

Caracterización de materias primas y formulación de pastas cerámicas para una empresa ubicada en el área metropolitana de Cúcuta, Colombia

Characterization of raw materials and preparation of ceramic pastes for a company located in the metropolitan area of Cúcuta, Colombia

^aFélix María García-Morales, ^bJorge Sánchez-Molina, ^cJohn Freddy Gelves-Díaz

 ^a Master in Materials Science and Technology. Research Group in Ceramic Technology. Francisco de Paula Santander University, Cúcuta, Colombia dir.preparaciones@ceramicaitalia.com

 ^b Advances in Materials and Energy Engineering Ph. D, Research Group in Ceramic Technology. Francisco de Paula Santander University, Cúcuta, Colombia. Orcid 0000-0002-9080-8526, jorgesm@ufps.edu.co

 ^c Engineering Ph. D, Research Group on Competitiveness and Sustainability for Development, Universidad libre, Cúcuta, Colombia. Orcid 0000-0002-1238-6911, johnf.gelved@unilibrecucuta.edu.co

Recibido: Julio 20 de 2020 **Aceptado:** Diciembre 22 de 2020

Forma de citar: F.M. García-Morales, J. Sánchez-Molina, J.F. Gelves-Díaz, “A Caracterización de materias primas y formulación de pastas cerámicas para una empresa ubicada en el área metropolitana de Cúcuta, Colombia”, *Mundo Fesc*, vol. 11, no. 22, pp. 21-33, 2021

Resumen

En el presente trabajo se presentan los resultados de caracterización de materias primas y de formulación de pastas cerámicas para una empresa fabricante de baldosas cerámicas del área metropolitana de Cúcuta encaminada a reducir la heterogeneidad en los valores de las propiedades tecnológicas entre lotes de producción. Inicialmente un proceso de caracterización de materias primas mediante técnicas como fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X y análisis térmico (coeficiente de dilatación térmica) fue realizado. Complementario a esto, se realizó un análisis de tipo físico-cerámico a escala de laboratorio (Porcentaje de absorción de agua, contracción de cocción y resistencia mecánica a la flexión) a fin de conocer el comportamiento de cada materia prima y así proponer rangos de uso en la pasta cerámica a partir de un modelo estadístico. Cinco pastas cerámicas fueron formuladas a partir del proceso de caracterización, se realizó el proceso cerámico (laboratorio) estableciendo los valores de las propiedades tecnológicas que usualmente controla la empresa seleccionada. La pasta de mejor comportamiento fue usada en el sistema industrial, donde se evidenció mediante seguimiento por 31 días de producción que se cumple con los parámetros de control de la empresa y que además los datos obtenidos presentan menor dispersión respecto a los valores obtenidos con la pasta cerámica usada en la actualidad.

Palabras Claves: Baldosa cerámica, caracterización, materias primas, pasta cerámica, propiedades tecnológicas.

Autor para correspondencia:

*Correo electrónico: stephannynarvaezortega@outlook.com



Abstract

In the present work the results of characterization of raw materials and formulation of ceramic pastes are presented for a tiles manufacturer located in the metropolitan area of Cúcuta, aimed at reducing the heterogeneity in the technological properties between production batches. Initially a process of characterization of raw materials by techniques such as X-ray fluorescence, X-ray diffraction and thermal analysis (thermal dilatation coefficient) was performed. Complementary to this, an analysis of physical-ceramic type at laboratory scale (Percentage of water absorption, firing shrinkage and mechanical resistance to flexion) was performed in order to know the behavior of each raw material and thus, propose ranges of use in the ceramic pasta from a statistical model. Five ceramic pastes were formulated from the characterization process, the ceramic process was carried out (laboratory) establishing the values of the technological properties that the selected company usually controls for this process. The best performance ceramic paste was used in the industrial system, where it was evidenced by monitoring for several days of production (31 days) that is complied with the control parameters of the company and that in addition the data obtained show less dispersion with respect to the values obtained with the ceramic paste used today.

Keywords: Ceramic tile, characterization, ceramic paste, raw materials, technological properties.

Introducción

El proceso de fabricación de baldosas cerámicas esmaltadas es bastante complejo y requiere del ajuste de muchas variables de proceso (formulación de mezclas, tiempos de molienda, granulometría, humedad de prensado, presión, curvas de secado y cocción, otras) si se quiere obtener un producto de alta calidad [1-3].

En la literatura disponible se resalta que la falta de control de la materia prima es una de las variables que más afecta la calidad de la baldosa esmaltada. La formación de fisuras, defectos estéticos y la variabilidad de los valores de las propiedades tecnológicas (%absorción de agua, contracción, resistencia mecánica a la flexión, entre otras) han sido asociadas a la materia prima [4-8].

