	45
Figura 27 Equipo Setaram STA para análisis térmico.	45
Figura 28 Equipo ChemBET Quantachrome	46
Figura 29 Puntos de muestreo de arcilla blanca en el mapa geológico de Micaya.....	48
Figura 30 Difractograma de las muestras netas de Arcilla Blanca	49
Figura 31 Difractograma Separación gravimétrica Comparación de las 3 Fases	51
Figura 32 Triángulo trifásico para tipos de Cerámicos	52
Figura 33 Estructura inicial de Cuarzo SiO ₂	53
Figura 34 Estructura inicial de Caolinita	54
Figura 35 Estructura laminar de la Caolinita	55
Figura 36 Estructura inicial de Moscovita	56
Figura 37 Material de Partida.....	57
Figura 38 Ensayo absorción de la cantidad adecuada de agua.....	58
Figura 39 Absorción de agua apropiada, relación arcilla: agua	59
Figura 40 Conformación final de la mezcla después de envejecimiento (A) proporciones 1:1.5, 1:2, 1:3.5 (B) Proporción 1:4 (C) Proporción 1:5	60
Figura 41 Interacción de caolinita con agua	61
Figura 42 Interacción Moscovita con agua	61
Figura 43 Interacción de la Arcilla Blanca con agua	62
Figura 44 Variación de masa y volumen respecto al tiempo de las probetas	65
Figura 45 Difractograma comparativo para la etapa de secado	66
Figura 46 Estructura del material seco, previo tratamiento térmico	68
Figura 47 Variación de esfuerzo de ruptura para cada Rampa de calentamiento	70
Figura 48 Variación de la Dureza de Mohs para cada rampa de calentamiento	70
Figura 49 Análisis térmico diferencial (DTA) de la materia prima, sedimento portador de caolinita del yacimiento de Micaya, en las 3 rampas de calentamiento.....	71
Figura 50 Análisis termo-gravimétrico (TG) de la materias prima, sedimento portador de caolinita del yacimiento de Micaya, en las 3 rampas de calentamiento.....	71
Figura 51 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 1: v=2°C/min	73
Figura 52 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 2:v=5°C/min	73

Figura 53 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$	74
Figura 54 Análisis de la cristalinidad para el Tratamiento térmico Rampa 1: $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$	75
Figura 55 Análisis de la cristalinidad para el Tratamiento térmico Rampa 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$	75
Figura 56 Área superficial específica y grado de sinterización de los productos obtenidos a 900°C y 950°C para cada una de las rampas de calentamiento.	76
Figura 57 Tratamiento térmico para la cocción de las piezas cerámicas	85
Figura 58 Esquema de elaboración de cerámicos hasta la etapa bizcocho	86
Figura 59 Método de cuarteo para elegir una muestra representativa	87
Figura 60 Ensayo de la Capacitancia	91
Figura 61 Ensayo de autoinducción	92

INDICE DE TABLAS

Tabla 1	Coordenadas Geográficas del área de estudio.....	19
Tabla 2	Coordenadas UTM del área de estudio	19
Tabla 3	Accesibilidad 1 al área de estudio.....	19
Tabla 4	Accesibilidad 2 al área de estudio.....	19
Tabla 5	Ensayo proporción adecuada de agua	36
Tabla 6	Factor k para determinar el límite líquido de la muestra de arcilla.....	38
Tabla 7	Nomenclatura de las probetas de ensayo	44
Tabla 8	Georreferenciación de los puntos de muestreo	48
Tabla 9	Composición mineralógica de la arcilla blanca sin tratamiento	50
Tabla 10	Cantidad de masa obtenida por fases	50
Tabla 11	Composición mineralógica por separación gravimétrica.....	51
Tabla 12	Porcentajes finales de los componentes de la Arcilla Blanca sin tratamiento ..	52
Tabla 13	Resultado del Índice de plasticidad por los límites de Atterberg.....	63
Tabla 14	Clasificación plasticidad de tipos de suelos.....	63
Tabla 15	Pérdida de peso por el secado	64
Tabla 16	Resultados promedio de Dureza y Fractura para probetas en etapa secado.....	67
Tabla 17	Resultados de Volumen reducido, Dureza y Fractura para cada tratamiento térmico.....	69
Tabla 18	Área superficial específica de los productos obtenidos a 900°C y 950°C para cada una de las rampas de calentamiento.....	76
Tabla 19	Superficie específica de algunos tipos de arcilla	77
Tabla 20	Resultados de las pruebas físicas en las piezas cerámicas a diferentes tratamientos térmicos.	78
Tabla 21	Dureza de Mohs - Norma IRAM 11828	93

RESUMEN

En el presente estudio se realizó la evaluación del proceso de producción de Cerámica blanca hasta la etapa Bizcocho como línea base en el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.), ubicado en la localidad de Micaya del departamento de La Paz. Se realizó una estandarización del proceso para la mejora de la calidad del producto cerámico identificando los parámetros importantes que rigen todo el proceso de producción. Desde muestreo específico de la arcilla en el yacimiento asociado al centro, se identificaron los parámetros estructurales de la materia prima por DRX y el material tratado por separación gravimétrica, obteniendo 71% y 59% de cuarzo; 29% y 41% de material arcilloso respectivamente para cada técnica. Se realizaron ensayos físicos de cada parte del proceso como ser absorción apropiada de agua (proporción 1:4, arcilla: agua), índice de plasticidad mayor a 50%, dureza de 2 en la escala de Mohs, contracción por secado del 17% en volumen a temperatura ambiente bajo sombra encontrando un tiempo óptimo de 3 días y contracción por cocción del 21% en volumen en una rampa de calentamiento hasta los 900°C a 5°C/min. Las propiedades físicas del producto final están de acuerdo a normas ISO-Bolivianas. Además, se evaluaron los cambios en la evolución del proceso térmico mediante ATG, DSC y área superficial a tres diferentes rampas de calentamiento de 2, 5 y 10°C/min desde temperatura ambiente hasta los 950°C; la Rampa 3 de 10°C/min es la que usualmente se utiliza en el C.I.F.D.M. para la conformación de las piezas cerámicas hasta la etapa Bizcocho; las otras rampas fueron diseñadas para determinar el efecto de la velocidad en las propiedades del producto final. Con todos los estudios realizados se propuso una metodología estandarizada de producción de cerámica en base a los cambios estructurales y sus propiedades en cada etapa del proceso para garantizar la obtención de piezas de cerámica blanca de buena calidad hasta la etapa bizcocho.

Palabras clave:

Cerámica blanca, arcilla, caracterización estructural, propiedades, bizcocho.



CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

Las arcillas son uno de los recursos minerales naturales más abundantes en la tierra. Son utilizados como materia prima en muchos campos de la industria como la cerámica, el papel, la pintura, el petróleo industria.

Las arcillas cerámicas son uno de los sistemas cerámicos más complicados debido a la relación muy compleja entre el comportamiento de los minerales durante el procesamiento de la cerámica y las transformaciones durante el calentamiento. Hoy en día, un gran desafío es predecir las transformaciones de fase en las cerámicas de silicato, ya que se producen complejas relaciones entre las características estructurales de los productos cocidos y las propiedades físicas.

En el caso de los productos tradicionales cerámica, se producen una serie de transformaciones durante el proceso de cocción que determinan las propiedades del producto final.

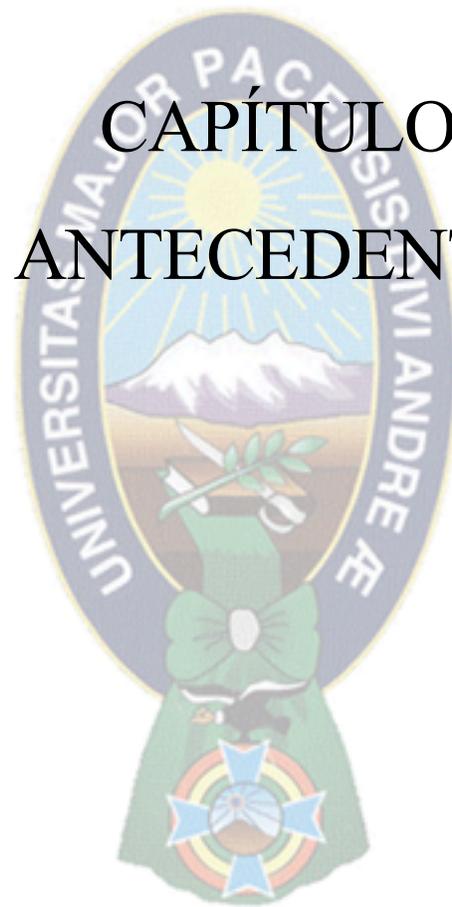
El pueblo de Micaya, ubicado en el departamento de La Paz, posee un depósito arcilla blanca de buena calidad, y son el objeto principal de todo este estudio, que involucra prácticas y aplicaciones de los resultados obtenidos. En 2012 se estableció en la comunidad un Centro de Capacitación Integral con el financiamiento de la Agencia Japonesa de Cooperación Internacional (JICA), el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.).

En este lugar se elaboran piezas cerámicas únicas artesanales donde además de los talleres eventuales dados por el equipo de trabajo para mejora del diseño de dichas piezas, se transite los conocimientos adquiridos a través de las manos, sin embargo, las grandes industrias dedicadas a la elaboración de productos cerámicos, han ido abarcando mercados, desplazando los productos artesanales, puesto que, sus productos superan en cantidad, calidad y tiempos de producción y precio a los de un artesano, sin embargo, nos hemos olvidado del valor de identidad con el que las grandes industrias aún no han podido competir frente a los artesanos.

Por lo que, a través de este proyecto se busca brindar un apoyo para la elaboración de piezas cerámicas de buena calidad, con el ánimo de contribuir a la creatividad de quienes están directamente involucrados, brindándoles una nueva visión del proceso que les permita modificarlo para obtener el máximo rendimiento del producto.



CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES



ANTECEDENTES

2.1. DEPÓSITOS MINERALES INDUSTRIALES DE LA REGIÓN SUR DE LA PAZ - BOLIVIA

La región de La Paz alberga varios depósitos minerales industriales (caolinita, feldespato y minerales refractarios) que han sido explotados intermitentemente por la industria minera a pequeña escala. Aunque estos depósitos muestran un potencial prometedor, no han sido estudiados en detalle y los materiales permanecen sin caracterizar. Una caracterización adecuada es esencial para una evaluación económica de los depósitos.

2.2. UBICACIÓN Y ACCESOS AL ÁREA DE ESTUDIO

El presente trabajo fue realizado en el municipio de Colquencha, Departamento de La Paz, en la localidad de Micaya. Se encuentra comprendida entre los municipios de Totorani y Colquencha, extremo oeste de la cordillera Oriental y el borde este del Altiplano Norte, La Paz – Bolivia. En la figura 1 y la tabla 1 se muestran la ubicación geográfica del área de estudio, así como las coordenadas geográficas de la localidad de Micaya.

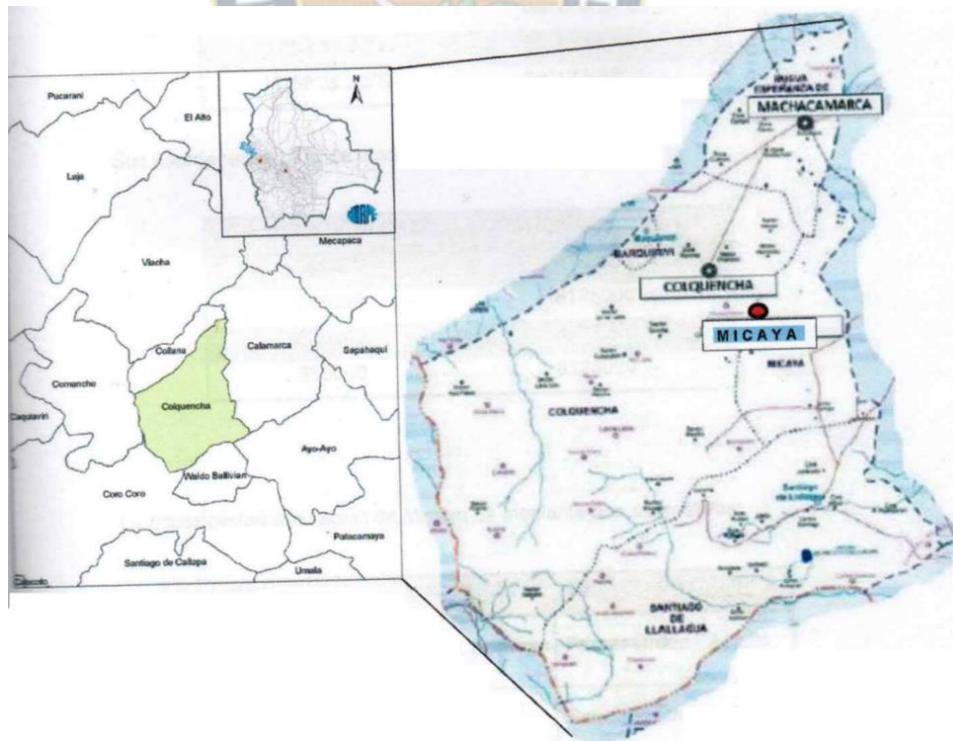


Figura 1 Ubicación del área de estudio

Tabla 1 Coordenadas Geográficas del área de estudio.

LATITUD	LONGITUD
16°55'49,17''S	68°14'55,39''O
16°55'48,53''S	68°12'6,37''O
16°58'31,87''S	68°14'54,75''O
16°58'31,23''S	68°12'5,68''O

Las coordenadas UTM de ubicación se muestran en la tabla 2:

Tabla 2 Coordenadas UTM del área de estudio

COORDENADA ESTE	COORDENADA NORTE
580000	8128000
585000	8128000
580000	8123000
585000	8123000

La accesibilidad a la región de Micaya es mediante dos alternativas, como se muestra en la tabla 3 y 4:

Tabla 3 Accesibilidad 1 al área de estudio.

RUTA	DISTANCIA	ESTADO DEL CAMINO
La Paz – Oruro Desvío en Vilaque	50.1 Km	Primer orden – Asfalto
Vilaque – Colquencha - Micaya	30.7 Km	Segundo orden – Tierra
TOTAL	80.8 Km	

Tabla 4 Accesibilidad 2 al área de estudio

RUTA	DISTANCIA	ESTADO DEL CAMINO
La Paz – Viacha	26.6 Km	Primer orden – Asfalto
Viacha – Colquencha - Micaya	48.1 Km	Segundo orden – Tierra
TOTAL	74.7 Km	

El depósito de Micaya (Figura 2), comprende dos ocurrencias portadoras de caolinita alojadas en rocas sedimentarias. El yacimiento ha sido explotado durante algunos años por la población local para obtener materias primas para la producción de vajilla. Sin embargo, el mapeo geológico detallado y el muestreo no se han llevado a cabo hasta 2006.

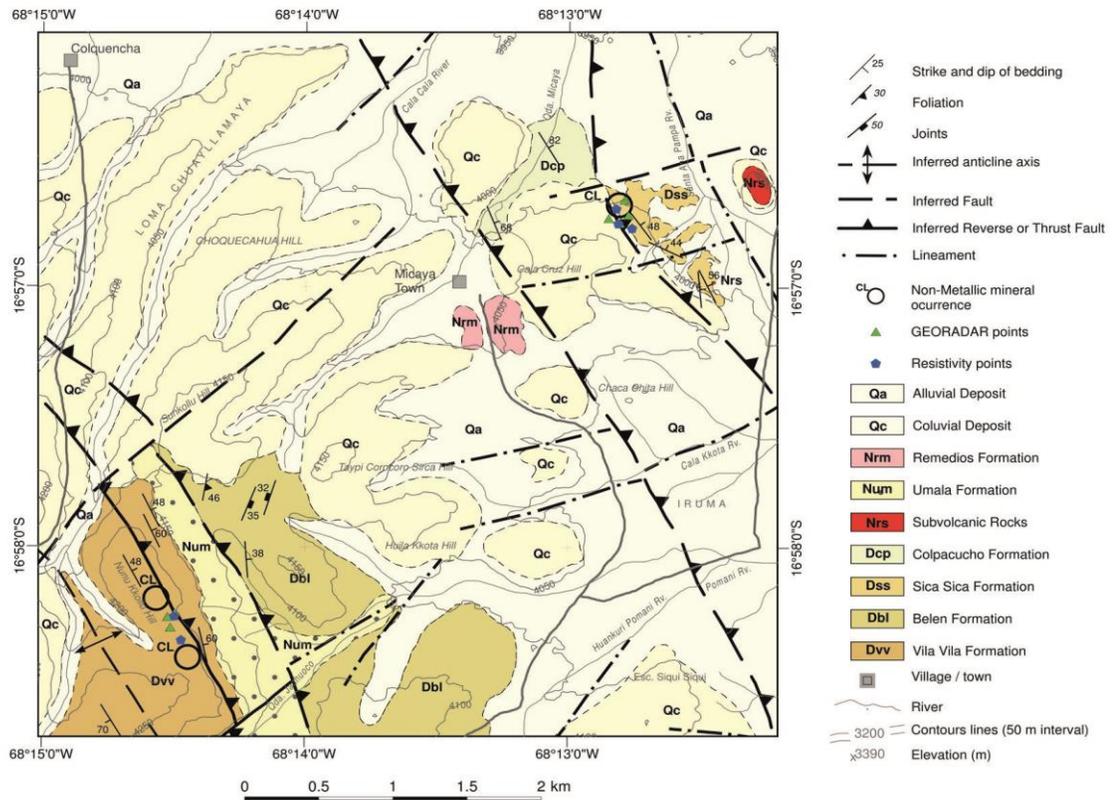


Figura 2 Mapa geológico de Micaya (modificado a partir de la Hoja Geológica de Calamarca, N°5943, Esc 1:100000)

2.3. CARACTERÍSTICAS GEOLÓGICAS Y MINERALÓGICO DE LA CAOLINITA, SEDIMENTOS DEL YACIMIENTO DE MICAYA

El depósito de Micaya está situado en una secuencia sedimentaria devoniana y contiene dos ocurrencias de caolinita (Figura 2). La ocurrencia sudoeste está compuesta de rocas sedimentarias de la Formación Vila Vila (Figura 2), que comprende areniscas cuarzosas y limolitas ricas en muscovita, mientras que en la ocurrencia noroeste los sedimentos con caolinita ocurren en la Formación Sica Sica, que está compuesta de limolitas ricas en muscovita intercaladas con capas delgadas de arenisca (Figura 2). Los estudios petrográficos del sedimento portador de caolinita muestran una textura homogénea en las muestras. Aglomeraciones de microcristales marrones se reconocen como mineral arcilloso bajo luz de polarización plana (Fig. 3A). Los cristales subédricos de cuarzo y muscovita se identifican bajo luz de polarización cruzada (Fig. 3B).

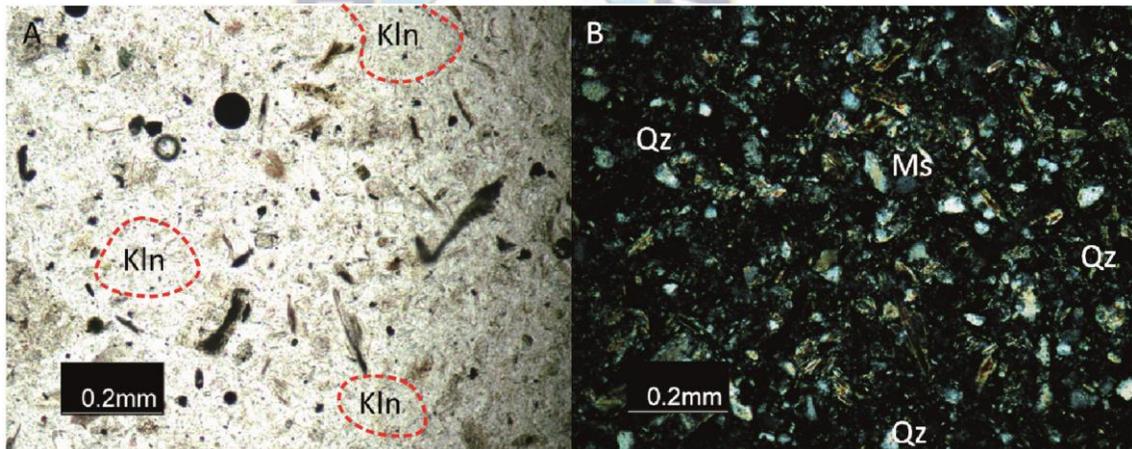


Figura 3 Imágenes del sedimento portador de caolinita: A) Aglomeraciones de cristales de caolinita son visibles (luz de polarización plana); B) Cristales de cuarzo y muscovita son visibles (luz de polarización cruzada).

El análisis de Difracción de Rayos X (DRX) sugiere la presencia de tres fases mineralógicas de la ocurrencia del noreste (Fig. 4A). Está compuesto de 50.8 vol. % de cuarzo (3.36 Å), 35.4 vol. % de moscovita (9.90 Å), y 13.8 vol. % de caolinita (7.12 Å). La roca de la ocurrencia del sudoeste comprende cuatro fases mineralógicas: 56,3 vol. % de cuarzo (3,36 Å), 12,2 vol. % de moscovita (9,90 Å), 24,9 vol. % de caolinita (7,12 Å) y 6,7 vol. % de feldespato (3,23 Å). El patrón de DRX de los materiales del noreste y del suroeste (Fig. 4B) indica una alta cristalinidad para la fase de cuarzo y una cristalinidad pobre para las fases de moscovita y caolinita, corroborado con las imágenes microestructurales en las que se identificaron pilas de moscovita (Figura 5A) y placas irregulares de caolinita (Figura 5B).

La tomografía de resistividad eléctrica y los datos del radar de penetración en el suelo sugieren un espesor de 20 m para la capa de soporte de caolinita en el depósito del suroeste y de 10 m para la capa de soporte de caolinita en el depósito del noreste en el área de Micaya (Figura 2).

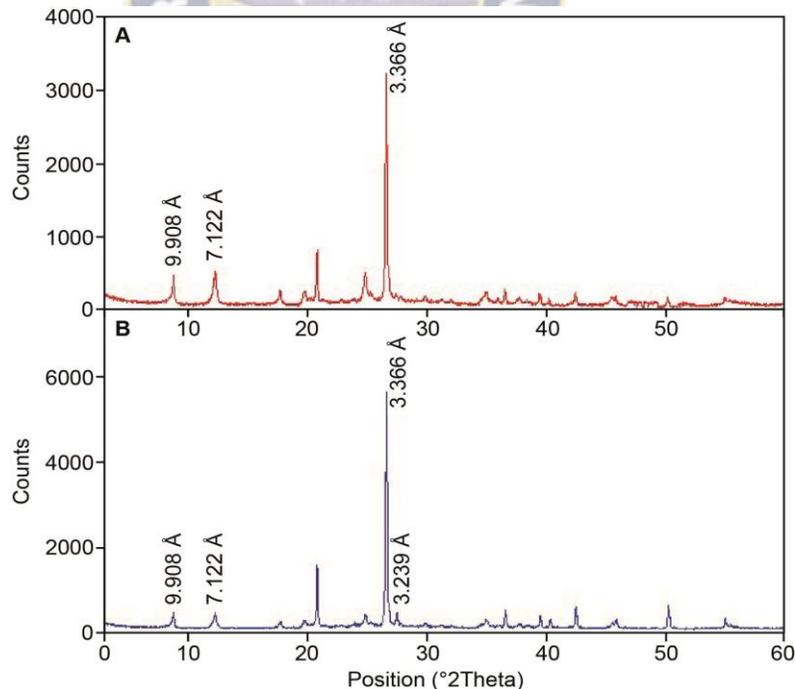


Figura 4 A) Patrón de DRX de la ocurrencia de la caolinita del noreste (unidad Sica Sica). B) Patrón de DRX de la presencia de caolinita en el suroeste (unidad Vila Vila).

