

658-11

Investigaciones de laboratorio para la apreciación de las arcillas dilatadas

Drs. W. SCHELLMANN y H. FASTABEND
Ziegelindustrie, nº 2, 1972

1. INTRODUCCION Y PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La producción de granulados dilatados de arcillas y pizarras arcillosas (esquistos) ha experimentado en los últimos años un auge creciente en la República Federal de Alemania. Este desarrollo se vio notablemente favorecido por la maquinaria industrial, que construyó nuevas instalaciones para la obtención de arcillas dilatadas. En tanto que los sencillos hornos rotatorios tubulares (horno de cocción giratoria) de antiguo modelo no permitían más que una influencia relativamente reducida sobre las condiciones de producción en cuanto a temperatura de cocción y velocidad de circulación, las nuevas instalaciones de hornos rotatorios, dotadas de precalentadores de pozo o de parrilla, permiten un mejor control de las condiciones de calentamiento, y con ello una más adecuada adaptación a la materia prima prevista y al producto que se pretende obtener. Asimismo se han desarrollado hornos que trabajan según principios totalmente distintos, y en los cuales el material de dilatación se calienta con extraordinaria rapidez (por ejemplo procedimientos de circulación y flujo). En el cuaderno 21/22 (1970) de esta revista, H. Schmidt facilitó recientemente una idea breve acerca de la "Fabricación y aplicación de granulados de arcillas dilatadas en la literatura", en cuyo artículo se tratan también los distintos procedimientos de fabricación y dilatación.

El estado actual de la producción de productos dilatados de gran calidad se debe principalmente a los adelantos tecnológicos; la aplicación de nuevos conocimientos acerca de los materiales dilatados empleados y sobre la relación existente entre su composición y las propiedades de dilatación, por el contrario, quedaron relegados a segundo término. En numerosos casos, por ejemplo al cambiarse la fabricación de ladrillos por la producción de arcillas dilatadas, la materia prima está predeterminada. En tales casos, aparte la posibilidad de mejorar la materia prima mezclándola con otras arcillas o añadiendo componentes que facilitan la dilatación, es de capital importancia una adaptación óptima del proceso de producción a las propiedades y características del presente material, que, con frecuencia, resulta sólo limitadamente adecuado.

Y es precisamente este aspecto en el que los progresos tecnológicos en la construcción de hornos han de probar su utilidad.

En otros casos, la producción de arcilla dilatada o de pizarra arcillosa se planifica en un área económica de mayor envergadura, en la que se dispone de una serie de yacimientos de materia prima. Por el contrario, en el caso que tratamos, ha de estudiarse si, al utilizarse una materia prima más apropiada, cuya selección esté basada en una investigación previa más exhaustiva, resultan también suficientes unas instalaciones más sencillas pa-

ra la obtención del producto de dilatación que se pretende obtener. Una respuesta a esta clase de interrogantes no puede darse con carácter general, sino que cada caso aislado habría de ser el resultado de un cálculo económico debidamente razonado.

Por lo general, las investigaciones encaminadas a lograr una adecuada apreciación de las arcillas dilatadas se llevan a cabo en varias etapas.

Ocupan el primer lugar sencillos "test" realizados en hornos de mufla; eventualmente, también en termomicroscopio y en el horno gradiente. En el horno de mufla, calentado por electricidad, se determina el grado de dilatación a diversas temperaturas de combustión, en el curso de cuyo proceso las pruebas se exponen, en la mayoría de los casos, al introducirse en el horno súbitamente a la temperatura ajustada. En el horno de gradiente pueden efectuarse a continuación algunos ensayos o "test" para apreciar el comportamiento o reacción de la dilatación a distintas curvas de temperatura-tiempo. Cuando menos, debería determinarse el comportamiento de la arcilla dilatada ante un calentamiento paulatinamente progresivo, como se da el caso en los hornos rotatorios tubulares.

Únicamente, tras haber efectuado estos ensayos de orientación, podría decidirse si son convenientes ensayos ulteriores. En la segunda etapa es recomendable efectuar un examen analítico minucioso de la materia prima (composición química y mineralógica, análisis del tamaño de la granulación-granulometría). La composición de una arcilla dilatada aporta, en realidad, menos datos acerca de las propiedades de dilatación que los ensayos de dilatación en sí. No obstante, con ayuda de los datos analíticos obtenidos pueden plantearse y resolverse con mucha seguridad todos los problemas relacionados con el mejoramiento de la materia prima, así como los problemas que puedan plantearse en la elaboración, que cuando se recurre a medios totalmente empíricos. Por otra parte, en la segunda etapa de los ensayos sería conveniente estudiar exhaustivamente el comportamiento de la dilatación en distintas condiciones de calentamiento, debiendo determinarse, al propio tiempo, la influencia que pueda ejercer la granulometría. Las experiencias y datos obtenidos por medios científicos básicos resultan, evidentemente, de gran utilidad e importancia para la interpretación de los datos obtenidos en las dos primeras etapas de la investigación.

Las investigaciones que se realizan en la tercera etapa afectan directamente la posterior elaboración, con cuyo fin se ha de basar en la instalación productora que haya sido ya prevista. Se trata de ensayos o "test" llevados a cabo en hornos de laboratorio y en instalaciones de importancia semi-industriales, que en su forma de trabajar correspondan a las instalaciones para el tratamiento de arcilla dilatada que se hayan previsto, y en las que pueda trabajarse en las condiciones reales para la obtención del producto de dilatación que se pretenda lograr.

Se ha subrayado ya que los progresos logrados en la producción de material dilatado de alta calidad, se deben en gran parte al desarrollo tecnológico. A este respecto, las investigaciones realizadas de modo empírico en la tercer etapa ocupan un importante lugar. Lamentablemente, la investigación de los fundamentos del sector de la "arcilla dilatada" se llevan frecuentemente a cabo de una manera incompleta y poco práctica. La interpretación de los resultados obtenidos de modo aislado no dan lugar a establecer el necesario punto de unión con los problemas que la práctica plantea, más que de una forma incompleta. El resultado es que, en la mayoría de los casos, se intentan resolver empíricamente los problemas que surgen en las fábricas recurriendo a medios técnicos.

El presente trabajo ha de ser considerado como un intento de establecer una conexión entre la ciencia y la práctica. Aparte los resultados a que aquí se hace referencia, se había pensado, en principio, en otras investigaciones, tales como propuestas, modificaciones o

alteraciones de la composición de las materias primas analizadas, así como el estudio del comportamiento de la dilatación con diferentes características de calentamiento en el horno gradiente. No obstante, fue necesario, por falta de tiempo, prescindir, de momento, de estas investigaciones, lo mismo que de la ampliación o modificación de las investigaciones cromatográficas de gases, que el autor dio a conocer ya en el año 1963 (n.º 24 de esta publicación).