Este comportamiento anteriormente mencionado no es ajeno a las empresas cerámicas del área metropolitana de Cúcuta (Colombia), puesto que se ha evidenciado que a pesar de que muchas de las minas de arcilla de estas empresas, hacen parte de la misma formación geológica, existen ligeras diferencias composicionales que tienen efecto en el proceso de fabricación de cerámicos de

construcción [9-11].

Aunque la utilización de pisos y revestimientos en cerámica tiene buena aceptación a nivel nacional e internacional, han surgido nuevos productos sustitutos que han incrementado la competencia en el mercado de la construcción (concreto, polímeros, materiales compuestos), comportamiento que ha obligado a fabricantes y diseñadores ceramistas a realizar mayores esfuerzos por ofrecer productos novedosos y con niveles de calidad cada vez más exigente [12-15].

Debido a la mayor competencia y a la necesidad de entrar en mercados más exigentes en materia de normatividad, el presente estudio fue encaminado a analizar las materias primas regionales utilizadas por este sector y a partir de ello establecer una formulación de pasta cerámica que le permita a una empresa regional tener un mayor control sobre los valores de algunas propiedades tecnológicas de los cerámicos que ellos elaboran.

Materiales y Métodos

Cinco materiales arcillosos (X1, X2, X3, X4 y X5) provenientes de minas ubicadas en el

área metropolitana de Cúcuta fueron usadas en el presente proyecto. De igual manera cuatro materias primas provenientes de varios municipios del departamento Norte de Santander fueron usados como desgrasante (reducir plasticidad) y/o fundentes (R1, R2, R3 y R4). Estos materiales fueron caracterizados mediante difracción de rayos X, fluorescencia de rayos X y análisis térmico para identificación de cambios dilatométricos. De igual manera se realizó un análisis físico-cerámico a fin de establecer los valores de las propiedades tecnológicas de porcentaje de absorción de agua, contracción de cocción y resistencia mecánica a la flexión.

La caracterización mineralógica fue realizada mediante difracción de rayos X (DRX). La prueba se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci con las siguientes condiciones de trabajo: voltaje 40 kV, corriente 30 mA, rendija de divergencia 0,6 mm, rendijas Soller primario 2,5°, muestreo 0,01526° 2 θ , rango de medición entre 3,5-70° 2 θ usando radiación Cu K α 1, filtro de níquel, un detector lineal LynxEye, tipo de barrido a pasos y un tiempo de muestreo por paso de 0,4 segundos. La identificación de fases se llevó a cabo mediante el proceso de comparación de los resultados experimentales con los perfiles de difracción del International Centre for Diffraction Data (ICDD). Refinamiento rietveld fue usado para el análisis cuantitativo de las fases encontradas en las muestras.

Fluorescencia de rayos X (FRX) fue empleada para la caracterización química de las muestras. Inicialmente la muestra fue molturada y tamizada (pasante malla 400 ASTM). Previo al ensayo de fluorescencia las muestras se calcinaron a 950 °C durante 2 horas a fin establecer las pérdidas por ignición. Los análisis se realizaron en un espectrómetro secuencial de fluorescencia

de rayos X de longitud de onda dispersiva de 4kW marca BRUKER modelo S8 TIGER. Para detectar los elementos pesados se utilizó un detector de Centelleo y para los elementos livianos un detector de flujo, la fuente de rayos X fue un tubo de Rodio (Rh) y el goniómetro utilizado fue de alta precisión para ángulos theta y 2 thetas.

El coeficiente de dilatometría se determinó mediante el instrumento NETZSCH DIL 402C, empleando una velocidad de calentamiento de 5°C/min y atmosfera neutra.

Para el análisis físico-cerámico, inicialmente se realizó un proceso de reducción de tamaño de grano. Se pesó 500g de cada componente y se redujo el tamaño de partícula para cada muestra empleando molino manual tradicional tipo tornillo sin fin y disco giratorio marca CORONA. Para la molienda de materias primas se empleó una molinera modelo SPEEDY marca NANNETI para laboratorio. Se adicionó 500g de muestra preparada, 215g de agua y 2,5g de defloculante Deflix (Maschester química) en jarras cerámicas, y se llevó a molienda durante 7 minutos. Se secó la muestra molida en una bandeja metálica a temperatura de 150 °C durante 2 horas. Se llevó la muestra seca a reducción de tamaño a través de molino manual y se tamizó empleando malla No.18 ASTM (1000 μ m). Con la muestra totalmente tamizada se humectó agregando el 5% de agua a la pasta fina y se dejó en reposo durante 2 horas. En un recipiente de plástico se pesó 85 g de muestra ya lista para prensar. Se asignó en la prensa hidraulica tipo PILA marca SACMI la presión a 240 bar y se distribuyó la pasta en la cavidad del molde. Se prensaron 3 probetas por cada componente y se llevaron a secado a 140°C durante 1 hora. Se alistó malla metálica donde se ubicaron las probetas secas para el inicio de quema. La cocción se realizó en uno de los hornos de las líneas de producción

de la empresa seleccionada, correspondiente a un horno de tipo rodillos monocanal marca SACMI, con ciclo de cocción de 34 minutos y temperaturas de quema igual a 1125°C. El establecimiento del porcentaje de absorción de agua se realizó siguiendo los lineamientos de la norma técnica colombiana NTC 4321-3 [16]. De igual la prueba de resistencia mecánica a la flexión se realizó bajo los parámetros de la norma técnica colombiana NTC 4321-4 [17]. La contracción de cocción se realizó a partir de los lineamientos de la norma ASTM C326-03 [18].