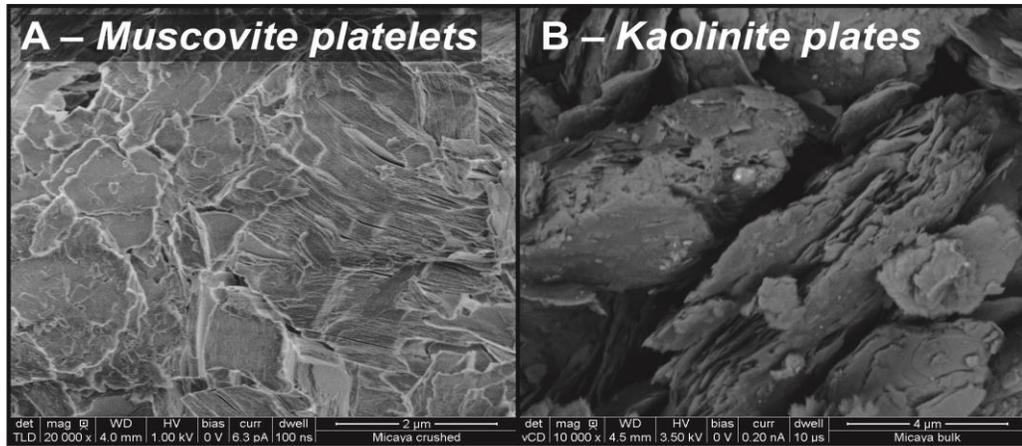


Figura 5 Imágenes SEM de los sedimentos portadores de caolinita del suroeste del depósito de Micaya. A) Plaquetas de moscovita B) Bordes irregulares en las placas de caolinita.

La caracterización química y mineralógica es la clave para entender y evaluar el mejor uso de las mezclas de minerales naturales como materia prima para productos de valor agregado para diferentes propósitos de la industria. Por lo tanto, los depósitos de caolinita formados por alteración hidrotermal de rocas ígneas se convierten comúnmente en el objetivo preferido de la industria química y papelerá, debido a su cristalinidad y pureza (Keller, 1982; Murray y Keller, 1993) en comparación con los depósitos de caolinita derivados de la meteorización de rocas sedimentarias, que generalmente muestran una pobre cristalinidad y contaminación por minerales como el cuarzo y la moscovita (Keller, 1982), así como el hierro y el magnesio. Sin embargo, el ensamblaje mineralógico de los depósitos derivados de la meteorización son deseables para los propósitos cerámicos, ya que el cuarzo dará a la cerámica la resistencia necesaria y la caolinita dará la plasticidad necesaria para formar la pieza hasta la etapa Bizcocho (sin esmaltar) de la cerámica (McCouston y Wilson, 2006). En el área de La Paz, se ha evaluado un depósito de caolinita en Micaya (Figura 2), el cual se forma por el desgaste de limolitas ricas en muscovita de unidades sedimentarias devonianas (Figura 4). Esto sugiere la formación de caolinita a partir de la moscovita, y el análisis microestructural sugiere la formación in-situ.

2.4. MÉTODO ARTESANAL DE EXTRACCIÓN Y PREPARACIÓN DE LA ARCILLA EN EL CENTRO INTEGRAL DE FORMACIÓN Y DESARROLLO MICAYA PARA LA PRODUCCIÓN DE CERÁMICOS.

El trabajo de campo de donde se obtuvo esta información corresponde a visitas al Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.), en entrevistas con los artesanos locales, y visita al yacimiento de arcilla blanca.

2.4.1. Método de extracción

La selección y extracción de la arcilla son procedimientos esenciales para los artesanos ceramistas, ya que de esto depende la posterior creación de las piezas. Una arcilla con impurezas por su mal manejo, entorpece una pieza de buena calidad. En esta oportunidad, se visitó el yacimiento de arcilla blanca, ubicación que se describe en el punto 4.1.1. En la figura 6 se observa el método de extracción de arcilla del yacimiento.

El tiempo entre el yacimiento de arcilla y el C.I.F.D.M. es de aproximadamente 2 horas a pie y 30 minutos en movilidad por lo que la extracción de arcilla se realiza en periodos de tiempo largos (3 a 4 veces por año). Los instrumentos para la recolección se componen de herramientas simples: palas, picotas, bolsas de yute o aguayos.



Figura 6 Extracción de material arcilloso del yacimiento

2.4.2. Conformado de la pasta y pieza cerámica

Las herramientas que utilizan para esta parte son cubetas para el acarreo de agua, gubias, lápices, tornos, paletas de plástico y otros; la mayoría creadas o recreadas por el alfarero para su comodidad, a partir del reciclaje de objetos cotidianos.

Se muele el material arcilloso con piedra y se deposita en baldes o cubetas que se disuelve con abundante agua y se deja reposar por varios días, revolviendo constantemente o hasta que el artesano observe un sedimento en el fondo del recipiente (Figura 7); a este sedimento se le extrae el agua y cuando su textura es más compacta, se confeccionan bolas de arcilla que se pegan en una pared de cemento para que continúe la extracción de líquido; la arcilla por sí sola se desprende de la superficie y esto indica que está lista para el amasado, para que no pierda más cantidad de la necesaria mientras se trabaja con una parte de la pasta se guarda el restante en bolsas de plástico.



Figura 7 Mezclado de arcilla con agua

Entonces el artesano confecciona piezas únicas, mezcla la pasta por 15 minutos para extraer de ella burbujas de aire o alguna impureza; luego se deja reposar y se procede a la elaboración de las piezas, según corresponda con la idea del alfarero (Figura 8). El artífice tiene a disposición diferentes maneras de darle forma a la pasta. Usualmente lo hace mediante el torno, un artefacto muy sencillo en cuanto forma y uso, pero que se ha convertido en el sello de los ceramistas. El torno es confeccionado con materiales en madera y hierro; es movido por la fuerza del pie, que hace girar una rueda en la parte

inferior de este. No hay un torno que se pueda llamar estándar entre los alfareros, cada uno adapta su torno a su condición física y a la disposición de este para la facilidad del trabajo. También se producen piezas definidas hechas bajo molde de yeso, para ello la pasta cerámica debe tener menor contenido de humedad respecto a la pasta que se utiliza para las piezas artesanales.



Figura 8 Conformado de piezas artesanales

Otra de las técnicas manejadas por los artífices en pasta, para conformar piezas, es la utilización de moldes fijos de Yeso (Figura 9); esta técnica es poco utilizada en la actualidad, sin embargo, se maneja la idea de que esta forma de confeccionar vasijas es una manera básica de creación y que, incluso, fue utilizada en la época precolombina para fabricar piezas de considerable valor estilístico.



Figura 9 Conformado de piezas bajo moldes de Yeso

2.4.3. Proceso de secado de las piezas

Después de elaboradas, se dejan secar a la sombra entre dos y siete días, aproximadamente, o hasta que la pieza haya llegado a un “sonido hueco correcto”; es decir, que ya no se encuentre tan suave y frágil como cuando se moldeó (Figura 10). Estas artesanías, fácilmente, podrían volver a ser pasta si se les agregara agua, por lo cual se tiene un cuidado especial al trabajarlas.



Figura 10 Proceso de secado de las Piezas Cerámicas

2.4.4. Proceso de cocción de las piezas

Cuando la producción de piezas es de un número considerable, se procede al horneado, ya sea en horno tradicional o eléctrico. El horneado usualmente se hace cada 15 días, dependiendo de la cantidad de las obras cerámicas.

En el horno, las piezas de mayor dimensión se colocan en la parte inferior, sobre una cama de ladrillos, para que reciban directamente la intensidad del calor; las de menores dimensiones, se colocan dentro de otras, para evitar su agrietamiento o destrucción, lo que significaría perder el trabajo de varias horas. El C.I.F.D.M. cuenta con 3 hornos eléctricos

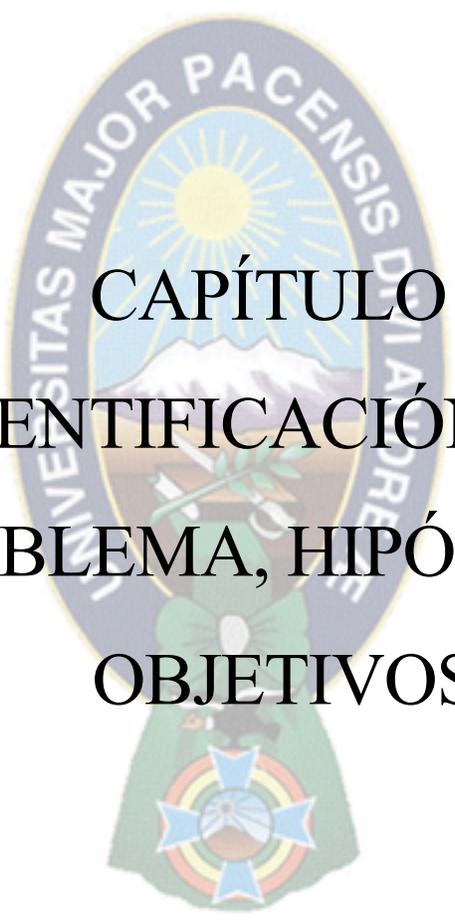
que trabajan bajo la programación del Cono 6, rampa simple de precalentado hasta los 400 °C y luego, incremento la temperatura de cocción hasta los 900 °C o 970 °C a una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

Si el horno es calentado súbitamente, se corre el riesgo de que los ceramios exploten y la labor de manufactura se haya realizado en vano. Las piezas se cuecen por alrededor de 2 horas y se deja enfriar paulatinamente a temperatura ambiente. Los productos obtenidos se observan en la Figura 11.



Figura 11 Piezas artesanales terminadas hasta la etapa bizcocho



The logo of the Universidad Mayor de San Andrés is a circular emblem. It features a sun with rays at the top, a mountain range in the middle, and a green banner at the bottom with a blue cross and a central emblem. The text "UNIVERSITAS MAJOR PACENSIS D. I. A. R. E. N. S. I. S" is written around the perimeter of the circle.

CAPÍTULO 3.
IDENTIFICACIÓN DEL
PROBLEMA, HIPÓTESIS Y
OBJETIVOS

IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA, HIPÓTESIS Y OBJETIVOS

3.1. IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA

La producción de cerámica blanca en el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.), se basa en un proceso de producción empírico (prueba y error) que generan productos de baja calidad, esta deficiente calidad es altamente dependiente del proceso de obtención del producto hasta la etapa Bizcocho. Los cambios estructurales que sufre el material de partida, así como los parámetros físicos involucrados en la producción desde la pasta cerámica hasta la etapa biscocho, son responsables de las características finales del producto cerámico. Sin embargo, no se conocen los parámetros estructurales y físicos del material de partida, ni las características de su transformación estructural hasta la etapa Bizcocho.

3.2 HIPÓTESIS

La identificación de los parámetros estructurales, físicos del material de partida y de las características de su transformación estructural hasta la etapa Bizcocho permitirá mejorar la calidad del material cerámico, de tal manera que permita mejorar el proceso de producción de la Cerámica Blanca en el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.).

3.3 OBJETIVOS

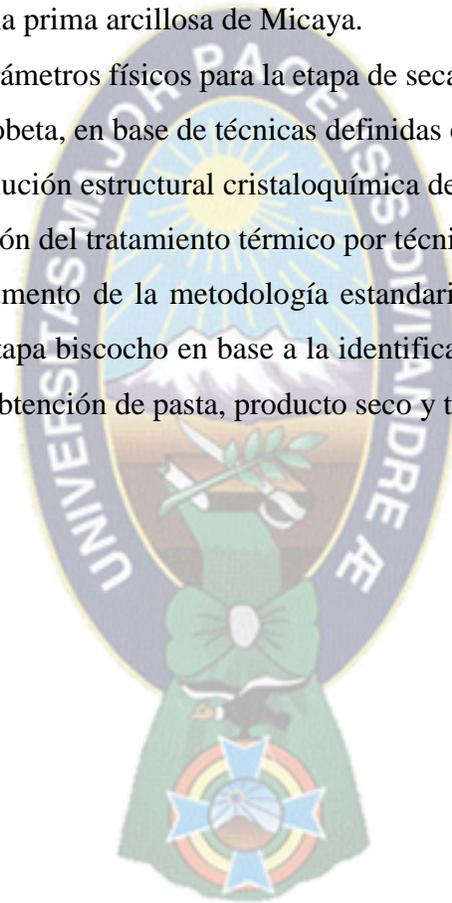
3.3.1. Objetivo General

Identificar los parámetros estructurales y físicos de los productos obtenidos desde la materia prima hasta la cerámica en etapa Bizcocho para proponer una metodología

estandarizada de la cerámica blanca hasta la etapa Bizcocho en el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.).

3.3.2. Objetivos Específicos

- ✓ Caracterización estructural de la materia prima (arcilla blanca) utilizada en la producción de Cerámica blanca del C.I.F.D.M. por técnica de difracción de rayos X, softwares especializados y balance másico.
- ✓ Identificar los parámetros físicos estándares para la obtención de la pasta cerámica a partir de la materia prima arcillosa de Micaya.
- ✓ Identificar los parámetros físicos para la etapa de secado de la pasta cerámica a través del método de probeta, en base de técnicas definidas en normas ISO-BOLIVIANAS.
- ✓ Identificar la evolución estructural cristaloquímica de la materia prima hasta su etapa biscocho en función del tratamiento térmico por técnicas espectroscópicas.
- ✓ Elaborar un documento de la metodología estandarizada de obtención de cerámica blanca hasta su etapa biscocho en base a la identificación de los parámetros óptimos de las etapas de obtención de pasta, producto seco y tratamiento térmico.





CAPÍTULO 4. METODOLOGÍA

METODOLOGÍA

4.1. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE LA MATERIA PRIMA (ARCILLA BLANCA)

4.1.1. Georreferenciación del yacimiento y muestreo adecuado de arcilla blanca.

El yacimiento de arcilla (Figura 12.A) se encuentra a 30 minutos al norte del pueblo de Micaya en el centro Nunu Kholu.

Se seleccionaron 8 puntos representativos del yacimiento (Figura 12.B) y se tomaron muestras de 500 g en cada punto. Estos puntos se seleccionaron a partir de la orientación del yacimiento bajo los antecedentes geológicos (ver Capítulo 2).



2.A

2.B

Figura 12 A) Vista del depósito de arcilla blanca. B) Puntos de muestreo

4.1.2. Método de cuarteo

El proceso de obtención de la muestra representativa se realizó de la siguiente manera, los 8 puntos de muestreo se separaron en dos grupos (este y oeste) respecto a la orientación del yacimiento, se procedió al secado y cuarteado por separado de ambos grupos obteniendo dos muestras de 250 g cada una, ambas se llevaron a Difracción de Rayos X (DRX) viendo que la composición mineralógica no varía, como se muestra más adelante, por lo que se puede considerar la muestra homogénea. Las muestras representativas de la arcilla sin tratamiento fueron denominadas AB-1 y AB-2.

El proceso de obtención de las muestras representativas se resume en la figura 13:

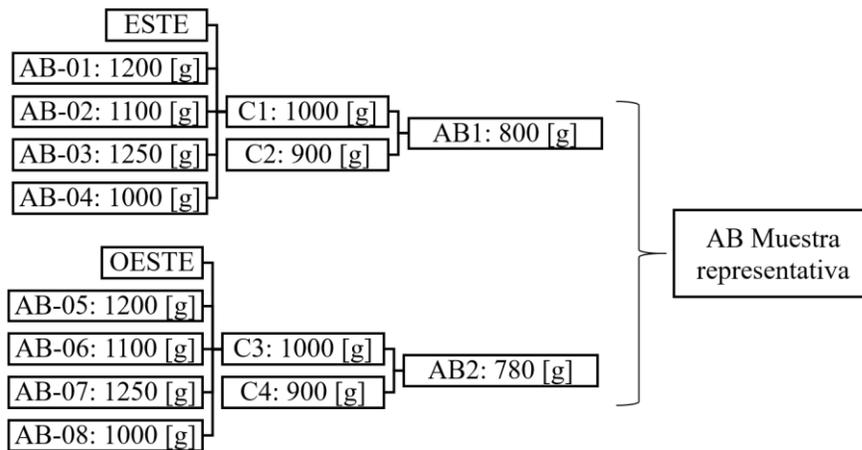


Figura 13 Obtención de muestras representativas por el método de cuarteo

4.1.3. Difracción de Rayos X (DRX).

La composición mineralógica de la muestra de arcilla natural así como los cambios de fase de cada una de las probetas cerámicas en cada punto de inflexión de las rampas de calentamiento se determinaron por el método de Difracción de Rayos X en polvo en un Difractómetro PANalytical Empyrean (Figura 14), radiación de Cu con $\lambda = 1.540598 \text{ \AA}$ a 45 kV y 40 mA en el intervalo de ángulo 2θ entre 0° y 60° , con una velocidad de escaneo de $0.026^\circ/\text{min}$, corridas de $3^\circ/\text{min}$, previo secado de las muestras en estufa a 50°C por 15 min.

Los picos observados en los difractogramas fueron comparados con fichas patrones JCPDF mediante el software de caracterización X'Pert HighScore Plus (Versión: 2.2b (2.2.2)), y se calculó los porcentajes correspondientes a cada componente mediante el software OriginPro 8 SR0 v8.0724 (B724).



Figura 14 Difractómetro de Rayos X, PANalytical Empyrean

4.1.4. Separación gravimétrica de las fases de arcilla

Para conocer y contrastar de forma experimental la composición mineralógica de la muestra neta, se realizó la separación gravimétrica como se muestra en la figura 15:

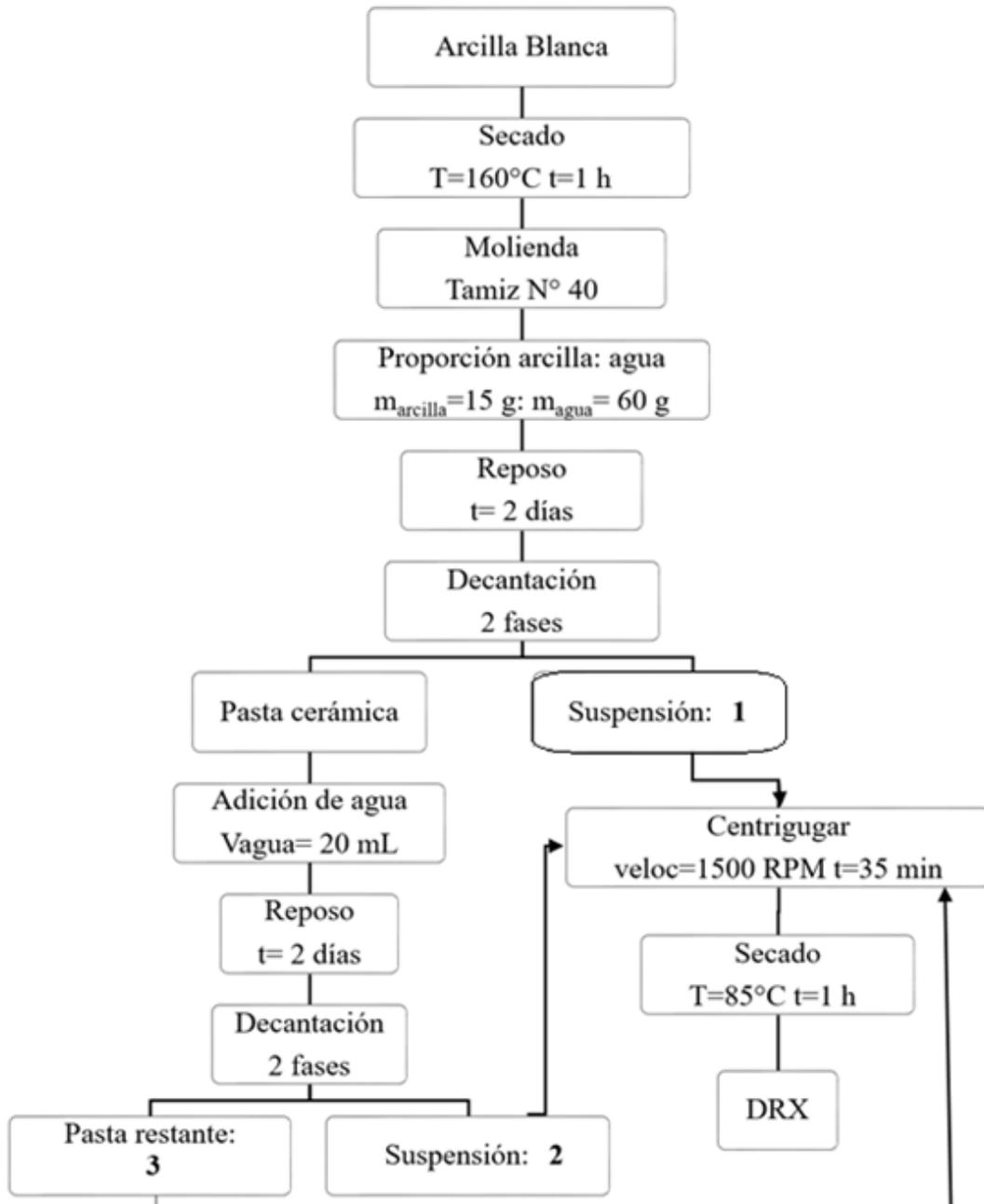


Figura 15 Esquema de separación gravimétrica

4.2. PARÁMETROS FÍSICOS ESTÁNDARIZADOS PARA LA OBTENCIÓN DE PASTA CERÁMICA.

4.2.1. Absorción de la cantidad adecuada de agua

Para determinar la cantidad adecuada de proporción arcilla: agua, se realizaron los ensayos descritos en la tabla 5, se estudió la absorción de agua durante una semana con agitación constante.

Tabla 5 Ensayo proporción adecuada de agua

Numero de ensayo	1		2		3		4		5		6	
Proporción	Arcilla	Agua										
		1	1.5	1	2	1	3	1	3.5	1	4	1
Cantidad (g)	20	30	20	40	30	90	30	100	30	120	30	150

4.2.2. Plasticidad

La plasticidad de la muestra se calcula mediante los límites de Atterberg que definen los contenidos de agua característicos para los que una arcilla determinada, alcanza diferentes estados de consistencia relativa.

Estos contenidos de agua se expresan como el contenido de agua natural de la muestra inalterada en tanto por ciento del peso seco mediante el índice de plasticidad.