2. METODOS DE INVESTIGACION Y DATOS DE INVESTIGACION

Las investigaciones llevadas a cabo abarcaron 26 arcillas, de las que 25 procedían de la Baja Sajonia. Se trata de 12 arcillas de creta, 3 arcillas jurásicas, 7 arcillas terciarias y 4 arcillas cuaternarias. Los tipos 1 a 16 presentaron propiedades de dilatación más o menos acusadas, en tanto que las pruebas 17 a 26 no se dilataron o lo hicieron de modo inapreciable.

De cada una de las muestras de arcilla se secó aproximadamente 1 kg de material en una pulverizadora. Se realizaron las siguientes investigaciones con el material fino perfectamente homogeneizado:

1.º) *Calentamiento en el horno de elevadas temperaturas* [con elementos de calentamiento Kanthal (de la casa Naber) en condiciones atmosféricas normales].

Del polvo arcilloso humedecido se obtuvieron, en agujeros cilíndricos de un bloque de acero, volúmenes siempre idénticos, dándoles forma de bolas (diámetro 18 mm), que se introdujeron en el horno previamente recalentado, durante 10 minutos, a 1.100°, 1.150° y 1.200°C, en condiciones atmosféricas normales. Acto seguido se estableció la densidad en bruto (g/cm³) como medida para el comportamiento de la dilatación (tabla 1, columnas 2-4).

T A B L A 1
Comportamiento de la dilatación. (Densidad en bruto en g/cm³)

Muestra n.º	Atmósfera normal						
	sin precalentamiento:			precalentamiento a:			Atmósfera de O ₂
	1.100°C	1.150°C	1.200°C	400°C	600°C	800°C	
				1.200°C	1.200°C	1.200°C	1.200°C
1	0,63	0,45	0,28	0,33	0,65	1,46	0,37
2	1,09	0,56	0,43	0,58	1,25	1,11	0,51
3	0,97	0,67	0,46	0,71	1,17	1,22	0,64
4	0,87	0,70	0,53	0,75	0,96	0,76	0,53
5	1,00	0,67	0,50	0,64	0,97	0,89	0,54
6	1,01	0,71	0,48	0,75	1,38	1,64	0,74
7	1,06	0,73	0,45	0,71	1,36	1,33	0,59
8	1,12	0,64	0,48	0,91	0,92	1,51	0,72
9	1,27	0,58	0,40	0,60	0,70	0,71	0,87
10	1,03	0,77	0,53	1,08	1,25	1,47	0,83
11	1,16	0,68	0,50	0,67	1,25	2,00	0,63
12	1,00	0,76	0,60	0,78	1,49	0,95	0,61
13	1,26	0,69	0,44	0,51	1,46	1,50	0,73
14	1,08	0,77	0,54	0,70	1,30	0,93	0,93
15	1,23	0,89	0,29	0,50	0,98	1,43	0,66
16	1,15	0,83	0,56	0,91	1,40	1,77	0,90
17	1,10	1,10	1,05				
18	1,42	1,16	1,05				
19	1,40	1,50	1,40				
20	1,81	1,48	1,25				
21	1,75	1,95	1,29				
22	1,93	1,81	1,96				
23	2,00	2,33	1,54				
24	1,98	2,08	2,21				
25	2,34	2,00	2,35				
26	2,35	2,30	2,23				

- a) Calentamiento a 1.200°C en horno de alta temperatura bajo atmósfera de oxígeno. (Tabla 1, columna 8).
- b) Calentamiento a 1.200°C en horno de alta temperatura bajo atmósfera normal; los gránulos fueron previamente calentados a 400°, 600° e, incluso, 800°C durante 30 min. (Tabla 1, columnas 5-7).
- 2.º) *Caldeo en el termomicroscopio provisto de platina calefactora.* (LEITZ, modelo 2A iluminación por luz reflejada).

Cubos de 3 mm de longitud de arista, obtenidos mediante prensa manual, fueron introducidos lentamente en el horno del termomicroscopio a unos 950°C. El calentamiento ulterior, hasta alcanzar los 1.300°C, se efectuó a una velocidad de calentamiento de aproximadamente 10°C por minuto. Las fotografías de la figura 1 fueron obtenidas con luz reflejada. La totalidad de las 26 muestras fueron introducidas, con pequeñas diferencias de temperatura, en el microscopio; sin embargo, en la figura 1 solamente quedan reflejadas 14 a las temperaturas de 1.000°, 1.100°, 1.150°, 1.250° y 1.300°C. Las 12 pruebas o muestras, que no quedan reflejadas en dicha figura 1, no se apartan notablemente en su comportamiento de las 14 primeras, de modo que, al objeto de lograr una mayor claridad de apreciación, se procedió a esta selección.

3.º) *Ensayo o examen del comportamiento pirolástico.*

El polvo de arcilla fue expuesto en el crisol, durante 10 minutos, a las temperaturas del horno de 1.100°, 1.200° y 1.300°C. La subsiguiente valoración se realizó de modo ocular, según los fenómenos de fusión apreciados en el material. Los valores característicos obtenidos (tabla 2, columnas 1-3), han de interpretarse como sigue:

- 1 : no sinterizado.
2 : ligeramente sinterizado.
3 : sinterizado.
4 : ligeramente aglutinado.
5 : aglutinado.

Mediante la adición de los valores característicos, obtenidos de las tres temperaturas, se dedujo un valor índice del comportamiento de fusión muy aproximada y de fácil determinación (tabla 2, columna 4).

4.º) *Análisis termogravimétrico.*

Determinación de la pérdida de peso en la zona de temperaturas comprendidas entre los 1.000°-1.300°C, con ayuda de la balanza térmica (Stanton, modelo H-TD). La velocidad de calentamiento es de 350°C/hora; pérdida de peso en % (tabla 2, columna 5).

5.º) *Análisis químico* de SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ tot., FeO, Fe₂O₃, TiO₂, P₂O₅, MnO, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, H₂O⁻, H₂O⁺, CO₂ y C_{org}. Indicaciones en porcentaje de peso (tabla 3).

6.º) *Determinación difractométrica de la composición mineralógica* [según el procedimiento del contador-difractómetro (instalación Philips) en preparados de glicerina].

TABLA 2
Comportamiento o reacción de fusión y desprendimiento de gases.