Con la información recolectada en la caracterización se procedió a realizar el proceso de formulación de pastas. Se utilizó el software Statistica para realizar un diseño experimental para mezclas y superficies restringidas. Posterior a la obtención de la formulación se procedió a la preparación de las pastas, conformado de probetas y cocción de las mismas a fin de establecer cual tratamiento ofrece las mejores condiciones para disminuir la heterogeneidad en los valores de las propiedades tecnológicas evaluadas, dicho proceso comparativo, se realizó a partir de un análisis estadístico (análisis de varianza, prueba de Tukey, nivel de significancia del 5%) a fin de establecer si hay diferencias significativas entre tratamientos. Finalmente, la formulación de mejor comportamiento fue usada para la preparación de un lote a escala industrial, haciendo un seguimiento por varios días sobre la variable tecnológica “porcentaje de absorción de agua” (se usa debido a su fácil medición y que a su vez genera información indirecta sobre la porosidad y resistencia mecánica de la baldosa) a fin de observar si los resultados obtenidos permanecen dentro de los límites o parámetros de control de calidad establecidos por la empresa.

Resultados, Análisis e Interpretación

Los resultados de composición química y mineralógica de las materias primas usadas por la empresa son presentados en las Tablas I y II.

Tabla I. Composición química de las materias primas utilizadas (% peso, FRX)

Óxido	X1	X2	X3	X4	X5	R1	R2	R3	R4
SiO ₂	67,86	65,48	65,09	67,49	62,76	6,87	69,13	68,00	63,14
Al ₂ O ₃	17,76	18,94	19,18	18,05	21,15	1,01	17,49	17,84	16,74
CaO	0,47	0,40	0,37	0,25	0,57	49,45	2,04	0,69	3,82
MgO	0,41	0,47	0,45	0,32	0,57	0,45	0,51	0,15	0,53
Na ₂ O	0,26	0,34	0,33	0,17	0,31	0,36	0,95	4,03	0,94
K ₂ O	1,76	1,82	1,80	1,83	2,01	0,09	2,35	4,26	2,19
Fe ₂ O ₃	4,69	5,23	5,18	4,97	4,66	1,29	4,44	1,94	4,01
TiO ₂	0,87	0,95	0,96	0,90	0,87	0,03	0,77	0,31	0,71
SO ₃	0,00	0,00	0,03	0,00	0,03	0,60	0,03	0,02	0,10
V ₂ O ₅	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,00	0,03	0,00	0,03
%PPC	5,57	6,00	6,23	5,64	6,71	39,78	1,49	2,51	6,90

Tabla II. Composición mineralógica de las materias primas utilizadas (% peso, Rietveld-DRX)

Materia prima	cuarzo	caolinita	moscovita	hematita	anatasa	calcita	albita	microclina	mullita	pirita
X1	50,6	33,1	12,2	2,2	1,2	---	<1,0	<1,0	---	---
X2	53,3	28,2	16,9	2,2	<1,0	---	---	<1,0	---	---
X3	37,5	23,4	31,4	1,6	4,6	---	<1,0	1,5	---	---
X4	55,8	26,8	13,8	2,8	<1,0	---	---	<1,0	---	---
X5	45,7	36,2	16,0	1,0	<1,0	---	<1,0	<1,0	---	---
R1	8,4	---	---	---	---	87,5	---	---	---	<1,0
R2	71,5	---	---	2,7	---	<1,0	5,4	8,8	11,4	---
R3	24,4	---	5,6	---	<1,0	<1,0	39,0	24,7	---	---
R4	51,3	22,0	10,1	<1,0	<1,0	3,2	7,2	3,5	---	---

En la Tabla I se evidencia el predominio del silicio en todas las materias primas con excepción del material R1. Los resultados de composición mineralógica ponen en evidencia que la principal fuente de este elemento es el cuarzo libre (SiO_2) y en menor medida las arcillas y feldespatos presentes (ver fórmula mineral de caolinita, moscovita, microclina, albita). El aluminio es el segundo elemento en abundancia en las materias primas, con excepción del material R1. Su procedencia parece estar asociada a la presencia de fase arcillosas como la caolinita ($\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) y la moscovita ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$) identificadas en la Tabla II, pero también a la existencia de fases feldespáticas como la albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) y la microclina (KAlSi_3O_8) abundantes en los materiales R1 a R3.