Índice de plasticidad I_p , es la diferencia entre los límites líquido y plástico.

$$I_p = \omega_L - \omega_P$$

- ✓ Límite líquido ω_L : es el contenido de agua de una pasta amasada, por encima del cual esta pasta pasa del estado plástico al estado líquido.
- ✓ Límite plástico ω_P : es el contenido de agua de una pasta amasada por debajo del cual pasa del estado plástico al estado semisólido.

4.2.2.1. Límite líquido

Con la muestra de arcilla previamente secada, molida y tamizada se prepara la pasta cerámica de acuerdo con los ensayos anteriores, se coloca suficiente cantidad de pasta de tal forma que llene la cazuela de bronce del equipo casa grande esté llena, figura 16.A), luego de comprimir y nivelar la pasta con la espátula para evitar el ingreso de aire se dividió la pasta cerámica con ayuda de la espátula del equipo como se ve en la figura 16.B).

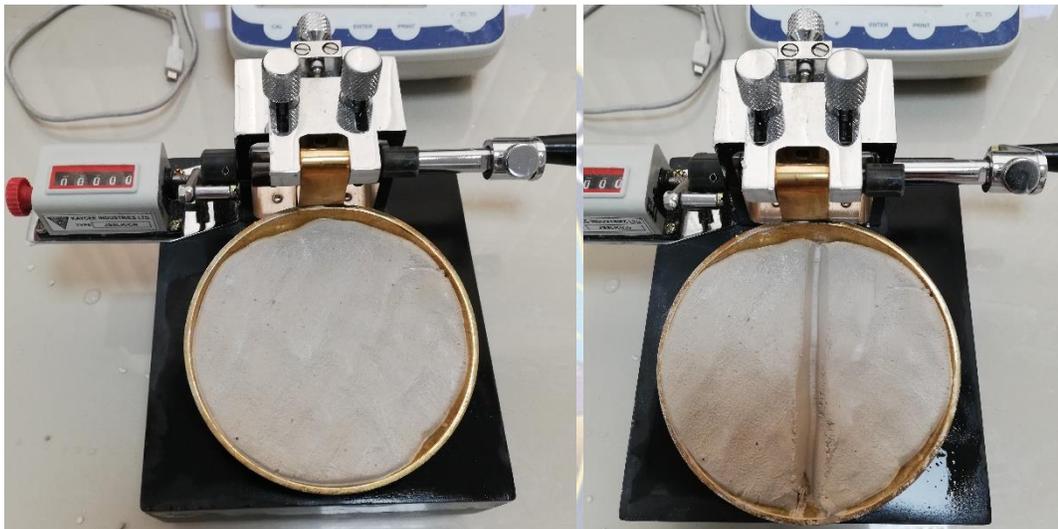


Figura 16 A) Pasta cerámica comprimida en el casa grande B) ranura previo ensayo
Se elevó y golpeó la taza de bronce girando la manija hasta que las dos mitades de la pasta de suelo se pusieron en contacto. Y se anotó el número de golpes requeridos para cerrar la ranura como se muestra en la figura 17.

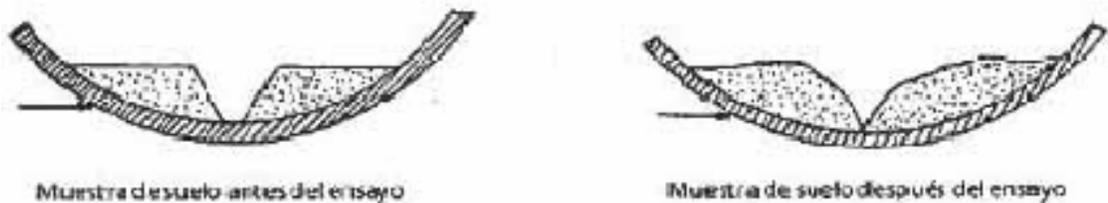


Figura 17 Diagrama ilustrativo del ensayo de límite líquido
Se repitió el ensayo hasta que el segundo cierre de la ranura requirió el mismo número de golpes o no más de dos golpes de diferencia.

Se determinó el límite líquido para cada muestra de acuerdo al número de golpes y contenido de humedad, usando una de las siguientes ecuaciones:

$$LL = W^n \left[\frac{N}{25} \right]^{0.121} \quad \text{o} \quad LL = kW^n$$

Donde:

N = Número de golpes que causan el cierre de la ranura para el contenido de humedad

Wⁿ = Contenido de humedad del suelo, para N golpes.

K = factor dado en la Tabla 6.

Tabla 6 Factor k para determinar el límite líquido de la muestra de arcilla

N (Numero de golpes)	K (Factor para límite líquido)
20	0,974
21	0,979
22	0,985
23	0,990
24	0,995
25	1,000
26	1,005
27	1,009
28	1,014
29	1,018
30	1,022

4.2.2.2. Límite plástico

Se toman aproximadamente 20 g de la pasta ya preparada y se amasa en forma de esfera, se separaron en dos grupos y se moldeo la mitad de la muestra en forma de elipsoide, a continuación, se rueda con los dedos de la mano sobre la superficie lisa, con la presión estrictamente necesaria para formar cilindros (Figura 18).

Si antes de llegar el cilindro a un diámetro de unos 3.2 mm (1/8") no se ha desmoronado, se vuelve a hacer un elipsoide y a repetir el proceso, cuantas veces sea necesario, hasta que se desmorone aproximadamente con dicho diámetro.

La porción así obtenida se colocó en vidrios de reloj o pesa-filtros tarados, se continuó el proceso hasta reunir unos 6 g de suelo y se determinó la humedad de acuerdo a la guía de Determinación del contenido de humedad.

Se repitió, con la otra mitad de la masa, el proceso indicado.



Figura 18 Ensayo límite plástico

El límite plástico es el promedio de las humedades de ambas determinaciones. Se expresa como porcentaje de humedad, con aproximación a un entero y se calcula así:

$$\text{Límite Plástico} = \frac{\text{Peso de agua}}{\text{Peso de suelo secado al horno}} \times 100$$

4.3. PARÁMETROS FÍSICOS PARA LA ETAPA DE SECADO DE LA PASTA CERÁMICA A TRAVÉS DEL MÉTODO DE PROBETA.

4.3.1. Conformado de las piezas de arcillas “probetas”

Con la pasta cerámica preparada mediante las indicaciones anteriormente descritas, se realizó el conformado de las probetas cerámicas, haciendo referencia a las especificaciones de la norma NB-ISO 10545:2, tomando en cuenta que al momento del moldeado no se desperdició el agua sobrante de la proporción 1:4 de arcilla: agua.

Las dimensiones de probetas de arcillas con las que se trabajaron, se muestran en la figura 19:

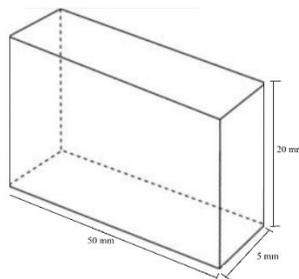


Figura 19 Dimensiones de la probeta utilizada

Se amasa la pasta cerámica hasta tal punto de que no quede agua del decantado, entonces se aplicó presión sobre una superficie plana para evitar que se generen espacios de aire, luego se pasa dicha pasta por dos rodillos fijos y calibrados para definir el grosor de las probetas en 5 ± 2 [mm], finalmente se definió el ancho y largo de cada probeta realizando cortes con la regla metálica (Figura 20).

Para reducir el margen de error, se midieron las dimensiones de las probetas primero con regla metálica y luego por triplicado con el uso de un Calibrador digital con milimétrica y pulgada en fraccional $6'' \times 0.0005'' / 150 \times 0.01 \text{mm}$ (Figura 21).



Figura 20 Conformado de las probetas cerámicas

Las dimensiones de las probetas fueron nombradas como, largo A [mm], Ancho D [mm] y Espesor E [mm], para fines prácticos en el cálculo de las siguientes pruebas.



Figura 21 Medición de las dimensiones de la probeta

4.3.1.1. Densidad Aparente

Como se tiene las dimensiones y masa de cada muestra (probeta), se calcula la densidad aparente de las mismas, mediante la fórmula:

$$\delta = \frac{m}{V}$$

4.3.1.2. Pérdida de peso y contracción por secado a Temperatura Ambiente y por cocción hasta $T=100^{\circ}\text{C}$

Se registró la pérdida de masa durante 3 días de 18 probetas en una balanza analítica de precisión de 0.0001g, luego se llevó a secado en una estufa a 100°C por 6 horas (Figura 22).



Figura 22 Secado de las probetas en estufa hasta 100°C

4.3.2. Caracterizaciones físicas después del tratamiento térmico

4.3.2.1. Dureza

Se determinó la dureza de 21 probetas en cada punto de la rampa de calentamiento denominadas R: rampa T: temperatura (R_n-T_n) por triplicado, para cada tratamiento térmico por separado, realizando un procedimiento como dicta la NORMA IRAM 11828, el cual se describe a continuación:

Se colocó la probeta sometida a ensayo sobre un soporte firme con la cara hacia arriba, se frotó sobre la superficie por ensayar, tomando con la mano un cantón del material, aplicando una presión uniforme tal que al final del ensayo, la superficie de la probeta quedó rayada (Figura 23).

Se repitió el proceso por triplicado. Se examinaron las rayas a simple vista. Se anotó para cada probeta, el mineral de mayor dureza según la escala de Mohs que produjo no más de una raya.

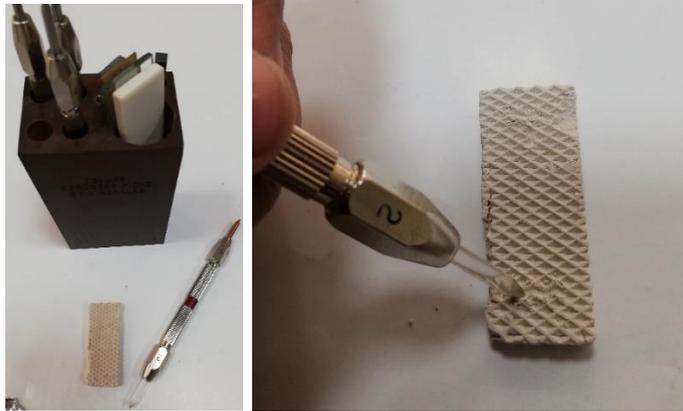


Figura 23 Determinación de la Dureza por el método de Mohs

4.3.2.2. Resistencia a la fractura

El dispositivo experimental utilizado fue una variación del péndulo de Charpy, para ensayos de impacto. Como se muestra en la siguiente figura 24.

El dispositivo consta de:

- Un cabezal (cilindro plástico con arandelas) con una masa de 43,4 g.
- Un penetrador con una superficie de impacto igual a 0.16mm^2 .
- Un transportador que se ajustó al eje de rotación.

Se procede a colar la muestra al extremo del cabezal del dispositivo que tiene contacto con el penetrador en punta; en el otro extremo del cabezal se sujeta una pesa de masa conocida, se eleva el péndulo midiendo el ángulo mínimo y se deja caer el cabezal, se repite la operación aumentando el ángulo de impacto hasta que la muestra quede rota, se anota dicho ángulo, con el que se calculó fuerza de impacto F y posteriormente el esfuerzo a la rotura de flexión σ_{ult} .



Figura 24 Ensayo de Ruptura (o MOR)

4.4. EVOLUCIÓN ESTRUCTURAL CRISTALOQUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA HASTA SU ETAPA BISCOCHO EN FUNCIÓN DEL TRATAMIENTO TÉRMICO POR TÉCNICAS ESPECTROSCÓPICAS.

4.4.1. Rampas de calentamiento de la cocción de las probetas cerámicas.

Para determinar la velocidad de calentamiento óptima para la obtención de cerámica blanca, se trabajó con tres rampas de calentamiento que van desde temperatura ambiente hasta una temperatura máxima de 950°C, con 7 rampas de temperatura, en cada rampa se caracterizaron las probetas para intervalo de temperatura, y en cada temperatura crítica se retiró una probeta que posteriormente se llevó a DRX para determinar las fases mineralógicas presentes (nomenclatura tabla 7). Las tres rampas con sus velocidad de calentamiento son : R1: $v_1 = 2^\circ\text{C}/\text{min}$; R2: $v_2 = 5^\circ\text{C}/\text{min}$ y R3: $v_3 = 10^\circ\text{C}/\text{min}$, como se muestra en la figura 25.

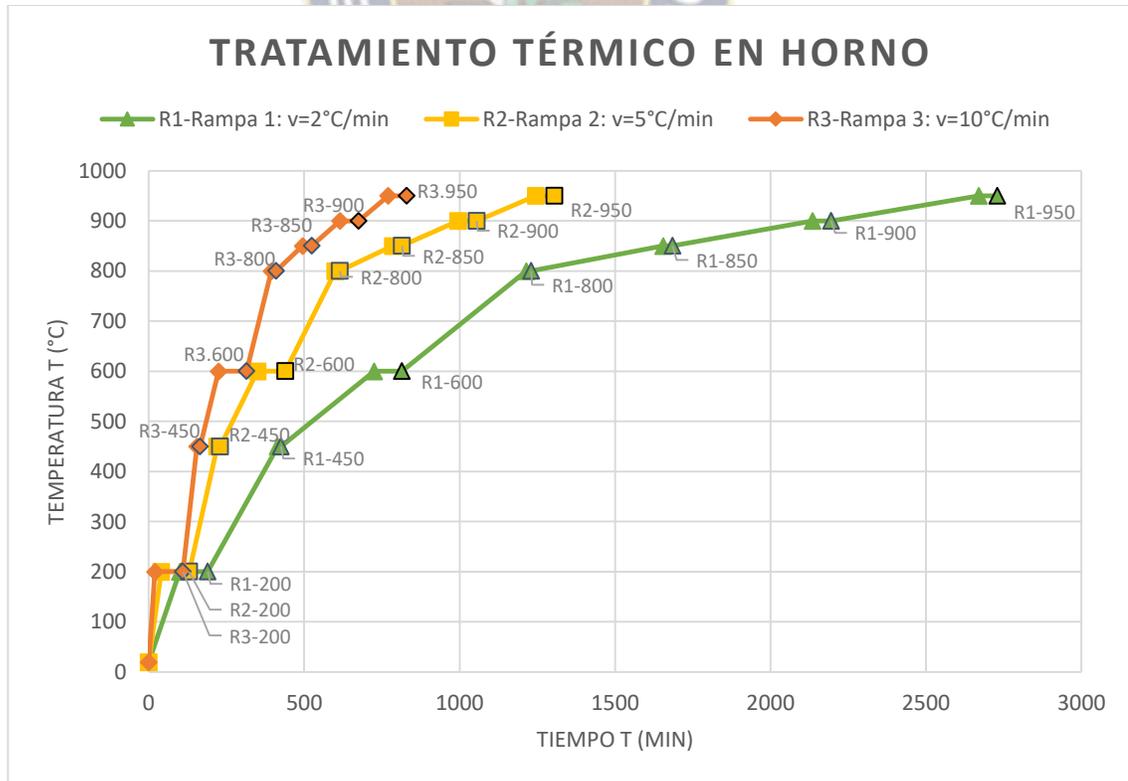


Figura 25 Tratamiento térmico en horno, rampas de calentamiento.

Con el propósito de realizar el seguimiento de sus propiedades y los cambios de fase que sufre la mezcla arcillosa, se fabricaron probetas de control. Las probetas fabricadas fueron denominadas de acuerdo a la rampa empleada para su tratamiento y asociada a la temperatura a la que se realizó su caracterización, por ejemplo: R2-600, denota a la probeta obtenida con el tratamiento térmico de la rampa 2 hasta una temperatura de 600 °C. Las probetas obtenidas se pueden ver en la tabla 7:

Tabla 7 Nomenclatura de las probetas de ensayo

T °C	R1: Rampa 1	R2: Rampa 2	R3: Rampa 3
200	R1-200	R2-200	R3-200
450	R1-450	R2-450	R3-450
600	R1-600	R2-600	R3-600
800	R1-800	R2-800	R3-800
850	R1-850	R2-850	R3-850
900	R1-900	R2-900	R3-900
950	R1-950	R2-950	R3-950

4.4.2. ATG – DSC

Se realizó el análisis térmico diferencial ATD y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, del inglés Diferencial Scanning Calorimetry) de 3 muestras en un equipo Setaram STA (Figura 27), una para cada rampa de calentamiento, con un peso constante de 100 mg para cada prueba con atmósfera neutra (N₂), manteniendo como variable las velocidades de calentamiento como en el tratamiento térmico por horno (Figura 25), variando los puntos críticos de las temperaturas como se muestra a continuación en la Figura 26:

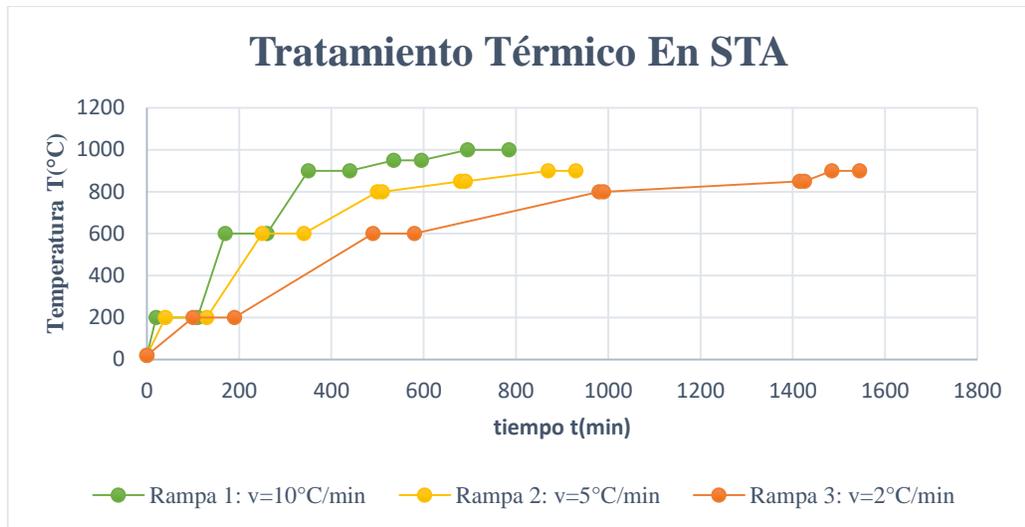


Figura 26 Tratamiento térmico en STA, rampas de calentamiento.



Figura 27 Equipo Setaram STA para análisis térmico.

4.4.3. Área superficial específica por BET

Se utilizó el equipo ChemBET Quantachrome (figura 28), para determinar el área superficial específica usando un punto (single point), se colocó en la celda de análisis una masa de 64 mg de muestra, luego, se realizó el cambio del gas de N_2 a una mezcla de N_2/He de presión relativa 0.2, a continuación se sumergió el tubo porta muestra en nitrógeno líquido por 10 min, luego se cambió y se sumergió el tubo en un vaso con agua a temperatura ambiente por 10 min. Las señales se registraron con un detector tipo TCD.



Figura 28 Equipo ChemBET Quantachrome

Diseño Experimental para determinar la Evolución estructural cristalquímica de la materia prima hasta su etapa biscocho en función del tratamiento térmico por técnicas espectroscópicas:

Constantes de salida	Variables de Proceso								Variables de salida
	Rampas de calentamiento	Temperaturas Críticas (°C)							
		200	450	600	800	850	900	950	
Probetas cerámicas, tamaño y peso	R1. v=2 (°C/min)	R1.200 100min	R1.450 225min	R1.600 300min	R1.800 400min	R1.850 425min	R1.900 450min	R1.950 475min	Área Superficial
	R2. v=5 (°C/min)	R2.200 40min	R2.450 90min	R2.600 120min	R2.800 160min	R2.850 170min	R2.900 180min	R2.950 190min	Sinterización
	R3. v=10 (°C/min)	R3.200 20min	R3.450 45min	R3.600 60min	R3.800 80min	R3.850 85min	R3.900 90min	R3.950 95min	Cristalinidad

4.5. DOCUMENTO DE LA METODOLOGÍA ESTANDARIZADA DE OBTENCIÓN DE CERÁMICA BLANCA HASTA SU ETAPA BISCOCHO

Una vez realizada la caracterización de los materiales de partida y productos, así como del procedimiento de fabricación de cerámica, se emplean estos resultados para proponer una metodología estandarizada para la fabricación de cerámica con propiedades reproducibles. Esta información se ha compilado en un documento que se muestra en la sección de anexos, como un producto del estudio realizado.

The logo of Universidad Mayor Pacensis Divinópolis is an oval emblem. The top half features a sun with rays over a landscape with mountains. The bottom half shows a green field with a white dove and a blue cross with a white center. The text 'UNIVERSITAS MAJOR PACENSIS DIVINÓPOLIS' is written around the oval.

CAPÍTULO 5.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

RESULTADOS Y DISCUSIONES

5.1. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE LA MATERIA PRIMA

5.1.1. Georreferenciación del yacimiento y puntos de muestreo de arcilla blanca.

La ubicación del depósito de arcilla blanca se georreferenció de acuerdo a la tabla 8:

Tabla 8 Georreferenciación de los puntos de muestreo

N°	Código	Localización	
		Latitud	Longitud
1	AB-01	16°55'49,17''S	68°14'55,39''O
2	AB-02	16°55'48,53''S	68°12'6,37''O
3	AB-03	16°58'31,87''S	68°14'54,75''O
4	AB-04	16°58'31,23''S	68°12'5,68''O
5	AB-05	16°55'46,17''S	68°14'55,39''O
6	AB-06	16°55'43,53''S	68°12'6,37''O
7	AB-07	16°58'32,87''S	68°14'5,75''O
8	AB-08	16°58'33,23''S	68°12'55,68''O

La ubicación de los puntos de muestreo se muestra en la figura 29 con un acercamiento de la zona en donde cada triángulo morado representa un determinado punto de muestreo:

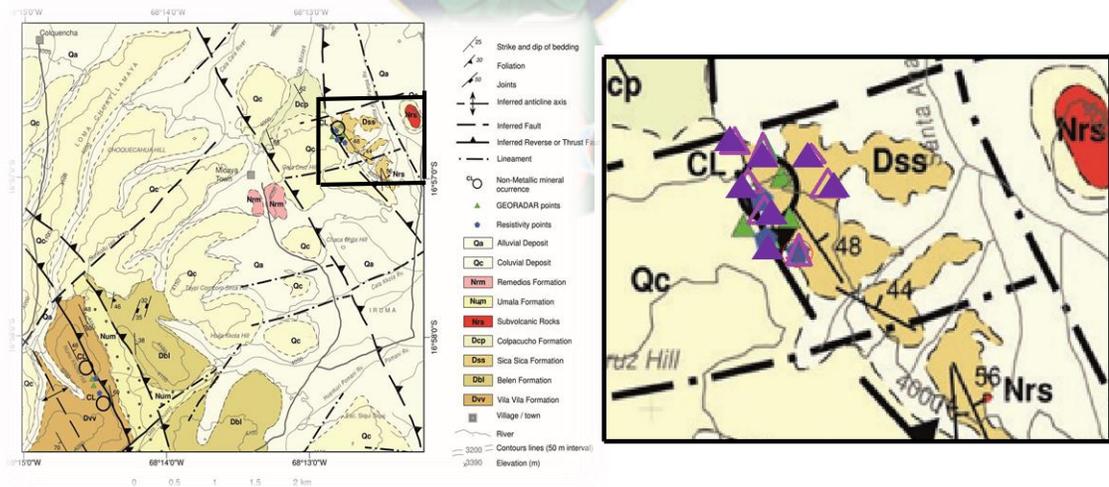


Figura 29 Puntos de muestreo de arcilla blanca ▲ en el mapa geológico de Micaya

5.1.2. Caracterización de la arcilla blanca sin tratamiento mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX).

En la Figura 30 puede apreciarse los difractogramas obtenidos para las muestras de arcilla blanca cuarteada para la obtención de 2 muestras representativas (AB1 y AB2). Puede apreciarse que, en ambos casos, la fase mayoritaria corresponde a cuarzo (ficha 01-079-1910) con presencia de fases secundarias de moscovita (00-002-0058) y caolinita (00-006-0221).