Muestra n.º	1	2	3	4	Pérdida de peso en % de 1.000°C-1.300°C
	1.100°C	1.200°C	1.300°C	Valor total de fusión	
1	2	3	4	9	1,60
2	2	3	4-5	9,5	1,08
3	1	3	3	7	0,94
4	1	3	4	8	0,62
5	1	3	4	8	0,68
6	1	2-3	3	6,5	0,54
7	1	3	4	8	0,60
8	1	3	4	8	0,72
9	1	4	5	10	1,80
10	1	3	5	9	0,76
11	1	3	3	7	0,44
12	1	3	4	8	0,56
13	1	3	4	8	0,80
14	1	3	4	8	0,34
15	1	3	5	9	0,46
16	1	2-3	3	6,5	1,06
17	1	3	4	8	0,54
18	1	2	4	7	0,60
19	1	1	1	3	0,03
20	1	5	5	11	0,02
21	1	5	5	11	0,36
22	3	5	5	13	0,30
23	1	5	5	11	0,50
24	1	2	2	5	0,00
25	1	1-2	3	5,5	0,04
26	1	3	4	8	0,04

TABLA 3
Composición química (Peso %)

Pr.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃ total	FeO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	H ₂ O ⁻	H ₂ O ⁺	CO ₂	Org.
1	49,5	18,8	8,92	2,83	5,78	0,91	0,27	0,14	1,77	1,68	0,18	3,29	2,46	6,11	2,71	2,12
2	54,4	17,1	6,83	1,60	5,05	0,83	0,09	0,03	1,50	1,92	0,71	3,04	3,60	6,39	1,73	1,31
3	55,5	17,2	5,92	2,21	3,46	0,85	0,08	0,02	0,70	1,87	1,10	2,42	5,05	6,27	0,10	1,75
4	55,4	15,1	6,31	n. b.	n. b.	0,87	0,15	0,03	0,95	1,82	0,32	2,44	4,86	5,52	0,24	3,83
5	55,5	15,8	6,36	n. b.	n. b.	0,88	0,14	0,02	0,87	1,92	0,37	2,81	4,10	5,90	0,40	3,30
6	52,9	20,2	5,95	2,78	2,86	0,89	0,16	0,16	1,03	1,80	0,67	2,83	3,39	6,48	1,21	1,51
7	59,7	14,8	5,66	1,28	4,24	0,89	0,11	0,02	1,01	1,49	0,43	2,57	3,68	5,46	0,34	2,55
8	56,6	19,1	4,15	1,87	2,07	0,93	0,09	0,02	1,59	1,32	0,63	2,74	2,34	5,66	1,44	1,98
9	42,8	19,1	7,05	3,08	3,63	0,82	0,33	0,16	5,86	3,22	0,58	2,78	3,03	6,55	5,69	1,55
10	59,5	15,7	4,94	1,24	3,56	0,77	0,08	0,02	1,12	3,11	0,34	3,40	4,26	5,46	0,43	0,92
11	56,8	19,9	4,40	1,94	2,24	0,92	0,06	0,01	1,22	1,30	0,48	3,09	2,40	6,02	1,08	1,51
12	61,8	13,2	4,88	n. b.	n. b.	0,76	0,11	0,02	1,06	1,64	0,39	2,20	3,59	5,78	0,19	2,84
13	56,0	18,5	5,12	2,13	2,75	0,80	0,10	0,12	1,92	2,18	0,47	2,86	3,32	4,64	1,53	1,33
14	62,7	14,3	5,36	1,42	3,78	0,67	0,11	0,02	0,63	1,70	0,41	2,69	3,41	5,04	0,31	1,94
15	44,4	19,2	5,17	1,12	3,93	0,96	0,18	0,10	5,73	3,72	0,33	2,66	3,01	7,46	4,76	1,77
16	51,5	21,2	5,65	2,13	3,28	0,92	0,10	0,51	1,45	1,82	0,59	2,79	3,11	6,91	1,19	1,27
17	66,1	11,4	5,30	n. b.	n. b.	0,81	0,12	0,02	0,83	1,49	0,48	2,27	3,16	3,85	0,30	2,60
18	68,7	10,1	4,23	n. b.	n. b.	0,78	0,11	0,01	0,44	0,97	0,39	2,02	3,69	4,57	0,01	2,28
19	50,8	25,5	2,20	1,23	0,83	1,32	0,06	0,01	0,36	1,04	0,50	1,51	3,42	8,43	0,01	3,20
20	52,4	9,8	3,51	0,41	3,05	0,52	0,09	0,04	12,94	0,86	0,33	1,68	2,47	4,22	10,10	0,25
21	48,3	8,6	2,68	1,01	1,56	0,47	0,08	0,04	16,70	0,86	0,32	1,57	2,22	3,73	13,00	0,79
22	42,4	11,8	3,21	1,49	1,55	0,52	0,13	0,03	17,45	1,18	0,39	1,78	2,77	3,51	14,10	0,89
23	44,0	11,9	6,58	3,67	2,50	0,60	0,16	0,16	12,93	1,74	0,50	2,45	2,28	3,91	11,90	0,56
24	84,7	6,5	1,61	0,36	1,21	0,42	0,05	0,02	0,20	0,22	0,67	1,58	1,74	1,55	0,20	0,13
25	70,6	12,8	3,93	2,73	0,90	1,00	0,06	0,04	0,17	0,67	0,63	1,35	1,58	5,85	1,30	0,40
26	70,5	12,2	4,08	0,29	3,76	0,62	0,12	0,12	0,62	1,11	0,95	2,72	1,83	5,44	0,08	0,13

El contenido cuantitativo de los minerales fue determinado aproximadamente, con ayuda de los valores analíticos químicos, teniendo en cuenta, en cada caso, las correspondientes intensidades de rayos X. Los porcentajes de peso indicados (véase tabla 4), solamente han de considerarse como valores informativos, en los que el error relativo puede ser de $\pm 10\%$. Debe subrayarse que un análisis cuantitativo de fase de arcilla que resulte plenamente positivo y seguro no es posible. Las indicaciones contradictorias se basan en una minusvaloración de las posibilidades de errores.

T A B L A 4
Composición del mineral (Peso %)

Muestra n.º	Caolinita	Ilita	Cuarzo	Feldespato	Calcita	Siderita	Pirita	Residuos
1	35	28	18	2	3	3	2	9
2	35	32	25	2	3	1	—	2
3	34	30	26	1	—	—	4	5
4	45	15	30	3	—	—	2	5
5	30	32	28	2	1	—	3	4
6	45	30	19	—	2	1	—	3
7	30	26	35	2	1	—	2	4
8	39	20	25	2	3	—	3	8
9	45	24	15	—	10	3	—	3
10	30	28	32	3	1	—	—	6
11	40	29	23	4	2	—	—	2
12	30	20	40	3	—	—	3	4
13	35	31	25	2	3	—	—	4
14	26	23	39	5	1	—	3	3
15	41	26	20	1	10	1	—	7
16	45	24	20	2	3	—	—	6
17	18	20	51	1	1	—	5	4
18	17	22	48	10	—	—	—	3
19	65	10	20	—	—	—	—	5
20	20	23	32	1	23	—	—	1
21	20	16	33	—	30	—	—	1
22	20	26	19	1	31	1	—	2
23	28	6	35	—	23	4	—	4
24	8	12	64	15	—	—	—	1
25	30	14	51	—	—	3	—	2
26	17	20	48	14	—	—	—	1

7.º) *Análisis granulométrico.*

Las fracciones $< 2,2-20$ y $20-63 \mu\text{m}$ fueron determinadas según el método Pipett de acuerdo con Köln, en el que la arcilla, tras la destrucción de la sustancia orgánica, con un contenido del 15% de H_2O_2 , quedó dispersada en pirofosfato sódico $0,4 \text{ N}$. Las fracciones $63-200$, $200-630$ y $630-2.000 \mu\text{m}$ fueron determinadas por filtraje. Los valores indicados (véase la tabla 5) representan porcentajes de peso referidos a una sustancia libre de humus.