El hierro es el tercer elemento en abundancia en la mayoría de las materias primas. La fuente de hierro podría estar asociada a la presencia de este elemento en la fase moscovita (en reemplazo del aluminio en la fórmula mineral). Esta afirmación se soporta en el mayor contenido de hierro de las materias primas X2 y X3, las cuales tienen el mayor contenido de moscovita, según el análisis mineralógico de la Tabla II. De igual manera el contenido de hierro puede ser asociado a la presencia de la fase hematita (Fe_2O_3) acorde con la información de la Tabla II y en sintonía con los resultados de otros trabajos disponibles en la literatura [9,10].

El potasio identificado en la Tabla I puede asociarse a la presencia de moscovita y al feldespato microclina, en este último caso en el material desgrasante R3. El sodio no es el más abundante en las muestras arcillosas, aunque si es más notorio en los materiales desgrasantes ($\text{R3} > \text{R2} > \text{R4}$).

El titanio es un elemento de baja abundancia en las materias primas, su presencia puede ser asociada a la presencia de anatasa (TiO_2) identificada en el análisis mineralógico. El calcio es otro de los elementos que se encuentran en baja concentración en las materias primas, con excepción del material desgrasante R1. Los resultados del análisis mineralógico permiten asociar el calcio con la presencia del mineral calcita (caliza como materia prima). Las pérdidas de calcinación de la Tabla I para este material también dan soporte a esta afirmación, dichas pérdidas se asocian a la descomposición de la calcita, generando dióxido de carbono como resultado del proceso [19-20].

Las pérdidas por fuego guardan una relación directa con el contenido de fases arcillosas hidratadas (caolinita/moscovita) y con el contenido de calcita presentes en la materia prima (ver Tabla II). El material X5 presenta una alta pérdida de calcinación debido al mayor contenido de caolinita ($\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$). El material X3 aunque no tiene una alta concentración de caolinita, si resalta el contenido de moscovita ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$), algo similar sucede con R4, aunque en este caso entra en juego

el papel de la descomposición de la calcita en las pérdidas de calcinación.

En la Tabla III se presentan los resultados de caracterización físico-cerámica para las materias primas. Algunas probetas no presentan valores de resistencia mecánica a la flexión debido a que debido a su fragilidad no fue posible hacer la respectiva medición.

Tabla III. Resultados del análisis físico-cerámico de las materias primas utilizadas

Materia prima	% Pérdidas por fuego	% contracción de cocción	% absorción de agua	Carga de rotura (N)
X1	5,69	3,79	8,47	740
X2	6,15	4,50	7,68	747
X3	6,25	4,45	8,25	768
X4	5,38	3,07	8,58	406
X5	6,33	5,75	7,21	811
R1	38,63	3,25	---	---
R2	0,95	3,42	---	574
R3	1,07	0,14	---	---
R4	5,73	1,15	---	647

De la Tabla III se puede resaltar el rol de la materia prima arcillosa X5 en el aumento de la resistencia mecánica a la flexión (carga de rotura). Aunque esta característica es buena con fines de uso en la pasta cerámica a formular, también presenta el problema de tener los más altos valores de contracción de cocción. La explicación a este comportamiento podría estar asociado a la cantidad de caolinita en el material, la cual favorece el proceso de sinterización y vitrificación [21]. En el caso de la fase vítrea se podría pensar que su presencia favorece la densificación a partir de un proceso de eliminación y llenado de los poros presentes en la probeta inicialmente conformada. Este último hecho, sería el responsable de la disminución del volumen de la probeta [21]. Un caso contrario a X5, se da para la materia prima arcillosa X4. Este comportamiento puede ser explicado por el alto contenido de cuarzo en el material, el cual actúa como material anti plástico y además es bastante estable en temperaturas elevadas (menores de 1200 °C), lo cual hace que la probeta no tenga tantos cambios en sus dimensiones [21]. De igual manera, X4 tiene un contenido intermedio de caolinita (respecto a las

otras materias primas arcillosas) y un bajo contenido de moscovita, lo que también contribuye a que no se obtengan altos valores de resistencia mecánica a la flexión. Las materias primas X1, X2 y X3 tiene valores intermedios respecto a X4 y X5, las cuales podrían intervenir de forma equitativa en la formulación de las pastas cerámicas.

El material R1 debido a su alta composición en carbonatos podría tener un papel importante en la formación de productos cerámicos porosos tal como se documenta en la literatura o un rol importante en la modificación del mecanismo de reacción para la formación de fases de alta temperatura (vidrios, cristobalita, mullita, silicatos de calcio, entre otros) [4-6]. Su concentración en las pastas cerámicas no suele ser muy elevada, acorde con la información consultada en la literatura (inferior al 10%) [4].