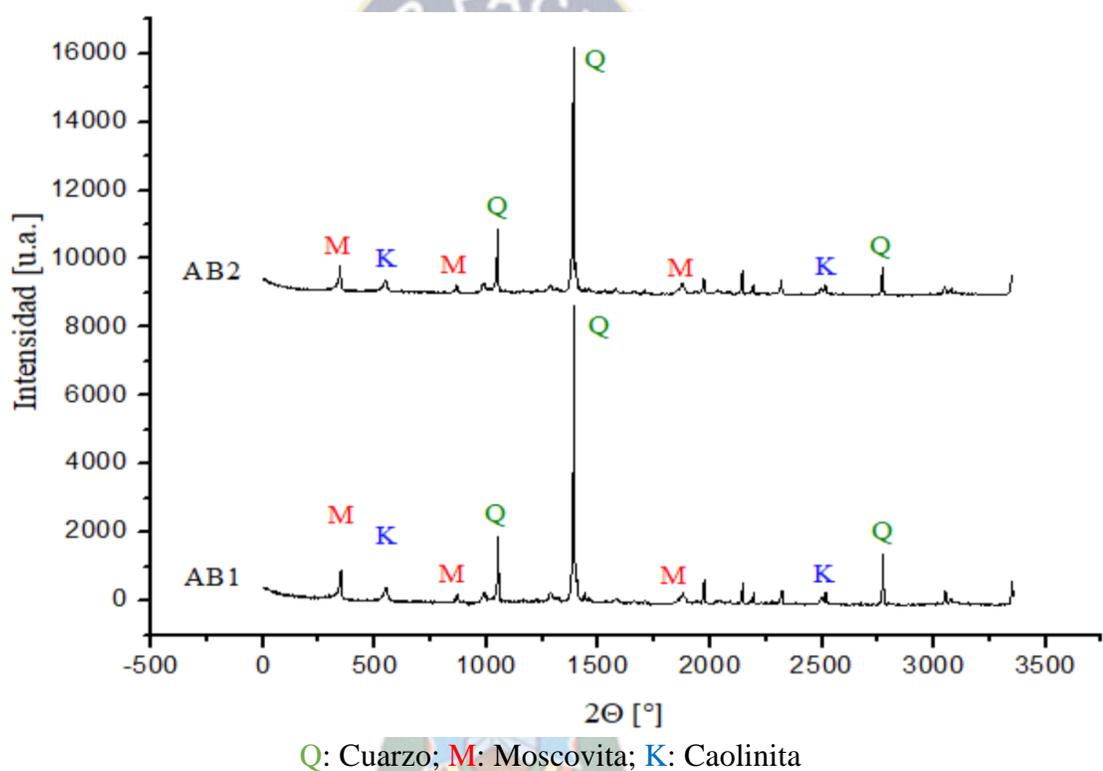


Figura 30 Difractograma de las muestras netas de Arcilla Blanca

Por otro lado, a través de la cuantificación por intensidades y áreas de los picos característicos de cada fase con un error de +/- 5%, se determinó los contenidos porcentuales de cada fase mineralógica los cuales se presentan en la tabla 9.

Tabla 9 Composición mineralógica de la arcilla blanca sin tratamiento

N	Nombre	Código	Fórmula Química	Cuant %		\bar{X} Media
				AB.1	AB.2	
1	Cuarzo	01-079-1910	SiO ₂	72.44	69.63	71.04
2	Moscovita	002-0058	KAl ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂	17.32	18.83	18.08
3	Caolinita	006-0221	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	10.23	11.54	10.88

Los porcentajes encontrados en la composición mineralógica en ambas muestras representativas son muy cercanos y atribuibles al error de la técnica. Es así que se realizó un nuevo cuarteo mezclando ambas muestras para trabajar con una sola muestra representativa en los siguientes análisis.

5.1.3. Separación gravimétrica de las fases de arcilla

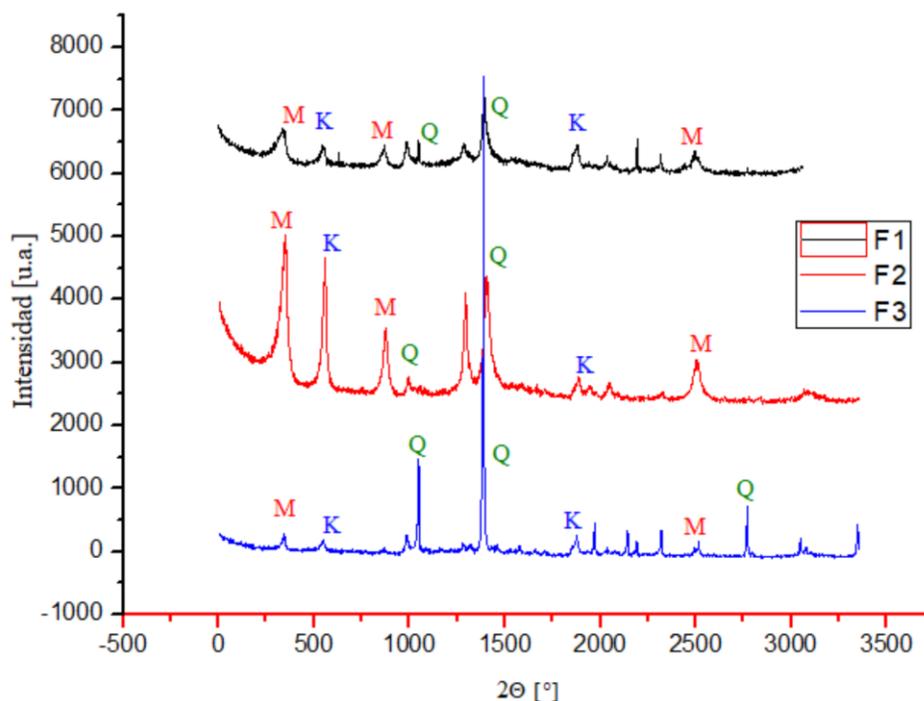
De las dos pruebas realizadas se tiene el peso de cada fase recuperada (Fase 1: F1, Fase 2: F2 y Fase 3: F3), estos resultados y los porcentajes correspondientes a cada uno de ellos se muestran en la tabla 10:

Tabla 10 Cantidad de masa obtenida por fases

Fase	Prueba 1 m[g]	Prueba2 m[g]	Media [g]	% Muestra
F1	0.04	0.04	0.04	0.32
F2	0.28	0.28	0.28	2.08
F3	12.94	12.94	12.94	97.60
TOTAL	13.26	13.26	13.26	100

Una vez realizado el tratamiento (ver esquema cap. 4 figura 16), la cantidad que se recupera de arcilla en las suspensiones restantes respecto de la masa inicial son alrededor del 11.7092% de material arcilloso.

Se realizó análisis de Difracción de Rayos X para cada fase, comparando los difractogramas de las 3 fases, se tiene el difractograma de la figura 31:



Q: Cuarzo; M: Moscovita; K: Caolinita

Figura 31 Difractograma Separación gravimétrica Comparación de las 3 Fases

La composición mineralógica de la muestra neta, por separación gravimétrica dio los resultados de la tabla 11, siendo P1: Prueba 1 y P2: Prueba 2.

Tabla 11 Composición mineralógica por separación gravimétrica

		% Cuarzo	\bar{X}	% Moscovita	\bar{X}	% Caolinita	\bar{X}
Fase 1 (F1)	P1	27.26	26.70	54.95	55.78	41.02	29.14
	P2	26.15		56.60		17.25	
Fase 2 (F2)	P1	8.45	7.48	54.95	56.74	36.60	35.78
	P2	6.52		58.53		34.95	
Fase 3 (F3)	P1	78.28	68.56	16.52	19.11	5.20	12.32
	P2	58.85		21.70		19.45	

La composición de las fases mostradas en la tabla 12, indica que la cantidad mayoritaria de caolín logra concentrarse en la fase 2 con una muy alta reducción de cuarzo. La moscovita también disminuye significativamente y en mayor porcentaje que la caolinita.

Mediante los resultados obtenidos en la tabla 12 se realizó la relación peso/peso en porcentaje de los componentes de la muestra en las 3 fases, y la cantidad de arcilla inicial y comparando con los porcentajes obtenidos por DRX, se tiene:

Tabla 12 Porcentajes finales de los componentes de la Arcilla Blanca sin tratamiento

Técnica	% Quartz	% Muscovite	% Kaolinite	% Arcilla en suspensión	% Total de Arcilla
DRX	71	18	11	-	29
Separación Gravimétrica	59	18	11	12	41

El contenido de estas fases mineralógicas se puede representar mediante un diagrama trifásico como el de la figura 32. Con los porcentajes encontrados anteriormente (tabla 12) se localiza la composición del material cerámico para ambas técnicas:

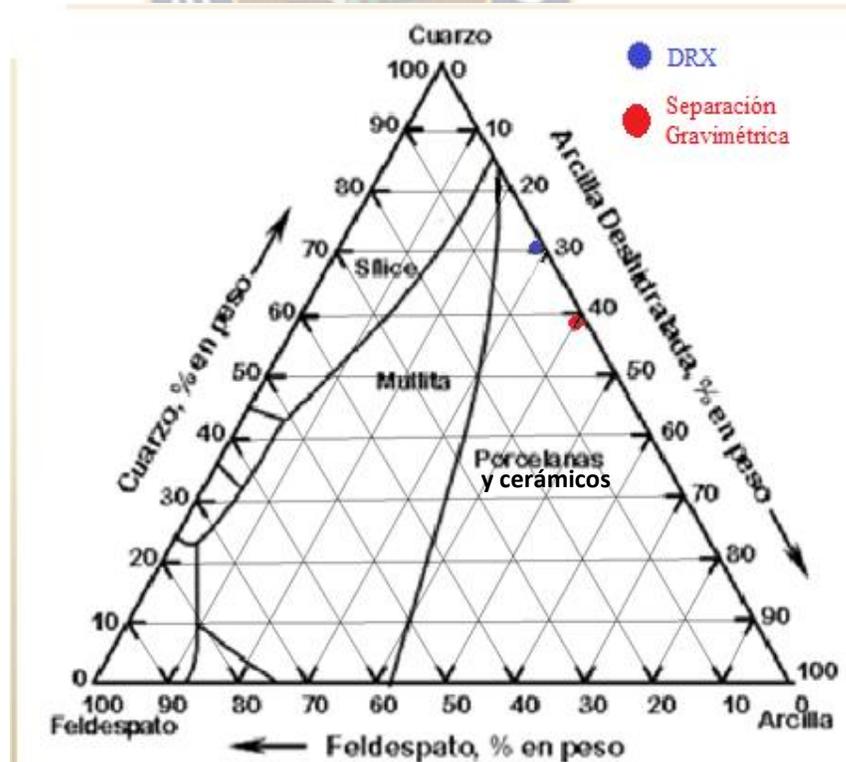


Figura 32 Triángulo trifásico para tipos de Cerámicos

Del sistema de tres fases mostrado anteriormente se debe resaltar que se considera el porcentaje total de arcilla obtenido por ambas técnicas, el porcentaje de cuarzo correspondiente, además de un valor de feldespato de 1% que como no se logró identificar en las separaciones se considera mínimo. También se observa que el porcentaje real de arcilla en la muestra es de 40.67% por lo que se puede catalogar la muestra de arcilla blanca como apta para la producción de Cerámica Blanca o de tipo Porcelana.

5.1.4. Parte estructural

La fabricación de una cerámica blanca tipo porcelanato involucra la mezcla de tres fases mineralógicas: cuarzo (desengrasante), feldespato (fundente) y arcilla blanca (material plástico). Cada uno de estos componentes se explica en cuanto a cristalografía a continuación:

5.1.4.1. Cuarzo

La sílice se presenta en dos formas cristalinas llamadas cuarzo α y cuarzo β , las cuales se transforman una en otra y en forma reversible a la temperatura de 573 °C.

Si consideramos la estructura del SiO₂ de la figura (cif tratado con el programa Crystal Maker Professional Edition), se puede observar que se forman tetraedros donde el centro pertenece al Silicio y tiene 4 oxígenos en cada vértice, cada oxígeno es compartido entre dos tetraedros (Figura 33).

Cristalografía:

Tipo de estructura:	Cristal
Fórmula Química:	Si O ₂
Grupo espacial:	$P 3_2 2 1$
Sistema cristalino:	Trigonal
a:	4.9134 Å
c:	5.4051 Å
Unidad Asimétrica:	2 sitios
Celda Unidad:	9 sitios por celda unidad
Densidad:	2.6489 g/cm ³

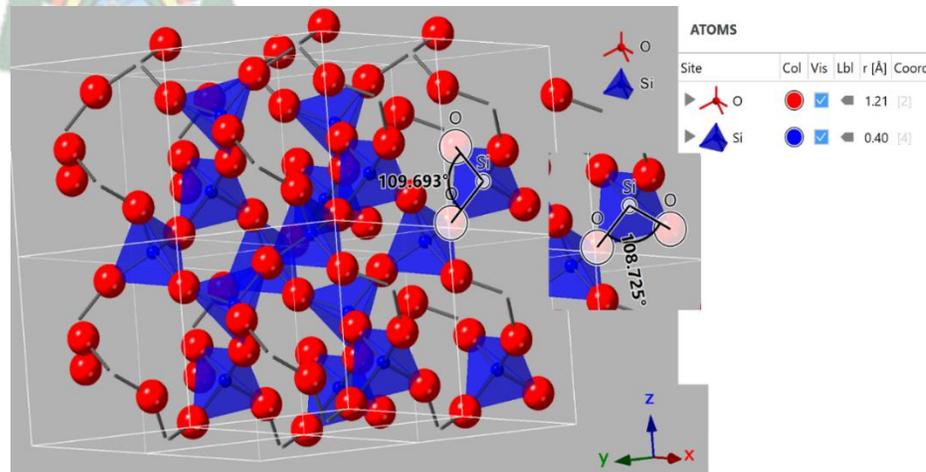


Figura 33 Estructura inicial de Cuarzo SiO₂

El cuarzo actúa como desengrasante en los cerámicos, estos son agregados no plásticos que favorecen la migración de las moléculas de agua en el proceso de secado previniendo las fracturas. Los desengrasantes son los materiales inertes que controlan los grados de plasticidad de las pastas. En la actualidad el manejo del desengrasante es uno de los parámetros más importantes pues según la temperatura de cocción del objeto cerámico, el desengrasante tomará parte activa en las reacciones que suceden en el proceso de cocción y contribuirá activamente en la formación de las características finales del artefacto.

5.1.4.2. Kaolinite

Este mineral tiene fórmula $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, su composición química es aproximadamente: Al_2O_3 : 46.5%; SiO_2 : 39.6 % y H_2O : 13.9 %

Desde el punto de vista estructural, la Caolinita está constituida por tetraedros de SiO_2 unidos en mallas hexagonales superpuestas a octaedros de Al_2O_3 también dispuestos en malla hexagonal; la unión entre estos dos estratos es asegurada por el hecho de que los octaedros de aluminio comparten iones oxígeno con los tetraedros de sílice. Los otros iones oxígeno no compartidos están unidos a iones hidrógeno formando hidroxilos.

Cada estrato tetraédrico está unido a un octaédrico formando un filosilicato del tipo 1:1 que se convierte en una laminilla doble. (Figura 34)

Structure Type:	Crystal
Chemical Formula:	$\text{H}_4 \text{Al}_2 \text{Si}_2 \text{O}_9$
Spacegroup:	C 1
Crystal System:	Triclinic
a:	5.1535 Å
b:	8.9419 Å
c:	7.3906 Å
α:	91.926°
β:	105.046°
γ:	89.797°
Asymmetric Unit:	17 sites
Unit Cell:	34 sites per unit cell
Cell Volume:	328.708 Å ³
Density:	2.6084 g/cm ³

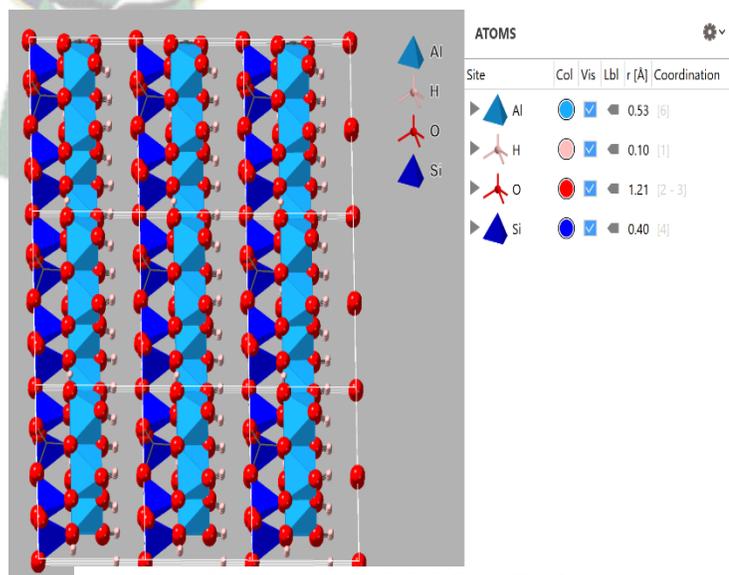


Figura 34 Estructura inicial de Caolinita

El edificio cristalino tridimensional resulta por lo tanto de la apilación de dichas laminillas unidas tipo T-O T-O entre sí por débiles fuerzas intermoleculares.

Por eso se dice que la Caolinita, lo mismo que los demás filosilicatos semejantes, tiene hábito foliáceo y presenta exfoliación paralela al plano de los estratos tetraédricos.

Cada capa de caolinita comprende una lámina octaédrica y una hoja tetraédrica. Las capas de caolinita son menos estrechamente unidas en la dirección X, por hidrógeno unión entre sitios hidroxilo en la gibbsita basal plano y los oxígenos de la lámina tetraédrica de silicio.

La caolinita tiene diferentes estructuras superficiales entre los planos base (001) y planos de borde: (1 1 0) y (0 1 0). Por lo tanto, se sabe que la caolinita tiene una carga superficial heterogénea. (Figura 35)

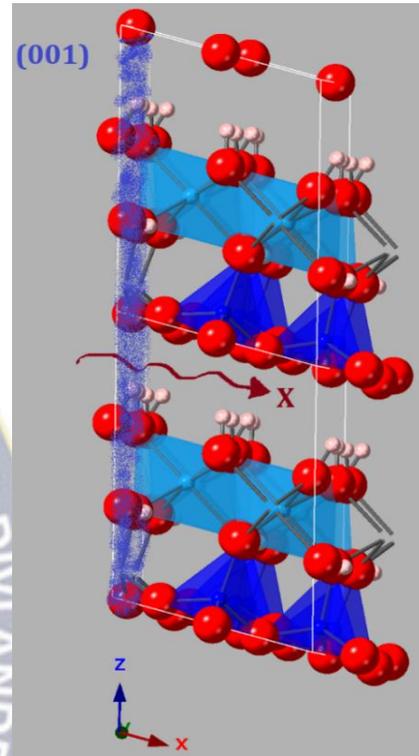


Figura 35 Estructura laminar de la Caolinita

Todos los enlaces establecidos entre oxígeno, OH y cationes, tanto en la hoja tetraédrica como en la octaédrica son de carácter covalente y no pueden ser rotos con facilidad, salvo que se suministre una elevada energía para deshacer el enlace. Los filosilicatos y, en particular, los minerales de la arcilla, son extraordinariamente estables bajo condiciones ambientales.

El papel de la Caolinita es fundamental, todo material cerámico contiene en diferente porcentaje este tipo de arcilla primaria, los materiales arcillosos se diferencian entre sí y se caracterizan físicamente por sus propiedades: Dimensiones entre partículas, poder de cambio y absorción, poder de fluidificación y plasticidad, propiedades que tienen causa fundamental, como se ha visto, en la estructura reticular, que se diferencia en el orden de estratificación en las conexiones laterales y en las posiciones de los iones. Las causas y las propiedades se concatenan, se superponen entre sí y dan una particular característica a cada material que se examina.

5.1.4.3. Moscovita

La moscovita de fórmula $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$ es un tipo de mineral que contiene 11.8% de K_2O , el 38.5% de Al_2O_3 y el 45.2% de SiO_2 .

Está formada por dos bloques básicos: 1) Capa u hoja tetraédrica, formada por tetraedros SiO_4 . 2) Capa u hoja octaédrica, que comparten aristas. En la capa tetraédrica cada tetraedro comparte tres vértices (3 oxígenos) con los tetraedros vecinos, formando una capa de extensión indefinida, con fórmula general $KAl_3Si_3O_{12}$ (figura 36). Los vértices no compartidos apuntan hacia el mismo lado. En esta capa la disposición de los tetraedros es en forma de anillos, con simetría senaria. La capa octaédrica está constituida por una serie de octaedros que comparten aristas, con grupos (OH) o con átomos de O en los vértices y es dioctaédrica (los octaedros contienen iones trivalentes como Al^{3+} , sólo 2/3 de los octaedros son ocupados). Puede contener cationes divalentes o trivalentes. La capa tetraédrica y la octaédrica están conectadas. La distancia de repetición de las capas es de 10 Å. La unidad estructural incluye tres capas: una octaédrica entre dos tetraédricas. Las tres capas están unidas por K^+ mediante enlaces débiles.