3. VALORACION E INTERPRETACION

a) *Ensayos de dilatación.*

El orden de sucesión que figura en las tablas 1-5 referente a las arcillas se estableció de acuerdo con su decreciente capacidad de dilatación. Como medida sirvió la suma de las densidades en bruto de las muestras cocidas con atmósfera normal a 1.100° , 1.150° y 1.200°C (véase la tabla 1, columnas 2-4), correspondiendo una suma creciente a una capa-

cidad de dilatación promedio decreciente. Las arcillas 1-16 son consideradas como arcillas de dilatación y, por el contrario, las arcillas 17-26 como no dilatables, aunque en las muestras o pruebas 17 y 18 pudieron apreciarse ligeros fenómenos de dilatación.

TABLA 5
Composición granulométrica en % de peso (diámetro en μm)

Muestra n.º	< 2	2-20	20-63	63-200	200-630	630-2.000
1	45,1	39,4	13,6	1,9	0	0
2	62,4	30,9	6,3	0,4	0	0
3	54,2	38,9	6,4	0,5	0	0
4	25,9	48,4	24,9	0,8	0	0
5	27,3	56,3	20,7	0,5	0,2	0
6	56,0	36,0	6,2	0,4	0,2	1,2
7	31,1	46,6	16,4	2,3	2,9	0,7
8	50,4	35,4	13,1	1,1	0	0
9	53,6	40,1	2,3	1,2	1,1	1,7
10	64,2	20,4	13,5	1,9	0	0
11	53,4	37,7	8,6	0,3	0	0
12	21,8	39,9	18,7	11,2	7,0	1,4
13	42,0	44,5	12,9	0,6	0	0
14	29,5	39,1	28,2	2,5	0,7	0
15	22,8	54,9	20,2	1,7	0,2	0,2
16	51,6	43,8	2,9	0,3	0,3	1,1
17	17,2	31,7	46,0	5,1	0	0
18	38,5	13,0	44,2	3,5	0,8	0
19	72,4	23,7	3,6	0,3	0	0
20	39,1	28,9	21,9	8,4	0,4	0,4
21	35,6	32,2	25,0	6,9	0,3	0
22	45,5	46,3	3,2	4,8	0,2	0
23	23,8	33,7	29,3	10,4	0,9	1,9
24	19,5	13,7	19,9	26,7	18,6	1,6
25	32,5	27,5	25,3	9,6	2,9	2,2
26	24,5	20,0	15,1	15,7	12,0	12,7

En ningún caso puede equipararse la capacidad decreciente de dilatación con una aptitud decreciente para la obtención de granulados dilatables; toda vez que para ello son precisos otros factores decisivos, que no pueden ser abarcados por la densidad en bruto de las arcillas dilatadas.

Una comparación de los valores (véase la tabla 1, columnas 2-4) demuestra que, en todas las arcillas de dilatación, la dilatación aumenta al aumentar la temperatura, es decir, que la densidad bruta disminuye notablemente. Por el contrario, en las arcillas no dilatables, esta regularidad ya no puede comprobarse.

La dilatación a 1.200°C en atmósfera de O_2 (véase la tabla 1, columna 8) dio lugar en la mayoría de los casos, en contra de lo que sucede con arcillas dilatadas a la misma temperatura, y en condiciones atmosféricas normales, a una disminución más o menos patente de la capacidad de dilatación. Es de esperar que se produzca una reducción de este tipo en una atmósfera de mayor oxidación; toda vez que la sustancia orgánica que, como es sabido, suministra gran parte de los gases de dilatación, ya se oxida en mayores proporciones antes de que la arcilla haya alcanzado un estado pirolástico. Resulta interesante que las muestras 4, 5 y 12, que no presentan una disminución, por lo menos apenas apreciable, de la capacidad de dilatación en atmósfera de O_2 , se caracterizan por su contenido especialmente elevado de sustancia orgánica (véase la tabla 3). Esto dio lugar a que se llegase a la conclusión de que, con elevados contenidos de partida en C_{org} de estas muestras, la disminución oxidante de los causantes de la dilatación ejercían poca importancia.

Un efecto aminorador de la dilatación parecido al que muestra el calentamiento en una atmósfera de oxígeno, lo presenta también un calentamiento prolongado de las arcillas a una temperatura por debajo de la de dilatación. También en este caso una parte de la sustancia orgánica queda eliminada por oxidación antes del proceso de dilatación de las arcillas. Es de esperar una disminución de la capacidad de dilatación, tanto mayor cuanto mayor sea la temperatura del precalentamiento. Estas previsiones quedan, por lo general, confirmadas por los resultados obtenidos de un precalentamiento de 30 minutos de duración a 400°, 600° y 800°C (véase la tabla 1, columnas 5-7). En todas las muestras puede apreciarse que con un precalentamiento entre 400° y 800°C hay una notable disminución de la capacidad de dilatación. Entre las temperaturas de tratamiento previo de 400° y 600°C, esta tendencia es, como era de esperar, menos manifiesta; en algunas muestras puede observarse incluso un ligero aumento de la capacidad de dilatación a 600°C frente a los 400°C.

Los resultados de dilatación obtenidos con el termomicroscopio (véase la figura 1), no siempre coinciden con los resultados obtenidos durante el calentamiento en un horno de elevadas temperaturas. Las discrepancias pueden atribuirse a la diversa velocidad de calentamiento y al tamaño de las muestras. La arcilla 2 presenta un intervalo muy amplio de dilatación, que se inicia ya a menos de 1.000°C. El dado de muestra se habrá dilatado ya a 1.000°C hasta adoptar la forma de una bola, cuyo diámetro aumenta ininterrumpidamente al incrementarse la temperatura hasta los 1.250°C, permitiendo apreciar, al alcanzar los 1.300°C, una ligera contracción del volumen, debido a un aumento de las partículas de fusión. En las muestras 5, 7 y 12 se inicia la dilatación en el termomicroscopio únicamente al alcanzar aproximadamente los 1.150°C, yendo paulatinamente en aumento y de modo uniforme hasta los 1.300°C. Por el contrario, la arcilla n.º 9 presenta un muy breve intervalo de dilatación, que se inicia igualmente a una temperatura aproximada de 1.150°C, pero que llega ya al máximo a los 1.250°C. La muestra de arcilla 15 se comporta de modo muy similar, pero la capacidad de dilatación se reduce muy poco al sobrepasar el máximo a 1.250°C; toda vez que las partes de fusión crecen lentamente. La capacidad de dilatación de la arcilla 16, que cierra la lista de las arcillas dilatadas, es muy limitada, pero aumenta con regularidad al aumentar la temperatura, no alcanzando aún el máximo al llegar a los 1.300°C.