Los materiales R2, R3 y R4 que inicialmente fueron presentados como desgrasantes parecen tener diferencias importantes a nivel físico-cerámico. R2 y R4 tiene grandes contracciones para ser considerados anti

plásticos. En el caso de R4 este efecto puede asociarse a la presencia de caolinita y moscovita identificadas en la Tabla II así como por las más altas pérdidas de calcinación mostrados en la Tabla III. R3 es quien presenta los menores cambios volumétricos y además se caracteriza por sus altos contenidos de sodio y potasio (ver Tabla I), hecho que conllevaría a pensar que dentro del proceso de formulación, su uso debería verse privilegiado, gracias al rol de fundentes de estos elementos, ya que esto traería consigo temperaturas de cocción mas bajas y productos con mayor resistencia mecánica.

Por otro lado, se encuentran los resultados de caracterización para el coeficiente de dilatación térmica, los cuales se presentan en la Tabla IV.

Tabla IV. Coeficiente de dilatación térmica de las materias primas utilizadas

Coeficiente de dilatación térmica (10-07)			
Materia prima	T25-300 (°C)	T300-500 (°C)	T500-600 (°C)
X1	71,785	80,567	166,079
X2	68,083	77,591	158,010
X3	67,89	77,020	149,484
X4	66,427	76,699	173,243
X5	68,780	79,005	171,622
R2	71,672	79,250	146,739
R3	54,545	61,920	154,850
R4	69,759	77,579	143,337

En la Tabla IV no se presentan resultados para el material R1, debido a que no fue posible realizar la prueba a causa del alto porcentaje de pérdidas de calcinación, que no permiten mantener fija la probeta al equipo. Las mediciones del coeficiente de dilatación mostrada en la Tabla IV se presentan para tres regiones del perfil de dilatación. En la región entre 25°C y 300°C los cambios de volumen pueden asociarse a la salida de humedad presente en el material [19], la materia prima X1 es la que presenta los mayores cambios en esta zona, este aspecto ha de ser tenido en cuenta a la hora de establecer criterios de participación de los materiales arcillosos en la formulación, siendo X4 la materia prima de mayor favorabilidad. Un aspecto similar se da para los materiales desgrasantes, donde R2 y R4 son los que generan los mayores cambios en el material, permitiendo dar prioridad de uso en este rango a R3. En la región entre 300°C y 500°C los cambios de volumen pueden asociarse al proceso de

deshidroxilación de la caolinita [19], en este caso los resultados son coherentes con los datos de caracterización mineralógica donde X1 y X5 presentan los mayores coeficientes de dilatación térmica y a su vez son los de mayor contenido de caolinita. Este hecho debe ser tenido en cuenta durante el proceso de formulación de la pasta. Caso similar se da para los materiales anti plásticos, resaltando las bondades del material R3.

Para el caso de la región entre los 500°C y 600°C, los cambios en el volumen de material pueden asociarse principalmente a la transformación del cuarzo (de la fase alfa a la forma beta) [4, 19,21,22]. Esta afirmación es soportada con los resultados de caracterización mineralógica presentados en la Tabla II, donde el material X4 es quien presenta la mayor cantidad de cuarzo y a su vez es quien presenta el más alto cambio en la medición del coeficiente de dilatación de la Tabla IV. Sobre los materiales desgrasantes, la materia prima R3 no sale bien favorecida

en este caso (ver Tabla IV). No es claro las causas de este comportamiento, ya que esta materia prima es la que tiene el menor contenido de cuarzo entre los materiales desgrasantes con presencia de feldespatos. La mayor presencia de elementos de carácter fundente (sodio y potasio) podría llegar a tener alguna influencia sobre los cambios dimensionales en este rango de temperatura.

Una vez establecidas las principales características de las materias primas disponibles se procedió al proceso de formulación de pastas. La influencia de los elementos desgrasantes no fue tomada en cuenta en el proceso experimental, su participación fue fijada en 26,5% acorde con los criterios de la empresa y bajo los siguientes argumentos: se estableció un porcentaje de R1 del 2%, cuya finalidad es disminuir la contracción de cocción y evitar la recristalización temprana gracias al rol del carbonato de calcio presente en esta materia prima [22,23]. R3 fue el material más representativo dentro de los desgrasantes, teniendo una concentración del 18,5%, este valor se da por su alta presencia de elementos fundentes y su baja contracción de cocción. R2 y R4 fueron usados de forma equitativa con una participación del 3% a fin de asegurar su participación en la pasta.

En el caso de los materiales arcillosos, su participación ha sido establecida a partir de los criterios presentados en la Tabla V.