Structure Type:	Crystal
Chemical Formula:	$K Al_3 Si_3 O_{12}$
Spacegroup:	$C 2/c$
Crystal System:	Monoclinic
a:	5.1988 Å
b:	9.0266 Å
c:	20.1058 Å
β:	95.782°
Asymmetric Unit:	10 sites
Unit Cell:	76 sites per unit cell
Site Density:	0.0810 sites/Å ³
Visible Atoms:	78
Cell Volume:	938.714 Å ³
Density:	2.8042 g/cm ³

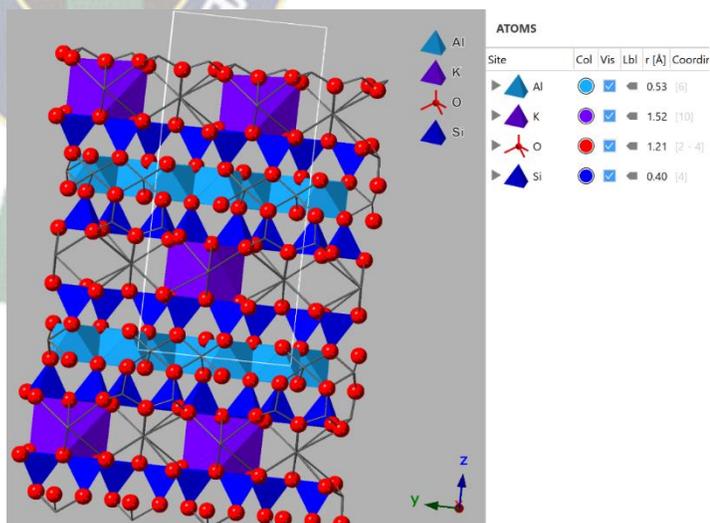


Figura 36 Estructura inicial de Moscovita

Se puede observar que la interacción de la capa de Potasio tiene un carácter iónico. La estructura de la moscovita es de conformación T-O-T-K a diferencia de la estructura de la Caolinita que tiene un interlamilar 1:1 de tipo T-O-T-O por este motivo se justifica que la moscovita es de más fácil extracción con agua, como se vio en la separación gravimétrica.

La función de moscovita además de ser un material plástico por ser una arcilla con grado de absorción de agua mayor al de la caolinita, actúa como fundente en la pasta cerámica donde reemplaza parcialmente la función que tendría un feldespato de estar presente en mayor porcentaje en la muestra.

Un material cerámico de alta calidad está constituido por tres componentes base (Figura 37), **material plástico** o esqueleto que son las arcillas, en este caso caolinita y moscovita; el **desengrasante** que son las arenas de sílice, o cuarzo en la muestra y el **fundente** que usualmente es el feldespato, el cual se tiene en mínimo porcentaje en la muestra (ver figura 33) cuya función es la de como su nombre lo indica, contribuir a que la pasta madure a temperatura más baja y controlada que en su forma natural, rol que se ve parcialmente reemplazado por la moscovita en la muestra por su carácter potásico.

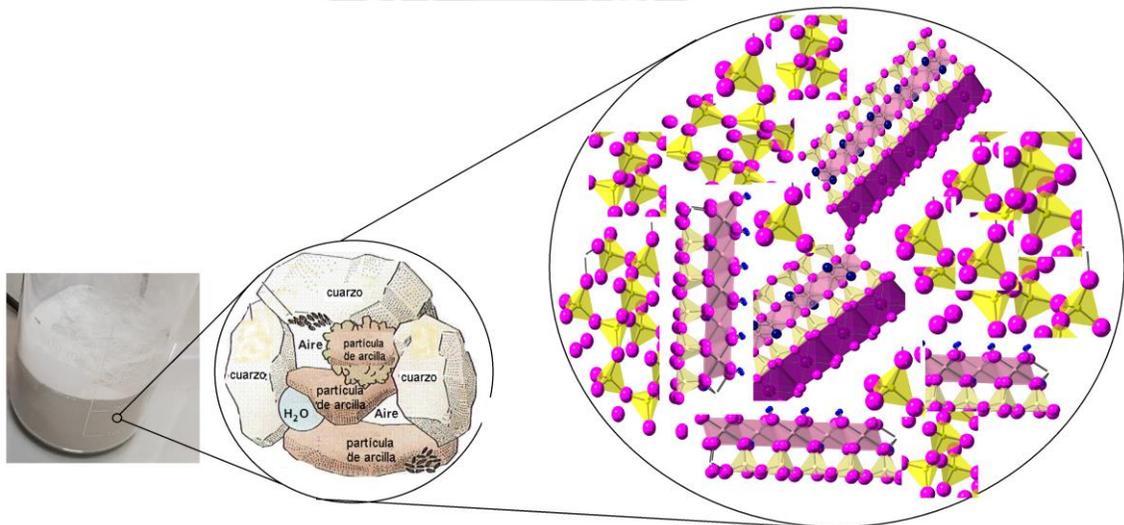


Figura 37 Material de Partida

Los porcentajes de estos componentes en la muestra ya identificados (ver tabla 12) otorgan diferentes propiedades al material cerámico durante el proceso, tales como absorción de agua, plasticidad, contracción por secado, propiedades de dureza, fractura y área superficial antes y después del proceso de cocción, tales parámetros definen la calidad del producto final por lo que se estudian a detalle a continuación.

5.2. PARÁMETROS FÍSICOS ESTÁNDARES PARA LA OBTENCIÓN DE PASTA CERÁMICA.

5.2.1. Absorción de la cantidad adecuada de agua

Para determinar la relación arcilla agua óptima que involucre un buen manejo de la mezcla arcillosa (conformado en frío y maleabilidad), se realizaron las siguientes pruebas (figura 38) y se reportan las observaciones efectuadas durante una semana a diferentes proporciones de arcilla: agua (figura 39).

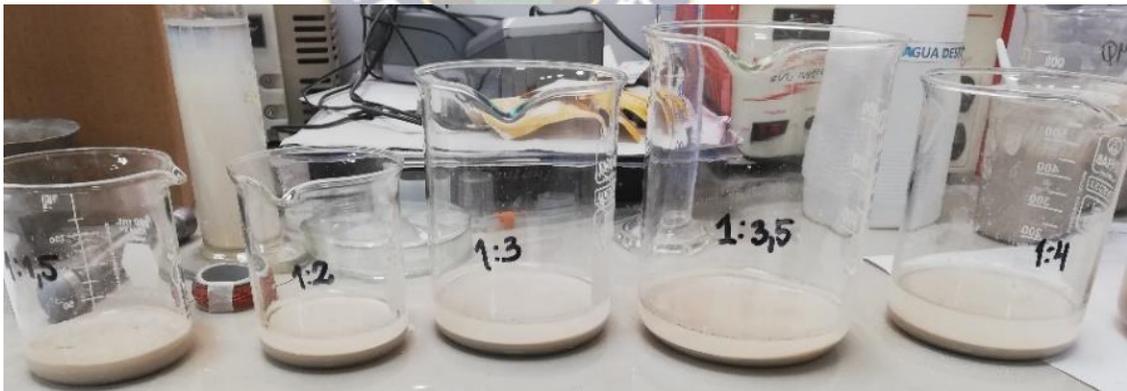


Figura 38 Ensayo absorción de la cantidad adecuada de agua.

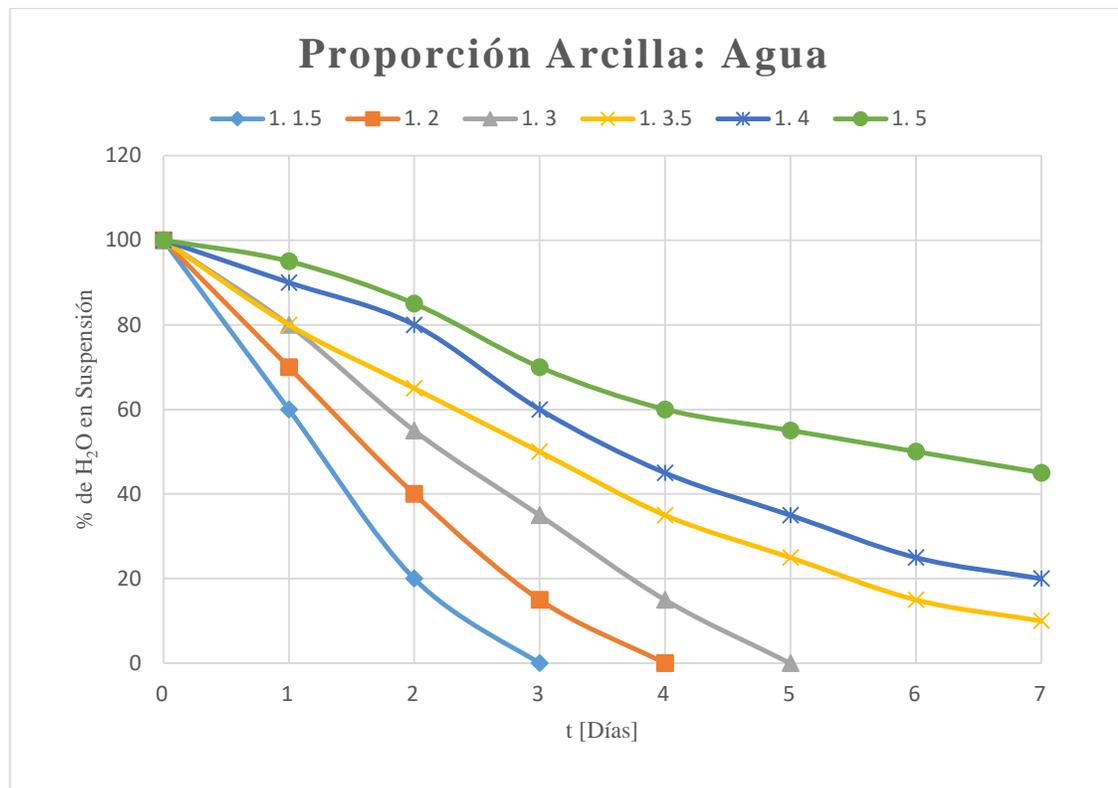


Figura 39 Absorción de agua apropiada, relación arcilla: agua

El estudio se realizó durante 7 días por duplicado sin notar diferencias entre las pruebas, las proporciones 1:1.5; 1:2; 1:3 fueron descartadas ya que se observó que la cantidad de arcilla requería mayor cantidad de agua al exhibir agrietamiento en la mezcla final (Figura 40.A). Esto se justifica con que la pérdida de agua del interior de la masa produce un vacío y, como consecuencia, es comprimida por la presión atmosférica, dando lugar a un fenómeno de contracción, a un aumento de puntos de contacto entre las partículas de la fase dispersa (agua) y, por tanto, a un fenómeno de aglomeración al final de este proceso, debido a las interacciones físico-químicas que tienen las superficies activas de las sustancias coloidales.

La proporción 1:5 (Figura 40.C), se descartó también debido a que la mezcla contenía demasiado líquido por lo que resultaba inmoldeable, que es lo contrario al endurecimiento donde las propiedades plásticas de las arcillas se pierden ya que se trata de una dispersión de arcilla en agua.

La proporción 1:4 (Figura 40.B), presentaba una conformación final de mezcla adecuada por resultar manejable y poseer una apariencia arcillosa moldeable. Para entender mejor lo que sucede con esta proporción se ilustra la interacción del agua en el espacio interlamilar de la caolinita (Figura 41) y de la moscovita (Figura 42), en el caso de la caolinita se observa claramente el espacio entre las capas T-O-espacio interlamilar-T-O donde los iones $-OH$ interactúan con las moléculas de agua y la arcilla aumenta de volumen, en el caso de moscovita se tiene algo parecido ya que las capas son del tipo T-O-T-K y existen iones OH en los espacios axiales, arriba y debajo de la capa de potasio es que las moléculas de agua interactúan con mayor libertad y es así que aumenta en mayor medida el espacio interlamilar.

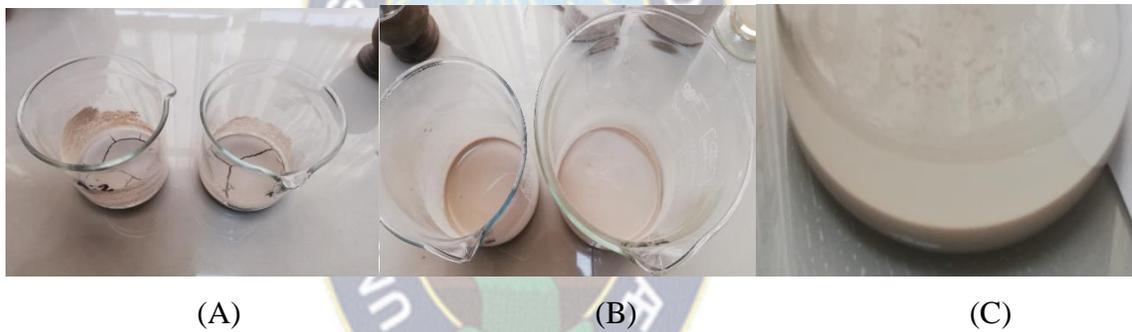


Figura 40 Conformación final de la mezcla después de envejecimiento (A) proporciones 1:1.5, 1:2, 1:3.5 (B) Proporción 1:4 (C) Proporción 1:5

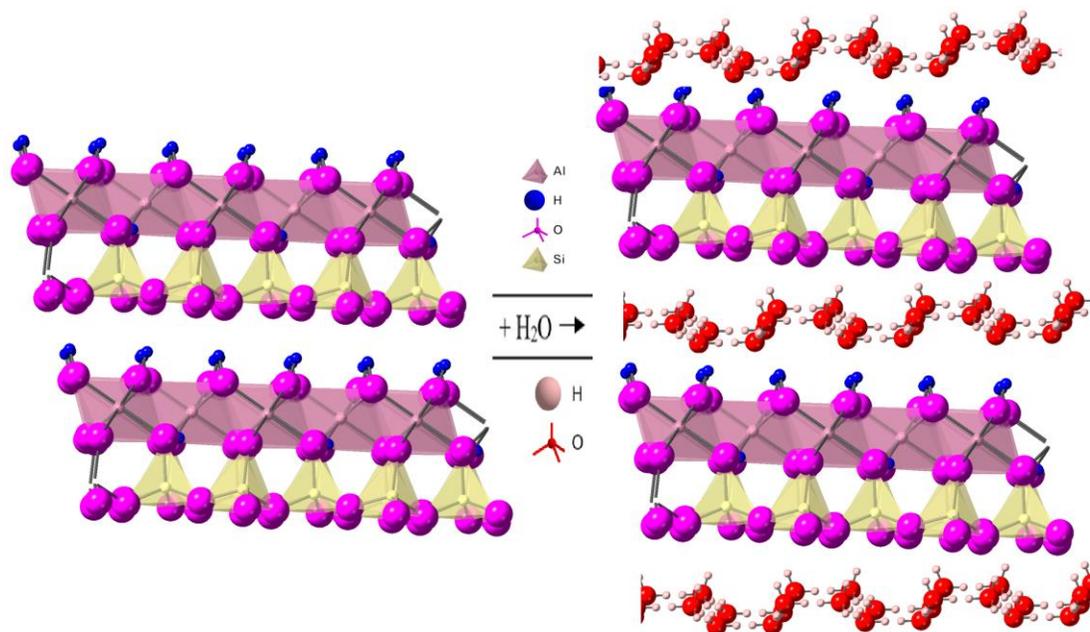


Figura 41 Interacción de caolinita con agua

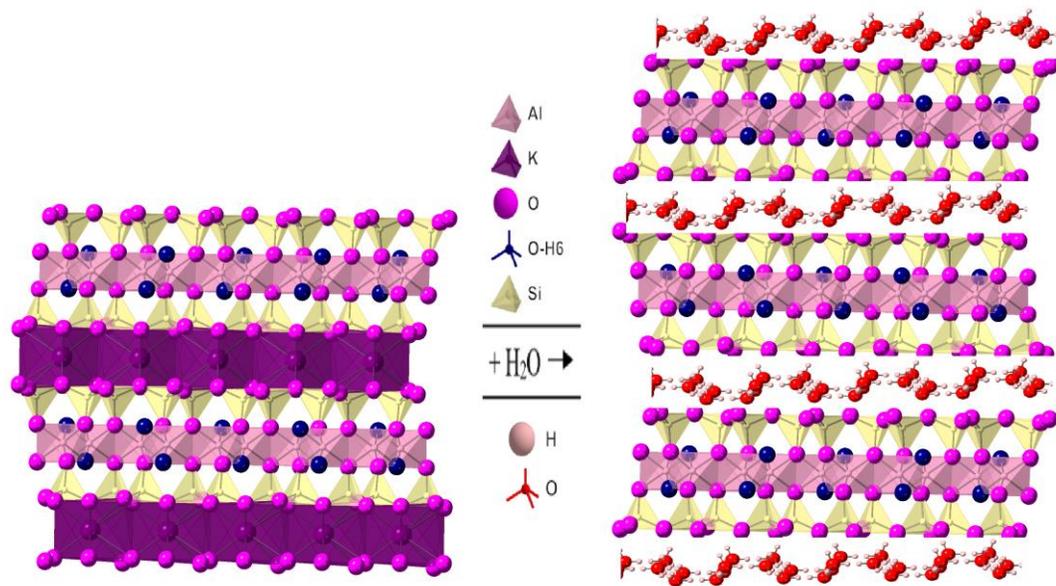


Figura 42 Interacción Moscovita con agua

Las estructuras mostradas anteriormente corresponden a la interacción del agua con cada arcilla por separado, la muestra natural de arcilla blanca de la localidad de Micaya tiene 3 componentes (ver sección 4.1.4), por lo que la interacción de agua con la muestra se ilustra en la figura 43:

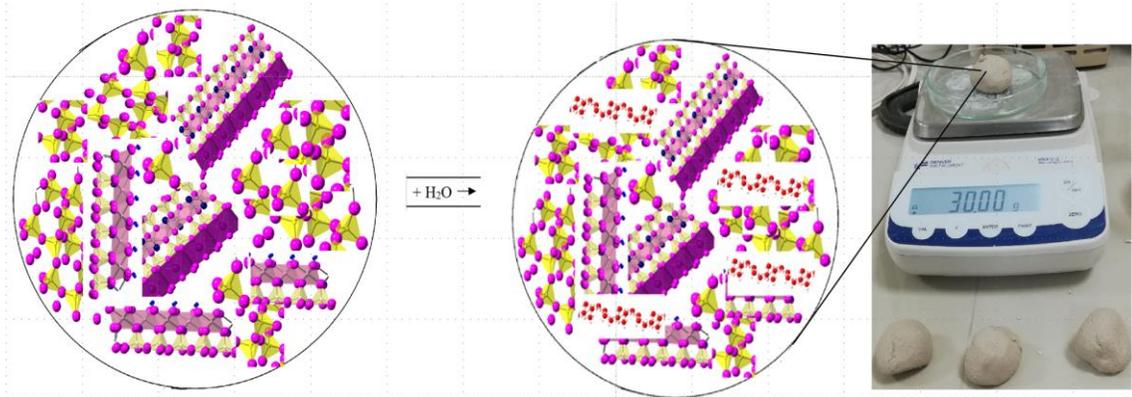


Figura 43 Interacción de la Arcilla Blanca con agua

Los materiales arcillosos, según sus características físicas, pueden absorber del 15% al 50% de su peso en agua para formar una masa plástica, en el caso de la arcilla blanca se observó que, al tener dos tipos de arcillas en la muestra, absorbe hasta un 100% su peso inicial para formar la pasta cerámica requerida. Tal variación se produce en forma simultánea con un aumento de volumen. En ocasiones este aumento de volumen contrarresta el efecto producido por la desecación del objeto, aunque es un poco difícil de controlar, pues depende del tamaño del grano y el proceso de homogenización de la pasta.

Esta agua se puede dividir en cuatro factores:

- Agua higroscópica: adsorbida por la propia arcilla.
- Agua de contracción: que se encuentra en los huecos o intersticios entre partículas.
- Agua de plasticidad: es la película de agua que reviste las partículas o los cristales.
- Agua de porosidad: es el agua retenida en el interior de los cristales por fenómenos de absorción y capilaridad y de configuración rugosa de la superficie de cristal.

5.2.2. Plasticidad

Para las pruebas físicas, se trabajó con la composición 1:4 por ser la más adecuada. Se realizó 5 pruebas para medir el límite líquido (w_L) y el límite plástico (w_P) de la pasta cerámica, y con ellos se calculó el índice de plasticidad I_P , resultados que se muestran en la tabla 13.

Tabla 13 Resultado del Índice de plasticidad por los límites de Atterberg.

N°	w_L	w_P	I_P
1	144.10	91.76	52.34
2	144.12	91.75	52.37
3	144.10	91.74	52.36
4	144.17	91.75	52.42
5	144.18	91.75	52.43
\bar{X}	144.13	91.75	52.38

Con el índice de plasticidad calculado mediante los límites de Atterberg, se clasifica la muestra de arcilla blanca como de muy alta plasticidad, esto según la clasificación de la tabla 14:

Tabla 14 Clasificación plasticidad de tipos de suelos

Categoría	Suelo	I_P	Grado de plasticidad
I	Arena o limo	0-1	No plástico
	- Trazas de arcilla	1-5	Ligera plasticidad
	- Poca arcilla	5-10	Baja plasticidad
II	Franco arcilloso	10-20	Mediana plasticidad
III	Arcilloso limoso	20-35	Alta plasticidad
	Acilla	> 35	Muy alta plasticidad

Como se justificó en la sección 5.1.4, la plasticidad está definida por el contenido de arcilla en la muestra, la proporción 1:4 (arcilla: agua) ideal para la obtención de la pasta cerámica tras el reposo y agitación paulatina por un tiempo de dos días, tiene una cantidad de agua

excedente, la cual se debe reincorporar a la pasta al momento de moldearla, así se garantiza la menor pérdida de material arcilloso y por ende un índice de plasticidad mayor al 50%, lo que otorga al material una mejor maleabilidad al momento de ser trabajado y una mejor conformación de las piezas cerámicas para continuar con la etapa de secado.

5.3. PARÁMETROS FÍSICOS PARA LA ETAPA DE SECADO DE LA PASTA CERÁMICA A TRAVÉS DEL MÉTODO DE PROBETA.

5.3.1. Conformado de las piezas de arcillas “probetas”

Se prepararon 21 probetas cerámicas, las cuales se pesó y tomó sus dimensiones desde el momento de su conformado (día 0), hasta 6 días después, donde se llevó a secado mediante estufa a 100 °C por un tiempo de 6 horas, con las dimensiones de cada probeta se calculó el volumen correspondiente, los resultados expresados en la tabla 15 son los promedios de estas mediciones, por otro lado, se calculó la densidad aparente para cada día de observación.

Tabla 15 Pérdida de peso por el secado

t [días]	m [g]	% m	V [cm ³]	% V	Densidad
0	9.94	100	7.00	100	1.42
1	9.06	91.13	6.31	90.13	1.44
2	8.30	83.47	5.81	82.95	1.43
3	8.25	82.99	5.71	81.54	1.44
6	8.24	82.89	5.65	80.69	1.46
T=100°C t=6hrs	8.23	82.78	5.64	80.60	1.46

Dado que la variación de peso y volumen respecto al tiempo (figura 44), llega estabilizarse después de un tiempo de 3 días, se puede sugerir que el proceso de secado no puede ser mayor a 3 días a temperatura ambiente. En caso de existir variación en la humedad del entorno se debe asegurar el secado de las piezas en estufa a 100°C por una hora. Esto sin duda disminuye tanto el tiempo como el costo de la producción en esta etapa del proceso.