Las arcillas no dilatables 17-26 no presentan siquiera en el termomicroscopio prácticamente propiedades de dilatación. Únicamente en la muestra 17 queda señalada una ligera dilatación a una temperatura de 1.300°C al producirse el estado de transición. Tratándose de las arcillas no hinchables, el termomicroscopio está especialmente indicado para la valoración del comportamiento de fusión; toda vez que no queda afectada por las alteraciones de forma.

La estructura porosa de los granulados de arcilla dilatada ha sido ya reproducida con frecuencia. Sin embargo, se nos antoja especialmente interesantes las reproducciones de las estructuras de dilatación muy amplias, lo que, tratándose de estos objetos, solamente se puede lograr con ayuda del microscopio electrónico de red (véase la figura 2).

Las fotografías independientes A, B y C muestran la estructura interna de una muestra de arcilla dilatada en el horno de laboratorio. En la imagen A, que representa un aumento de 20 ×, se aprecian poros de cierta importancia, que pueden observarse simplemente a ojo. Con un aumento de 200 veces (fotografía B), se aprecian en la película de fusión pequeños poros de hasta 5 μm de diámetro, mientras que con un aumento de 1.000 × pueden apreciarse en la película de fusión burbujas de gas de hasta 1 μm y aún menores.

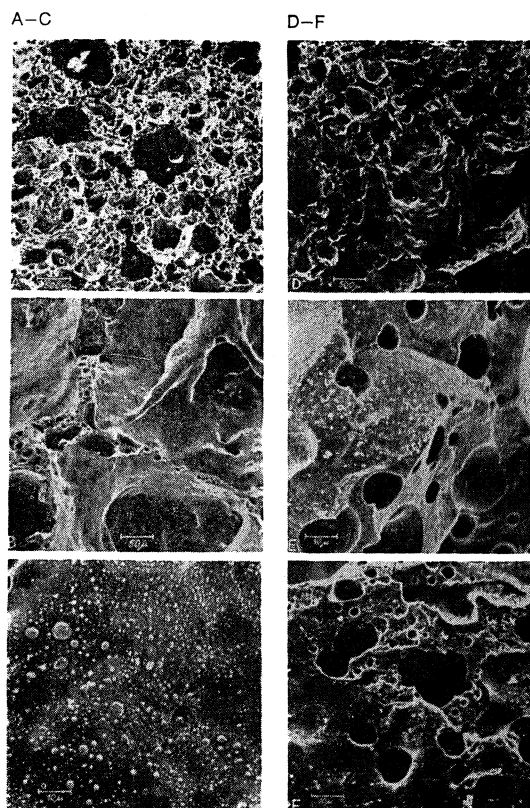
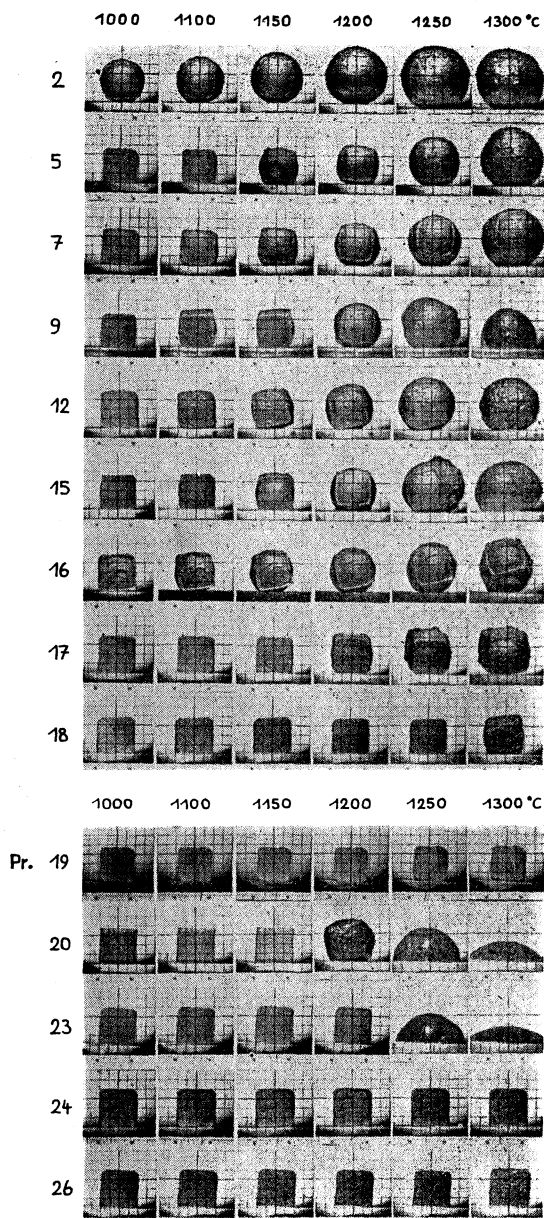


Fig. 2.—Fotografías de granulados de arcilla dilatada, obtenidas con el microscopio electrónico de red.

Fig. 1.—Fotografías obtenidas con el termomicroscopio.

Las fotografías aisladas D, E y F reproducen estructuras similares con una granulación de la arcilla dilatada obtenida por medios industriales. En tanto que la fotografía D fue, a su vez, obtenida con 20 aumentos, las fotografías E y F presentan, con 1.000 aumentos, igualmente poros muy pequeños ($< 1 \mu\text{m}$). La forma de embudo de algunos de los poros es especialmente apreciable en la fotografía E.

En todas las fotografías puede apreciarse que, en mayor o menor cuantía, se producen, de modo uniforme, gases en pequenísimas zonas parciales de la masa arcillosa, dando lugar a la formación de finísimos poros. Los poros gruesos o bastos se forman por la reu-

nión de poros de menores dimensiones, bajo una mayor presión de los gases. Mediante un espectro de los poros lo más regular posible, de poros no excesivamente grandes, se influye favorablemente sobre la solidez de un grano de arcilla dilatada.

b) *Ensayos de fusión*

El comportamiento de la fusión en el campo de temperaturas por encima de los 1.000°C es, aparte del desprendimiento de gases, la propiedad más importante en relación con la capacidad o aptitud de dilatación. Para lograr un perfecto conocimiento del comportamiento de las arcillas dilatables en el curso del proceso de dilatación y para la valoración de una mejora o perfeccionamiento artificial de las propiedades de dilatación, resulta de capital importancia el conocimiento del comportamiento de fusión. Una función decisiva es la viscosidad de la fase de fusión en dependencia de la temperatura, tal y como la determinaron Pawlow (1960) y Rosenberger (1967 y 1969) en una serie de arcillas. Las exactas valoraciones e interpretaciones debían basarse en el conocimiento de esta curva de viscosidad; sin embargo, en la práctica se da únicamente en casos aislados la posibilidad de efectuar la medición de dichos valores. La valoración que aquí se realiza en relación con el comportamiento de la fusión, basada en las fotografías obtenidas en el termomicroscopio, así como el examen y comprobación de los polvos, solamente puede considerarse como una sustitución cualitativa de las mediciones de la viscosidad inexistentes. Para muchas cuestiones planteadas en la práctica debe bastar esta estimación o valoración.