Tabla V. Criterios propuestos para el uso de los materiales arcillosos en las pastas cerámicas

Materia Prima	Composición en fórmula (Inferior – Superior) (% máxico)	Argumento
X1	5-10	Porcentaje de contracción medio bajo y resistencia mecánica media.
X2	5-10	Porcentaje de contracción medio bajo y resistencia mecánica media.
X3	20-25	Porcentaje de contracción medio alto y resistencia mecánica media alta.
X4	1-4	Porcentaje de contracción bajo, contenido de cuarzo alto y resistencia mecánica baja.
X5	30-35	Porcentaje de contracción alto y resistencia mecánica alta. Alto contenido de caolinita

A partir de la información presentada en la Tabla V se estableció el diseño experimental según las alternativas propuestas por el software Statistica para un proceso de mezclas y superficies restringidas. Las pastas formuladas (F1, F2, F3, F4 y F5) a partir del proceso se presentan en la Tabla VI.

Tabla VI. Composición de las pastas cerámicas formuladas

(% peso)					
Materias primas	F1	F2	F3	F4	F5
X1	8,5	10,0	5,0	10,0	7,5
X2	7,5	5,0	5,0	10,0	5,0
X3	20,5	21,0	24,5	20,5	25,0
X4	2,5	2,5	4,0	3,0	1,0
X5	34,5	35,0	35,0	30,0	35,0
R1	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
R2	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
R3	18,5	18,5	18,5	18,5	18,5
R4	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0

Una vez establecidas las formulaciones se procedió a realizar el proceso cerámico a escala de laboratorio (no incluye la cocción) a fin de establecer los valores de las propiedades tecnológicas evaluadas. Los resultados por triplicado (M) obtenidos son presentados en la Tabla VII.

Tabla VII. Composición de las pastas cerámicas formuladas

Pasta		% Contracción de cocción	% Absorción de agua	Carga rotura (N)
F1	M1	3,97	6,07	609,23
	M2	3,96	6,05	608,20
	M3	3,97	6,06	607,30
F2	M1	3,96	6,07	610,39
	M2	3,95	6,06	610,50
	M3	3,94	6,06	610,20
F3	M1	3,99	6,00	610,25
	M2	3,97	6,00	609,20
	M3	3,98	6,01	609,19
F4	M1	3,90	6,21	602,16
	M2	3,90	6,19	601,15
	M3	3,88	6,20	600,90
F5	M1	4,00	6,00	615,18
	M2	3,99	5,99	615,20
	M3	3,99	6,01	615,09

Los resultados de la Tabla VII parecen no ser concluyentes sobre que pasta cerámica genera mejores resultados. Se evidencia mucha similitud entre los datos presentados para las 5 pastas formuladas. A fin de establecer si hay diferencias significativas entre los resultados obtenidos, se procedió a realizar un análisis estadístico de varianza con apoyo de la prueba de Tukey (que es de fácil cálculo) para los valores de las tres propiedades tecnológicas evaluadas. Los resultados comparativos se presentan en la Tabla VIII.

Tabla VIII. Resultados del proceso de comparación de variables para las diferentes formulaciones realizadas

% contracción de cocción	% absorción de agua	Carga de rotura (N)
F5> F3> F1>F2>F4	F4> F2> F1>F3>F5	F5> F2> F3>F1>F4

Los resultados del análisis de varianza demostraron que hay significancia entre los valores obtenidos para cada una de las variables tenidas en cuenta en el proceso. En el caso de la variable contracción de cocción, la diferencia de medias de la prueba de Tukey, dejó ver que hay similitud entre las formulaciones F5 y F3, pero ambas difirieren respecto a F1, F2 y F4, donde esta ultima formulación es la de mejor comportamiento en términos cerámicos.

Respecto a la prueba de porcentaje de absorción de agua, la prueba de Tukey reveló que no hay diferencias entre F1 y F2. De igual manera no se evidenció diferencias entre F3 y F5. Sin embargo, los resultados obtenidos dejan ver que si hay diferencias entre estos dos grupos. F4 es el material a quien menos bien le va, presenta diferencias significativas respecto a todas las formulaciones. En términos de selección de pasta cerámica, se debería

hacer una elección entre las formulaciones F3 y F5.

Para la variable de resistencia mecánica a la flexión, una vez comparados los resultados mediante la prueba de Tukey se evidenció que F4 presenta diferencias significativas respecto a las demás formulaciones (F1, F2, F3 y F5). De igual manera sobre esta última agrupación se evidenció que F5 presenta diferencias significativas sobre F1, F2 y F3. F5 es la pasta que genera los mejores resultados en cuanto a esta variable de análisis.

A partir del análisis estadístico realizado, se consideró que a pesar de que F5 no le va bien

en la prueba de contracción de cocción, es la pasta que presenta las mejores condiciones para ser usada por la empresa, ya que las variables donde le fue mejor (absorción de agua y resistencia mecánica a la flexión), suelen ser las de mayor prioridad (escogencia) en el mercado de los productos cerámicos [2].

Finalmente se procedió al desarrollo de la prueba a escala industrial, a fin de corroborar el comportamiento de la pasta formulada (F5, acorde con el análisis de varianza) sobre la prueba de absorción de agua (variables de control establecida en el apartado metodológico). Los resultados son presentados en la Figura 1.