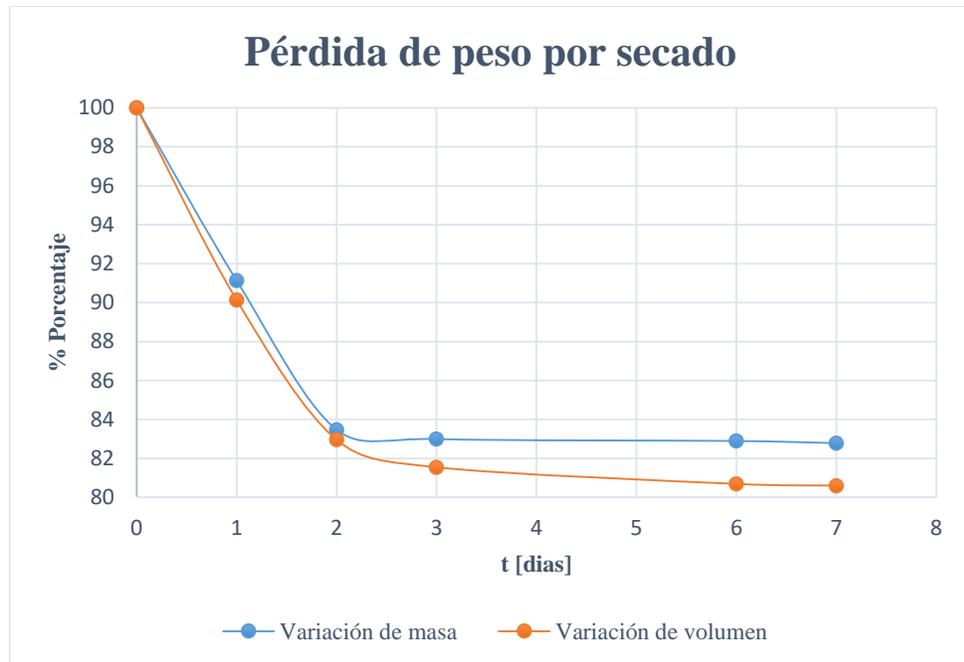


Figura 44 Variación de masa y volumen respecto al tiempo de las probetas

El proceso de secado se efectúa envolviendo la pasta arcillosa con una corriente de aire caliente o seco, el agua se elimina desplazándose de dentro a fuera de la pasta, con una velocidad que depende de la humedad y la temperatura de la corriente de aire y de las condiciones físicas y la naturaleza del material a secar.

Si el secado sobreviene lenta y regularmente:

- Se elimina antes el agua de los intersticios entre partículas (agua de contracción). Las partículas, por las tensiones producidas tienden a aproximarse unas con otras, produciendo en toda la masa una primera contracción.
- En un segundo tiempo, se elimina el velo de agua que envuelve las partículas (agua de plasticidad). Las partículas se aproximan más hasta tomar contacto entre sí y comienzan a formarse huecos, produciéndose otra contracción, pero menor que la primera.
- Por último, el agua de absorción y de capilaridad (agua de porosidad), se elimina dejando huecos debidos a la resistencia de la trama de las partículas.

En ello recae la importancia del secado lento a temperatura ambiente durante 3 días.

Se tienen, pues, durante el secado dos fenómenos físicos distintos:

- Contracción del material en la primera y segunda fase debida al reagrupamiento de las partículas en los espacios dejados libres por el agua.
- Formación de poros en la segunda y tercera fase, debidos a la configuración del material y a los pequeños canales mantenidos abiertos por el último vapor eliminado (ver área superficial, sección 5.4.4).

En la Figura 45, se compara los difractogramas del yacimiento de Arcilla Blanca con los obtenidos correspondiente a las probetas preparadas a tiempo de secado de 1 y 3 días, donde se observa claramente el incremento en la intensidad respecto a la cristalinidad de ambos tipos de arcillas (Moscovita y Caolinita), lo que proporciona un mejor conformado a nivel cristalino de la pieza.

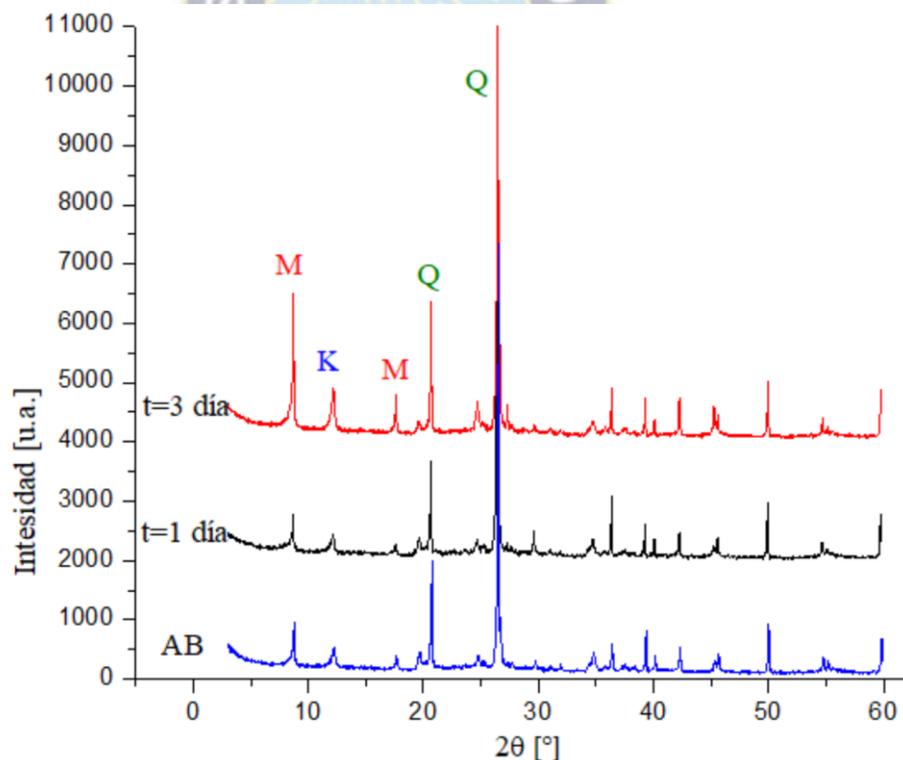


Figura 45 Difractograma comparativo para la etapa de secado

5.3.2. Caracterizaciones físicas después del secado

Para cuantificar la magnitud de dichos fenómenos físicos descritos anteriormente es que se determinó las dimensiones, dureza y resistencia de 7 probetas cerámicas al final del proceso de secado, el resultado promedio se reporta en la tabla 16:

Tabla 16 Resultados promedio de Dureza y Fractura para probetas en etapa secado.

N°	A [mm] largo	D [mm] Ancho	E [mm] espesor	Dureza Mohs	F [N] Fuerza de impacto	σ_{ult} [MPa] Esfuerzo de rotura
1	49.2	22.08	5.60	2	329.2	0.32
2	49.17	22.05	5.76	2	329.26	0.29
3	49.14	22.06	5.77	2	329.23	0.28
4	49.16	22.08	5.78	2	329.22	0.30
5	49.17	22.11	5.77	2	329.23	0.30
6	49.18	22.1	5.90	2	329.22	0.31
7	49.17	22.08	5.80	2	329.23	0.30
\bar{X}	49.17	22.08	5.77	2	329.23	0.30

Se concluye que la dureza corresponde al mineral: caolinita (anexos, tabla 20), por otro lado, el factor de ruptura encontrado de acuerdo a las ecuaciones del anexo 7.2.5, resulta ser de 0.30 [MPa].

Se identificó los parámetros de secado de las piezas cerámicas por el método de probeta, evidenciando una contracción de secado del 19% en volumen y 17% en peso, en un tiempo de 3 a 6 días a temperatura ambiente, al igual que secado en horno a $T=100^{\circ}\text{C}$ por 6 horas, como ya se estableció el tiempo de secado no debe exceder los 3 días a temperatura ambiente y de existir una variación significativa de humedad en el entorno, se debe asegurar el secado de las piezas con tratamiento térmico en horno a 100°C por una hora. Este tratamiento de secado lento asegura la eliminación paulatina de agua, garantizando que las piezas no sufran fractura en la siguiente fase del proceso como ser el tratamiento

térmico, además de garantizar valores aceptables dentro de las normas de dureza y esfuerzo a la rotura correspondientes al tipo de arcilla de trabajo.

La estructura del material seco se muestra en la figura 46:

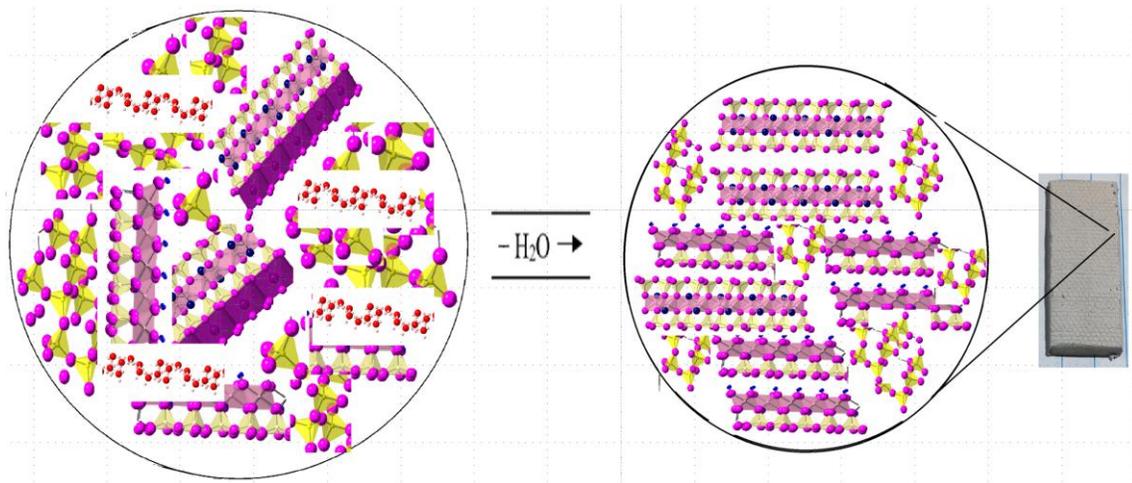


Figura 46 Estructura del material seco, previo tratamiento térmico

5.4. EVOLUCIÓN ESTRUCTURAL CRISTALOQUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA HASTA SU ETAPA BISCOCHO EN FUNCIÓN DEL TRATAMIENTO TÉRMICO POR TÉCNICAS ESPECTROSCÓPICAS.

5.4.1. Rampas de calentamiento de la cocción de las probetas cerámicas.

Las tres rampas de calentamiento, varían en la velocidad de calentamiento, así se tiene:

$R1: v_1 = 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$; $R2: v_2 = 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$; $R3: v_3 = 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

En cada rampa se trabajó con 7 probetas cerámicas, una para cada temperatura del tratamiento térmico, denominada, por ejemplo: R1-P1(rampa 1, temperatura 1=200°C) por el número de rampa y número de temperatura trabajada, después del enfriamiento respectivo se determinó la contracción por cocción, dureza y resistencia de cada una de las probetas de trabajo, como se muestra en la tabla 17:

Tabla 17 Resultados de Volumen reducido, Dureza y Fractura para cada tratamiento térmico

T °C	Sigla	A [mm]	D [mm]	E [mm]	%V reducido	Dureza Mohs	σ_{ult} [MPa]
200	R1-200	48.5	19.96	5.81	80.35	2	0.19
	R2-200	48.43	19.35	5.53	74.03	2	0.32
	R3-200	49.09	18.93	5.48	72.75	2	0.23
450	R1-450	48.65	19.85	5.95	82.08	2	0.14
	R2-450	46.8	19.85	5.54	73.52	2	0.21
	R3-450	49.52	19.93	5.67	79.94	2	0.20
600	R1-600	48.17	21.99	5.54	83.83	2	0.14
	R2-600	49.81	20.14	6.17	88.42	2	0.17
	R3-600	48.31	18.99	5.87	76.93	2	0.2
800	R1-800	49.17	19.31	5.99	81.25	2	0.19
	R2-800	48.93	20.55	5.62	80.73	3	0.2
	R3-800	50.2	20.18	6.68	96.67	2	0.14
850	R1-850	50.46	21.74	6.07	95.13	2	0.24
	R2-850	48.34	21.9	5.79	87.57	3	0.22
	R3-850	48.22	20.19	5.85	81.36	2	0.23
900	R1-900	48.77	21.82	5.62	85.44	2	0.23
	R2-900	48.83	20.83	5.71	82.97	3	0.24
	R3-900	48.02	19.64	5.53	74.51	3	0.21
950	R1-950	47.93	21.91	6.15	92.26	2	0.19
	R2-950	48.66	20.17	5.62	78.8	3	0.3
	R3-950	50.56	21.19	5.93	90.76	3	0.22

En las figuras 47 y 48 se observan los datos obtenidos de Ruptura y Dureza para cada rampa de calentamiento.

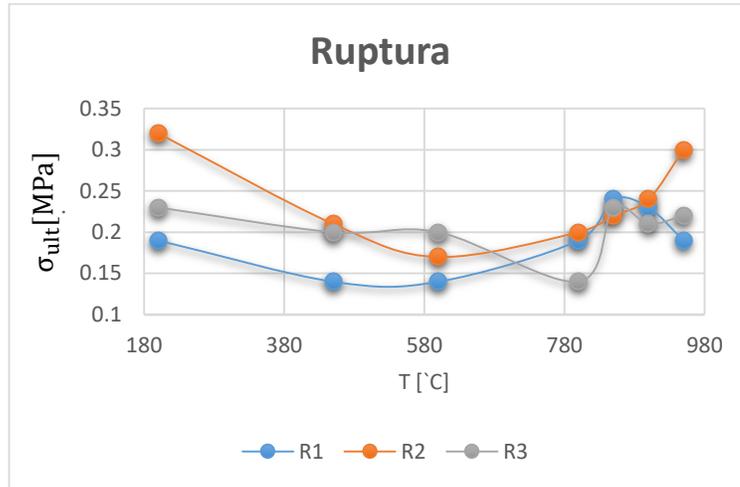


Figura 47 Variación de esfuerzo de ruptura para cada Rampa de calentamiento

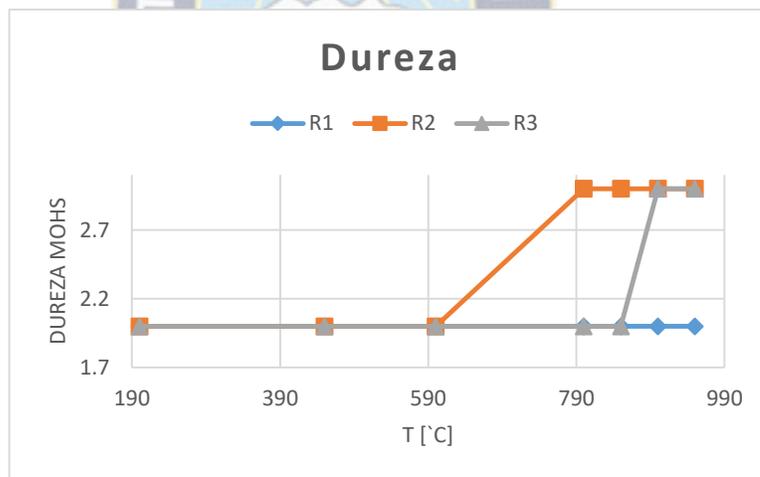


Figura 48 Variación de la Dureza de Mohs para cada rampa de calentamiento

Si se evalúa las rampas de calentamiento por fractura y dureza, la rampa 1 (R1) presenta la menor dureza entre las 3, por lo que se descarta ya que este factor conlleva errores en la siguiente etapa, la rampa 3 (R3) tiene valores altos de dureza y fractura desde los 800°C lo cual vuelve más frágil el producto final hasta la etapa bizcocho, por lo que se recomienda trabajar con la rampa 2 (R2) de velocidad de calentamiento de 5°C/min para una mejor calidad de los productos hasta la etapa bizcocho.

5.4.2. ATG – DSC

Los resultados del análisis térmico diferencial ATD y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, del inglés Diferencial Scanning Calorimetry), se muestran en las figuras 49 y 50.

5.4.2.1. Comparación de los ATG para las 3 rampas:

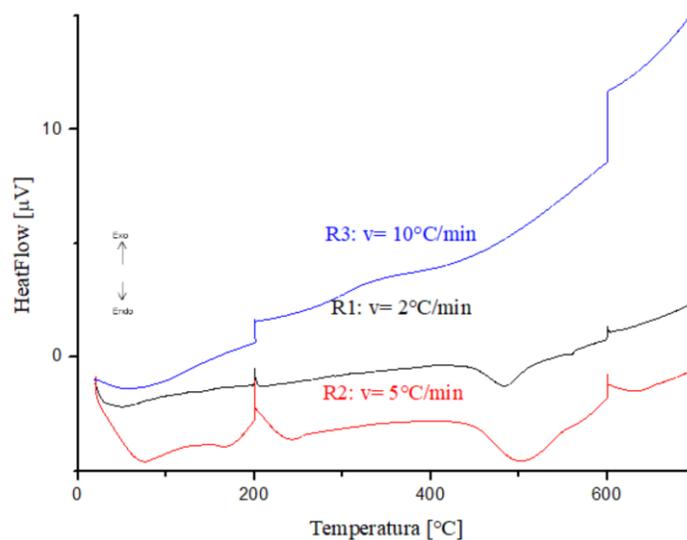


Figura 49 Análisis térmico diferencial (DTA) de la materia prima, sedimento portador de caolinita del yacimiento de Micaya, en las 3 rampas de calentamiento.

5.4.2.2. Comparación de los DSC para las 3 rampas:

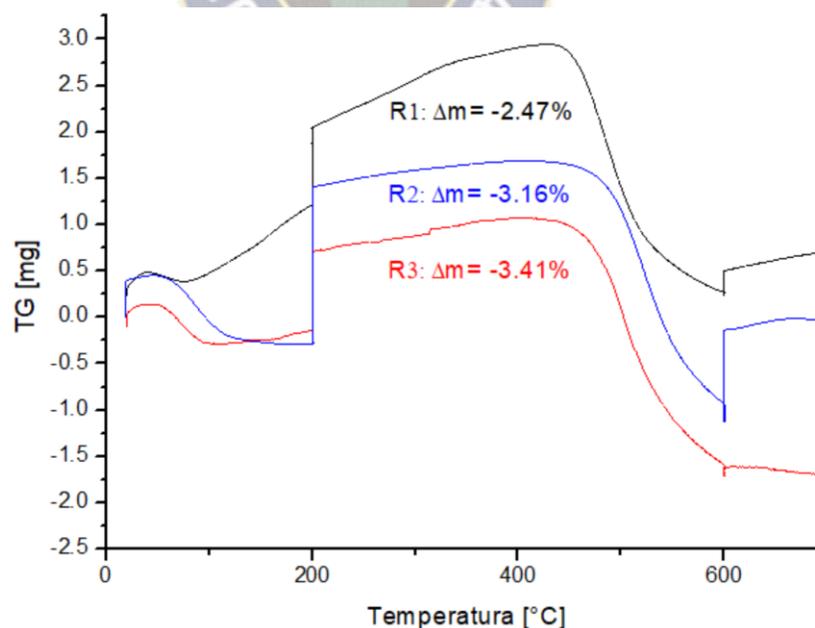


Figura 50 Análisis termo-gravimétrico (TG) de la materias prima, sedimento portador de caolinita del yacimiento de Micaya, en las 3 rampas de calentamiento

El análisis térmico diferencial (DTA) y el análisis termogravimétrico (TG) se realizaron para comprender los cambios debidos a la composición del cuerpo cerámico (arcillas y cuarzo) y el comportamiento de la cocción de la mezcla hasta temperatura de 950°C a diferentes velocidades de calentamiento, así se observa que el diagrama térmico diferencial (DTA) (Fig. 49), de la muestra en la Rampa 1 y Rampa 2 muestra un pico endotérmico a 490°C que está relacionado con la deshidroxilación de la caolinita, formando metacaolinita, superpuesta por un pequeño pico exotérmico a 556.5°C, relacionado con la transición de cuarzo α . En la rampa 3 no se pueden apreciar estos cambios ya que es la de mayor velocidad de calentamiento, por lo que los cambios estructurales suceden demasiado rápido dentro de los límites del tratamiento térmico.

La presencia del pico exotérmico está soportada por la pérdida de masa observada a 573°C en la curva termogravimétrica (Fig. 50). La curva termogravimétrica muestra una pérdida de peso de dos etapas. El primer paso, en el cual la caolinita pierde su agua adsorbida, ocurre cuando se calienta a aproximadamente 100°C. El intervalo más amplio entre 400°C - 600°C, refleja 1) la pérdida de agua ligada estructuralmente y 2) los cambios de volumen durante la transición al cuarzo. Se determinó que la pérdida total de la muestra de caolinita fue de 2.47%, 3.16% y 3.41% en peso para cada rampa de calentamiento respectivamente.

5.4.3. Difracción de Rayos X (DRX)

Las figuras 51, 52 y 53, se muestran los difractogramas obtenidos para las diferentes rampas y probetas estudiadas. Se puede evidenciar los cambios que sufren las fases cristalinas concernientes a la caolinita, cuyo pico principal de difracción desaparece alrededor de los 500 °C en todos los casos. Este cambio se atribuye a un proceso de deshidroxilación provocado por la temperatura elevada y la correspondiente formación de metacaolinita, una fase amorfa, según la reacción (1). Esto es consistente con los análisis de DSC reportados en el apartado anterior.