Los valores característicos, de fácil y rápida obtención, acerca del comportamiento de fusión de las muestras de polvo (véase la tabla 2, columnas 1-3), facilitan de por sí una idea general satisfactoria. La suma de estos valores característicos (columna 4 de la tabla 2) se encuentra en las arcillas de dilatación, cuyas partes fusionables no deberán ser ni demasiado elevadas ni excesivamente bajas, entre 6, 5 y 10, y en los casos más frecuentes, entre 7 y 9.

En las arcillas sin dilatación los valores totales de fusión son, por una parte, de 3,5 y 5,5, y por otra, de 11 y 13, así como igualmente 7 y 8. De estas muestras, únicamente las arcillas 17, 18 y 26 cumplen con los requisitos de fusión necesarios para la dilatación, en tanto que las arcillas no dilatables o hinchables producen una masa de fusión demasiado elevada o excesivamente baja.

La inclusión de los valores de fusión totales en el diagrama triangular $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-fundente}$, prueba que las muestras con los valores de 6,5 hasta 9 se mantienen dentro de la conocida zona de dilatación de arcillas de Riley (1951) (figura 3; el número de cada una de las muestras de las arcillas se obtienen en la figura 4). Las arcillas no propensas a la dilatación, 19, 24 y 25, con los valores de fusión totales excesivamente bajos, de 3,5 y 5,5, se encuentran fuera de este campo, en dirección al lado $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$; en tanto que las muestras igualmente no hinchables, 20, 21, 22 y 23, con los valores excesivamente altos, de 11 y 13, se encuentran también fuera del campo de Riley, debido a su elevado contenido en fundente. Los valores totales de fusión y la composición química (composición en el diagrama de Riley) permiten un perfecto paralelismo.

Asimismo, el comportamiento de fusión observado en las arcillas no hinchables en el termomicroscopio se ajusta bien a este marco. Las fotografías obtenidas de las muestras 19, 24 y 25 (valores de fusión totales 3,5 y 5,5) no presentan alteraciones incluso al alcanzarse los 1.300°C. Por el contrario, las muestras 20, 21 y 23 (valor de fusión total 11) al-

canzan ya a una temperatura de 1.250°C el punto semiesférico; mientras que la prueba 22 (valor de fusión total 13) adquiere ya a una temperatura de 1.220°C su punto semiesférico. En las arcillas no dilatables, 18 y 26 (valores de fusión totales 7 y 8), puede apreciarse ya en el termomicroscopio que la razón de la deficiente capacidad de dilatación no ha de buscarse en un comportamiento de fusión desfavorable. Ciertamente, estas dos muestras no presentan tampoco, hasta llegar a una temperatura de 1.300°C, alteraciones de la forma debidas a la formación de caldeo o masa de fusión; sin embargo, la superficie del cubo se va oscureciendo siempre más, a medida que aumenta el calor. En la zona comprendida entre 1.200° y 1.300°C aparecen en las fotografías pequeños puntos blancos motivados por la reflexión de la luz en diminutas partículas de colada. Este fenómeno, únicamente apreciable con la luz incidente, señala que se ha producido la formación de masa de fusión en cantidades suficientes que favorecen la dilatación.

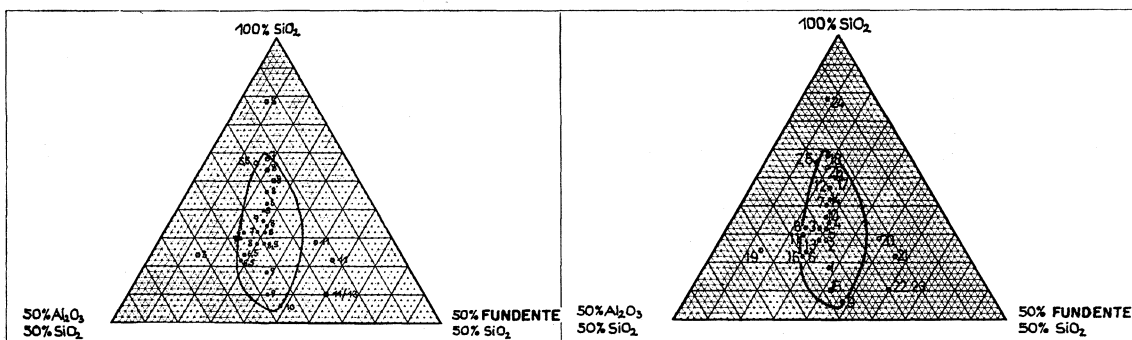


Fig. 3.—Coeficientes de fusión acumulados y composición química.

- Arcillas dilatables.
- Arcillas no dilatables. Fundente.

Fig. 4.—Composición química.

- Arcillas dilatables.
- Arcillas no dilatables.

c) *Análisis termogravimétrico*

Una balanza térmica registra constantemente el peso de una muestra que, simultáneamente, se va caldeando. Las pérdidas de peso que se producen al calentarse las arcillas entre los 100° y los 1.000°C se deben, principalmente, a la pérdida de humedad, deshidroxilación de los minerales de la arcilla y al desdoblamiento del CO₂ en los carbonatos. En las arcillas dilatables interesan, ante todo, las alteraciones que se producen en la zona comprendida entre los 1.000° y los 1.300°C; toda vez que las pérdidas de peso, que se registran a estas temperaturas, constituyen una medida de la cantidad de los gases de dilatación desdoblados.

Los ensayos dieron por resultado que todas las arcillas dilatables experimentan una apreciable pérdida de peso entre los 1.000° y 1.300°C, que se encuentra entre 0,3 y 1,8 % (véase la tabla 2, columna 5). Sin embargo, entre las 10 arcillas no hinchables se encuentran, por el contrario, cinco muestras que no presentan una pérdida de peso, o cuando menos, no se aprecia, en la misma zona de temperaturas (< 0,05 %); mientras que la disminución de peso de las cinco arcillas restantes oscila entre 0,3 y 0,6 %.