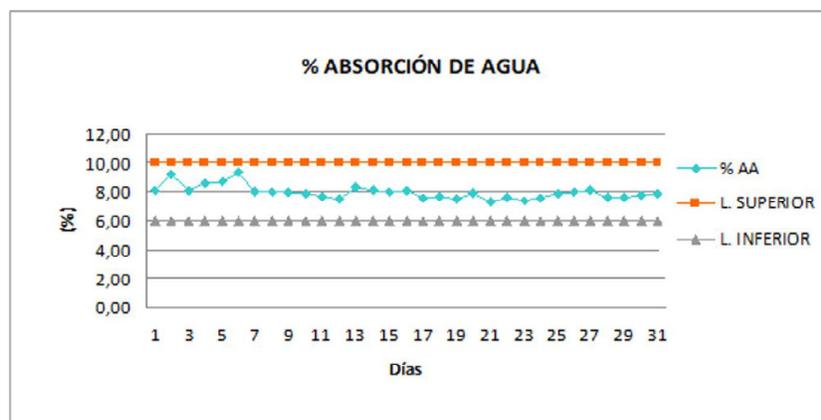


Figura 1. Seguimiento industrial a la variable “porcentaje de absorción de agua”. Fuente: Autores

Los resultados de la figura 1, dejan ver que durante el seguimiento al uso de la pasta cerámica formulada, la absorción de agua siempre estuvo dentro de los límites de control de la empresa, además de ello los resultados obtenidos con la nueva pasta, presenta menos dispersión respecto a los reportados con la pasta que tenía la empresa antes de iniciar el proceso de formulación aquí reportado.

Conclusiones

Se evidenció similitudes entre las diferentes materias primas arcillosas a nivel de

tipos de fases mineralógicas presentes (cuarzo, caolinita, moscovita, hematita y anatasa), aun así, hay algunas variaciones importantes en la concentración de las fases mayoritarias (Cuarzo, caolinita y moscovita) que parecen afectar los valores reportados de las propiedades tecnológicas evaluadas.

Se evidenció una correlación entre el contenido de fases arcillosas y la resistencia mecánica a la flexión (carga de rotura), hecho que conllevó a seleccionar la arcilla X5 como la de mayor concentración en el diseño de mezclas. En el caso de las materias primas desgrasantes, R3 fue seleccionado como el

más adecuado para el proceso, debido a su alto contenido de elementos fundentes (sodio y potasio) y a la baja contracción de cocción que genera en el proceso cerámico.

La formulación F5 fue seleccionada como la más idónea luego de un proceso de comparación a través de pruebas estadísticas. La prueba de seguimiento a nivel industrial permitió evidenciar que la pasta formulada reduce la dispersión de los datos en la variable “porcentaje de absorción de agua” respecto a los obtenidos por la pasta usada con anterioridad por la empresa.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo brindado por la Universidad Francisco de Paula Santander en especial al personal del Centro de Investigación de Materiales Cerámicos. De igual forma se agradece el apoyo brindado por la empresa cerámica para el desarrollo de las pruebas a escala industrial.

Referencias

- [1]. J. Ybarra, J. Giner y M. María, “Distrito industrial y política industrial: el caso de la cerámica española”, *Investigación Económica*, pp 47-76,1998.<https://www.jstor.org/stable/42777491>
- [2]. A. Barba, “From Chemical Engineering to ceramic technology: A review of research at the Instituto de Tecnología Cerámica”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 44(3), 155-168, 2005.[http://boletines.secv.es/upload/20070116131027.44\[3\]155-168.pdf](http://boletines.secv.es/upload/20070116131027.44[3]155-168.pdf)
- [3]. J. D. López, “La articulación y estrategia de la industria azulejera: de la tradición local a la internacionalización de las actividades”, *Investigaciones Geográficas (Esp)*, (19), 31-48,1998.<https://www.redalyc.org/pdf/176/17654249002.pdf>
- [4]. M. Fernández Abajo. *Manual sobre fabricación de baldosas, tejas y ladrillos*. Igualada: Laboratorio Técnico Cerámico,2000.<https://datos.bne.es/obra/XX2949843.html>
- [5]. E. Galán & P. Aparicio, “Materias primas para la industria cerámica”. *Seminarios de la sociedad española de mineralogía*, 2, 31-49,2006.http://www.sistemamid.com/panel/uploads/biblioteca/2014-09-17_01-38-52110129.pdf
- [6]. C. Blin, “Control de la calidad en la industria cerámica”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 6(2), 259-264,1967.<http://boletines.secv.es/upload/196706259.pdf>
- [7]. D. Paetsch, “Sobre el control de las materias primas en cerámica” *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 17(3), 1978.<http://boletines.secv.es/upload/197716151.pdf>
- [8]. O. J. Restrepo. *Baldosas cerámicas y gres Porcelánico: Un mundo en permanente evolución*. Escuela de Ingeniería Civil, Universidad Nacional de Colombia,2011. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/47252>
- [9]. D. Álvarez et al., “Características de las materias primas usadas por las empresas del sector cerámico del área metropolitana de Cúcuta (Colombia)”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 57(6), pp 247-256, 2018.<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0366317518300293>
- [10]. R. Mora-Basto, A. Torres-Sánchez, A. Chaparro-García & J. Sánchez-Molina, “Physicochemical and mineralogical properties of clays used in ceramic industry at North East Colombia”. *Dyna*, 86(209),