5.4.3.1. Rampa de calentamiento 1: $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$

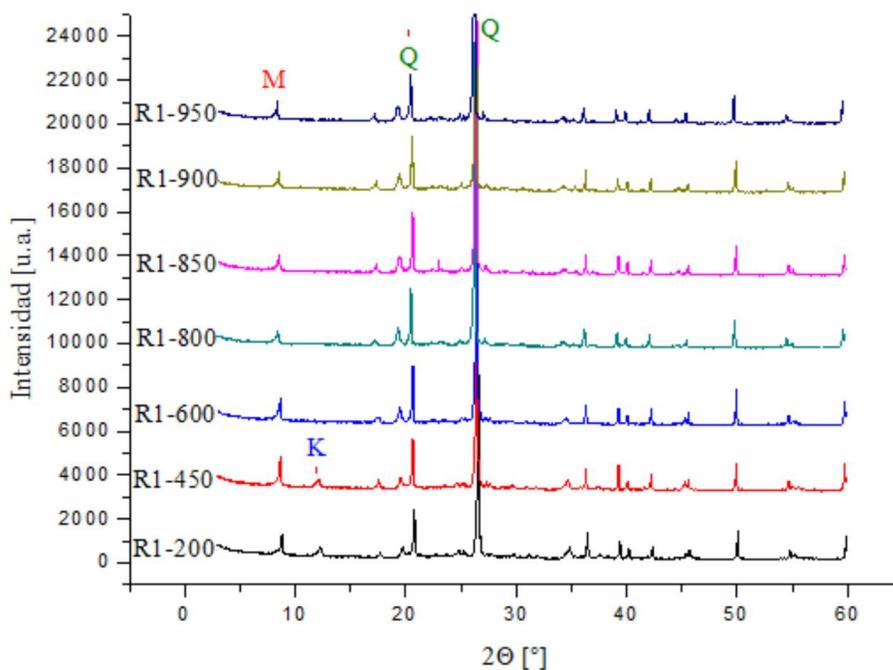


Figura 51 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 1: $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$

5.4.3.2. Rampa de calentamiento 2: $v=5^{\circ}\text{C}/\text{min}$

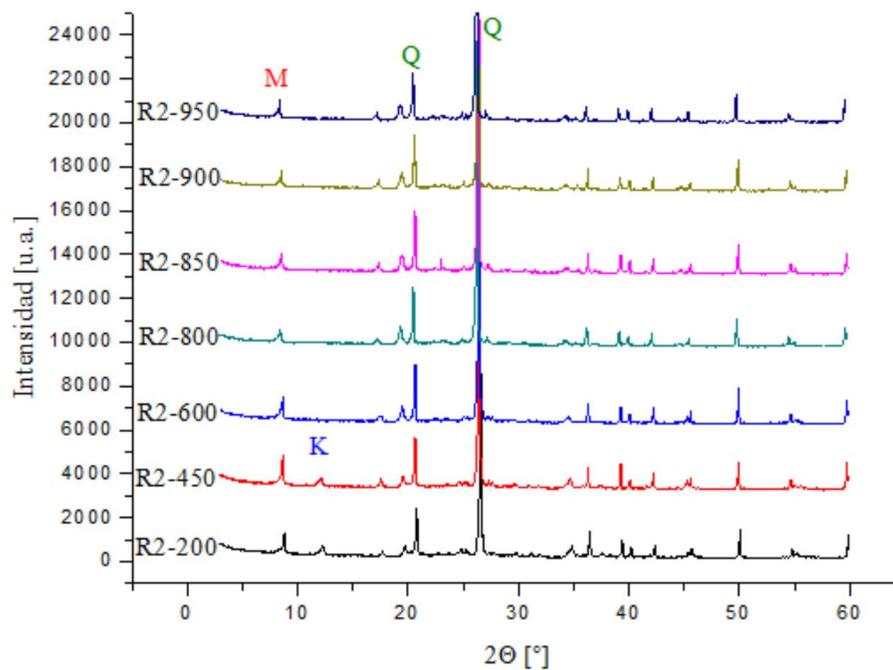


Figura 52 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 2: $v=5^{\circ}\text{C}/\text{min}$

5.4.3.3. Rampa de calentamiento 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

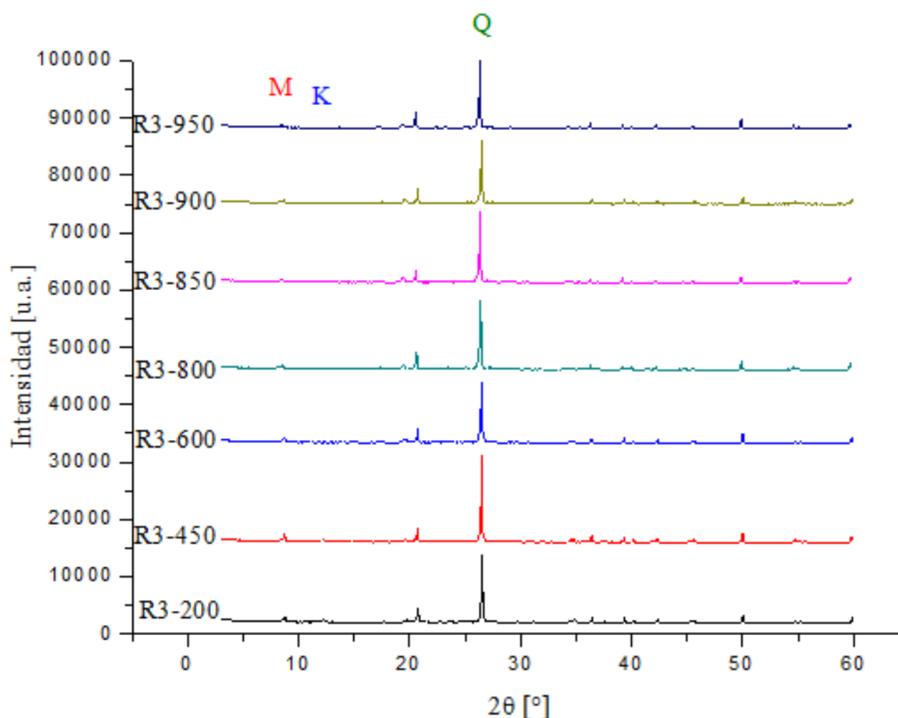


Figura 53 Difractograma comparativo tratamiento térmico Rampa 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

Del análisis de DRX entre las 3 rampas de calentamiento se puede evidenciar que se forma mayor fase cristalina en la Rampa 1, como era de esperarse, pero en la Rampa 3 al ser la más violenta no se logran evidenciar los cambios de fase de las arcillas, preliminarmente se elige la Rampa 2, donde si bien las fases cristalinas tienen menor cristalinidad que la primera rampa, se aprecian los cambios estructurales de la caolinita.

En las 3 rampas de calentamiento, el difractograma DRX muestra una disminución de las respuestas de pico de la arcilla (12.32°) e indican que, las especies de arcilla se han ido transformando con el aumento de temperatura.

Realizando un análisis de cristalinidad para las Rampas 1 y 3, se elaboran las figuras 54 y 55:

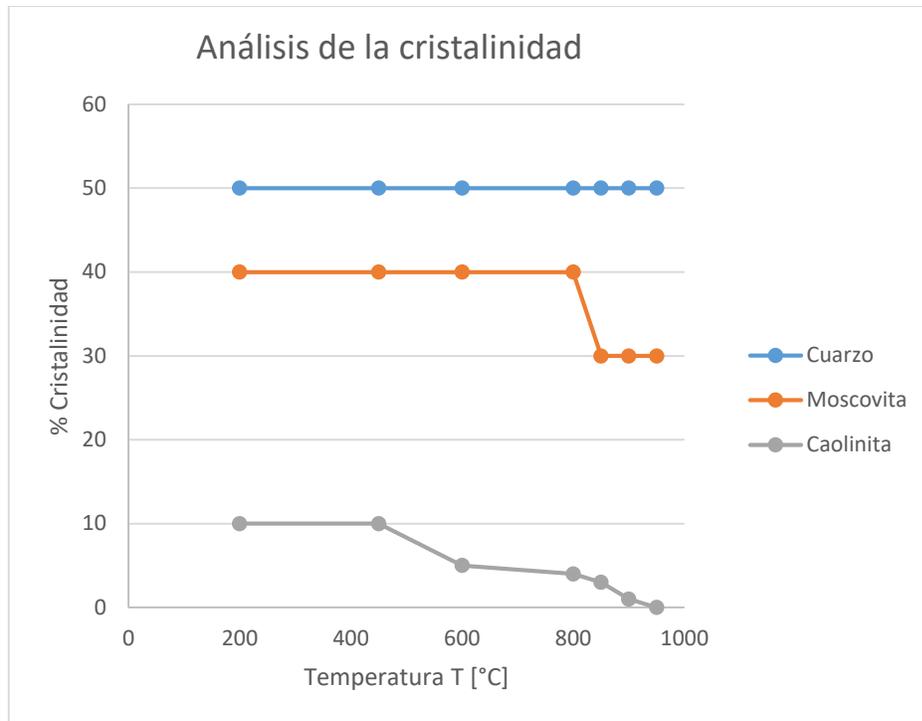


Figura 54 Análisis de la cristalinidad para el Tratamiento térmico
Rampa 1: $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$

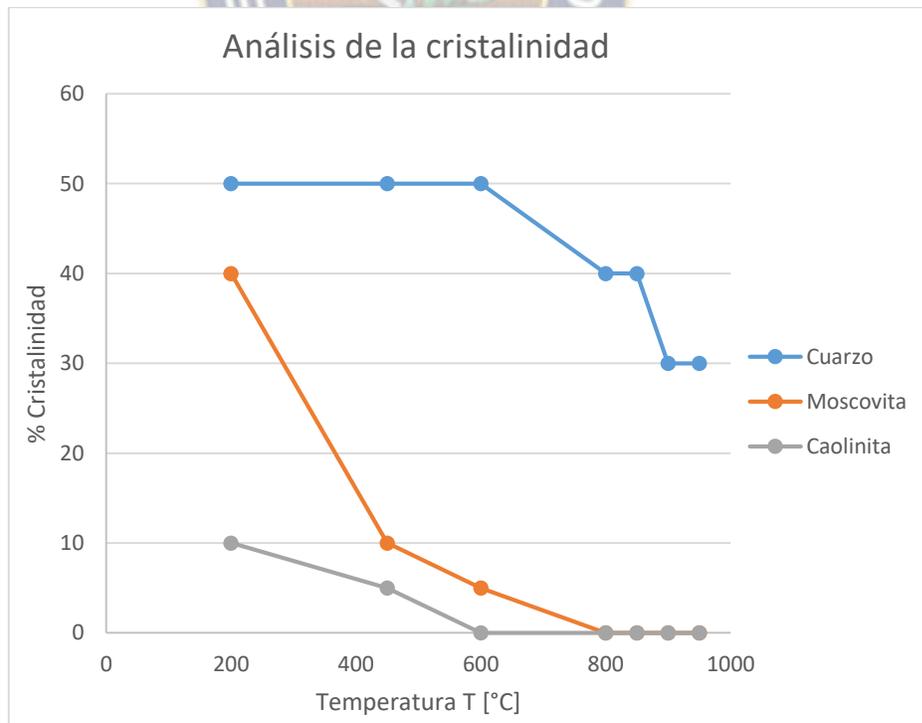


Figura 55 Análisis de la cristalinidad para el Tratamiento térmico
Rampa 3: $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

En resumen, se encontró que la caolinita y la moscovita son los principales componentes de la arcilla junto con el cuarzo para los 3 tratamientos de la muestra. En los 3 tratamientos, la fase caolinita se deshidroxiló en metacaolinita durante el calentamiento hasta 650 °C; y a 950 °C el cuarzo y la moscovita permanecen inalterados.

5.4.4. Área superficial específica por BET

El área superficial específica usando un punto (single point), de las dos últimas muestras, es decir a temperaturas de 900 °C y 950°C, para cada rampa de calentamiento se muestran en la tabla 18 y en la Figura 56 se tiene la correlación entre el área superficial y el grado de sinterización para cada rampa de calentamiento:

Tabla 18 Área superficial específica de los productos obtenidos a 900°C y 950°C para cada una de las rampas de calentamiento.

Área Superficial Específica [m ² /g]±0.0002	
R1-900	31.94
R1-950	31.38
R2-900	65.25
R2-950	63.03
R3-900	99.95
R3-950	93.57

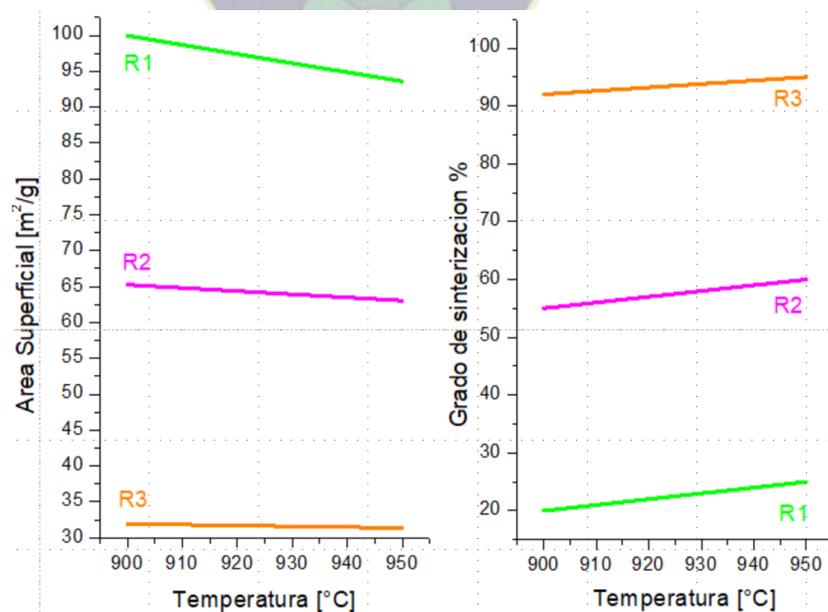


Figura 56 Área superficial específica y grado de sinterización de los productos obtenidos a 900°C y 950°C para cada una de las rampas de calentamiento.

En la tabla 18 y en la Figura 56, se puede ver como a mayor temperatura disminuye el área superficial para cada producto obtenido, esto desfavorece la siguiente etapa del proceso de producción que es el pigmentado y esmaltado de las piezas, por otro lado, se observa que a calentamiento lento se tiene menor área superficial por lo tanto mayor grado de sinterización, contrario a lo que sucede con la rampa 3 de mayor velocidad de calentamiento, lo que indica que la velocidad de la rampa de calentamiento es directamente proporcional al área superficial, por lo que se concluye que la mejor rampa para el proceso es la Rampa 2 de velocidad de calentamiento de 5°C/min.

Esta propiedad es elemental para usos industriales, en donde la interacción sólido-fluido depende directamente de la misma (Alvarez Blanco, 2005, p.1). A continuación, se presentan algunos ejemplos de superficies específicas de ciertas arcillas en la tabla 19.

Tabla 19 Superficie específica de algunos tipos de arcilla

Arcilla	Area superficial (m ² /g)
Caolinita de elevada cristalinidad	Hasta 15
Caolinita de baja cristalinidad	Hasta 50
Halloisita	Hasta 60
Illita	Hasta 50
Montmorillonita	80-300
Sepiolita	100-240
Paligorskita	100-200

5.5. DOCUMENTO DE LA METODOLOGÍA ESTANDARIZADA DE OBTENCIÓN DE CERÁMICA BLANCA HASTA SU ETAPA BISCOCHO.

Los resultados de las pruebas físicas de las muestras de cerámica óptimas para el proceso, muestran un índice de plasticidad de 52%; 19% vol. de contracción por secado, 21% vol. de contracción por cocción y un Área Superficial Específica de 65.25 [m²/g]. La tabla 20 muestra las propiedades físicas de las muestras conformadas con el sedimento portador de caolinita de la localidad de Micaya para las diferentes etapas del proceso.

Tabla 20 Resultados de las pruebas físicas en las piezas cerámicas a diferentes tratamientos térmicos.

Plasticidad		Contracción por secado			Tratamiento térmico			Área Superficial Específica	
N°	I_p	t [días]	% V reducido	Densidad	Sigla	%V reducido	Dureza Mohs	σ_{ult} [MPa]	[m ² /g] ±0.0002
1	52.34	0	100	1.42	R1-900	85.44	2	0.23	31.94
2	52.37	1	90.13	1.44	R1-950	92.26	2	0.19	31.38
3	52.36	2	82.95	1.43	R2-900	82.97	3	0.24	65.25
4	52.42	3	81.54	1.44	R2-950	78.8	3	0.3	63.03
5	52.43	6	80.69	1.46	R3-900	74.51	3	0.21	99.95
\bar{X}	52.38	Dureza	F [N]	σ_{ult} [MPa]	R3-950	90.76	3	0.22	93.57
		2	329.23	0.30					



CAPÍTULO 6.
CONCLUSIONES Y
RECOMENDACIONES

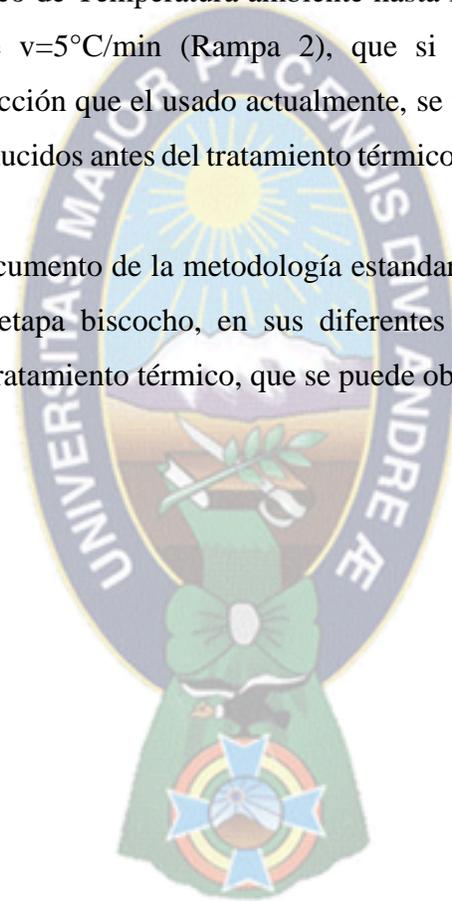
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. CONCLUSIONES

Se identificó y estandarizó los parámetros estructurales y físicos de los productos obtenidos desde la materia prima hasta la cerámica en etapa Bizcocho, proponiendo una metodología estandarizada de producción de cerámica blanca hasta la etapa Bizcocho en el Centro Integral de Formación y Desarrollo Micaya (C.I.F.D.M.), encontrando en cada etapa las siguientes conclusiones:

- Se caracterizó mineralógicamente la materia prima (arcilla blanca) de la producción de Cerámica blanca del C.I.F.D.M. por Espectroscopía de difracción de rayos X, obteniendo porcentajes de Cuarzo: 71.04% y dos tipos de Arcilla, Moscovita y Caolinita, que dan lugar al 28.96%, por otro lado, se obtuvo los porcentajes mediante el balance másico con la separación gravimétrica, Cuarzo: 59.33% y Arcilla: 40.67%, dichos porcentajes se obtuvieron mediante los softwares especializados X'Pert y OriginPro8.
- Con los ensayos de absorción en agua y plasticidad se concluye que para obtener una pasta cerámica dentro de los parámetros estándares se debe trabajar con una proporción 1:4 de arcilla: agua, tiempo de reposo de dos días con agitación paulatina y para asegurar el conformado de pasta cerámica con un índice de plasticidad mayor al 50% se debe utilizar toda el agua excedente que involucra la proporción 1:4 en el conformado de la pieza antes de la etapa de secado.
- Se identificó que la contracción por secado de las piezas cerámicas es del 19% en volumen, por lo que se concluye que el tiempo de secado no debe exceder los 3 días a temperatura ambiente y de existir una variación significativa de humedad en el entorno, se debe asegurar el secado de las piezas con tratamiento térmico en horno a 100°C por una hora. Así se garantiza que los valores de dureza y esfuerzo a la rotura se encuentren dentro de los márgenes establecidos por la norma IRAM 11828 y NB-ISO 10545:4, respectivamente.

- Por las pruebas físicas de Dureza y Fractura y los análisis de DTA, TG, DRX, y por sobre todo los resultados de área superficial obtenidos para las 3 rampas de calentamiento donde la Rampa 3 de $v=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ es la que usualmente utilizan en el C.I.F.D.M. para la conformación de las piezas cerámicas hasta la etapa Bizcocho, y las Rampas 1 y 2 fueron diseñadas para determinar el mejor comportamiento de las muestras durante todo el proceso, se concluye que, para garantizar un conformado de las piezas cerámicas de alta calidad hasta la etapa bizcocho se debe trabajar con un tratamiento térmico de Temperatura ambiente hasta los 900°C con una velocidad de calentamiento de $v=5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (Rampa 2), que si bien conlleva un tiempo más prolongado de cocción que el usado actualmente, se ve compensado con los tiempos de producción reducidos antes del tratamiento térmico (etapas de formación de la pasta y secado).
- Se elaboró un documento de la metodología estandarizada de obtención de cerámica blanca hasta su etapa biscocho, en sus diferentes etapas de obtención de pasta, producto seco y tratamiento térmico, que se puede observar en el Anexo 1.

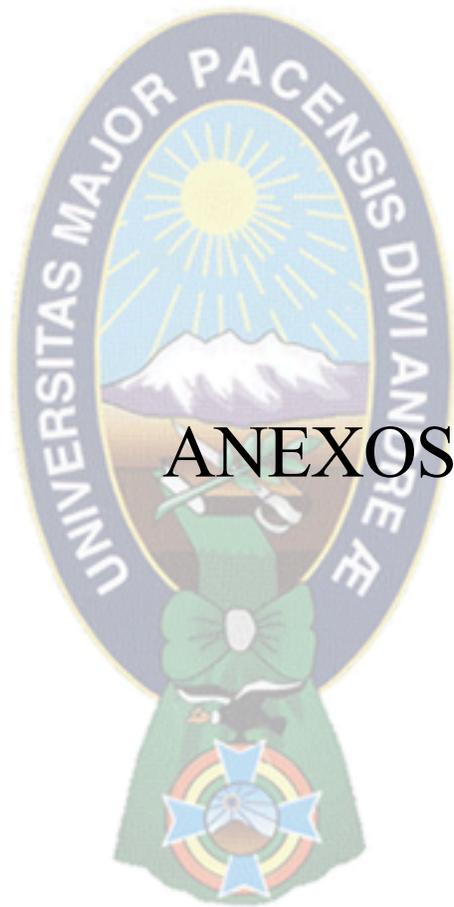


6.2. RECOMENDACIONES

En función del potencial uso de la arcilla a nivel mundial, contando con un yacimiento catalogado geológicamente como apto para la producción de materiales cerámicos y habiendo estandarizado dicho proceso, se recomienda continuar y potencializar la producción de dichas piezas artesanales con el objetivo de conservar las tradiciones bolivianas en los diseños de las piezas finales e incentivar a la juventud de la comunidad a desarrollarse más aun en este ámbito.

La importancia de este trabajo recae en las futuras aplicaciones y líneas de investigación que se abren para este material cerámico en etapa bizcocho ya estandarizado, por lo que se recomienda:

- Realizar estudios de aplicación de pigmentos y esmaltes tanto comerciales como naturales a la muestra final de piezas cerámicas en etapa bizcocho obtenidas en este proyecto.
- Contemplar este material como potencial para el uso en remediación ambiental, al ser absorbente de diferentes complejos para su uso como zeolita.
- Realizar estudios a nivel de nano material para que el producto obtenido, se convierta en material cerámico avanzado otorgándole modificaciones micro estructurales que modifiquen sus propiedades macro.



ANEXOS

ANEXOS

1. DOCUMENTO DE LA METODOLOGÍA ESTANDARIZADA DE OBTENCIÓN DE CERÁMICA BLANCA HASTA SU ETAPA BISCOCHO

El conformado de piezas cerámicas artesanales en el C.I.F.D.M. hasta la etapa bizcocho, se debe desarrollar considerando los siguientes puntos para cada etapa:

La cantidad de arcilla obtenida del yacimiento se muele, se pasa por tamiz No. 40 y se lleva a secado, en horno hasta 100 °C por 3 horas, se deja enfriar a temperatura ambiente dentro el horno; de no contarse con el horno adecuado se debe secar la arcilla sobre bolsas de plástico al sol antes de la molienda, y posteriormente tamizar la arcilla seca.

1.1. CONFORMADO DE LA PASTA Y PIEZA CERÁMICA

Se pesa la cantidad de arcilla requerida (dependiendo de la cantidad de producción) y mezclar con cuatro veces el volumen de agua, esto para aprovechar al máximo propiedades de absorción de agua y plasticidad, se deja en reposo por 3 días mezclando paulatinamente la mezcla, entonces se verá el conformado de la pasta en la base del recipiente, se retira el agua excedente pero no se desecha, la pasta obtenida se lleva al moldeado habitual, se usa el agua excedente de la primera parte durante el moldeado, en especial la suspensión que contenga más sólido. Si se desea obtener pasta para moldes fijos de yeso no desechar el agua sino dejarla evaporarse por un día más, así al momento de poner la pasta en el molde el resto del agua se absorberá.