Partiendo de las pérdidas de peso aquí mencionadas, medidas en el curso de un paulatino calentamiento (350°C/hora), no puede llegarse a una directa conclusión acerca de los gases de dilatación liberados en el curso de un calentamiento acelerado, tal y como ocurre en la práctica. Al objeto de permitir una comparación, la firma Linseis, de Selb, examinó —por lo que le quedamos muy agradecidos— dos arcillas (muestras 20 y 2) en una

balanza térmica, que permitía un rápido calentamiento. En el curso de estos ensayos quedó demostrado que, incluso a una velocidad de calentamiento de 45°C por minuto, se produjeron prácticamente las mismas pérdidas de peso que en los ensayos efectuados por nosotros con calentamiento lento.

Estos resultados de análisis térmicos indican que las arcillas no dilatables, 19, 20, 24, 25 y 26, no pueden dilatarse sin la adición de sustancias productoras de gases. Teniendo en cuenta, sin embargo, que estas arcillas, a excepción de la n.º 26, presentan un insuficiente comportamiento de fusión, estas muestras tendrían que ser intencionadamente modificadas en su composición, al objeto de lograr aptitud de dilatación.

d) *Composición química*

Los valores analíticos (tabla 3) fueron inscritos en el conocido diagrama triangular SiO_2 , Al_2O_3 , fundente ($\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{Fe}_2\text{O}_3$), en el que se limitó la zona de la arcilla dilatada según Riley (véase figura 4). La totalidad de las arcillas dilatables se encuentra también en el caso presente y en dicha zona, con lo que, una vez más queda demostrado, la posición del "Campo de Riley" constituye una condición química fundamental para las arcillas dilatables.

Únicamente tienen una formación de fundente adecuada aquellas materias primas que no se encuentran ni demasiado elevadas ni excesivamente bajas. Las leyes teóricas deducidas por otros autores para la composición química de arcillas dilatables, y que Rosenberger trató con más detalle (1969), nos parecen, basándonos en nuestras experiencias, poco adecuadas.

Ha quedado ya demostrado que los coeficientes de fusión acumulados en el "Campo de Riley" para las arcillas dilatables entre 6,5 y 10, oscilan sin embargo de modo predominante entre 7 y 9 (véase la figura 3). Sería recomendable y deseable hallar una relación numérica clara entre la viscosidad de la fase de fusión y la posición en el campo de Riley; no obstante, esta función no puede ser deducida, toda vez que bajo el concepto de fundente se incluyen componentes químicos con diferente disminución del punto de fusión y, por otra parte, teniendo en cuenta que la diferencia en el tamaño de los gránulos ejerce influencia sobre la formación de fundente.

De especial interés es la posición de las arcillas no dilatables en el diagrama triangular. Siete de las diez muestras se encuentran fuera del campo de Riley, lo que indica que se producen fundentes demasiado elevados (muestras 20, 21, 22 y 23) o demasiado bajos (muestras 19, 24 y 25) (véase la figura 4, y compárese también la figura 3). Las arcillas no dilatables, 17, 18 y 26, se encuentran dentro de este campo y, precisamente, en la parte superior. De estas muestras, las arcillas 17 y 18 desarrollan, conforme los análisis termogravimétricos, también gases de dilatación en cantidades suficientes, de modo que, en realidad, estas dos muestras deberían dilatarse. De hecho, tampoco pueden considerarse claramente como arcillas no dilatables, sino que habrían de clasificarse como pertenecientes a una zona de transición.

Para el propuesto mejoramiento de una arcilla no dilatada por causa de comportamiento deficiente de fusión, es preciso conocer la composición química de la arcilla así como de los materiales o sustancias añadidas. De este modo podrían, por ejemplo, pasar las arcillas 20, 21, 22 y 23, por su composición química, al campo de Riley mediante mezcla con una materia prima consistente, sobre todo, en caolinita y cuarzo, con lo que resultarían dilatables. La muestra 20 requeriría, además, la adición de una sustancia productora de gas de dilatación.

e) *Composición mineralógica*

La composición mineralógica y la composición química están en relación recíproca, ya que la estructura y la distribución de los componentes de la mezcla determinan el mecanismo total de una materia prima. De este modo, unas propiedades deducidas de la composición química podrían, en principio, deducirse igualmente de la composición mineralógica. Por ejemplo: el campo de Riley podría sustituirse por un adecuado campo en el sistema químico mediante un sistema mineralógico convenientemente elegido. Teniendo en cuenta que los minerales constituyen los componentes naturales de una arcilla, este procedimiento parece, a primera vista, el más apropiado y más natural.

Así, por ejemplo, subraya Kromer (1970) la decisiva importancia de la composición mineralógica; toda vez que de la misma es claramente deducible el comportamiento de la fusión así como las condiciones de descomposición. Sin embargo, en realidad, esta clase de deducciones tiene más bien carácter académico, lo que no puede ser de utilidad para la valoración o estimación práctica de las arcillas dilatables. El mayor y fundamental inconveniente reside en el hecho, de que la composición mineral de una arcilla no puede establecerse con la precisión o exactitud necesarias. No puede fijarse la parte proporcional, es decir, el porcentaje de los distintos componentes, con meridiana claridad, ni existe la posibilidad de determinar satisfactoriamente la composición química de algunos de los minerales importantes, que se dan con frecuencia en la arcilla, como la montmorillonita (silicato arcilloso), la clorita, silicatos estratificados con estructura de sedimentación alternativa, espato flúor y, en su caso, partículas amorfas, como alófanas, óxidos férricos y sustancias orgánicas. Resulta también decisivo el hecho de que los conglomerados primarios han quedado ya ampliamente desintegrados térmicamente aun antes del procedimiento de dilatación, transformándose en vidrio y mullita. Sin embargo, este componente difractográficamente amorfo se caracteriza más adecuada y acertadamente en nuestras observaciones por su composición química.

Esto no supone, de ningún modo, que de la composición primaria de los minerales contenidos en las arcillas no puedan sacarse conclusiones acerca de su comportamiento de dilatación; pero, no obstante, los valores analíticos facilitan por lo general conclusiones más amplias y más exactas.

La composición mineralógica de las 26 arcillas se encuentra detallada en la tabla 4. En la totalidad de las muestras no se pudo comprobar prácticamente por medios radiográficos las existencias de otros minerales arcillosos, excepto la caolinita y la ilita. Sin embargo, es de suponer que al proceder a un ensayo de la fracción de $< 2 \mu\text{m}$ se hubiese podido comprobar la existencia de otros minerales arcillosos, como montmorillonita, clorita o minerales arcillosos con estructuras de sedimentación alternativa, en cantidades reducidas.