- 97-103,2019.<https://dialnet.unirija.es/servlet/articulo?codigo=7029911>
- [11]. O. Flórez-Vargas, J. Sánchez-Molina & D. Blanco-Meneses, “Las arcillas de las formaciones geológicas de un área metropolitana, su uso en la industria cerámica e impacto en la economía regional”. *Revista EIA*, 15(30), 133-150, 2018.<https://revistas.eia.edu.co/index.php/reveia/article/view/1219>
- [12]. J. Quintela, “El sector industrial cerámico. Análisis y estrategias”, en congreso mundial de la calidad del azulejo y del pavimento cerámico, (Castellon), pp 1-12, 2012.<https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/2012007.pdf>
- [13]. D. Teigeiro, et al., “comportamiento del consumidor en el mercado de reposición de productos cerámicos y su comparación con productos sustitutos”, en congreso mundial de la calidad del azulejo y del pavimento cerámico, (Castellon), pp 1-14, 2006.<https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/0061307s.pdf>
- [14]. M. Quereda, M. Lorente-Ayza, A. Saburit, M. Soriano, E. Miguel, P. Escrig & I. Segura, “Nuevas composiciones para una industria cerámica hipocarbónica”. *Qualicer*, 2020. <http://py.itc.uji.es/Content/docDifusion/PY180025/34%20POSTER%20ESP.pdf>
- [15]. E. Tortajada Esparza, I. Fernández de Lucio & D. Gabaldón Estevan, “Competitividad y rentabilidad. Nuevos retos de la industria de fritas, colores y esmaltes cerámicos.2008.https://digital.csic.es/bitstream/10261/10108/1/AC196_1_Qualicer%252008.pdf
- [16]. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. NTC 4321-3 Baldosas cerámicas. parte 3. Método de ensayo para determinar la absorción de agua, porosidad aparente, densidad relativa aparente y densidad aparente. Bogotá D.C. Editorial ICONTEC,2005. <https://www.icontec.org/rules/ingenieria-civil-y-arquitectura-baldosas-ceramicas-parte-3-metodo-de-ensayo-para-determinar-la-absorcion-de-agua-porosidad-aparente-densidad-relativa-aparente-y-densidad-aparente/>
- [17]. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. NTC 4321-4 Baldosas cerámicas. Parte 4: Método de ensayo para determinar el módulo de rotura y la resistencia a la flexión. Bogotá D.C.: Editorial ICONTEC, 2005.<https://tienda.icontec.org/gp-baldosas-ceramicas-parte-4-metodo-de-ensayo-para-determinar-el-modulo-de-rotura-y-la-resistencia-a-la-flexion-ntc4321-4-2020.html>
- [18]. American Society for Testing and Materials. ASTM C326-03. Standard test method for drying and firing shrinkages of ceramic whiteware clays. West Conshohocken, PA, EE.UU.: ASTM International, 2003. <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/C326-03.htm>
- [19]. W. Smykatz-Kloss. Differential thermal analysis: application and results in mineralogy. Berlín: Springer Science & Business Media. 2012.<https://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.idt=PASCALGEODEBRGM7520065483>
- [20]. J. F. Gelves, J. Sanches Molina & J. Diaz, “Efecto de las calizas agregadas a las pastas empleadas en la fabricación de productos cerámicos de construcción del área metropolitana

- de Cúcuta” *Respuestas*, 16(1), 38-44, 2011. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5364525>
- [21]. J. Sánchez-Molina, D. C. Álvarez-Rozo, y J. F. Gelves-Díaz, "Cisco de Café como posible material sustituto de arcilla en la fabricación de materiales cerámicos de construcción en el área metropolitana de Cúcuta", *Respuestas*, vol. 23, no. 1, pp. 27–31, 2018. <https://doi.org/10.22463/0122820X.1326>
- [22]. D. Alvarez, J. Sanchez y J. Gelves, "Influence of raw materials and forming technique in the manufacture of stoneware ceramic", *Ingeniería y competitividad: revista científica y tecnológica*, 19(2), pp 89-101, 2017. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_rtttext&pid=S0123-30332017000200093
- [23]. M. Carretero et al., "The influence of shaping and firing technology on ceramic properties of calcareous and non-calcareous illitic– chloritic clays", *Applied Clay Science*, 20(6), pp 301-306. 2002. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(01\)00076-X](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(01)00076-X)