1.2. PROCESO DE SECADO DE LAS PIEZAS

Después de elaboradas, dejar secar las piezas a la sombra un tiempo de 3 días como máximo, para garantizar el secado total, se llevan las piezas al horno a 100°C por 6 horas, esto solo si se observa que el ambiente del lugar es más húmedo que de lo habitual.

1.3. PROCESO DE COCCIÓN DE LAS PIEZAS

Cuando la producción de piezas esté seca y listas, se procede al horneado, en horno eléctrico mediante la rampa de calentamiento de la figura 57 ya programada. El horneado usualmente se hace cada 15 días, dependiendo de la cantidad de las obras cerámicas.

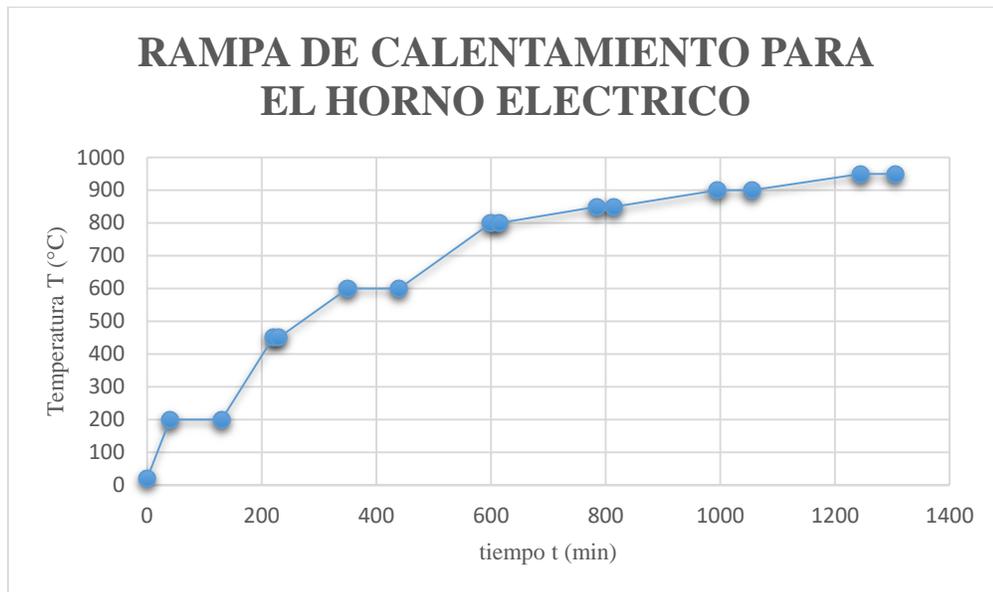


Figura 57 Tratamiento térmico para la cocción de las piezas cerámicas

En el horno, las piezas se separan con los niveles de cerámica del mismo horno. El C.I.F.D.M. cuenta con 3 hornos eléctricos que tienen una capacidad de al menos 7 piezas por nivel. El proceso de cocción tiene un tiempo de duración de 2 horas, posteriormente se deja enfriar paulatinamente a temperatura ambiente sin sacar las piezas del horno.

En la figura 58, se observa el resumen del proceso:



Figura 58 Esquema de elaboración de cerámicos hasta la etapa bizcocho

2. MÉTODO DE CUARTEO

Consiste en depositar en una malla las submuestras, molerlas para mezclarlas y se van cuarteando en forma de X, seleccionando dos secciones opuestas que nuevamente serán mezclados y cuarteados, hasta dejar una cantidad equivalente a 500 g y que corresponda a la muestra compuesta (Figura 59).

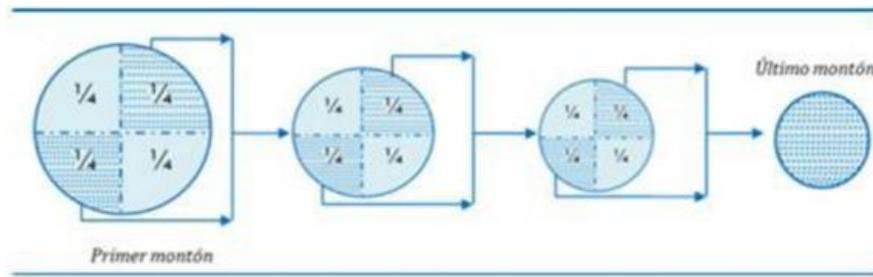


Figura 59 Método de cuarteo para elegir una muestra representativa

3. PRUEBAS FÍSICAS (COMPLEMENTO)

a) Plasticidad

Las arcillas se distinguen de los demás materiales térreos por el fenómeno de la plasticidad. Esta propiedad diferenciadora se pone de manifiesto cuando se mezcla una arcilla con una determinada proporción de agua (no superior al 20%) y se somete a presión el producto amasado. La presión produce un efecto de deformación, que continua estable, aunque haya desaparecido aquélla; es, por tanto, moldeable.

La plasticidad se opone al fenómeno de la elasticidad. Los productos elásticos recobran su forma primitiva al desaparecer la fuerza constante que modifica su forma.

La medición del tamaño de partículas de la arcilla, inicialmente realizada por Houghton, que dio un resultado próximo a las dos micras y que fue confirmado luego por Atterberg y Andreasen, es mucho mayor que el de las partículas coloidales, que oscilan entre 0.1 y 0,001 micras. Las observaciones al microscopio de las dispersiones de arcilla en agua, mediante las cuales se comprobó que su estructura era de tendencia laminar, así como la definición de la plasticidad y la forma de medirla por Atterberg a principios de siglo,

influyeron en que los investigadores considerasen el comportamiento plástico de las arcillas como debido a otras causas que a su propia naturaleza como sustancia coloidal. Le Chatelier interpreta su plasticidad en comparación a otros materiales no plásticos, tales como el cuarzo, el feldespato, etc., indicando que el deslizamiento de estas pequeñas láminas unas sobre otras, con la acción lubricante del líquido dispersante y la acción de su propia tensión superficial, podrían explicar el fenómeno e incluso el endurecimiento.

Posteriormente, y siguiendo estas investigaciones, Salmang comprobó que la plasticidad no se incrementaba únicamente para una misma arcilla, al aumentar la viscosidad del líquido empleado: en consecuencia, había que atribuirla a alguna otra acción física o química del sistema líquido-arcilla.

El posterior desarrollo de la cristalografía, con la aportación del análisis por difracción de los rayos X, ha demostrado que las arcillas son sustancias cristalinas, y no amorfas como las coloidales o geles. Poseen pues los átomos de sus agrupaciones moleculares ordenados en el espacio (condición necesaria para que se produzca el fenómeno citado de la difracción) formando retículos con estructuras cristalinas definidas para cada una de ellas. Los diagramas de difracción obtenidos han permitido estudiarlas e identificarlas. Cabe resaltar en este sentido los estudios de Guinier. Todo ello demuestra claramente que estas sustancias son cristalinas.

- **Límite líquido**

La muestra de arcilla previamente secada, molida y tamizada se pone en la vasija de porcelana y se mezcló completamente con 15 a 20 ml de agua destilada, agitándola, amasándola y tajándola con una espátula en forma alternada y repetida. Se realizó más adiciones de agua en incrementos de 1 a 3 ml sin pasar la proporción de 1:4. Se mezcló completamente cada incremento de agua con la arcilla como se ha descrito previamente, antes de cualquier nueva adición.

Cuando se obtuvo la pasta cerámica y la consistencia producida requirió de 30 a 35 golpes de la cazuela de bronce para que se ocasione el cierre, se colocó una porción de la mezcla en la cazuela sobre el sitio en que ésta reposa en la base, y se comprimió hacia abajo, extendiendo la pasta hasta obtener la posición mostrada en la Figura 16 (con tan pocas

pasadas de la espátula como sea posible), teniendo cuidado de evitar la inclusión de burbujas de aire dentro de la masa. Se niveló el suelo con la espátula y al mismo tiempo se emparejo hasta conseguir una profundidad de 1 cm en el punto de espesor máximo. El exceso de pasta se regresó a la Vasija de porcelana.

Se dividió la pasta cerámica en la taza de bronce por pasadas firmes del acanalador a lo largo del diámetro y a través de la línea central de la pasta de modo que se formó una ranura limpia y de dimensiones apropiadas. Para evitar rasgaduras en los lados de la ranura o escurrimientos de la pasta de arcilla a la cazuela de bronce, se procedió hasta 6 pasadas de adelante hacia atrás o de atrás hacia adelante, contando cada recorrido como una pasada; con cada pasada el acanalador penetró un poco más profundo hasta que la última pasada de atrás hacia adelante limpió el fondo de la cazuela.⁴

Se elevó y golpeó la taza de bronce girando la manija F, hasta que las dos mitades de la pasta de suelo se pusieron en contacto en el fondo de la ranura, a lo largo de una distancia de cerca de 13 mm (0.5"). Y se anotó el número de golpes requeridos para cerrar la ranura.

El contenido de humedad de la muestra se tomó cuando el número de golpes requerido para cerrar la ranura estuvo comprendido entre 20 y 30. Si se hubiera requerido menos de 20 o más de 30 golpes, se ajusta el contenido de humedad del suelo y se repita el procedimiento.

Inmediatamente después de remover un espécimen para contenido de humedad como se describió anteriormente, se formó nuevamente el suelo en la copa, añadiendo una pequeña cantidad de suelo para reponer la pérdida debida a la ranuración y las orientaciones de muestreo para contenido de humedad.³

Se repitió el ensayo hasta que el segundo cierre de la ranura requirió el mismo número de golpes o no más de dos golpes de diferencia, entonces se tomó otra muestra para contenido de humedad hasta llegar a 5 datos.

- **Límite plástico**

✓ Preparación de la Muestra

Se toman aproximadamente 20 g de la muestra que pasó por el tamiz de 426 mm (N° 40), preparado para el ensayo de límite líquido. Se amasa con agua destilada hasta que se formó con facilidad una esfera con la masa de arcilla. Se tomó una porción de 1,5 gr a 2,0 gr de dicha esfera como muestra para el ensayo.

El secado previo del material en horno o estufa, o al aire, puede cambiar (en general, disminuir), el límite plástico de un suelo con material orgánico, pero este cambio fue poco importante.

Se tomó una muestra de unos 15 g de la porción de suelo humedecida y amasada, preparada de acuerdo a la guía (determinación del límite líquido de los suelos 4.2.1.1). La muestra se tomó en una etapa del proceso de amasado en que se pueda formar fácilmente con ella una esfera, sin que se pegue demasiado a los dedos al aplastarla.⁴

✓ Procedimiento

Se moldeó la mitad de la muestra en forma de elipsoide y, a continuación, se rueda con los dedos de la mano sobre la superficie lisa, con la presión estrictamente necesaria para formar cilindros.

Si antes de llegar el cilindro a un diámetro de unos 3.2 mm (1/8") no se ha desmoronado, se vuelve a hacer un elipsoide y a repetir el proceso, cuantas veces sea necesario, hasta que se desmorone aproximadamente con dicho diámetro.

El desmoronamiento puede manifestarse de modo distinto, en los diversos tipos de suelo: En suelos muy plásticos, el cilindro queda dividido en trozos de unos 6 mm de longitud, mientras que en suelos plásticos los trozos son más pequeños.

La porción así obtenida se colocó en vidrios de reloj o pesa-filtros tarados, se continuó el proceso hasta reunir unos 6 g de suelo y se determinó la humedad de acuerdo a la guía de Determinación del contenido de humedad.

Se repitió, con la otra mitad de la masa, el proceso indicado.

b) Capacitor de Placas Paralelas

Para un capacitor, la capacitancia depende de la geometría del mismo, es decir, el tamaño y forma de las placas, la separación entre ellas, etc. Para el capacitor de placas paralelas, la capacitancia se puede calcular como:

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{d}$$

Donde:

C : es la capacitancia medida en Faraday (F)

$$\epsilon_0: 8.85 \times 10^{-12} \frac{C^2}{Nm^2}$$

A : área de cualquiera de las placas del capacitor (m^2)

d : separación entre las placas del capacitor (m)

Para determinar la capacitancia (capacidad de un componente o circuito para recoger y almacenar energía en forma de carga eléctrica) de la muestra de arcilla, se conformó 5 muestras en forma esférica, pesando arcilla con agua a una proporción 1:4, y llevando a cocción hasta los $100^\circ C$ durante 2hr, entonces se midió la capacitancia con ayuda de un multímetro digital, armando un sistema de placas paralelas colocando a cada lado de las monedas de arcilla papel estaño con la misma forma y conectando los terminales del tester en cada una de las placas (Figura 60).



Figura 60 Ensayo de la Capacitancia

c) Autoinducción-Magnetismo

Una corriente variable en el tiempo produce un efecto sobre sí misma, debido al campo magnético que genera. Este efecto se denomina autoinducción.

El ejemplo más sencillo de autoinducción lo da una bobina cilíndrica de radio a , gran longitud h y número de espiras N . Cuando por ella pasa una intensidad de corriente I , el campo magnético que produce en su interior es aproximadamente:

$$\vec{B} = \frac{\mu_0 N I}{h} \vec{k}$$

Siendo \vec{k} el unitario a lo largo del eje. El campo es nulo en su exterior. Para hallar el flujo de este campo a través de la propia bobina hay que tener en cuenta que el campo no atraviesa una sola espira, sino todas ellas, por lo que:

$$\Phi_m = N \phi$$

siendo ϕ , el flujo a través de una espira

$$\phi = \left(\frac{\mu_0 N I}{h} \right) \pi a^2$$

lo que nos da el coeficiente de autoinducción:

$$L = \frac{\mu_0 N^2 S}{h} \quad S = \pi a^2$$

Para determinar el coeficiente de autoinducción de las muestras de arcilla es que se armó una bobina cilíndrica con material de plástico hueco de radio y longitud conocidas, a la que se enrolló con alambre de Cobre un número de 100 espiras, en los terminales del alambre se conectó el multímetro y se depositó en el interior de la bobina cada una de las muestras (Figura 61).



Figura 61 Ensayo de autoinducción

d) Dureza

En la norma IRAM 11828 para determinar la dureza de las probetas cerámicas, donde se detalla la dureza según la escala de Mohs (Tabla 21), por otro lado, el equipo empleado para la medición, *Deluxe: Set de selección de dureza para la identificación de Materiales, detalla la misma escala con un mayor rango de error:

Mineral	Norma IRAM 11828
Talco	1
Yeso	2
Caolinita*	2.0 - 2.5
Calcita	3
Fluorita	4
Apatita	5
Ortosa	6
Cuarzo	7
Topacio	8
Corindón	9
Diamante	10

Tabla 21 Dureza de Mohs - Norma IRAM 11828

e) Resistencia a la fractura

El sistema de laboratorio utilizado para los ensayos de impacto es comúnmente conocido como ensayo Charpy (Askeland et al. 1998; D. Callister et al. 1995).

Siguiendo el método estándar (International Standard Organization 2004) de la norma DIN EN 52 186 (1978) para medidas realizadas en muestras de madera, se puede calcular la fuerza de impacto proveniente del golpe del péndulo sobre la muestra como:

$$F = \frac{m}{t} \sqrt{2gl(1 - \cos(\alpha))}$$

donde:

F es la fuerza de impacto entre la muestra y el vástago fijo (en Newtons).

m es la masa del péndulo (en kilogramos).

t es el tiempo de contacto durante el impacto (en segundos).

g es la aceleración de la gravedad (9.78 m/s^2 en La Paz).

l es la longitud del brazo del péndulo (en metros).

α es el ángulo de partida del péndulo (en radianes).

Una vez conocida la fuerza del impacto, se puede calcular el valor del esfuerzo de rotura (o MOR) mediante una fórmula simple (H. Gonzales & Bedoya 2007).

$$\sigma_{ult} = \frac{3}{2} \frac{FL_{apoyo}}{DE^2}$$

donde:

σ_{ult} es el esfuerzo de rotura en flexión (en MPa).

F es la máxima carga (de rotura) aplicada sobre la muestra, y que se calcula a partir del ángulo máximo de flexión del péndulo de impacto (en Newtons).

L_{apoyo} es la longitud entre apoyos de la muestra (en metros).

E es el espesor de la muestra (en metros).

D es el ancho de la muestra (en metros).

4. MÉTODO BET DE SINGLE POINT (UN PUNTO)

Para las mediciones rutinarias de superficies, se puede aplicar un procedimiento simplificado, usando solamente un punto único en la isoterma de adsorción en la región lineal del gráfico BET. Para el nitrógeno el C es usualmente lo suficientemente grande para garantizar la suposición de que la intercepción en la BET. Por lo tanto, la ecuación BET se reduce a:

$$W_m = W(1 - P / P_0)$$

Midiendo la cantidad de nitrógeno absorbido en una presión relativa (preferentemente cerca de $P/P_0 = 0,2$) la capacidad de la monocapa W_m puede ser calculada usando la siguiente ecuación introduciendo la ecuación del gas ideal. Eso es:

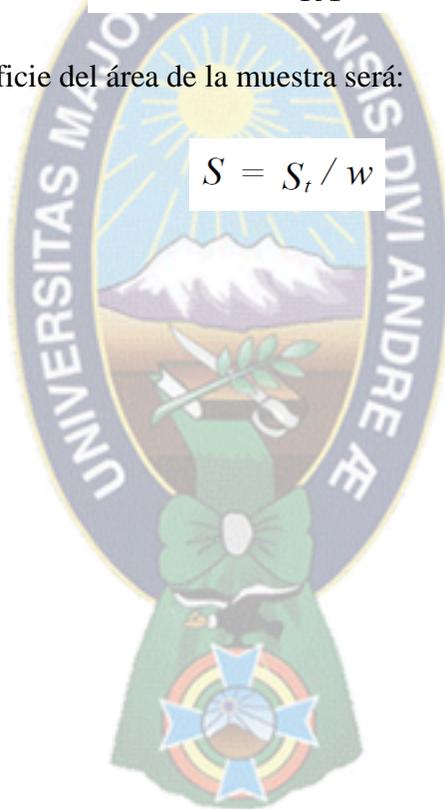
$$W_m = \frac{PVM}{RT} (1 - P/P_0)$$

La superficie total puede ser obtenida a partir de la ecuación:

$$S_t = \frac{PV N A_{cs} (1 - P/P_0)}{RT}$$

Y finalmente la superficie del área de la muestra será:

$$S = S_t / w$$



REFERENCIAS

1. O. M. Castellanos, M. C. A. Ríos, A. Ramos, E. V. Plaza, *Boletín de Geología*, 34 (2012) 43.
2. F. Pardo, S. Meseguer, M. M. Jordán, T. Sanfeliu, I. González, *Appl. Clay Sci.* 51 (2010) 147.
3. F. González-García, V. Romero-Acosta, G. García-Ramos, M. González Rodríguez, *Appl. Clay Sci.*, 5 (1990) 361.
4. M. M. Jordán, T. Sanfeliu, C. De la Fuente, *Appl. Clay Sci.*, 20 (2001) 87.
5. “Diseño de Utillajes para acelerar la Elaboración de piezas de cerámica en talleres artesanales”, Ana Gabriela Chuinda Sisalima, Cuenca Ecuador 2018.
6. “Geological, Geochemical and Mineralogical Characterization of Non-Metallic Mineral Deposits in the La Paz Region, Bolivia” Ariana Zeballos Tesis Doctoral Luleá University of Technology 2018 Department of Civil, Environmental and Natural Resources Engineering Division of Geosciences and Environmental Engineering
7. “Estudio geofísico de las formaciones Vila Vila y Colpacucho en el área de Micaya, Municipio de Colquencha, Departamento de La Paz”, Jorge Luis Cossío San Martín, La Paz – Bolivia, 2016 – Tesis de Ingeniería
8. ASTM D-4318, AASHTO T-89, J. E. Bowles (Experimento N° 3) , MTC E 110-2000
9. ASTM D-4318, AASHTO T-90, J. E. Bowles (Experimento N° 3) , MTC E 111-2000
10. Norma Boliviana NB-ISO 10545:2 “Baldosas Cerámicas – Determinación de las dimensiones y del aspecto superficial” Instituto Boliviano de Normalización y calidad. ICS 91.100.25-10 Baldosas cerámicas, octubre 2005.
11. NORMA IRAM 11828 “Cerámicos para revestimientos de pisos y paredes. Determinación de la dureza al rayado de la superficie, según la escala de Mohs” Instituto Argentino de Normalización, Junio de 1996 ICS 91.100.20 *CNA 5620.
12. “Ensayos de impacto sobre la jatata bajo diversos Tratamientos Físicos” E. R. Palenque, F. Ghezzi y C. Vargas, *Revista Boliviana de Física* 18,17 24,2011
13. CIF File. Quartz. Crystal structure data from: Antao S M, Hassan I, Wang J, Lee P L, Toby B H (2008) State-of-the-art high-resolution powder x-ray diffraction (HRPXRD) illustrated with Rietveld structure refinement of quartz, sodalite, tremolite, and meionite. *The Canadian Mineralogist* 46:1501 - 1509.
14. CIF File. Kaolinite. Crystal Structure Data from: Bish D L (1993) Rietveld refinement of the kaolinite structure at 1.5 K Note: sample at T = 1.5 K. *Clays and Clay Minerals* 41:738 - 744.
15. MATERIAS PRIMAS PARA PASTAS CERÁMICAS: TECNOLOGÍA DE LOS MATERIALES CERÁMICOS Juan Morales Güeto Ediciones Díaz de Santos, 2012

16. CIF File. Muscovite. Crystal structure data from: Richardson S M, Richardson J W (1982) Crystal structure of a pink muscovite from Archer's Post, Kenya: Implications for reverse pleochroism in dioctahedral micas. *American Mineralogist* 67:69 - 75.
17. “Fundamentos de Mecánica del suelo, proyecto de muros y cimentaciones” Daniel Graux, Volumen 1 segunda edición, Editores Técnicos Asociados, s.a. Barcelona 1975.
18. NB-ISO 10545:4 IBNORCA “Baldosas cerámicas-Determinación de la resistencia a la flexión y de la carga de rotura” ICS 91.100.25-10 Baldosas Cerámicas Diciembre 2005
19. G. Kakali, T. Perraki, S. Tsvivilis, E. Badogiannis, *Appl. Clay Sci.*, 20 (2001) 73.
20. C. Y. Chen, C. S. Lan, W. H. Tuan, *Ceram. Int.*, 26 (2000) 715.
21. “CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DE MINERALES ARCILLOSOS DE LA PROVINCIA DE CHIMBORAZO Y PROPUESTA DE POTENCIALES APLICACIONES INDUSTRIALES”. HERNÁN DANILO JARA ECHEVERRÍA. Riobamba – Ecuador 2018. ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO. Proyecto de Investigación.
22. Fuente. Sakurai, Kunitoshi. (1983). "Método sencillo para el análisis de residuos sólidos". CEPIS.