Lo más interesante resulta también en este caso de la observación de las arcillas no dilatables. Los componentes de fusión demasiado elevados de las arcillas 20, 21, 22 y 23 han de atribuirse, ante todo, a los más elevados contenidos de calcita, de un 23 % a un 31 %. Por el contrario, las muestras 17, 18, 24, 25 y 26 presentan componentes de cuarzo que oscilan entre los 48 y los 64 %; en tanto que la producción extremadamente reducida de fundentes de la arcilla 19 está motivada por el elevado contenido en caolinita, que alcanza un 65 %. De este modo se distinguen claramente las arcillas no dilatables de las arcillas dilatables, debido a su elevado contenido en calcita, cuarzo o caolinita ¿se distinguen las arcillas dilatables por un contenido mineral característico, según dedujo Kromer (1970) como resultado de sus investigaciones? Los análisis de las

arcillas dilatables, en número de 16, muestran, como simple característica, que se componen principalmente de caolinita, illita y cuarzo, estando presente en mayor proporción la caolinita que la illita. De esta comprobación no puede, sin embargo, deducirse que otros minerales arcillosos puedan participar de modo decisivo en la composición de las arcillas dilatables. Frecuentemente se determinó la montmorillonita, cuya composición química se encuentra dentro del campo de Riley, como componente esencial de arcillas dilatables. Así llega Albert (1957) como resultado de sus investigaciones, e incluso a la conclusión de que las arcillas dilatables han de contener un 25 a 30 % de montmorillonita; una suposición que queda desmentida por los resultados que hemos obtenido. Kromer demostró en las arcillas dilatables examinadas por él, ante todo, la existencia de los minerales arcillosos illita, clorita, o sudoita, montmorillonita y minerales arcillosos de estructura de sedimentación alternativa; en tanto que los minerales caoliníticos quedan relegados a segundo término.

Los resultados extraordinariamente variables obtenidos por los distintos autores demuestran claramente que las arcillas dilatables no se caracterizan por una composición mineralógica específica. Antes bien, su contenido mineral puede fluctuar cuantitativa y cualitativamente en una zona amplia. Sus límites pueden fijarse convenientemente mediante un análisis químico (situación en el campo de Riley). Contenidos especialmente elevados de minerales, cuya composición queda muy fuera del campo de Riley —principalmente el cuarzo, la caolinita y la calcita—, excluyen una capacidad de dilatación de las arcillas.

f) Estructura granulométrica

La estructura o composición granulométrica constituye una importante característica de las arcillas, cuya importancia, en cuanto a la capacidad de dilatación, ha sido ya discutida con harta frecuencia. Por lo general, se admite que el efecto de dilatación aumenta al acrecentarse la proporción de grano fino. La composición granulométrica de las 26 arcillas que nos ocupan (véase la tabla 5) fue registrada en el triángulo de granulación con los componentes < 2 , $2-20$ y $> 20 \mu\text{m}$ (figura 5). La representación permite apreciar cierta separación entre las arcillas dilatables y las no dilatables. Ninguna de las arcillas que contengan más de un 40 % de mezcla $> 20 \mu\text{m}$ puede dilatarse.

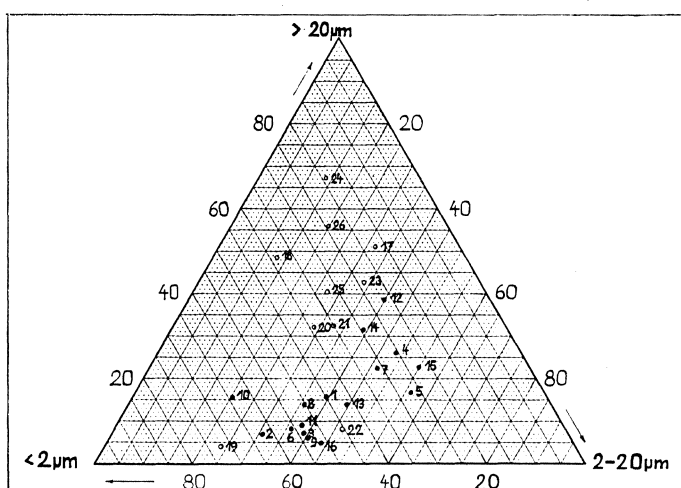


Fig. 5.—Composición granulométrica.
● Arcillas dilatables.
○ Arcillas no dilatables.

Las arcillas dilatables contienen componentes muy diferenciados en la fracción $< 2 \mu\text{m}$, que se encuentran entre 21,8 % (arcilla 12) y 64,2 % (arcilla 10). No existe relación al-

guna entre la capacidad de dilatación y el componente de arcilla ($< 2 \mu\text{m}$). La proporción más elevada de todas las muestras, con un 72,4 %, la presenta la arcilla 19, la cual no ofrece las más mínimas propiedades de dilatación y que, debido a su elevado contenido de caolinita (el mayor de todas las pruebas, con su 65 %), tampoco puede ofrecerlas.

La delimitación llevada a efecto por Rosemberger en 1969 en tres zonas del triángulo granulométrico, que representa arcillas dilatables muy buenas, desde suficientes hasta buenas, y desde condicionadamente aptas hasta no aptas, no puede realizarse, ni siquiera de modo aproximado, en las muestras presentes. Al igual que sucedió con la composición mineralógica, es posible llegar sólo a una conclusión negativa en cuanto a la estructura granulométrica, debido al reducido número de pruebas: arcillas con más de 40 a 50 partes de la fracción $> 20 \mu\text{m}$ no tienden a la dilatación. Esta comprobación explica también la falta, o la muy reducida capacidad de dilatación de las muestras 17 y 18, las cuales, si se tienen en cuenta su comportamiento en la fusión y la producción de gases, deberían haber podido evidentemente dilatarse, pero cuyas partes en la fracción granulométrica de $> 20 \mu\text{m}$ están situadas aproximadamente en un 50 %.

Los componentes de la granulometría de $> 20 \mu\text{m}$ están presentes principalmente en forma de cuarzo, según lo demuestra una comparación con los contenidos de cuarzo (véase la tabla 4). Independientemente del hecho de que el contenido demasiado elevado de cuarzo puede aumentar excesivamente la viscosidad de la fusión, se debe apreciar la importancia de las partes de arena gruesa, principalmente en la desfavorable influencia que ejercen sobre la estructura de los gránulos de arcilla dilatados. Se supone que, partiendo de los gránulos gruesos, de difícil fusión, se producen capilares y grietas, a través de los cuales pueden escaparse, sin ser aprovechados, los gases de dilatación. La creación de una estructura, sin capilares ni grietas, constituye, por tanto, un tercer criterio para las arcillas dilatables, que debe lograrse, aparte de un adecuado comportamiento de reblandecimiento con el necesario desdoblamiento de gases. Los resultados de los presentes ensayos inclinan a pensar que este criterio no se ha alcanzado en más de 40 a 50 % de componentes de gránulos de $> 20 \mu\text{m}$ (generalmente cuarzo).

Desde luego, esta condición no parece encerrar una importancia tan grande que nos lleve a la total exclusión de la capacidad de dilatación, basándonos en nuestras propias experiencias, como ocurre con las dos premisas generalmente admitidas.